

## CEMENTAÇÃO A PLASMA DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 304<sup>1</sup>

Marcos Antonio Barcelos<sup>2</sup>  
João Batista Ribeiro Martins<sup>3</sup>  
Mariana Valinhos Barcelos<sup>3</sup>  
André Oliveira Galon<sup>4</sup>  
Adonias Ribeiro Franco Junior<sup>5</sup>  
Estéfano Aparecido Vieira<sup>5</sup>

### Resumo

A aplicação industrial de tratamentos termoquímicos assistidos por plasma tem apresentado grande crescimento nos últimos anos em consequência dos excelentes resultados obtidos na modificação de superfícies de materiais de engenharia. Neste trabalho foi estudada a cementação a plasma de um aço AISI 304 que tem ampla aplicação em peças de elevada resistência a agentes corrosivos, as quais podem também sofrer desgaste mecânico. Os tratamentos termoquímicos foram feitos sob atmosfera gasosa fixa contendo 7% de CH<sub>4(g)</sub> e 93% de H<sub>2(g)</sub>, temperatura de 410°C e tempo variando de 1 h a 8 h. Após os experimentos as amostras foram submetidas a ensaios de desgaste e de dureza e caracterizadas por microscopia ótica. Os resultados mostram que o tratamento de 8h foi o que trouxe o menor coeficiente de desgaste microabrasivo. Nesta situação observou-se a maior espessura da camada cementada com 3,9 µm de espessura.

**Palavras-chave:** Cementação a plasma; Aço inoxidável AISI 304; Desgaste microabrasivo.

### PLASMA CARBURIZING OF AUSTENITIC STAINLESS STEEL AISI 304

#### Abstract

The industrial application of plasma assisted thermochemical treatments has shown growth in recent years due to the excellent results obtained in surface modification of materials engineering. In this work, it was studied plasma carburizing of an AISI 304 stainless steel which has wide application in parts exposed to wear and corrosive agents. Carburizing experiments were carried out using a gas atmosphere consisting of 7% CH<sub>4(g)</sub> and 93% H<sub>2(g)</sub>, at temperature of 410°C and times ranging from 1 h to 8 h. All the carburized samples were characterized using wear, micro-hardness and light microscopy. The results show that treatment of 8h offers the lowest wear coefficient. In this situation there is the greatest thickness of the carburized layer with 3,9 µm thick.

**Key words:** Plasma carburizing; Stainless steel AISI 304; Microabrasive wear.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro Metalurgista e de Materiais. Aluno do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PROPEMM), IFES, Vitória, ES, Brasil.

<sup>3</sup> Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Professor, curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Departamento de Engenharia Metalúrgica, IFES, Vitória, ES, Brasil.

<sup>4</sup> Aluno, curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, IFES, Vitória, ES, Brasil.

<sup>5</sup> Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Professor, curso de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Departamento de Engenharia Metalúrgica, IFES, Vitória, ES, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

