

# DETERMINAÇÃO DO PERFIL DE DUREZA DE UM AÇO ABNT 4140 MODIFICADO SUPERFICIALMENTE USANDO DUREZA CONVENCIONAL E INSTRUMENTADA<sup>1</sup>

Lavínia Misson Cordeiro<sup>2</sup>  
Sandra Goulart-Santos<sup>3</sup>  
Tiago Oliveira de Ornelas<sup>4</sup>  
Rafael Drumond Mancosu<sup>5</sup>  
Cristina Godoy<sup>6</sup>

## Resumo

Neste trabalho o perfil de dureza do aço ABNT 4140 modificado por nitretação a plasma e deposição de filme por PAPVD foi caracterizado utilizando-se as técnicas de dureza convencional e instrumentada. Foram produzidas amostras nitretadas a plasma por 2 horas e 4 horas e recobertas com filme de Cr-Al-N de 1  $\mu\text{m}$  e 2  $\mu\text{m}$ . A microestrutura foi caracterizada por MEV. Os ensaios de microdureza foram realizados com penetrador Knoop e cargas de 10 N, 5 N, 2 N, 1 N e 0,5 N para medidas de topo e 0,5N para medida transversal. Os testes de dureza instrumentada foram realizados com penetrador Berkovich e cargas de 1,9 N, 1 N, 0,3 N, 0,1 N, 0,05 N e 0,032 N para medidas de topo e 0,032 N para transversal. Foi verificado que a dureza da superfície variou com a carga aplicada, fato atribuído a variação da microestrutura na superfície. Através do perfil de dureza transversal foi possível determinar a profundidade de nitretação.

**Palavras-chave:** Dureza convencional; Dureza instrumentada; Nitretação a plasma; Recobrimento.

## DETERMINATION OF THE HARDNESS PROFILE OF A MODIFIED AISI 4140 STEEL BY CONVENTIONAL AND INSTRUMENTED HARDNESS TESTS

### Abstract

In this paper the hardness profile of the AISI 4140 steel modified by plasma nitriding and PAPVD coating was characterized using conventional and instrumented hardness tests. 2 and 4 hours plasma nitriding samples coated with Cr-Al-N film of 1 and 2 $\mu\text{m}$  were produced. The microstructure was characterized by SEM. The Knoop microhardness tests were carried out using loads of 10, 5, 2, 1 and 0.5N for top and 0.5N for transversal measurements. The instrumented hardness tests were carried out using the Berkovich indenter with loads of 1.9, 1, 0.3, 0.1, 0.05 and 0.032N for top and 0.032N for transversal measurements. It was observed that the surface hardness has varied with the load applied, which can be explained by the variation of the microstructure from the surface towards the bulk of the material. Using transversal hardness profile it was possible to determine the nitriding depth.

**Key-words:** Conventional hardness test; Instrumented hardness test; Plasma nitriding; Coating.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

<sup>2</sup> *Bolsista de Iniciação Científica Fapemig - Demet/UFMG*

<sup>3</sup> *Bolsista de Doutorado CNPq - CPGEM/UFMG*

<sup>4</sup> *Bolsista de Apoio Técnico Fapemig - Demet/UFMG*

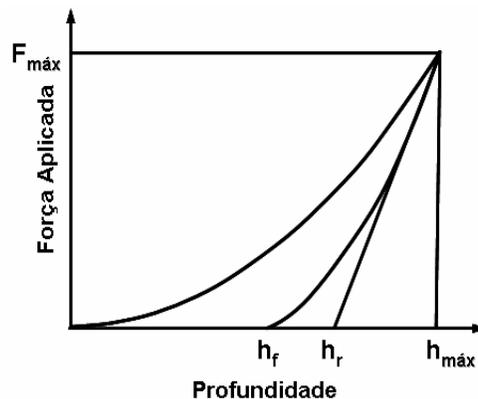
<sup>5</sup> *Bolsista de Pós Doutorado Fapemig - Demet/UFMG*

