

INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DO PROCESSO DE NITRETAÇÃO IÔNICA, SOBRE A RESISTÊNCIA À ABRASÃO NO AÇO FERRAMENTA SINTERIZADO CPM-M4¹

Rosamel Melita Muñoz Riofano²

Luiz Carlos Casteletti³

Resumo

O aço rápido CPM-M4 é uma modificação do aço AISI M4, com maior teor de carbono, silício, tungstênio e molibdênio, para maior temperabilidade. Possui resistência ao desgaste, resistência a quente e tenacidade superiores a dos aços rápidos convencionais. As exigências crescentes de peças sinterizadas com maiores durezas, resistência ao desgaste, resistência à tração e resistência à fadiga tornaram os tratamentos termoquímicos desses materiais uma prática usual. A nitretação iônica é um tratamento termoquímico promissor para melhorar a resistência dos mesmos. O presente trabalho tem por objetivo estudar a influência dos parâmetros do processo de nitretação iônica, sobre a resistência à abrasão no aço sinterizado CPM-M4. As camadas nitretadas obtidas foram avaliadas por meio de ensaios de microdureza na superfície e na seção transversal, microscopia ótica e eletrônica de varredura, análise por difração de raios X e ensaios de abrasão do tipo "pino-sobre-disco". Observou-se que, as durezas das camadas aumentaram consideravelmente depois da nitretação iônica, devido a formação de VN. No ensaio de desgaste abrasivo verificou-se que tal aumento de dureza resultou em uma menor perda de massa, quando a camada de compostos é constituída significativamente de VN e fase γ' -Fe₄N. O incremento do tempo de tratamento não influenciou na forma e tamanho dos carbonetos presentes nesses aços.

Palavras-chave: Nitretação iônica; Aço sintetizado CPM-M4; Resistência ao desgaste.

¹ 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro - RJ.

² Departamento de Engenharia de Materiais, Aeronáutica e Automobilística, EESC-USP-Brasi, romemuri@sc.usp.br

³ Departamento de Engenharia de Materiais, Aeronáutica e Automobilística, EESC-USP-Brasi, castelet@sc.usp.br

INTRODUÇÃO

O emprego da técnica de “metalurgia do pó” (MP) para a produção de aços, vem se ampliando rapidamente, principalmente porque se consegue obter materiais com composições químicas impossíveis de serem obtidas pelos processos convencionais de fundição, com excelente homogeneidade estrutural e microestrutura fina, além da possibilidade da produção de componentes com dimensões dentro de estreitas faixas de tolerância.

O processo de metalurgia do pó produz aços melhorados com estrutura homogênea e são caracterizados pela estabilidade dimensional, abrasividade, e tenacidade superiores as dos aços produzidos pelos processos convencionais.

O aço rápido CPM-M4 é uma modificação do aço AISI M4, com maior teor de carbono, silício, tungstênio e molibdênio, para maior temperabilidade. Possui resistência ao desgaste, resistência a quente e tenacidade superiores a dos aços rápidos convencionais, sendo aplicado em ferramentas de corte, como ferramentas para furação (brocas, alargadores, machos); ferramentas de conformação; ferramentas estáticas de corte; ferramentas para corte de engrenagens; fresas circulares; fresas de topo para desbaste e para acabamento, e outras.^[1]

As exigências crescentes de peças sinterizadas com maiores durezas, resistência ao desgaste, resistência à tração e resistência à fadiga tornaram os tratamentos termoquímicos desses materiais uma prática usual. A nitretação iônica é um tratamento termoquímico promissor para melhorar a resistência dos mesmos, abrindo-se assim um novo campo de aplicação destes materiais. O presente trabalho tem por objetivo estudar a influência dos parâmetros do processo de nitretação iônica, sobre a resistência à abrasão no aço sinterizado CPM-M4.

MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado foi o aço sinterizado CPM-M4. A Tabela 1 apresenta a composição química nominal do aço.

Tabela 1. Composição química do aço (% em peso)

Aço Sinterizado	C	Cr	Mo	V	W	Mn	Si	Fe
CPM - M4	1,42	4,00	5,25	4,00	5,50	0,30	0,30	Bal.

Foram realizados tratamentos térmicos de têmpera e revenido para se alcançar os níveis de durezas desejados para o material. A Tabela 2 descreve os ciclos térmicos aplicados nos tratamentos.

Tabela 2. Parâmetros utilizados para os tratamentos térmicos do aço sinterizado.

