

OTIMIZAÇÃO DO CONTROLE DA ESPESSURA DE CAMADA NITRETADA ATRAVÉS DA DUREZA SUPERFICIAL

*Amauri André Paludeto²
Wander Gomes da Silva³
Ricardo Strangis Cumino⁴*

Resumo

As camadas brancas obtidas por processos de nitretação são usualmente avaliadas através de metalografia e até por composição química. Este trabalho pretende estudar a viabilidade da análise da camada branca através da dureza superficial, utilizando-se uma carga específica relacionada à mínima espessura de camada obtida no processo de tratamento térmico. Mantendo-se constantes a temperatura e a atmosfera, foram executados diversos tratamentos com variação do tempo de processo. Foram utilizadas amostras de aço AISI 52100, previamente temperadas e revenidas. A dureza superficial foi avaliada com diferentes cargas a fim de permitir a obtenção de uma correlação entre a profundidade de camada e a carga utilizada na medição da dureza. As profundidades de camada foram ainda avaliadas por metalografia e foi possível determinar uma carga ótima através da qual pode-se avaliar de maneira rápida a profundidade da camada nitretada (camada branca).

Palavras-chave: Nitretação, Camada branca.

¹ *Contribuição técnica a ser apresentada no 60º Congresso Anual Internacional da ABM, Belo Horizonte, MG, 25 a 28 de julho de 2005*

² *Técnico Metalúrgico Schaeffler Brasil Ltda – Engenheiro em Eng. de Controle e Automação Universidade Paulista, Sócio da ABM*

³ *Eng. Metalurgista Schaeffler Brasil Ltda, Mestrando em Eng. Metalúrgica PMT-EPUSP, Sócio da ABM*

⁴ *Eng. Metalurgista Schaeffler Brasil Ltda, Mestrando em Eng. Metalúrgica PMT-EPUSP, Sócio da ABM*

INTRODUÇÃO TEÓRICA

O processo de nitretação consiste basicamente num tratamento termoquímico para introdução de nitrogênio na superfície de aços com o intuito de promover o endurecimento superficial. Ao contrário dos tratamentos convencionais de endurecimento dos aços como a têmpera, ou mesmo a cementação, os tratamentos de nitretação são executados a temperaturas mais baixas que as usualmente necessárias para a etapa de austenitização que precede a têmpera; além disso, a nitretação não necessita de um resfriamento rápido, necessário na têmpera. Estes dois fatores são responsáveis pela praticamente ausência de deformação de peças submetidas a este tipo de tratamento, o que representa uma grande vantagem, dependendo da aplicação do componente tratado.

Os processos de nitretação usuais são executados em meio gasoso, meio líquido ou ainda por processos que envolvem a utilização de plasma (gás ionizado). As experiências executadas para a elaboração deste trabalho foram elaboradas a partir de meio gasoso, onde a fonte de nitrogênio normalmente utilizada é a amônia (NH_3).

O tratamento de nitretação promove a formação de uma camada nitretada, geralmente composta por uma camada branca e um substrato, que corresponde à zona de difusão de nitrogênio na liga ferrosa, até uma determinada profundidade, conforme o tempo total do processo. A camada branca consiste numa região contínua e homogênea ao longo de toda a superfície tratada, com espessuras muito pequenas, em torno de 10 μm , e tem como principal característica uma grande resistência ao desgaste abrasivo e à corrosão. A camada branca corresponde a uma fase, ou conjunto de fases, formada, normalmente pelos nitretos denominados fase ϵ (Fe_3N) e/ou fase γ' (Fe_4N).

O SISTEMA Fe-N – O estudo do sistema Fe-N teve início em 1930, quando Lehrer publicou seu clássico diagrama mostrando as ocorrências das fases neste sistema.

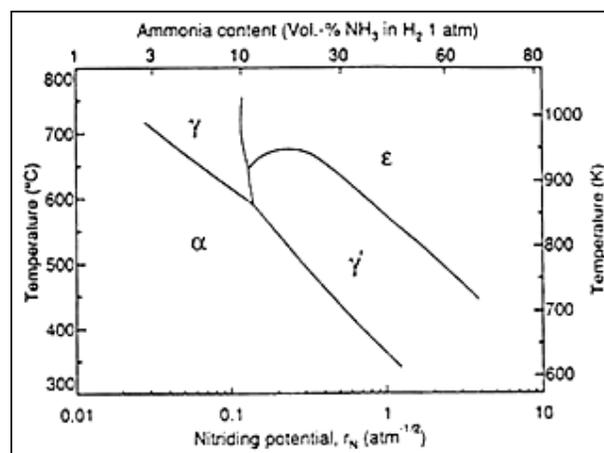


Figura 1. Dados de Lehrer em função do potencial de nitretação[1]