<sup>6</sup> *Professora Adjunta do Demet/UFMG*

# 1 INTRODUÇÃO

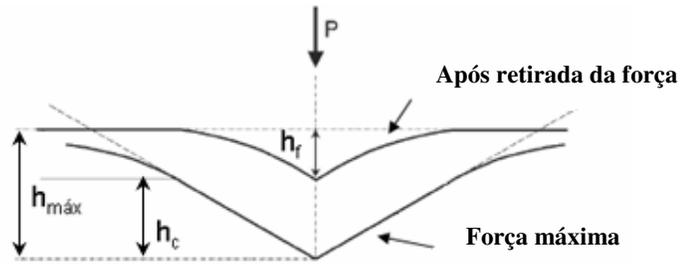
A propriedade Dureza ( $H$  - *Hardness*) é um parâmetro de resistência mecânica, desta forma mede a resistência à deformação plástica, ou seja, à deformação irreversível espontaneamente. O ensaio de penetração é o método mais comum de obtenção do valor de dureza. Tradicionalmente, os ensaios de penetração envolvem a visualização, por meios óticos, das impressões deixadas por um penetrador na superfície do material. Apesar da limitação de escala, esta técnica é uma das mais utilizadas para medir propriedades mecânicas de materiais devido à facilidade e rapidez na obtenção dos resultados. Atualmente, com o desenvolvimento de instrumentos capazes de medir continuamente o carregamento/descarregamento e a profundidade de penetração durante o ensaio, já é possível a realização de ensaios de penetração em escala ultramicro e nanométrica. Com o uso crescente de nanocompósitos e filmes finos, os ensaios de penetração instrumentada tem se tornado uma importante ferramenta na investigação de propriedades mecânicas em pequenos volumes de material, principalmente por permitir que as propriedades de filmes sejam medidas sem interferência do substrato.

O teste de dureza instrumentada consiste em se fazer a impressão de um penetrador em uma superfície plana e lisa, uma vez que uma alta rugosidade superficial pode prejudicar a precisão das medidas. Durante o ensaio é possível controlar a taxa de aplicação e remoção da força e também o tempo de permanência na força máxima. Ao final do processo de carregamento/ descarregamento uma curva de profundidade versus força aplicada é obtida (Figura 1). Os parâmetros obtidos a partir da curva são: i)  $F_{m\acute{a}x}$ , força máxima; ii)  $h_f$ , profundidade final após descarregamento; iii)  $h_r$ , profundidade determinada por uma linha tangente à curva de descarregamento; iv)  $h_{m\acute{a}x}$ , profundidade máxima durante o carregamento.



**Figura 1:** Curva típica do ensaio de dureza instrumentada.

De acordo com a literatura,<sup>(1-4)</sup> a dureza por penetração instrumentada é definida como a força aplicada dividida pela área de contato projetada. Isto é, a pressão média que o material pode suportar sob carga. A Figura 2 mostra o padrão de deformação de uma amostra elasto-plástica durante e após a penetração, onde  $h_{max}$  representa a profundidade de penetração na força máxima  $P$ . O termo  $h_c$  é a profundidade de contato, definida como a profundidade do penetrador efetivamente em contato com a amostra sob carga.



**Figura 2:** Esquema da seção transversal de uma impressão

Dureza por penetração ( $H_{IT}$ ) pode ser obtida a partir da curva força-deslocamento pela expressão:<sup>(5)</sup>

$$H_{IT} = \frac{F_{máx}}{A_p} \quad (1)$$

onde  $A_p$  é a área de contato projetada. Usualmente, os penetradores usados em ensaios de penetração instrumentada possuem distorções da forma ideal. Assim, calibrações da geometria da ponta do penetrador ou da função de área são necessárias, para tal, existem vários modelos de correção, dentre eles, o modelo de Oliver-Pharr e o de Doerner-Nix.<sup>(3,4)</sup>

Neste trabalho foram utilizados os ensaios de microdureza convencional e ultramicrodureza instrumentada para determinar o perfil de dureza de superfícies modificadas pelos processos de nitretação a plasma e deposição de recobrimento Cr-Al-N por PAPVD, objetivando determinar a influência das modificações superficiais na dureza da superfície dos materiais.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Os sistemas foram concebidos de forma a possibilitar o estudo dos efeitos do endurecimento promovido pela nitretação a plasma (2 horas e 4 horas) e pela espessura do filme de Cr-Al-N (1  $\mu\text{m}$  e 2  $\mu\text{m}$ ), isoladamente e em conjunto, na dureza superficial do aço ABNT 4140. Os sistemas estão descritos abaixo:

- N0F0: aço ABNT 4140;
- N0F1: aço ABNT 4140 recoberto com filme de Cr-Al-N de 1 $\mu\text{m}$ ;
- N0F2: aço ABNT 4140 recoberto com filme de Cr-Al-N de 2 $\mu\text{m}$ ;
- N2F0: aço ABNT 4140 nitretado por 2h;
- N2F1: aço ABNT 4140 nitretado por 2h, recoberto com filme de Cr-Al-N de 1 $\mu\text{m}$ ;
- N2F2: aço ABNT 4140 nitretado por 2h, recoberto com filme de Cr-Al-N de 2 $\mu\text{m}$ ;
- N4F0: aço ABNT 4140 nitretado por 4h;
- N4F1: aço ABNT 4140 nitretado por 4h, recoberto com filme de Cr-Al-N de 1 $\mu\text{m}$ ;
- N4F2: aço ABNT 4140 nitretado por 4h, recoberto com filme de Cr-Al-N de 2 $\mu\text{m}$ .