Aços	Tratamentos de Têmpera e Revenido
CPM-M4	<i>Austenitização:</i> 1140°C (t = 1:30) <i>Tempera:</i> - em banho de sal (T = 550°C, t = 5 min.) - ao ar em temperatura ambiente até 50°C. <i>Revenido:</i> - 3 x 2 horas cada à 550°C - 4 x 1 hora à 600°C - resfriamento ao ar

* a tempera em banho de sal foi realizada sem agitação.

Os tratamentos térmicos do aço CPM-M4 foram realizados, de tal maneira que depois de temperado e revenido a dureza se situasse entre 61-63HRc.

Os corpos de prova antes de serem colocados dentro da câmara foram limpos com éter de petróleo em ultra-som durante 12min. Para a nitretação iônica usou-se uma mistura gasosa de 20%N₂ + 80%H₂, com pressão total de 5mbar. O resfriamento das amostras, no final de cada tratamento, foi realizado em vácuo. A Tabela 3 apresenta as outras condições do tratamento.

Tabela 3. Condições de tratamento de nitretação iônica. Aço CPM-M4.

Temperatura (°C)	550
Tempo (h)	1, 3 e 5
Composição gasosa (%)	80%H₂ : 20%N₂
Pressão (Mbar)	5

Para a determinação das durezas utilizou-se um microdurômetro Micromet 2104 (digital), com cargas de 25, 50 e 100gf. As medidas de dureza foram realizadas antes e após cada tratamento de nitretação iônica. A dureza superficial foi medida, utilizando uma carga de 100gf. Além de medir-se a dureza nas superfícies, também se realizou medidas de durezas na seção transversal às camadas, utilizando uma carga de 25gf até uma profundidade de aproximadamente 15µm. A partir dessa profundidade as medidas foram realizadas com carga de 50gf. As amostras utilizadas, neste caso, foram previamente lixadas e polidas mecanicamente e submetidas a um processo de limpeza. As espessuras das camadas nitretadas foram determinadas, medindo-se da superfície até o ponto onde o valor de dureza foi 50HV maior do que o do substrato (núcleo do metal), de acordo com a norma JIS G0562.^[2] As fotomicrografias foram feitas em um Microscópio Carl-Zeiss modelo Axiotech, com a técnica de contraste de interferência diferencial. Os ensaios de desgaste abrasivo foram realizados num abrasômetro do tipo “pino-sobre-disco”, com lixa de SiC de 500µm (mesh) e usando-se uma carga constante de 320g. O desgaste foi realizado em condições não lubrificadas a temperatura ambiente. Cada amostra foi ensaiada com 2000 voltas, com pausa a cada 200 giros com pesagem da amostra usando-se uma balança Mettler com 0,0001g de precisão. A análise dos dados foi realizada a partir da perda de massa em função do número de giros. A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para a observação com maiores detalhes da microestrutura da camada nitretada.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise química do aço em estudo foi realizada por via úmida, a Tabela 4 mostra os resultados dessas análises.

Tabela 4. Composição química dos aços sinterizados, (% em peso).

Aço Sinterizado	C	Cr	Mo	V	W	Mn	Si	Fe
CPM - M4	1,39	4,96	5,92	3,88	5,73	0,27	0,48	Bal.

A Figura 1 mostra a micrografia do aço depois do tratamento térmico. Observa-se uma microestrutura constituída de martensita fina (seta a) e carbonetos (seta b) não dissolvidos distribuído uniformemente. Os carbonetos na matriz martensítica proporcionam resistência intrínseca à desgaste enquanto que o grão de tamanho muito pequeno aumenta a tenacidade.^[3]

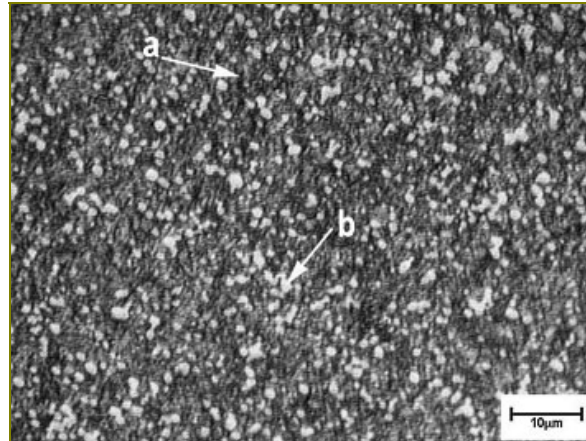


Figura 1. Metalografia do aço CPM-M4 sinterizado após revenido. Destaque distribuição uniforme de carbonetos, numa microestrutura martensítica revenida fina. Ataque: Nital 3%.