As regiões correspondentes às fases ferrita ($\text{Fe}-\alpha$, austenita ($\text{Fe}-\gamma$, gama primária ($\gamma' - \text{Fe}_4\text{N}$)) e epton ($\epsilon - \text{Fe}_3\text{N}$) são mostradas, para determinadas faixas, para as duas quantidades potenciais: temperatura e potencial de nitretação. Esse tipo de diagrama ainda é usado para o controle de processos de nitretação.

Mais recentemente, diversas revisões deste sistema, incluindo a compilação de banco de dados provenientes de ferramentas computacionais (Thermo-Calc), permitiram

o desenvolvimento com precisão, não apenas do próprio sistema Fe-N, como também dos sistemas Fe-C e finalmente o Fe-N-C.

O SISTEMA Fe-N-C – Uma importante variação da nitretação é o tratamento de nitrocarbonetação, onde além do nitrogênio, é ainda introduzida certa quantidade de carbono, cuja principal função é a aceleração do processo de obtenção da camada branca, já que o C promove a expansão das fases nitreto (ϵ e/ou γ'). Nestes processos, a fonte de C é o gás carbônico (CO_2), introduzido junto com a amônia no forno para execução do processo. Podemos ainda considerar como importante fonte de carbono para o processo de nitrocarbonetação a própria composição química do material, ou seja, aços com elevado teor de carbono. Nestes casos, normalmente as peças são temperadas e revenidas antes do processo de nitretação, para, entre outros aspectos, promover a dissolução do carbono na austenita e conseqüentemente na martensita. Durante a nitretação, o nitrogênio dissolvido na superfície do material combina-se com o carbono já presente favorecendo, portanto, a formação das fases constituintes da camada branca.

Quando o carbono é introduzido no sistema Fe-N, as relações entre as fases são alteradas e o diagrama original de Lehrer torna-se, portanto, bastante limitado. Uma curta descrição da influência do C na relação entre as fases do sistema Fe-N foi proposta por Naumann e Langenscheid, que determinaram experimentalmente diversas seções isotérmicas (na faixa de 500 – 700 °C).

A literatura relata ainda outras observações a respeito de diferentes tratamentos de nitrocarbonetação de ligas Fe-C executados a temperaturas da ordem de 570 °C, que confirmam a existência do campo de duas fases: cementita + ϵ , além da coexistência das fases α e ϵ após a nitrocarbonetação de aços alto carbono, indicando a existência de um campo de duas fases para $\alpha + \epsilon$. Também um contato direto entre $\alpha + \epsilon + \gamma'$ e $\alpha + \text{Fe}_3\text{C} + \epsilon$ são documentados nesses relatórios indicando a existência do campo de três fases correspondente no sistema Fe-N-C.

Slycke, Sproje and Argren propuseram um diagrama ternário alternativo para o sistema Fe-N-C, em temperaturas de nitrocarbonetação que permitiu o contato direto, observado frequentemente, entre as fases ferrita e epsilon ($\alpha + \epsilon$) e o contato direto entre as fases ferrita, cementita e epsilon ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C} + \epsilon$) após a nitrocarbonetação de aços (alto carbono). Esse diagrama é mostrado esquematicamente na Figura 2.

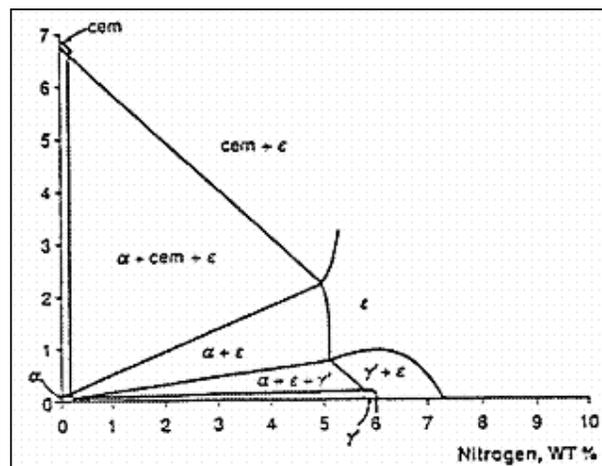


Figura 2. Representação esquemática do diagrama Fe-N-C revisado.