Para analisar a microestrutura dos sistemas, as amostras foram cortadas transversalmente, lixadas, polidas e atacadas com o reagente Nital 4%. As amostras atacadas foram metalizadas e observadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) JEOL JSM 6360LV. As fases cristalinas foram identificadas por difração de raios X (DRX) utilizando-se o equipamento Philips PW1710. Os parâmetros de

varredura utilizados foram: radiação Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1,54056\text{\AA}$ ), velocidade de 0,02°/segundo e ângulo  $2\theta$  variando de 10,01° a 109,99°.

A superfície dos sistemas foi caracterizada por perfilometria tridimensional. Foi utilizado o perfilômetro Hommel Tester T8000, da Hommelwerke, o tratamento de dados foi realizado no software MountainsMap 3.0. As condições de medição foram: área de varredura de 64 mm<sup>2</sup>, espaçamento entre varreduras de 160 $\mu$ m, velocidade de medição de 0,5 mm/s e filtro  $L_c = 0,8$ mm. Foram gerados os parâmetros de rugosidade tridimensional  $S_a$  (rugosidade média) e  $S_q$  (desvio quadrático médio da superfície).

A microdureza Knoop (HK) é a razão entre a carga aplicada no penetrador e a área projetada não recuperada, dada pela expressão:

$$HK = \frac{F}{A} = \frac{F}{CL^2} \quad (2)$$

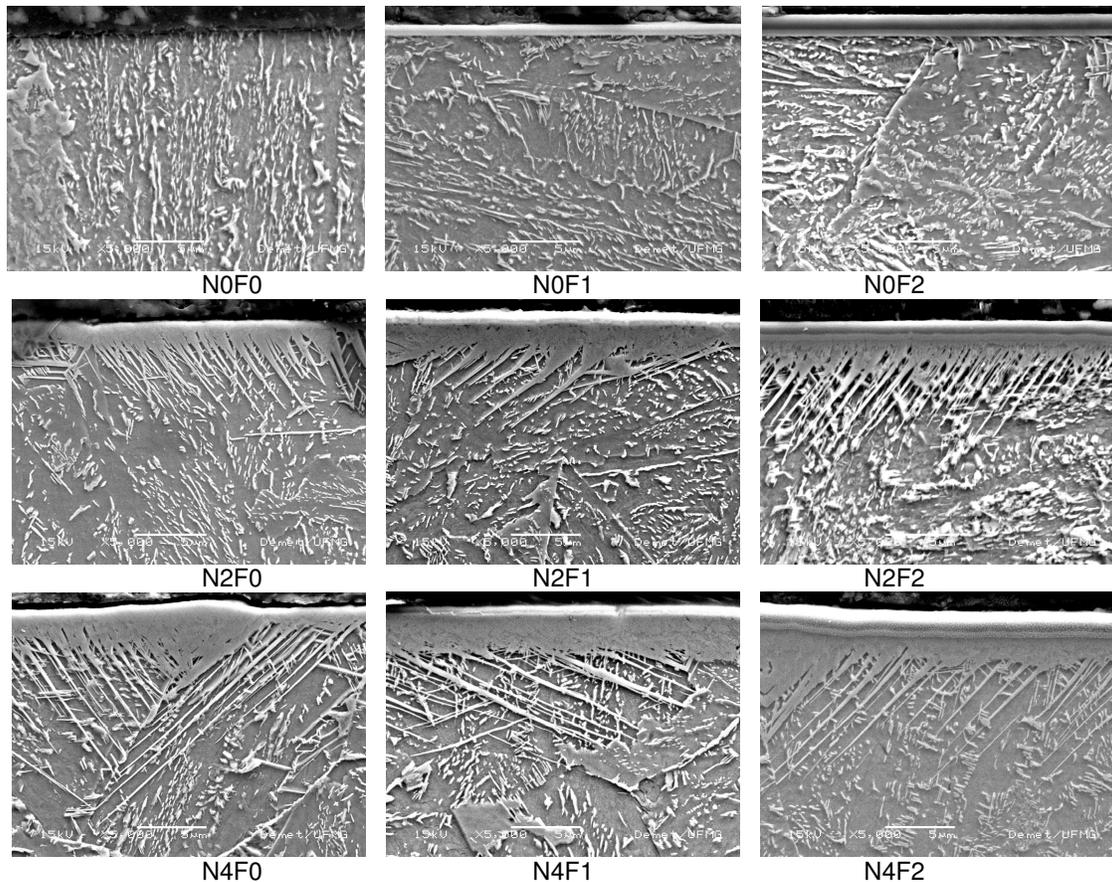
onde,  $F$  é a carga aplicada em kgf,  $A$  é a área projetada da impressão em mm<sup>2</sup>,  $L$  é o comprimento medido da diagonal maior da impressão em mm, e  $C = 0,07028$  é a constante do penetrador, relacionando a área projetada da impressão ao quadrado do comprimento da diagonal maior. Nos ensaios de microdureza realizados no topo das amostras as cargas aplicadas foram: 10 N, 5 N, 2 N, 1 N, 0,5 N. Nos ensaios de microdureza transversal a carga aplicada foi de 0,5 N e o tempo de aplicação de 15 segundos. Foi utilizado o equipamento FM da Future-Tech.