A superfície do aço sinterizado depois de nitretado é mostrada na Figura 2. Nelas observa-se que a nitretação iônica alterou significativamente a topografia da superfície induzindo ao aparecimento de uma formação granulosa. Nota-se também que essa formação granulosa é mais intensa com o incremento do tempo de nitretação. Kuhn-Arroyo et al^[4] também observaram o mesmo efeito em aços sinterizados de elevada resistência nitretados ionicamente, explicando que a formação granulosa sobre a superfície é devida à contínua precipitação de nitretos decorrente do processo de nitretação. Os autores também verificaram que a nitretação não leva à eliminação da porosidade superficial, embora ficasse evidenciada a presença de nitretos nos interiores dos poros.

As manchas mais escuras referem-se a ondulações muito sutis na amostra, devidas ao impacto do plasma contra a mesma. Apesar do tempo curto de nitretação (1h) a formação granulosa já é evidente. Isto é devido ao contínuo bombardeamento iônico sobre a superfície, que por sua vez, é intenso na temperatura de 550°C.

As durezas superficiais, medidas sobre as camadas obtidas tiveram um aumento significativo, quando comparada à dureza da mesma antes de ser íonitretada, tal como pode ser observado na Tabela 5. O aumento de dureza é devido aos elementos ligantes. O teor de carbono (1,34%), juntamente com a presença de grandes quantidades de elementos formadores de nitretos (4,96%Cr; 5,92%Mo e 3,88%V), e com um forte formador de carboneto (5,73%W), deixou uma suficiente quantidade de espécies nitretáveis disponíveis, desta maneira incrementando a formação de nitretos, que por sua vez aumentou a sua dureza. A superfície enriquecida em nitrogênio possui melhores propriedades de deslizamento deste modo facilitando o corte, resultando temperaturas menores em operação^[3]. Os valores de dureza do aço M4 obtidos neste trabalho são maiores aos obtidos por Eltropuls^[5] no aço M2, 1004-1245HV. Ao respeito do tempo de nitretação, nota-se que tempos longos de nitretação (5 horas) tiveram uma diminuição na dureza superficial do que os outros que foram nitretados por uma curta duração (1 hora).