CONTROLE DE QUALIDADE – Comumente, as peças submetidas aos tratamentos de nitretação ou nitrocarbonetação têm como especificações básicas a dureza superficial a ser atingida e a espessura da camada branca obtida. A dureza é avaliada através de ensaios onde normalmente se utiliza a escala Vickers, com cargas baixas (1 kg – HV1 ou ainda 200 g – HV 0,2) em função da pequena espessura da camada nitretada.

Portanto, faz-se necessário uma boa preparação da superfície, suficiente a correta avaliação e execução do ensaio de dureza. Para a espessura da camada branca, são utilizadas técnicas metalográficas convencionais, que compreendem o corte da peça numa secção apropriada, seguido do embutimento, lixamento, polimento, ataque e finalmente observação ao microscópio óptico.

OBJETIVOS

Este trabalho tem o objetivo de propor uma metodologia de avaliação de camadas obtidas pelo tratamento de nitretação e/ou nitrocarbonetação através de medição de dureza superficial com a utilização de uma escala de dureza conveniente, de modo a otimizar, em escala industrial, o controle de qualidade de peças submetidas a este tipo de tratamento.

MATERIAIS E MÉTODOS

Foram executadas experiências de tratamento térmico de nitrocarbonetação com aço AISI 52100, onde foram obtidas diferentes espessuras de camada a partir da execução de tratamentos com tempos distintos. Foram utilizados corpos-de-prova cilíndricos, extraídos a partir de um fio-máquina com diâmetro de 7,5 mm, no estado esferoidizado (carbonetos esferoidizados em matriz ferrítica). Os corpos-de-prova foram inicialmente submetidos a um tratamento térmico de têmpera em óleo (860°C / 30 min), seguido de revenimento (180°C / 120 min) e retífica do diâmetro (superfície a ser nitrocarbonetada). A composição química do material é mostrada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química do aço SAE 52100 utilizado neste trabalho.

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	P	S	Cu	Al	O2	Ti
1,09	0,22	0,34	1,42	0,05	0,02	0,012	0,008	0,07	0,024	0,0006	0,001

A operação de retífica teve por função a homogeneização da superfície para eliminação de imperfeições que pudessem interferir no tratamento de nitrocarbonetação, bem como facilitar a preparação posterior da mesma para as medições de dureza e avaliação da microestrutura.

Os diversos tratamentos térmicos de nitrocarbonetação foram realizados mantendo-se constantes a temperatura (570°C) e a atmosfera, formada basicamente por uma mistura de amônia (NH₃) e gás carbônico (CO₂). Foi variado o tempo total de tratamento, como forma de obtenção de diferentes camadas nitrocarbonetadas. Em escala industrial utilizam-se normalmente tempos superiores a 200 min. Neste trabalho, foram utilizados os tempos crescentes apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Tempos de tratamento de nitrocarbonetação.

Tratamento	1	2	3	4
Tempo (min)	70	140	210	280

Para cada tempo de tratamento, foram avaliados 10 corpos-de-prova, que inicialmente foram submetidos a um ensaio químico para determinação da presença da camada branca, que consistiu em submeter os corpos-de-prova a uma solução de cobre amoniacal, que promove a deposição de cobre metálico na superfície isenta de camada branca; conseqüentemente, a ausência desta precipitação indica a presença da camada branca, que inibe a deposição do cobre metálico na superfície da peça. Foram então efetuadas medições de dureza na escalas Vickers HV 1 / HV 2 / HV 3 / HV 5 (cargas respectivamente de 9,8 / 19,6 / 29,4 / 39,2 / 49,0 N). Ainda para cada tempo de tratamento foi avaliada a profundidade da camada nitrocarbonetada através de curva de dureza e de metalografia (microscopia óptica).

resultados e discussão

Todos os corpos-de-prova provenientes dos 4 tempos distintos do tratamento de nitrocarbonetação foram submetidos à solução de cobre amoniacal para determinação da presença de camada branca. Para o tempo de 70 min, houve alguma deposição de cobre metálico na superfície dos corpos-de-prova, indicando que, embora presente, a camada branca apresentava falhas, ou heterogeneidades. Para os tempos de 140, 210 e 280 minutos, não foi observada nenhuma deposição de cobre metálico, indicando, portanto, a presença contínua da camada branca ao longo de toda a superfície das peças tratadas.