Os ensaios de penetração instrumentada foram realizados na superfície dos sistemas, utilizando o penetrador Berkovich. As cargas aplicadas foram: 1900mN, 1.000 mN, 300 mN, 100 mN, 50 mN e 32 mN. O modo de aplicação de usado foi o de Carregamento/Descarregamento (*Load/Unload*), com o tempo de aplicação (*hold time*) de 5 segundos. Foi utilizado o equipamento Ultra-microdurômetro Shimadzu, modelo DUH-W201S.

De acordo com a norma ISO/FDIS 14577-1,<sup>(5)</sup> para profundidades de penetração menores que 6 $\mu$ m a função de área do penetrador não pode ser considerada como sendo a da forma teórica, uma vez que todos os penetradores pontiagudos apresentam certo grau de arredondamento na ponta. Para correção da função de área do penetrador Berkovich foi utilizado o modelo de Oliver-Pharr<sup>(6)</sup>, sendo que as curvas força aplicada versus profundidade de penetração originais foram tratadas utilizando o software "Dureza" desenvolvido no Cetec-MG. Para o cálculo da dureza de penetração ( $H_{IT}$  – *indentation hardness*), que é uma medida da resistência a deformação plástica, foi considerada a carga máxima aplicada conforme equação (1).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A microestrutura dos sistemas é mostra na Figura 3. O aço ABNT 4140 (N0F0) apresentou microestrutura composta de uma matriz ferrítica com carbonetos de ferro e elementos de liga dispersos. Observou-se que a deposição do filme de Cr-Al-N não levou a nenhuma modificação da microestrutura do aço do substrato. No entanto, o processo de nitretação a plasma modificou significativamente a microestrutura do aço. Observou-se a formação de uma camada de nitretos compacta (camada de compostos ou camada branca) na superfície e a formação de agulhas de nitretos abaixo desta camada. O aumento do tempo de nitretação levou a um aumento da espessura da camada de compostos e da profundidade alcançada pelas agulhas de nitretos.