Em virtude do grande avanço tecnológico nos equipamentos da indústria metal-mecânica, torna-se cada vez mais propícia a utilização de técnicas que visam maior compatibilização do uso dos materiais e dos tratamentos que visam à melhoria de suas propriedades físicas. O desgaste de materiais metálicos utilizados na indústria metal-mecânica é estudado desde meados da década de 1950, sendo esta propriedade diretamente relacionada com o tipo de liga, propriedades mecânicas, lubrificação, velocidade de deslizamento, temperatura e carga aplicada. A partir deste cenário pouco estimulador e visando aumentar a vida útil das peças, atualmente busca-se constantemente entender o problema e encontrar possíveis soluções tais como: limpeza da superfície; tratamentos termoquímicos de nitretação; cementação; entre outros. A partir de observações durante o uso de materiais, é possível avaliar o problema e propor possíveis soluções utilizando-se, por exemplo, o mapa de desgaste dos aços proposto por Lim e Ashby,<sup>(1)</sup> onde em função das variáveis tais como carga e velocidade de deslizamento, é possível ter uma idéia dos tipos de desgastes que o material poderá sofrer e sua influência ao longo do tempo. Segundo Mello,<sup>(2)</sup> o desgaste apresenta-se onde há um contato correlacionado a uma movimentação do sistema, sendo os principais mecanismos: por abrasão, por erosão, por cavitação, por adesão ou fricção, corrosivo e por impacto. O aço inoxidável austenítico é um material largamente utilizado em ambientes corrosivos que em algumas situações pode também estar submetido a condições de desgaste por um dos mecanismos citados.<sup>(3,4)</sup> O tratamento por cementação baseia-se na introdução de carbono a partir da superfície de uma peça por meio do mecanismo de difusão de átomos, o que permite o endurecimento superficial proporcionando um aumento da dureza e da resistência mecânica ao desgaste mantendo o núcleo tenaz com capacidade de absorver impactos. O processo convencional, que consiste em manter uma peça sob uma atmosfera gasosa rica em carbono, pode ser realizado com grande eficiência desde que feito sob temperaturas elevadas, acima de 900°C.<sup>(5)</sup> Porém, nestas condições pode ocorrer a deterioração da resistência à corrosão, especialmente para os aços inoxidáveis. Já o processo de cementação assistido por plasma pode ser feito sob temperaturas entre 400° e 500°C.<sup>(6)</sup> No caso dos aços inoxidáveis austeníticos, alguns trabalhos mostram que a cementação realizada por esta técnica em temperaturas inferiores a 450°C proporciona bons resultados de propriedades sem interferir na resistência à corrosão.<sup>(3-7)</sup> Este trabalho tem por objetivo realizar estudos pré-liminares de cementação a plasma sob atmosfera controlada para o aço AISI 304 e investigar as potencialidades com relação a melhorias que podem ser alcançadas com relação à resistência ao desgaste microabrasivo. A técnica utilizada para verificar os resultados após a realização dos tratamentos termoquímicos foi por desgaste microabrasivo. O ensaio consiste em manter o contato entre uma esfera girando a uma velocidade constante e o corpo de prova. Entre a esfera e o corpo de prova é adicionada uma emulsão abrasiva de carbetto de silício com partículas de tamanho inferior a 5 µm. A resistência ao desgaste é determinada através da análise das calotas esféricas geradas após os ensaios.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

O aço escolhido foi o inoxidável austenítico AISI 304, por ser uma liga ainda pouco explorada e são raros os estudos de cementação a plasma até o presente momento. Amostras com uma espessura aproximada de 3,5mm foram cortadas a partir de uma barra cilíndrica com diâmetro aproximado de 29 mm. A Tabela 1 apresenta a composição química do aço adquirido determinada em espectrômetro de emissão óptica da marca *WAS modelo Foundry Master Pro* localizado no Laboratório de Caracterização Instrumental do Departamento de Engenharia Metalúrgica do IFES. Pode-se observar que a composição está de acordo com o estabelecido pela (*American Society for Metals*) ASM.<sup>(7)</sup>

**Tabela 1.** Composição química para o aço AISI 304 nominal conforme a ASM e medido

TIPO	UNS DESIGNATION	COMPOSIÇÃO (%)						
		C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S
AISI 304	S30400	0,08*	2,0*	1,00	18-20	8-10,5	0,045*	0,03*
Medido	--	0,08	1,92	1,00	18,00	8,34	0,040	0,02

\* *limite máximo*

### 2.2 Métodos

As amostras foram retificadas para uma espessura final de aproximadamente 3,0 mm cada. As superfícies a serem cementadas foram preparadas seguindo as técnicas metalográficas convencionais passando por lixamento em lixas grana 80, 180, 220, 320, 400, 600, 1.000 e 1.200 *mesh* e posterior polimento utilizando alumina de 1 e 0,3µm.

O tratamento de cementação foi realizado em reator a plasma pulsado da marca *SDS modelo Thor NP 500*. O equipamento possui capacidade para tratar termicamente peças com até 50 kg e está localizado no Laboratório de Engenharia de Superfícies do Departamento de Engenharia Metalúrgica do IFES. Antes de cada experimento foi realizado o procedimento de *sputtering* (limpeza) com argônio a uma temperatura de 370°C por 30 min e pressão de 3,9 torr (520 Pa), visando remover a camada de óxido de cromo ( $Cr_2O_3$ ) da superfície das amostras. Todos os tratamentos termoquímicos foram realizados a uma temperatura de 410°C com tempos fixados em 1 h, 2 h, 5 h e 8 h. Para cada condição foram cementadas duas amostras. Foi usada uma atmosfera de gás constituída por 93% de  $H_{2(g)}$  e 7% de  $CH_{4(g)}$ , com pressão interna de trabalho fixada em 5,1 torr (680 Pa). O resfriamento após a cementação foi realizado dentro do próprio reator até a temperatura ambiente.