Na Tabela 3 são apresentadas as espessuras de camada branca obtidas para os diferentes tempos de nitrocarbonetação, avaliados através de microscopia óptica. O aspecto da camada branca para os diferentes tratamentos executados são mostradas nas Figuras 3 a 6.

Tabela 3. Espessura da camada branca em função do tempo de nitrocarboentação.

Tempo (min)	Espessura (μm)
70	0 a 3
140	10 a 11
210	12 a 13
280	15 a 17

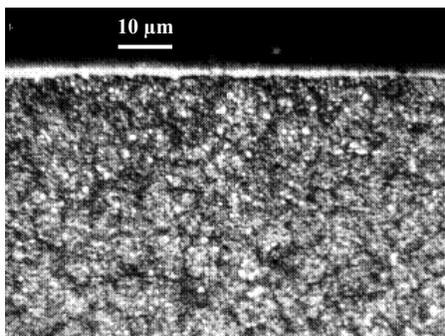


Figura 3. Aspecto micrográfico da camada branca obtida para o tempo de 70 min. Espessura: 0 a 3 μm – Nital 3%

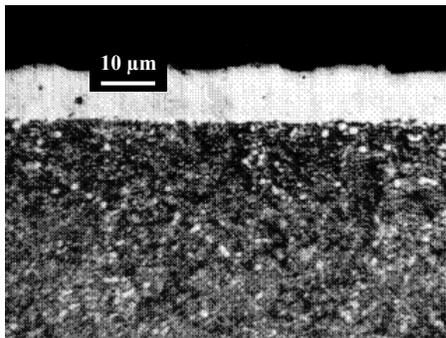


Figura 4. Aspecto micrográfico da camada branca obtida para o tempo de 140 min. Espessura: 11 μm – Nital 3%.

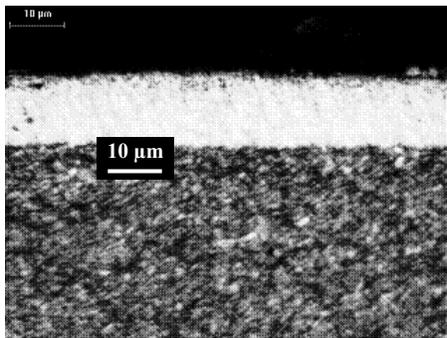


Figura 5. Aspecto micrográfico da camada branca obtida para o tempo de 210 min. Espessura: 12 μm – Nital 3%
OBS: início de formação de porosidade na superfície.

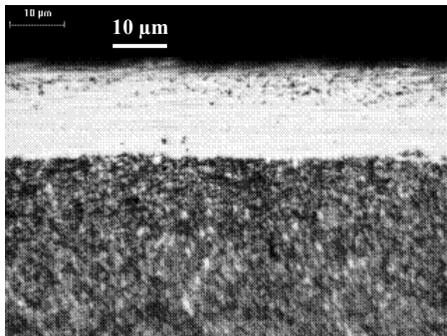


Figura 6. Aspecto micrográfico da camada branca obtida para o tempo de 280 min. Espessura: 16 μm – Nital 3%.
OBS: formação de porosidade na superfície.

Foi observado que o tempo de tratamento de nitrocarbonetação de 70 min (Figura 3) corresponde ao tempo limite, abaixo do qual não há formação da camada branca. Com o dobro do tempo (140 min – Figura 4), a camada passou da espessura máxima de 3 μm para 11 μm; dobrando-se novamente o tempo de tratamento (280 min – Figura 6), embora também mais espessa seja a camada, menor foi a taxa do aumento da espessura. Este comportamento pode ser observado na Figura 7.

Por outro lado, com o contínuo aumento do tempo de tratamento, maior foi a ocorrência de porosidade na superfície da camada, que, para o tempo de 140 min – Figura 4, praticamente não existe, mas já é presente para 210 min – Figura 5, e é significativa para 280 min – Figura 6. Com isto, pode-se dizer que a cinética de introdução do nitrogênio na superfície do aço durante o tratamento de nitrocarbonetação é mais intensa do que a cinética de difusão do carbono ao longo da camada nitrocarbonetada, e portanto, tempos longos não produzem efeito significativo na obtenção de camadas brancas muito mais espessas.