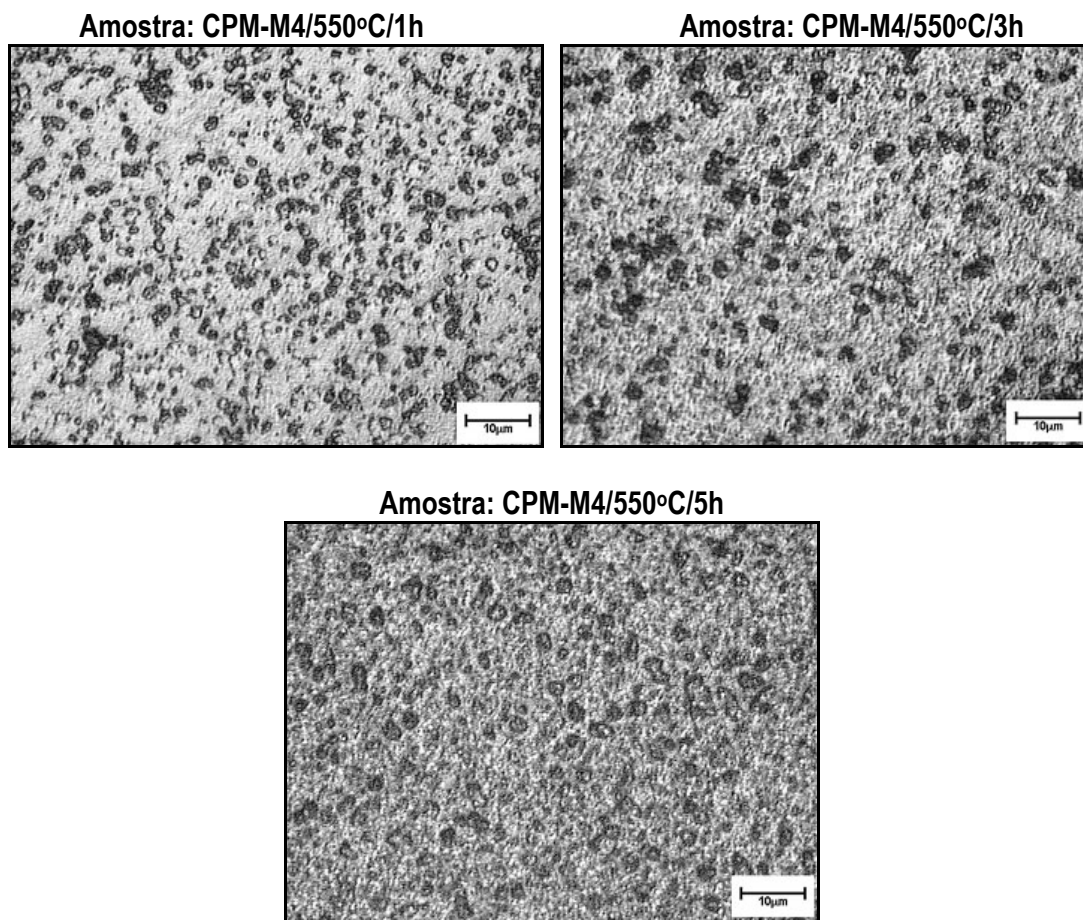


Figura 2. Topografia das superfícies do aço sinterizado CPM-M4, depois da nitretação iônica.

Tabela 5. Durezas superficiais do aço em estudo antes e depois da nitretação iônica em diferentes tempos.

Aço Sinterizado	TR	Nitretação iônica		
		550°C/1h	550°C/3h	550°C/5h
HV				
CPM M4	739	1336	1315	1251

TR = temperado e revenido.
HV = dureza Vickers.

O processo de nitretação iônica produziu camadas endurecidas, constituída de uma zona de difusão e a camada de compostos formada na superfície.

Na Tabela 6, as medidas das espessuras totais das camadas nitretadas, camada de compostos e durezas superficiais são mostradas. Analisando está Tabela nota-se que altas durezas superficiais estão relacionadas a camadas nitretadas menos espessas. O aço em estudo mostrou aumento de profundidade de camada nitretada com o incremento do tempo de tratamento, e diminuição de dureza superficial com o aumento do tempo de nitretação. Segundo Edenhofer^[6] e Staines^[7] essa diminuição é devido ao engrossamento de precipitados de nitretos produzidos a altas temperaturas (550°C) e tempos longos de nitretação. Com respeito à espessura da camada de compostos, ela aumentou com o incremento do tempo de tratamento.

Tabela 6. Espessuras das camadas nitretadas totais e de compostos e durezas superficiais dos aços sinterizados nitretados em diferentes tempos.

Aço Sinterizado	Nitretação Iônica								
	Espessura da camada (μm)								
	550°C/1h			550°C/3h			550°C/5h		
	CN	CC	HV	CN	CC	HV	CN	CC	HV
CPM M4	82	5,0-6,6	1336	120	6,3-7,9	1315	118	6,6-8,7	1251

CN = camada nitretada.
 CC = camada de compostos.
 HV = dureza Vickers.

A partir das análises de difração de raios X foi possível identificar as fases presentes nas camadas das amostras do aço tratadas em 1 e 5 horas, respectivamente. Nos difratogramas obtidos na Figura 3, observa-se que a camada de compostos consiste de uma mistura de fases γ' e ϵ , predominando a fase γ' , bem como de Fé e VN. A presença do pico de ferro está associada ao efeito do material abaixo da camada de compostos, que por ser fina, pode ser parcialmente atravessada pelo raio X. Com o incremento do tempo de tratamento para 5 horas, ocorre um aumento da quantidade de picos da fase VN, comprovando a grande efetividade do V como formador de nitretos. Os picos da fase γ' e ϵ também incrementaram com o aumento do tempo de tratamento. No difratogramas observou-se a diminuição em intensidade do pico Fe com o aumento do tempo de tratamento, o que demonstra o crescimento da camada de compostos.