As amostras foram preparadas metalograficamente visando identificar as fases formadas, avaliar a camada cementada e observar a zona de difusão bem como a interface camada/substrato. Os discos foram cortados perpendicularmente à superfície cementada. A superfície gerada, então com aproximadamente 3 mm de espessura foi embutida em baquelite. Para preparar a superfície a ser observada procedeu-se da mesma forma já descrita anteriormente até chegar-se ao polimento com alumina de 0,3 µm. Adicionalmente a superfície foi atacada com água régia para revelar a microestrutura formada. As amostras foram então levadas a um microscópio ótico modelo *Metaluxx 3*, marca *Leitz* do Laboratório de Engenharia de Superfícies do Departamento de Engenharia Metalúrgica do IFES e micrografias

foram obtidas para os diversos tratamentos realizados. O desgaste microabrasivo foi realizado no equipamento de microabrasão do tipo “esfera livre” da marca *CSM Instruments*. Os ensaios foram realizados conforme metodologia proposta por Rutherford e Hutchings (1996), pois, atualmente não há norma que rege este tipo de ensaio. Porém laboratórios europeus estão tentando normalizá-lo.<sup>(8)</sup> Neste teste a esfera utilizada é confeccionada a partir do aço AISI 5120 com diâmetro de 25,4 mm. Os coeficientes de desgaste (K), foram medidos utilizando-se como abrasivo, lama de carbetto de silício (SIC) numa concentração 0,75 g/cm<sup>3</sup>, granulometria de aproximadamente 5 µm, vazão de alimentação de 1 gota a cada 3 segundos. A carga aplicada nos testes foi de 0,27 N (± 0,02), com rotação do motor de 150rpm e intervalos de avaliação das crateras desgastadas de 5, 15, 30, 45 e 60 minutos. Para cada bateria de amostras foi possível gerar o coeficiente de desgaste a partir da media aritmética dos coeficientes, obtidos após a taxa de desgaste permanecer constante *running-in*. As calotas foram fotografadas em um microscópio ótico e feitas posterior medição dos diâmetros. A análise dos resultados foi realizada plotando-se a o coeficiente de desgaste em (K) em função do tempo. A perda de massa, ou seja, volume (V) foi calculado em função da distancia percorrida em metros (L) e é dado em [mm<sup>3</sup>] conforme a Equação 1:<sup>(6,8)</sup>

$$V = \frac{\pi \cdot b^4}{32 \cdot D} \quad (1)$$

onde “b” é o diâmetro da calota de desgaste dado em mm, “D” é o diâmetro da esfera utilizada dado em mm. Já o coeficiente de desgaste K dado em [m<sup>2</sup>.N<sup>-1</sup>] pode ser calculado usando-se a Equação 2:

$$K = \frac{V}{L \cdot F_N} \quad (2)$$

onde “F<sub>N</sub>” é a força normal aplicada no ensaio dado em N e “L” é a distância de deslizamento dada em mm e pode ser calculada conforme Equação 3:

$$L = \frac{19,95 \cdot n \cdot D}{\sqrt{\frac{D^2}{4} - 25}} \quad (3)$$

O valor de “n” é o número de voltas realizadas pelo eixo motor do equipamento de ensaio.

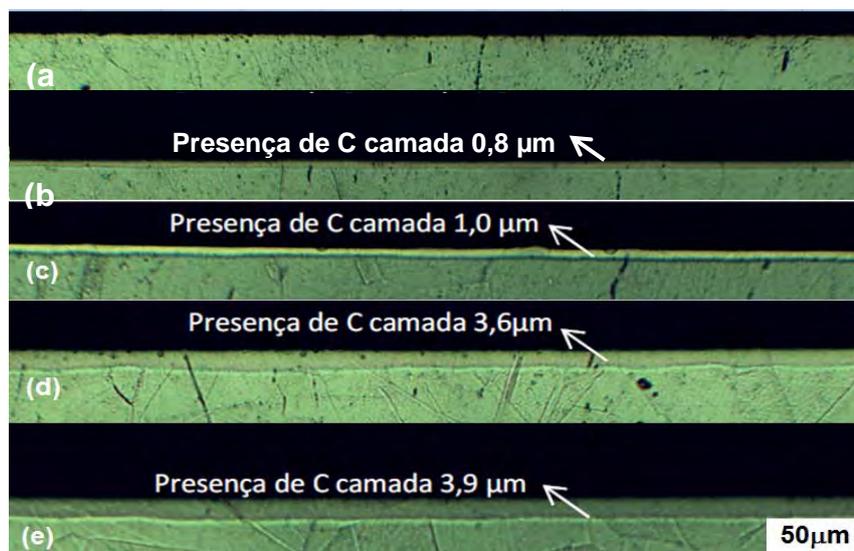
Para avaliar o grau de endurecimento das superfícies cementadas mediu-se a dureza de topo utilizando-se um microdurômetro digital da marca *Shimadzu modelo HVS-1000 SMTMF-DHT* utilizando-se carga de 1,96N e identador Vickers.