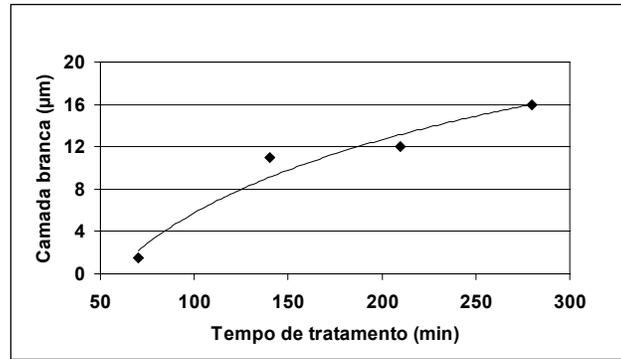


Figura 7. Variação da espessura da camada branca em função do tempo de tratamento.

Todos os corpos-de-prova (provenientes dos tratamentos executados nos 4 tempos distintos) foram submetidos a medição de dureza superficial. As Figuras 8 a 11 mostram, respectivamente, os valores de dureza obtidos com as diferentes cargas de ensaio. Em cada figura, são mostrados os valores referentes aos 4 tempos de tratamento utilizados.

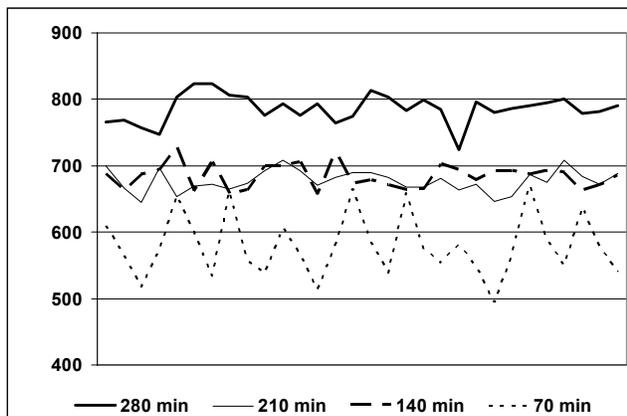


Figura 8. Valores de dureza obtidos na escala HV 1, para os 4 tempos de tratamento estudados.

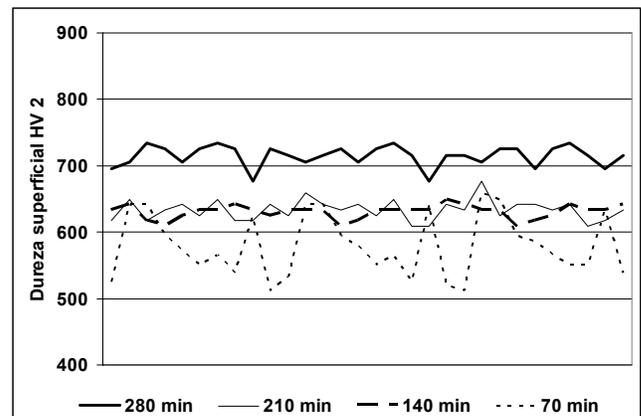


Figura 9. Valores de dureza obtidos na escala HV 2, para os 4 tempos de tratamento estudados.

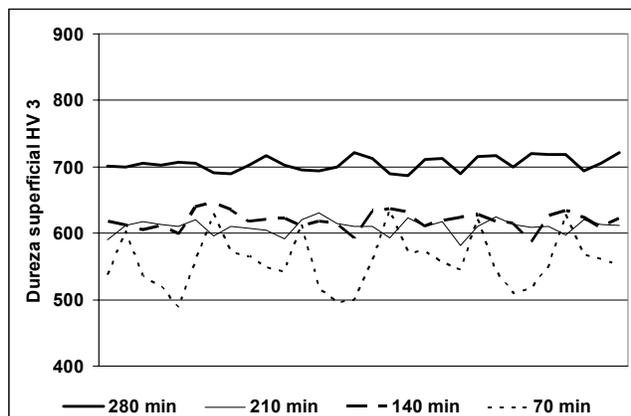


Figura 10. Valores de dureza obtidos na escala HV 3, para os 4 tempos de tratamento estudados.