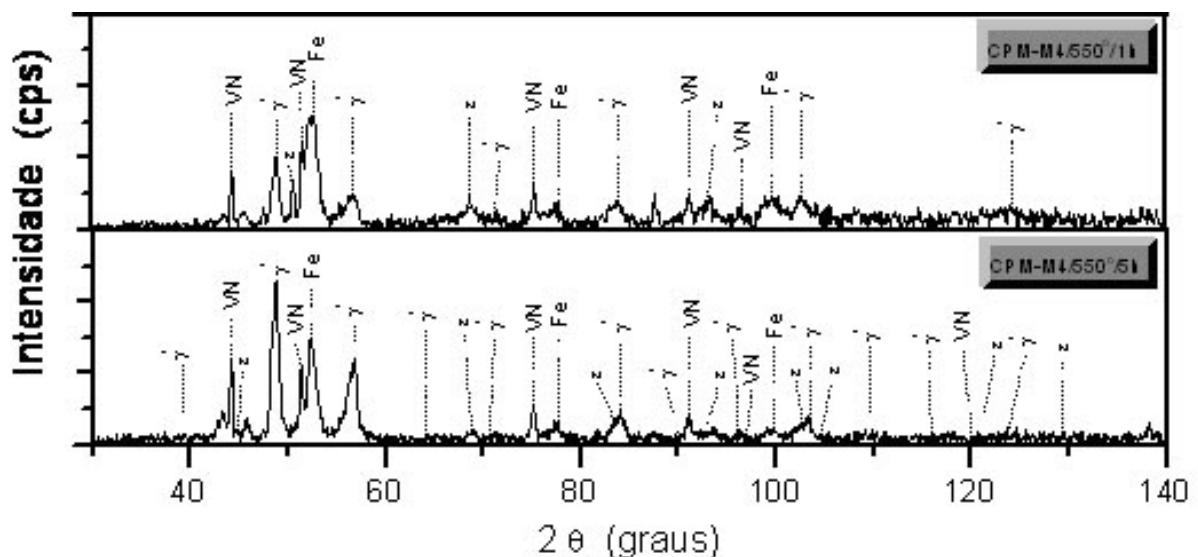


Figura 3. Difratogramas de raios X, mostrando o efeito do tempo de tratamento no aço CPM-M4 sinterizado ionitretado a 550°C.

As microestruturas das camadas nitretadas observadas por MEV são mostradas na Figura 4. Nas quais observam-se a camada de compostos e a zona de difusão.

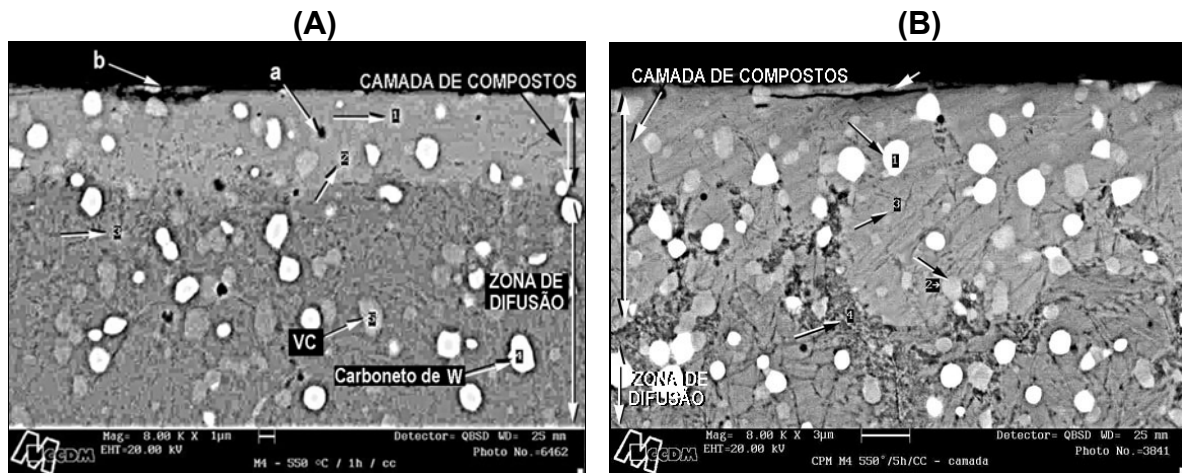


Figura 4. Amostras nitretadas, em destaque a camada de compostos e a zona de difusão. (A) durante 1 hora, (B) durante 5 horas,

Os resultados dos ensaios de desgaste abrasivo no aço sinterizado CPM-M4 nitretados ionicamente e não nitretados, são mostrados na Figura 5.