Para avaliar os ganhos obtidos uma amostra não tratada foi caracterizada pelas mesmas metodologias já descritas.

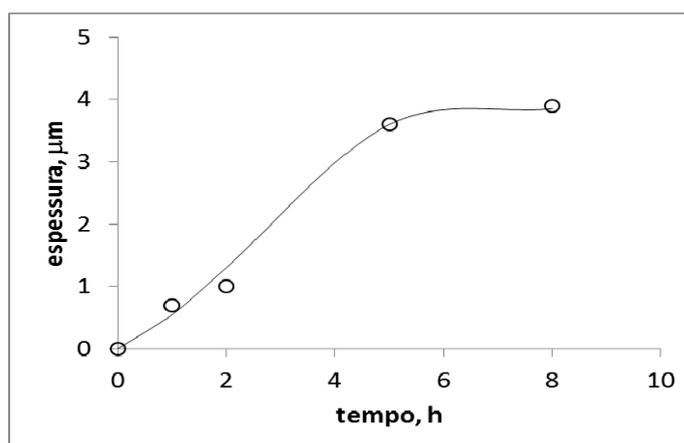
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra a evolução da camada cementada em função do tempo de tratamento. Os resultados mostram que o aumento da espessura é discreto e a máxima conseguida foi de 3,9 µm para 8 h de tratamento. A Figura 2 mostra o mesmo resultado e pode-se perceber que à medida que se aumenta a espessura da

camada cementada tem-se uma redução da eficiência de formação, isto pode ser explicado porque o processo de difusão na camada já formada é bem menor do que na austenita e que outros fenômenos além da difusão do carbono podem também estar ocorrendo como, por exemplo, a presença da fase austenita saturada de carbono. Por outro lado, conforme observado em outros trabalhos, algumas fases “escuras” podem forma-se próximo a superfície, formação esta associada à precipitação de carbonetos de cromo, o que conduz a uma degradação da resistência a corrosão.<sup>(8)</sup> Para produção de camadas cementadas espessas, embora o aumento da temperatura seja o procedimento mais eficaz existe a limitação no que diz respeito ao favorecimento da precipitação destes carbonetos.<sup>(8)</sup>



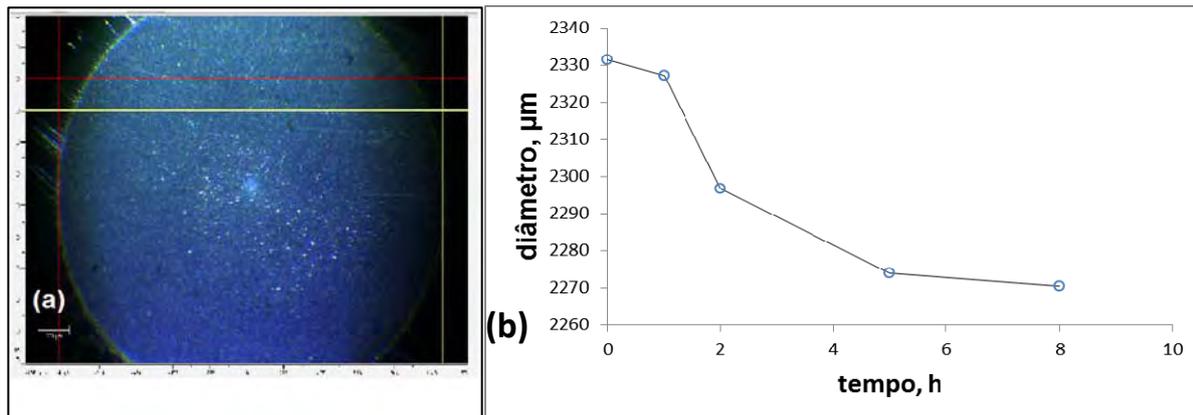
**Figura 1.** Evolução da camada cementada a plasma a 410°C em função do tempo de tratamento (a) sem tratamento (b) 1h (c) 2h (d) 5h (e) 8h. Atmosfera composta por 7% de CH<sub>4(g)</sub> e 93% de H<sub>2(g)</sub>. M.O. 200x.