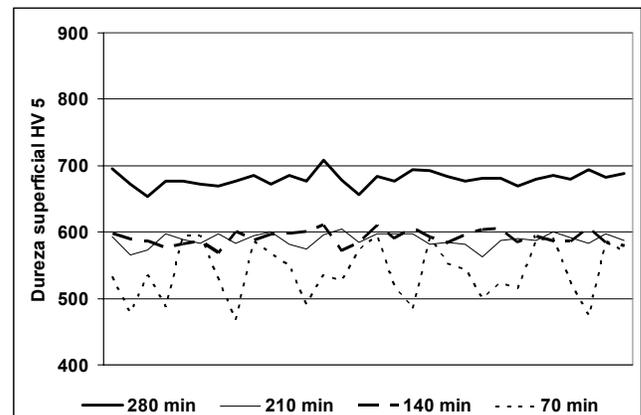


Figura 11. Valores de dureza obtidos na escala HV 5, para os 4 tempos de tratamento estudados.

Da observação dos gráficos ilustrados nas Figuras 8 a 11, nota-se que, para todas as cargas de dureza utilizadas, há grande dispersão de valores para o tratamento executado a 70 min, como consequência direta da grande heterogeneidade tanto da presença quanto na espessura da camada nitrocarbonetada. Em particular esta variação foi mais acentuada para as medições realizadas na escala HV 1 (Figura 8), sugerindo maior interferência da camada branca propriamente dita, já que, a menor carga desta escala torna a medição de dureza mais sensível à variações superficiais.

Ainda analisando a Figura 8, os valores de dureza medidos na escala HV 1 são os que apresentam as maiores dispersões (para todos os tempos). Isto se deve ao fato de que, com a menor carga, fenômenos superficiais, como a porosidade da camada, entre outros, ficam mais evidentes.

Para qualquer uma das cargas utilizadas na medição de dureza, os tratamentos executados a 140 e 210 min apresentam valores praticamente constantes, refletindo, portanto, a igualdade de espessura da camada branca para esses dois tempos de tratamento. Também em todas as escalas HV, o tratamento executado a 280 min apresentou valores de dureza razoavelmente maiores que para os outros tempos.

Observa-se claramente ainda que, para as escalas HV 2, HV 3 e HV 5, os valores de dureza para os tempos de 140 e 210 min oscilam em torno de 600 HV, e para 280 min em torno de 700 HV, ou seja, os comportamentos observados são os mesmos, independentemente da carga de dureza utilizada.

Uma vez que, quanto maior é a carga para a medição de dureza, maior é a profundidade da impressão obtida durante o ensaio, percebe-se que a utilização da carga HV 5 garante maior segurança na avaliação da profundidade da camada nitrocarbonetada através da medição de dureza, pois, a maior carga promove uma impressão mais profunda e, conseqüentemente, maior será a garantia de que a profundidade desejada da camada foi efetivamente atingida no tratamento térmico. Além disso, a utilização da escala HV 5 é a mais prática, pois não exige maior rigor na preparação da superfície (lixamento / polimento), tornando a medição mais rápida. Num outro aspecto, a obtenção de valores elevados de dureza na escala HV 5 garante a existência de uma camada nitretada regular. Note, na Figura 11, que para tempos menores, os valores também são menores, quando comparado com o tempo de 280 min. Assim, por exemplo, se for adotado o valor de mínimo 600 HV como especificado para um tratamento de nitrocarbonetação, para um tempo de processo em torno de 280 min (razoável para grande parte dos processos industriais), a medição dos valores obtidos na escala HV 5 como as mostradas na Figura 11 garante a qualidade e integridade da camada decorrente do tratamento de nitrocarbonetação.

É comum referir-se à espessura da camada nitrocarbonetada como sendo apenas a espessura da camada branca, que se constitui numa fase contínua e uniforme ao redor de toda a superfície submetida ao tratamento. Entretanto, vale lembrar que a camada nitrocarbonetada corresponde não só à camada branca, como também a uma zona de difusão de nitrogênio no aço tratado, não necessariamente formando nitretos de estequiometria definida como no caso da fase α (Fe_3N) ou mesmo da fase γ' (Fe_4N). E a dureza do material após o tratamento se deve a toda esta camada nitrocarbonetada, ou seja, à camada branca + zona de difusão. Este fato fica ilustrado pela Figura 12, onde se observa o perfil da camada na superfície submetida, respectivamente a impressões de dureza Vickers HV 5 e Rockwell C (HRC), esta última executada com carga de 1470 N.

