

VERIFICAÇÃO DOS MELHORES PARÂMETROS DE NITRETAÇÃO A PLASMA PARA MATRIZES DE CONFORMAÇÃO ¹

*Adão Felipe Oliveira Skonieski*²
*Thomas Hirsch*³
*Alexandre da Silva Rocha*⁴

Resumo

A Nitretação a plasma é um processo que tem como uma de suas principais vantagens a possibilidade de seleção microestrutural da camada nitretada, sendo isto de grande importância quando se deseja aumentar a vida útil de matrizes e ferramentas. Fatores como redução de atrito e aumento da resistência ao desgaste abrasivo são preponderantes quando o assunto é conformação mecânica de peças. O presente trabalho teve como objetivo, avaliar a influência de diferentes composições da mistura gasosa usada na nitretação a plasma sobre a qualidade final do material tratado, em termos de tenacidade, dureza e propriedades tribológicas.

Palavras-chave: Nitretação; Atrito; Conformação

EVALUATION OF BEST PLASMA NITRIDING PARAMETERS FOR DIE FORMING

Abstract

Plasma nitriding has among their advantages the possibility of microstructural selection of compound layer. This fact is of major importance to increase the life time of dies and tools. Decreasing on friction coefficient and increasing on abrasive wear resistance are main factor concerning forging operations. This work had as main aim to evaluate the influence of different gas compositions used on plasma nitriding in relation to final qualities and metallurgical and tribological properties of treated material.

Key words: Nitriding, friction, forming

¹ *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil*

² *Engenheiro Metalúrgico, Mestrando pelo Laboratório de Transformação Mecânica – UFRGS*

³ *Doutor em Engenharia, Professor pelo Institut fuer Werkstofftechnik, Bremen, Alemanha.*

⁴ *Doutor em Engenharia, Professor pelo Laboratório de Transformação Mecânica – UFRGS*

1 INTRODUÇÃO

É bem conhecido que, um dos problemas relativo aos processos de conformação, é o elevado desgaste do ferramental devido às altas tensões e condições severas de uso. Tendo-se em vista o elevado custo do ferramental e o tempo despendido em troca de ferramentas, justifica-se a nitretação de matrizes de conformação, bem como a utilização de revestimentos de filmes finos. Certos autores, reportam que aços ferramenta nitretados deveriam ser isentos de camada branca em sua superfície por esta ter uma baixa tenacidade frente às solicitações que essas peças terão de suportar.

Entretanto, tem se afirmado nos últimos anos que a fase ϵ (Fe_{2-3}N), formada sob determinados parâmetros de nitretação, pode diminuir consideravelmente o coeficiente de atrito neste tipo de ferramenta.⁽¹⁾ Tais constatações teriam um impacto extremamente positivo nas linhas de produções as quais se empregam ferramentas como matrizes de forjamento e matrizes de extrusão nitretadas, como meio de confecção por exemplo, de um produto final de alumínio. Uma vez que a força e, por consequência, a energia despendida em processos de conformação são variáveis diretamente relacionadas com o atrito. Uma diminuição no coeficiente de atrito culminaria com uma grande economia de energia gasta pelo sistema .

A nitretação a plasma ou nitretação iônica é um método de endurecimento superficial que usa tecnologia de descarga luminescente para introduzir o nitrogênio nascente na superfície do metal para posterior difusão para o núcleo. Uma elevada tensão elétrica é gerada em uma câmara com uma mistura gasosa (normalmente de nitrogênio e hidrogênio) à baixa pressão (1 mbar a 10 mbar) . Devido a isso, os íons de nitrogênio são acelerados e colidem sobre as peças provocando aquecimento, limpando a superfície e proporcionando nitrogênio ativo.^(2,3) Dentre as principais vantagens dessa técnica, destacam-se a possibilidade de emprego de menores temperaturas, menores tempos de processo e menores gastos de energia, bem como a possibilidade de um apurado controle microestrutural das camadas nitretadas. O controle da microestrutura é possível pelo fato de que, alterações em variáveis como temperatura, pressão gasosa, composição atmosférica bem como densidade de corrente ⁽⁴⁾ influenciam nos fenômenos físicos básicos da nitretação. Isto proporciona uma possibilidade de se selecionar o tipo de camada mais adequado para cada solicitação que a peça irá sofrer.