**Figura 2.** Evolução da camada cementada a plasma a 410°C em função do tempo de tratamento.

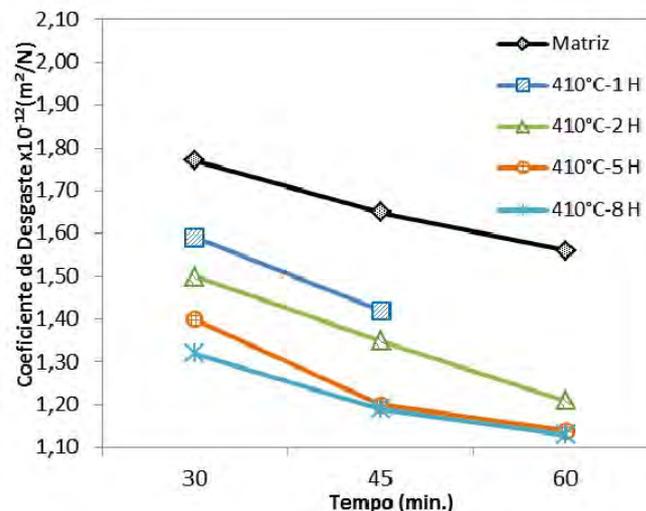
A Figura 3a apresenta uma típica imagem de uma calota obtida experimentalmente após o final do ensaio de desgaste microabrasivo. As medidas realizadas utilizando-se um microscópio ótico mostram que o diâmetro final da calota é maior quando o tempo de tratamento é maior. A Figura 3b mostra os diâmetros finais das calotas obtidas em função do tempo de tratamento termoquímico. Observa-se que a queda do diâmetro da calota corresponde ao aumento de espessura alcançada pelo

tratamento termoquímico. Este resultado mostra que o aumento da espessura cementada melhora a resistência ao desgaste.



**Figura 3.** Típica calota esférica obtida no ensaio de desgaste microabrasivo (a) e diâmetro da calota em função do tempo de tratamento térmico (b).

A Figura 4 mostra os valores dos coeficientes de desgaste “K” calculados a partir dos resultados experimentais e confirma-se que o experimento de 8 h foi superior aos demais tempos de tratamento, ou seja, 1 h, 2 h e 5 h. Embora se tenha um aumento da espessura da camada cementada nos tempos de 5 para 8 horas de tratamento, esta por sua vez, parece não trazer melhorias significativas, apenas 1,5%. Os experimentos demonstram que tratamento superiores a 5 horas a partir desta mistura gasosa servem apenas para aumentar custo do processo do ponto de vista de resistência ao desgaste. Adicionalmente podemos perceber através dos coeficientes “K” obtidos que o tratamento termoquímico de cementação foi eficiente para melhorar a resistência ao desgaste, pois, em todas as situações seu valor foi inferior quando comparado com o coeficiente obtido para a amostra não tratada.

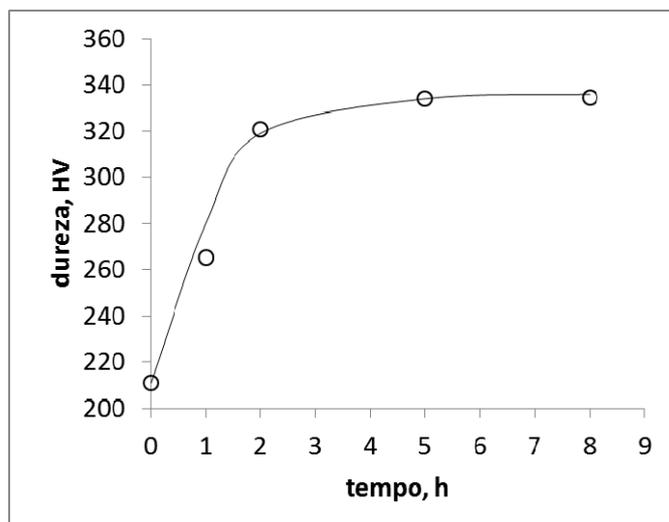


**Figura 4.** Curva de taxa de desgaste “K” em função do tempo para o aço AISI 304 não tratado e cementado a plasma a 410°C por tempos variando de 1h a 8h.