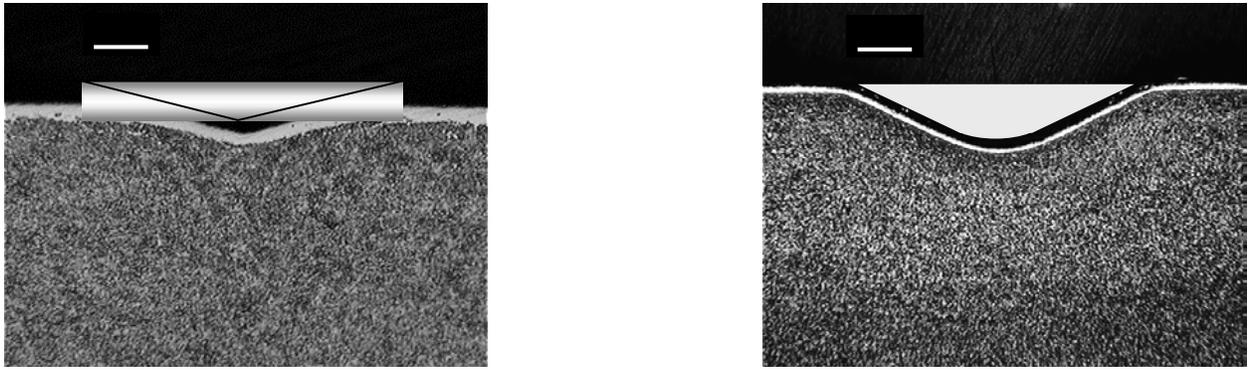


Figura 12. À esquerda, perfil da camada branca na região da impressão de dureza Vickers (HV 5 – carga 49,0 N) e à direita, perfil na impressão de dureza Rockwell (HRC – carga 1470 N).

Pode-se notar que, em ambos os casos, a camada branca permanece uniforme ao longo da superfície da impressão e, portanto, o valor efetivo da dureza corresponde à somatória dos efeitos resistivos tanto da própria camada branca, como também do substrato abaixo dela, que corresponde a zona de difusão do nitrogênio.

Outra forma de percepção desta resistência obtida pelo substrato abaixo da camada branca é a avaliação da dureza ao longo da profundidade do material, através de uma “curva de dureza” como a ilustrada na Figura 13.

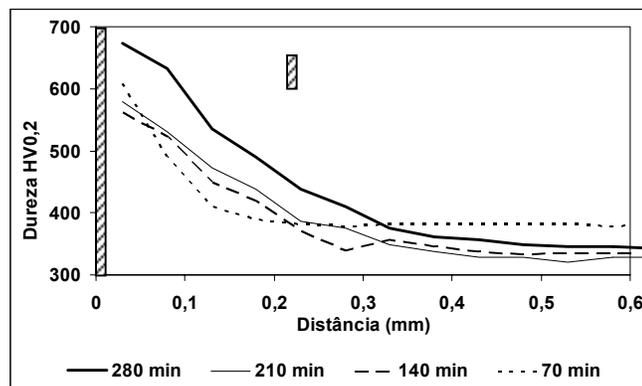


Figura 13. Curvas de dureza ao longo da camada nitrocarbonetada para os 4 tempos de tratamento estudados.

Em função da pequena espessura (tanto da camada branca como do restante da camada nitrocarbonetada) as curvas de dureza para os 4 tempos de tratamento foram executadas através da microdureza Vickers HV 0,2 (carga de 1,96 N). Note que até a espessura de 0,1 mm (o que corresponde a uma profundidade de aproximadamente 10 vezes a espessura da camada branca), ainda são obtidos valores de dureza superiores a 500 HV, até mesmo para os tempos menores de tratamento, ou seja, o gradiente de dureza ao longo da camada nitrocarbonetada, especificamente na região da interface camada branca / substrato não é significativo.

Na Figura 14 é mostrado uma impressão Vickers HV 0,2, executada na interface entre a camada branca e o substrato: é possível notar que não há qualquer deformação da impressão, que apresenta-se de forma absolutamente simétrica, indicando, portanto, que não existe diferença significativa entre a dureza da camada branca e pelo menos na região do substrato que é próxima da interface.

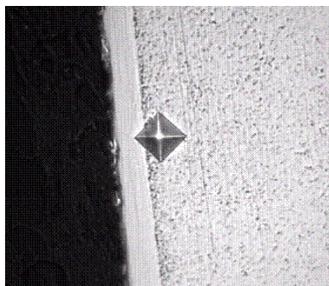


Figura 14. Impressão HV 0,2 na interface ϵ / substrato.