O presente trabalho teve como objetivo estudar as propriedades mecânicas e tribológicas do aço AISI H13 nitretado a plasma empregando-se duas misturas gasosa distintas, uma pobre em nitrogênio e outra rica em nitrogênio. O objetivo foi avaliar o impacto sobre a microestrutura gerada das camadas nitretadas e suas propriedades mecânicas.

2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 Fabricação das Amostras e Nitretações

Amostras com a forma de discos em aço AISI H13 foram fabricadas com as dimensões de 40 mm de diâmetro e 12 mm de altura. O objetivo desta geometria é que

as amostras servissem tanto para a caracterização das camadas geradas, quanto para a execução de testes de compressão de anéis de alumínio, na determinação de coeficientes de atrito. As amostras (ferramentas) foram temperadas e revenidas e posteriormente retificadas apresentando uma dureza de núcleo de 52 HRC.

As nitreções foram realizadas em duas condições diferentes onde se variou apenas a mistura gasosa (76% N₂ e 5% N₂ em hidrogênio). A temperatura de nitreção foi mantida constante em 450°C e o tempo de processo fixado em 4 horas. Antes de cada nitreção, foi realizada limpeza nas ferramentas em aço H13 e na carcaça do forno, além de um sputtering com plasma de hidrogênio e argônio durante 30 minutos para a eliminação de qualquer impureza restante. Cada corrida de nitreção levou ao forno quatro ferramentas de H13 sendo que duas estavam destinadas ao teste de atrito e uma para a caracterização da nitreção. A aquisição de temperatura foi feita com a quarta peça de dimensões similares as ferramentas, na qual foi introduzido um termopar tipo K para medir a temperatura nas proximidades de sua superfície. Tendo-se em vista a homogeneidade do plasma e a distribuição simétrica das quatro peças dentro do forno, pode-se assumir mesma temperatura para todas as superfícies das amostras.

2.2 Caracterização das Amostras Nitretadas

Foram realizadas metalografias e perfis de microdureza com HV 0,1 Kgf (HV 1N) das camadas nitretadas com a finalidade de se estimar a profundidade da zona de difusão e a presença ou não de camada branca. Para estimar a dureza superficial, foram feitas microdurezas de topo (sobre a superfície plana) com um método de variação de cargas e medição de microdurezas correspondentes. As cargas variadas em questão foram 0,25 N; 0,5 N; 1 N; 2 N; 3 N e 5 N. Desse modo, foi possível a obtenção da dureza das camadas mais superficiais, de forma comparativa entre as amostras, com menor influência do núcleo da peça.

A confirmação das fases presentes na superfície das peças foi feita através de análise por difração de raios-x em um difratômetro Philips equipado com radiação Cu-K α . O perfil de composição química em função da profundidade foi determinado via GDOS (Glow Discharge Optical Spectroscopy). Ainda sob o ponto de vista da caracterização, este trabalho procurou estimar a tenacidade de ambas as condições de nitreção usadas. Para tanto, utilizou-se um durômetro vickers onde se empregou cargas maiores (10 N, 50 N, 100 N, 150 N, 200 N, 300 N, 400 N e 500 N) e determinou-se o início de trincas e sua morfologia como função da carga aplicada.

2.3 Avaliação Tribológica das Matrizes e Medida de Rugosidade

O teste do anel, usado para determinar o atrito em sistemas de forjamento, foi empregado para avaliar o desempenho tribológico das camadas nitretadas em diferentes configurações. O teste do anel consiste na compressão axial de um anel (bilet) com dimensões padronizadas onde se verifica o atrito através da relação do diâmetro interno com a altura do anel após determinados níveis de compressão. Como material do bilet a ser deformado. O material dos anéis (bilets) foi a liga AA6351, optou-

se pelo alumínio, visto sua alta aplicabilidade dentro das indústrias aeronáutica e automobilística. ^(5,6)