Na Figura 5 são apresentados os resultados de microdureza de topo das camadas cementadas. Todas as camadas cementadas apresentam dureza maior que o substrato não cementado. Como a carga de ensaio utilizada foi de 1,96 N, as medidas apresentam uma forte interferência do substrato.

Os valores de dureza das camadas cementadas por 5 e 8 horas obtidos foram de aproximadamente 335HV. Isso provavelmente em razão dessas camadas apresentarem praticamente a mesma espessura (3,6 e 3,9  $\mu\text{m}$ )

Os resultados de desgaste mostram que essas camadas apresentam valores de coeficiente de desgaste muito próximos  $1,15 \times 10^{-12} [\text{m}^2 \cdot \text{N}^{-1}]$  e  $1,13 \times 10^{-12} [\text{m}^2 \cdot \text{N}^{-1}]$ , respectivamente. Isso indica que o uso de tempos prolongados de cementação usando 7% de  $\text{CH}_4(\text{g})$  e 93% de  $\text{H}_2(\text{g})$  na temperatura de  $410^\circ\text{C}$  não foram efetivos na melhoria da resistência ao desgaste do material.



**Figura 5.** Evolução da microdureza em função do tempo de tratamento de cementação a plasma para o aço AISI 304 a  $410^\circ\text{C}$ .

#### 4 CONCLUSÃO

O presente trabalho mostrou que é possível melhorar as propriedades tribológicas do aço AISI 304 através do tratamento termoquímico de cementação a plasma.

O aumento do tempo de cementação a plasma favorece a produção de uma maior espessura de camada cementada. No entanto, o uso de tempos de cementação superiores às 5 h praticamente não promove o aumento da espessura.

As camadas mais espessas, de 3,6 e 3,9  $\mu\text{m}$  de espessura, apresentaram os melhores resultados de desgaste. Em relação ao material não cementado, ocorreu uma redução no coeficiente de desgaste de aproximadamente 30%.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem pelo apoio dado pela Fundação de Amparo a Pesquisa do Espírito Santo (FAPES) através do Termo de Outorga nº 064/13.

#### REFERÊNCIAS

- 1 LIM, S. C.; ASHBY, M.F. Wear-Mechanismis Maps. **Tribology International**, Vol. 31, Nos 1–3, pp. 87–97, 1998.
- 2 MELLO, J. D. B. **Introdução ao Estudo de Desgaste**. São Paulo: UFScar, 1994.
- 3 ABD EL-RAHMAN, A.M.; EL-HOSSARY, F.M.; FITZ, T.; NEGM, N.Z.; PROKERT, F.; PHAM, M.T.; RICHTER, E.; MÖLLER, W. Effect of  $\text{N}_2$  to  $\text{C}_2\text{H}_2$  ratio on R.F. plasma surface treatment of austenitic stainless steel. **Surface and Coatings Technology**, 183, 268–274, 2003.

- 4 DONG, H.; QI, P.-Y., LI, X.Y., LIEWELLYN, R.J.: Improving the erosion-corrosion resistance of AISI 316 austenitic stainless steel by low-temperature plasma surface alloying with N and C. **Materials Science Engineering A**, 431, 137-145, 2006.
- 5 ASM COMMITTEE ON GAS CARBURIZING. **Carburizing and Carbonitriding**. American Society Metals, Metals Park, Ohio, EUA, 1977.
- 6 SUN, Y. Kinetics of low temperature plasma carburizing of austenitic stainless steels. **Journal of Materials Processing Technology**, 168, pp. 189–194, 2005.
- 7 AGGEN, G. et al. **ASM HANDBOOK**, Properties and Selection: Stainless Steels, Tools Materials and Special-Purpose Metals, ASM International, v. 3, 1987.
- 8 GEE, M. G., GANT, A. J., HUTCHINGS, I. M., KUSANO, Y., SCHIFFMAN, K., VAN ACKER, K., POULAT, S., GACHON, Y., VON STEBUT, J., HATTO, P., PLINT, G. Results from an interlaboratory exercise to validate the micro-scale abrasion test, **Wear**, 259, 27-35, 2005.
- 9 K. L. RUTHERFORD, I.M. HUTCHINGS. **A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems**, **Surface and Coatings Technology**, 231–239, 1996.
- 10 TREZONA, R.I; ALLSOPP, D.N.; HUTCHINGS, I.M.: Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test, **Wear**, 225, 205-214, 1999.