**Figura 3.** Microestrutura dos sistemas analisados.

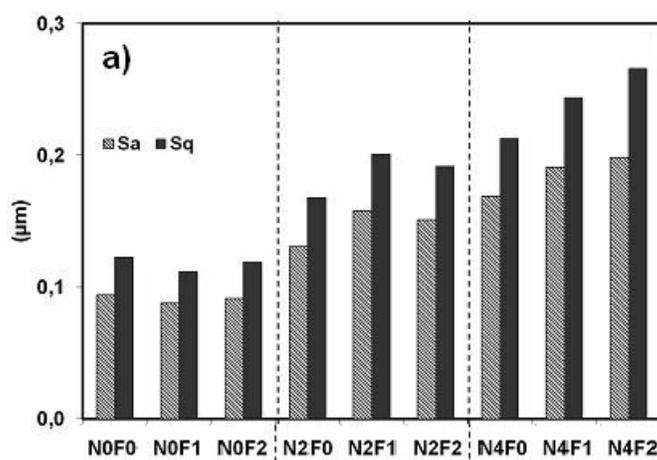
A Tabela 1 resume as fases cristalinas encontradas para cada sistema estudado. A fase  $\alpha$ -Fe que está associada ao aço do substrato foi identificada em todos os sistemas, pois a profundidade de penetração dos raios X é maior que espessura da camada modificada. Não foram identificadas fases relativas aos carbonetos presentes no aço ABNT 4140, uma vez que sua concentração é inferior ao limite de detecção da técnica de DRX. As fases identificadas para a camada nitretada foram nitretos de ferro  $\epsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N e  $\gamma$ -Fe<sub>4</sub>N. Os diferentes tempos de nitretação não resultaram em fases cristalinas diferentes, isto é, os nitretos formados foram os mesmos para os dois tempos de tratamento. Segundo Corengia et al.,<sup>(7)</sup> a presença de duas fases de nitretos de ferro acontece para tempos de nitretação menores que 15 horas. As fases identificadas para os recobrimentos F1 e F2 foram  $\alpha$ -Cr e  $\gamma$ -(Cr,Al)N. A fase  $\alpha$ -Cr é relativa à intercamada de cromo formada no início da deposição do filme. Observou-se que a deposição de um recobrimento mais espesso não implicou na formação de novas fases cristalinas, indicando que os filmes F1 e F2 são estruturalmente semelhantes.

A Figura 4 mostra os valores dos parâmetros perfilométricos Sa e Sq para os sistemas. Observou-se que a deposição do filme de Cr-Al-N não alterou de forma significativa a rugosidade superficial dos sistemas, confirmando o fato de que recobrimentos depositados por PAPVD tendem a manter a textura superficial do substrato em que são depositados. Já o processo de nitretação a plasma alterou significativamente a rugosidade superficial dos sistemas em comparação com o aço ABNT 4140 polido, levando a um aumento dos valores dos parâmetros Sa e Sq.

Quanto maior o tempo de nitretação maior foi o aumento da rugosidade da superfície observado.

**Tabela 1:** Fases cristalinas encontradas nos sistemas.

Sistemas	Fases		
	Aço ABNT 4140	Camada Nitretada	Filme Cr-Al-N
N0F0	$\alpha$ -Fe	—	—
N0F1	$\alpha$ -Fe	—	$\alpha$ -Cr e $\gamma$ -(Cr,Al)N
N0F2	$\alpha$ -Fe	—	$\alpha$ -Cr e $\gamma$ -(Cr,Al)N
N2F0	$\alpha$ -Fe	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N e $\gamma$ -Fe <sub>4</sub> N	—
N2F1	$\alpha$ -Fe	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N e $\gamma$ -Fe <sub>4</sub> N	$\alpha$ -Cr e $\gamma$ -(Cr,Al)N
N2F2	$\alpha$ -Fe	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N e $\gamma$ -Fe <sub>4</sub> N	$\alpha$ -Cr e $\gamma$ -(Cr,Al)N
N4F0	$\alpha$ -Fe	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N e $\gamma$ -Fe <sub>4</sub> N	—
N4F1	$\alpha$ -Fe	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N e $\gamma$ -Fe <sub>4</sub> N	$\alpha$ -Cr e $\gamma$ -(Cr,Al)N
N4F2	$\alpha$ -Fe	$\epsilon$ -Fe <sub>2-3</sub> N e $\gamma$ -Fe <sub>4</sub> N	$\alpha$ -Cr e $\gamma$ -(Cr,Al)N



**Figura 4:** Parâmetros Sa e Sq de rugosidade dos sistemas.

A Figura 5 mostra os perfis de dureza Knoop para todos os sistemas. Estes perfis de dureza podem ser divididos em 2 grupos, no primeiro grupo com dureza média mais baixa estão o aço ABNT 4140 e os sistemas com substrato não nitretado, no segundo grupo com dureza média mais alta aparecem os sistemas com substrato nitretado a plasma. Este comportamento indica que mesmo para a força aplicada de 10N a profundidade de penetração alcançada não ultrapassou a camada nitretada do aço. Comparando os sistemas N0F0, N0F1 e N0F2, observou-se a influência da dureza do filme de Cr-Al-N no valor de dureza medido em força baixas, quanto maior a espessura do recobrimento maior a sua contribuição para a dureza medida. Para forças maiores, isto é, profundidades de penetração maiores a dureza de topo dos sistemas recobertos se aproxima da dureza do aço ABNT 4140, que permaneceu praticamente constante para todas as forças aplicadas.