As curvas mostram que, as perdas de massa das amostras nitretadas ionicamente são menores que as das amostras só temperadas e revenidas, demonstrando a grande efetividade dos tratamentos realizados sobre a resistência ao desgaste. Esta melhora é devido, à formação dos carbonetos já existentes, aos nitretos principalmente de vanádio e a fase $\gamma^1\text{-Fe}_4\text{N}$ na camada de compostos formados na nitretação iônica. Os nitretos possuem elevada dureza e são resistência ao desgaste. Similares resultados foram reportados por Fox-Rabinovich,^[8] onde a superfície da ferramenta de corte (aço rápido M2) endurecida por nitretação iônica resultou na redução de valor de desgaste decorrente de uma diminuição em intensidade de adesão.

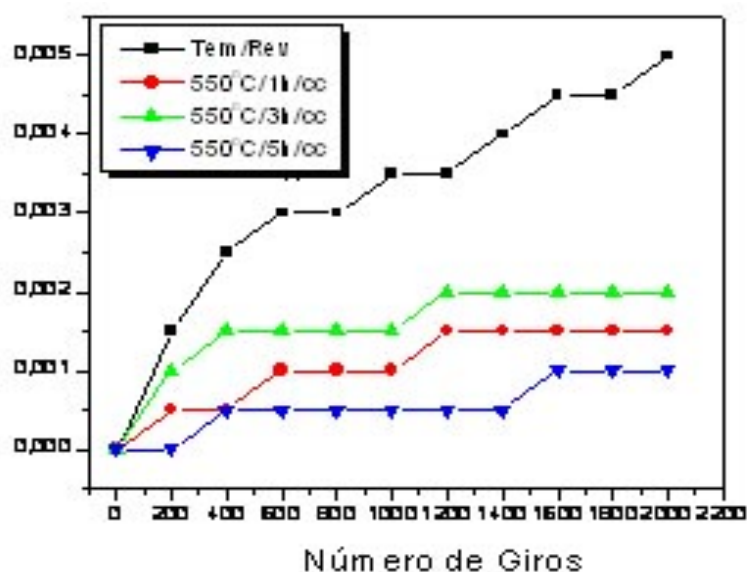


Figura 5. Perda de massa em função do número de giros para todos os aços sinterizados e nitretadas em diferentes tempos.

CONCLUSÕES

As durezas superficiais da liga sinterizada em estudo tiveram um aumento significativo, em comparação com as durezas antes de serem nitretadas. O perfil de microdureza mostrou valores elevados de dureza na camada nitretada e uma diminuição acentuada de valores na matriz.

O processo de nitretação iônica produziu no aço sinterizado M4, camadas superficiais modificadas, consistindo de uma camada de compostos externa, na qual nitretos de ferro e elementos de liga (γ^I -Fe₄N, ϵ -Fe₂₋₃N e VN) estão presentes, e uma zona de difusão interna, onde precipitados de nitretos ricos em nitrogênio são dispersos na matriz.

O processo de nitretação iônica diminuiu os valores de perda de massa, devido principalmente a formação de VN e a fase (γ^I -Fe₄N). Às amostras somente temperadas e revenidas por sua vez foram as que produziram os maiores valores de perda de massa.

REFERÊNCIAS

- 1 HANSEN, M.. *Metallurgy and metallurgical engineering series*. MacGraw-Hill Book Company, p. 671, 1958.
- 2 JIS G0562. Method of measuring nitrided case depth for iron and steel. *Surface Engineering*, v. 11, n. 1, p. 57-60, 1995.
- 3 TIER, M. BLOYCE, A.; BELL, T.; STROHAECKER, T. Wear of plasma nitrided high speed steel. *Surface Engineering*, v. 14, n. 3, p. 223-227, 1998.
- 4 KÜHN-ARROYO, I.; MALISKA, A. M.; CHIMELO JR, O.; CATTONI, V.. Aços sinterizados de elevada resistência nitretados por plasma. Parte 1: evolução da superfície. In: 11º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS – CBECIMAT. *Anais*, São Pedro, SP, v. 1, p. 63-66, 1994.
- 5 ELTROPULS.. Plasma processing. *Surface Engineering*, n. 3, p. 79, 1997.
- 6 EDENHOFER, B.. Physical and metallurgical aspects of ionnitriding – part 2. *Heat Treatment of Metals*, p. 23-28, 1974.
- 7 STAINES, A. M.. Trends in plasma-assisted surface engineering processes. *Heat Treatment of Metals*, v. 4, p. 85-92, 1990.
- 8 AKSOY, AKSOY, M; KUZUCU, V. & KORKUT, M. H. The influence of strong carbide-forming elements and homogenization on the wear resistance of ferritic stainless steel. *Wear*, 211, p. 265-270, 1997.