A dureza superficial, avaliada diretamente no substrato, apresenta valores razoavelmente elevados. Quando comparada com a dureza de núcleo (em torno de 350 HV) a diferença entre durezas antes e após a remoção da camada branca torna-se menos significativa, uma vez que o núcleo não recebe nenhuma influência do nitrogênio adicionado à superfície do material durante o tratamento de nitrocarbonetação.

CONCLUSÕES

A avaliação da camada obtida após o tratamento de nitretação do aço AISI 52100 previamente temperado e revenido pode ser otimizada empregando-se apenas a medição de dureza superficial (na escala Vickers), em conjunto com a avaliação de presença da camada branca através de imersão em cobre amoniacal.

A utilização da escala HV 5 (carga de 49,0 N) na medição de dureza propicia maior garantia de obtenção de uma camada nitretada regular, desde que obtidos valores acima de um patamar de dureza pré-estabelecido para o tratamento.

Para avaliação específica de porosidade, a utilização da escala de dureza HV 1 se faz suficiente, pois uma maior dispersão de valores indica a ocorrência de heterogeneidades superficiais.

A dureza da camada nitrocarbonetada se deve não apenas à camada branca como também ao substrato presente abaixo desta fase, que corresponde à zona de difusão do nitrogênio a partir da superfície até uma determinada profundidade. Naturalmente, a qualidade do substrato está relacionada à presença e a profundidade da camada branca acima dele e, portanto, a avaliação da espessura da camada total pode indiretamente ser executada pela medição de dureza, dispensando a execução freqüente da análise metalográfica.

O crescimento da camada nitretada em função do tempo ocorre de forma não-linear, com uma taxa decrescente ao longo do tempo, a medida que se tem o aumento da espessura da camada. Por outro lado, para tempos longos, a contínua adição de nitrogênio na superfície do material ao longo do processo de nitretação se manifesta na forma de porosidade da camada.

Agradecimentos

Os autores deste trabalho agradecem à Schaeffler Brasil Ltda. pela cessão dos materiais utilizados e possibilidade de execução deste trabalho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 Lehrer, E., Z. für Elektrochem. 36 (1930), p. 383 – 392.
- 2 Sundman B., Jansson B., Andersson J-O., CALPHAD, 9 (1985), p. 153 – 190.
- 3 Naumann F. K., Langenscheid G., Arch. Eisenhüttenwesens, 36 (1965), p. 677 – 682.
- 4 Mittenmeijer E. J. et. Al., Scripta Metall., 1980, 14, p. 1183 – 1192.
- 5 Colijn P. F., et al., Sonderblände der Praktischen Metallographie 1981, 12, p. 81 – 91.
- 6 Mittenmeijer D. J., Härtere-Technische Mitteilungen, 36 (1981), 12, p. 56 – 67.
- 7 Wells A., Phd Thesis, D44 522/83, University of Liverpool, Liverpool, UK, 1982.
- 8 Wells A., Bell T, Heat treatment of metals, V. 2, 1983, p. 39 – 44.
- 9 Slycke J., Sproge L., Agren J., Scand. J. Metallurgy, 17 (1988), p. 122 – 126.

OPTIMIZATION OF THE CONTROL OF THE WHITE LAYER (NITRIDING) THROUGH SURFACE HARDENESS.¹

*Amauri André Paludeto²
Wander Gomes da Silva³
Ricardo Strangis Cumino⁴*

Abstract

The white layers obtained by nitriding process are usually evaluated through metallography and even by chemical composition. This paper intends to study of the viability on the analysis of the white layer through only surface hardness, by using a specific load related to the minimum case depth obtained in the process. The temperature and the atmosphere were maintained constants and it was carried out several nitriding heat treatments where the time was changed. It was used samples made by SAE 52100 steel, previously quenched and tempering. The surface hardness was measured with several different loads to obtain a relationship between the case depth and the load of the hardness evaluate. The case depth was still evaluated through metallography and it was possible to determine an optimal load that is enough to make a quick and appropriate evaluation of the case depth.

Key-words: Nitriding, White layer.

¹ Paper to be submitted to 60th Annual Congress – International ABM, São Paulo, SP, 25th to 28th, July, 2005

² Metallurgical Technician Schaeffler Brasil Ltda – Undergraduating student Mechanical Eng. UNIP, Member ABM

³ Metallurgical Eng. Schaeffler Brasil Ltda, MSc-graduating student PMT-EPUSP, Member ABM

⁴ Metallurgical Eng. Schaeffler Brasil Ltda, MSc-graduating student PMT-EPUSP, Member ABM