Em cada teste, as reduções de altura foram de 20%, 40% e 60%, para as quais se avaliou a variação do diâmetro interno do anel em função dessas reduções a fim de construir curvas que, quando comparadas com as curvas de calibração obtidas por Martin ⁽⁷⁾ através de um software de simulação, foi possível estabelecer a magnitude do atrito. Os anéis de alumínio possuíam dimensões iniciais de 24 mm de diâmetro externo, 12 mm de diâmetro interno e 8mm de altura, garantindo assim a relação geométrica 6:3:2. Todos os anéis foram polidos com pasta de diamante de granulometria 1 μ m para assegurar um padrão de uniformidade nos resultados. A Figura 1 exemplifica melhor o teste empregado:

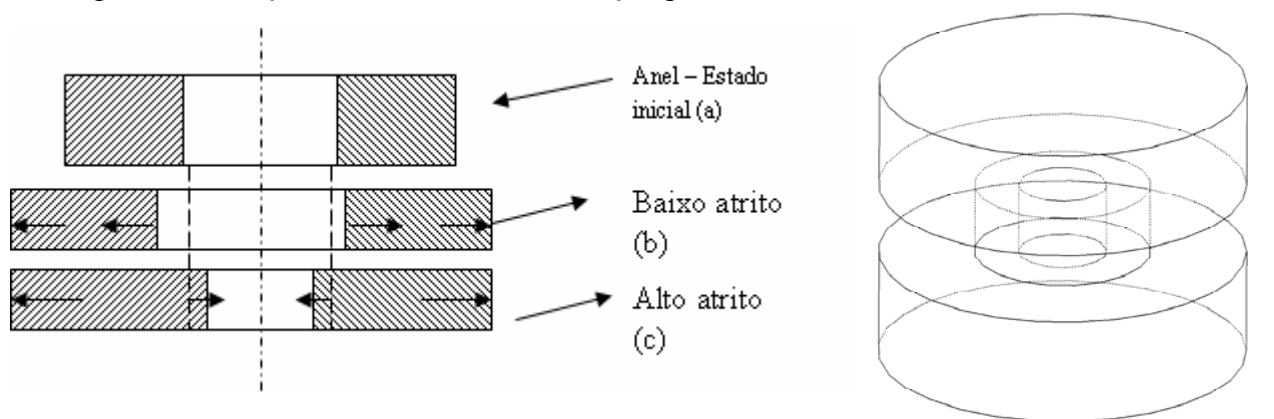


Figura 1. Desenhos esquemáticos das condições de atrito com relação ao formato final do anel (esquerda) e o conjunto matrizes/anel (direita)

Foram testadas ao todo 6 configurações diferentes. Em cada condição foi empregado um par de amostras de H13 (ferramentas) nas seguintes condições: não nitretado, nitretado com 5% de nitrogênio e nitretado com 76% de nitrogênio. Os ensaios foram realizados ainda com e sem lubrificante (condição à seco). O lubrificante empregado foi o Aerodag G[®] a base de grafite. Para cada configuração diferente foram feitos três ensaios.

Em suma, as seguintes configurações tribológicas foram testadas:

- 1) ferramentas sem nitretação e sem uso de lubrificação;
- 2) ferramentas sem nitretação e com uso de lubrificação;
- 3) ferramentas nitretadas em 5% de N₂ e sem uso de lubrificação;
- 4) ferramentas nitretadas em 5% de N₂ e com uso de lubrificação;
- 5) ferramentas nitretadas em 76% de N₂ e sem uso de lubrificação;
- 6) ferramentas nitretadas em 76% de N₂ e com uso de lubrificação.