Para sistemas nitretados N2F0 e N4F0 os perfis de dureza mostraram que, de modo geral, o aumento do tempo de nitretação a plasma levou a um aumento da dureza. As durezas medidas em forças baixas refletiram a dureza maior da camada de compostos em relação à dureza da zona de difusão. Os sistemas duplex apresentaram os maiores valores de dureza, sendo que quanto maior a espessura do filme maior foi a dureza medida para forças aplicadas menores, para forças maiores houve maior influência da camada nitretada.

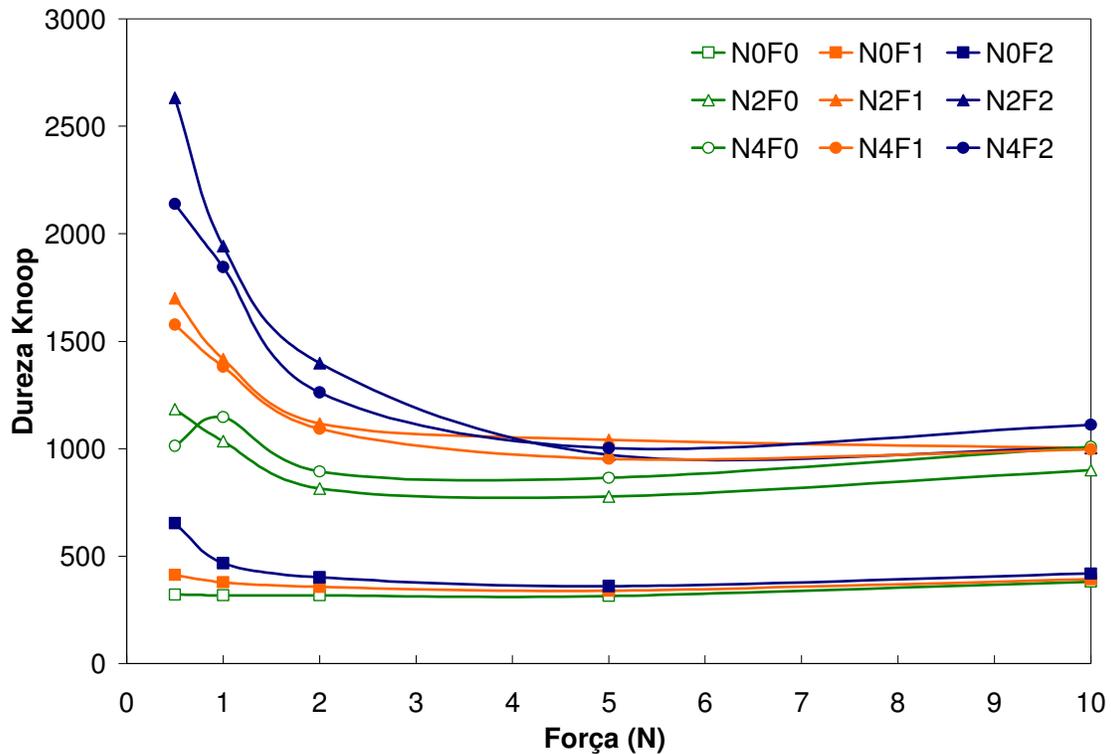


Figura 5. Microdureza de topo para os diversos sistemas analisados.

A Figura 6 mostra os valores de dureza medidos pelo método instrumentado. Para forças aplicadas maiores (1.900 mN, 1.000 mN e 300 mN) os valores de dureza podem ser divididos em dois grupos, no primeiro com dureza média menor estão os sistemas com substrato não nitretado e no segundo com dureza média maior estão os sistemas com substrato nitretado. No entanto, quando as forças aplicadas foram menores que 100 mN não foi possível diferenciar grupos. A partir desse valor de força aplicada a profundidade de penetração diminuiu e a influência da alta dureza do filme de Cr-Al-N e/ou da rugosidade superficial dos sistemas se tornaram mais acentuadas. A Figura 7 mostra a profundidade de penetração máxima ( $h_{max}$ ) para as forças de 1.900 mN e 32 mN. Para a força de 1.900 mN, a profundidade de penetração encontra-se na faixa de 3  $\mu$ m a 5  $\mu$ m, isto indica que na penetração  $h_{max}$  a região de deformação plástica se estende pelo diversos constituintes da superfície (recobrimento, camada de compostos, zona de difusão), desta forma, o valor de dureza resultante engloba as contribuições das durezas específicas de cada constituinte. Para a força de 32 mN, a profundidade de penetração encontra-se entre 0,2 e 0,4  $\mu$ m, valores pequenos o suficiente para permitir a medida da dureza do recobrimento Cr-Al-N de 2  $\mu$ m de espessura sem a interferência da dureza do substrato, uma vez que um dos critérios para medida de dureza de filmes é que a penetração não deve ultrapassar 10% da espessura do filme<sup>(4)</sup>. Isto explica o fato de os sistemas F2 apresentarem os maiores valores de dureza quando da aplicação de cargas baixas.

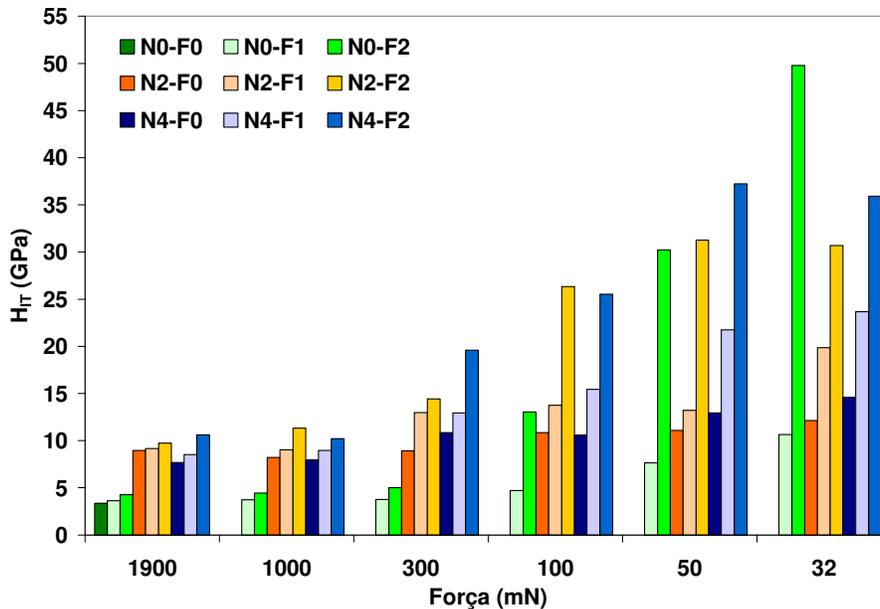


Figura 6: Dureza instrumentada de topo para todos os sistemas.

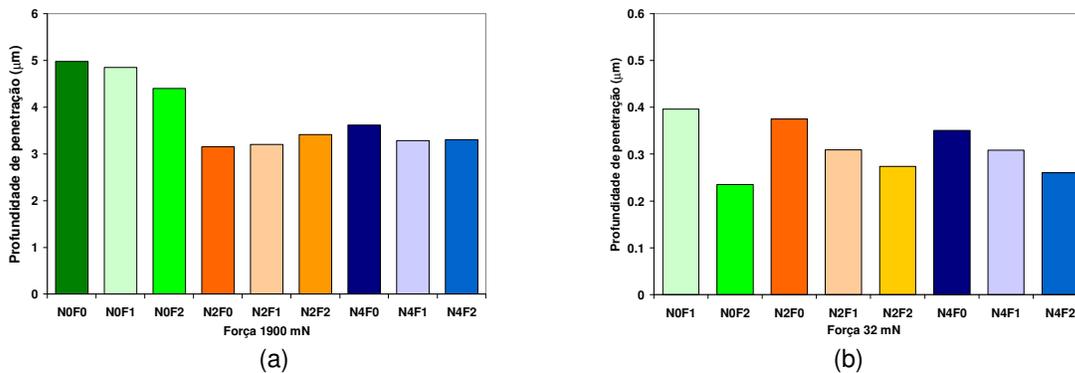
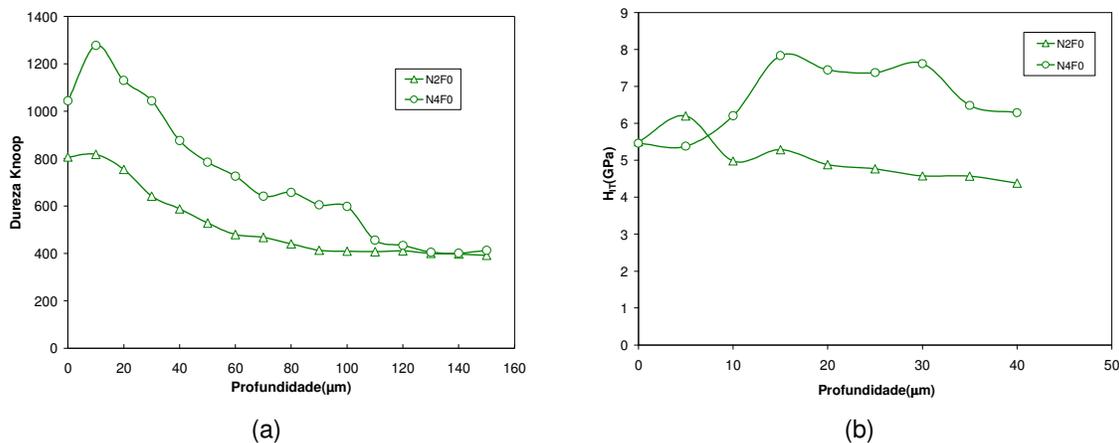


Figura 7: Profundidade de penetração para as forças aplicadas de (a) 1900mN e (b) 32mN.

A Figura 8 apresenta os perfis de dureza transversal (convencional e instrumentada) dos sistemas nitretados N2F0 e N4F0 usados na caracterização da camada nitretada e determinação da profundidade de nitretação. A partir do perfil de microdureza Knoop foi possível determinar a profundidade de nitretação como sendo de cerca de 80 µm para o sistema nitretado a plasma por 2 horas e de 120 µm para o sistema nitretado por 4 horas. As medidas de dureza instrumentada permitiram o detalhamento do perfil de dureza próximo à superfície, permitindo espaçamentos menores entre as medições. Foi observado que os perfis de dureza instrumentada apresentaram um comportamento coerente com o mostrado pelos perfis de dureza Knoop. O sistema N2F0 apresentou um valor de dureza ligeiramente maior para região próxima a borda, seguido de uma diminuição da dureza, e o sistema N4F0 mostrou valores de dureza menores na região próxima a borda, seguido de um aumento de dureza. Os perfis de dureza obtidos pelos dois métodos mostraram que o sistema N4F0 possui uma região de mais baixa dureza próxima a superfície, provavelmente devido a presença da fase hexagonal  $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ , mas no geral a dureza deste sistema é maior que a do N2F0.



**Figura 8:** Perfil de dureza transversal dos sistemas nitretados N2F0 e N4F0 determinado por (a) microdureza Knoop e (b) dureza instrumentada

## 4 CONCLUSÕES

- Os processos de nitretação a plasma e de deposição de filme Cr-Al-N por PAPVD levaram, isoladamente ou em conjunto, a um aumento da dureza superficial do aço ABNT 4140;
- Ambos os métodos de medida de dureza, convencional ou instrumentado, foram adequados para a determinação do perfil de dureza dos sistemas;
- Quanto menor a profundidade de penetração maior foi a contribuição da dureza do filme e/ou da camada nitretada no valor da dureza medido.
- A dureza dos sistemas variou com a força aplicada, devido as variações de microestrutura na superfície dos sistemas.

## Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer a Fundação de Amparo a Pesquisa de Minas Gerais (FAPEMIG) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro.

## REFERÊNCIAS

- 1 LI, X.; BHUSHAN, B. A review of nanoindentation continuous stiffness measurements technique and its application. **Materials Characterization**, v. 48, p. 11-36, 2002.
- 2 QIAN, L.; LI, M.; ZHOU, Z.; YANG, H.; SHI, X. Comparison of nano-indentation hardness to microhardness. **Surface and Coating Technology**, v. 195, pp. 264-271, 2005.
- 3 FISCHER-CRIPPS, A. C. A review of analysis methods for sub-micron indentation testing. **Vacuum**, v. 58, p. 569-585, 2000.
- 4 FISCHER-CRIPPS, A. C. Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data. **Surface and Coating Technology**, v. 200, p. 4153-4165, 2006.
- 5 ISO. **ISO/FDIS 14577-1**: Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters, part 1. 2002
- 6 OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Measurements of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in the understanding and refinements to methodology. **Journal of Materials Research**, v. 19, p. 3-20, 2004.
- 7 CORENGIA, P.; YBARRA, G.; MOINA, C.; CABO, A.; BROITMAN, E. Microstructural and Topographical Studies of DC-pulsed Plasma Nitrided AISI 4140 Low-Alloy Steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 200, p. 2391-2397, 2005.