Mediu-se também a rugosidade média R_a das superfícies das amostras nitretadas e não nitretadas com o intuito de se examinar se ocorreu alguma alteração dessa propriedade após a nitretação. Para tanto utilizou-se um rugosímetro marca Mahr modelo M3A.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Caracterização das Amostras Nitretadas

Através da análise de composição química em função da profundidade (GDOS) nas Figuras 2 e 3, foi possível observar que, nos primeiros microns de profundidade, em ambas as amostras nitretadas, existe uma grande concentração de nitrogênio que decresce abruptamente, sendo esta região um pouco mais prolongada para a nitretação com 76% de nitrogênio. É possível observar também que a porcentagem de nitrogênio nesta região, ultrapassa consideravelmente o limite de solubilidade do nitrogênio no ferro o que pressupõe a formação de nitretos precipitados. As análises de raios-x das amostras (Figura 4) revelam que, em ambos os casos, ocorre a formação das fases ϵ e γ' na superfície do material nitretado. Dessa forma, foi possível concluir que, muito embora tenha sido quase imperceptível para o caso da nitretação com 5% de nitrogênio, ambas as nitretações provocaram a formação de camada branca na superfície.

As análises metalográficas confirmam a formação de camada branca para a nitretação com 76% de N_2 sendo que esta pode ser caracterizada como tendo de 2 μm a 3 μm (Figura 5). Não se conseguiu observar, no entanto, a camada branca na nitretação de 5% de N_2 dado sua pequena espessura.. Os perfis de microdurezas da zona de difusão (Figura 6) também indicam sensíveis diferenças nos dois tratamentos realizados.

A microdureza superficial foi estimada utilizando-se um método em que se usa variação de cargas no indentador Vickers.⁽⁸⁾ Os resultados dessa análise estão no gráfico 4.1.2 no qual pode-se concluir que a dureza superficial da nitretação com 76% de N_2 foi de aproximadamente 1300 HV e para a nitretada com 5% de N_2 , 1100 HV.

Neste trabalho, realizou-se também testes para avaliar a tenacidade das camadas nitretadas. Identações vickers com cargas acima de 10 N (1kgf) tiveram o intuito de comparar qualitativamente as duas condições de estudo. Observou-se que a nitretação com 5% de N_2 diluído em hidrogênio somente inicia a formação de uma trinca a partir de 500 N (Figura 8) enquanto que a nitretação com a mistura rica em N_2 já inicia a formação de trincas radiais (relacionadas a sustentação do substrato) com apenas 150 N no durômetro vickers (Figura 9). Dessa forma, o estudo mostra que condições de nitretação em que se empregam misturas gasosas com pouca porcentagem de nitrogênio em relação ao hidrogênio, promovem camadas mais tenazes com relativamente pequena “perda” de dureza se comparado a nitretações com altas concentrações de N_2 . Assim, foi possível como conclusão parcial, afirmar que baixas concentrações de N_2 são mais indicadas quando se deseja formar camadas nitretadas em peças que irão sofrer maiores tensões (sejam de origem térmica ou mecânica) ou maiores impactos.

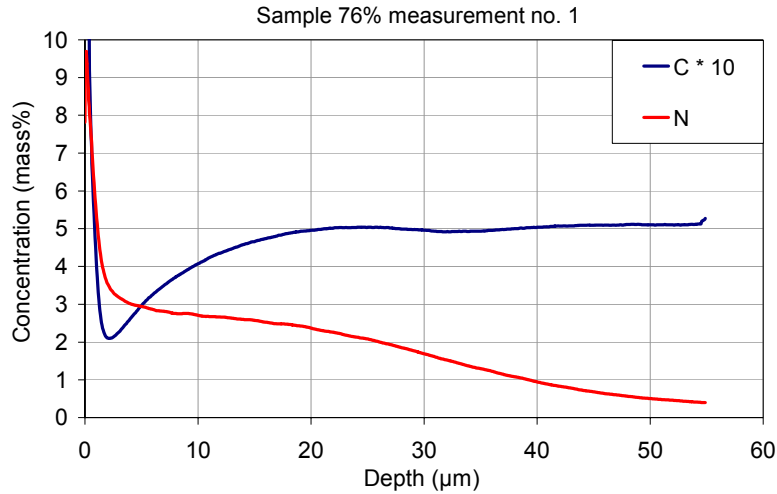


Figura 2. Análise de GDOS das amostras nitretadas com atmosfera de 76% de nitrogênio

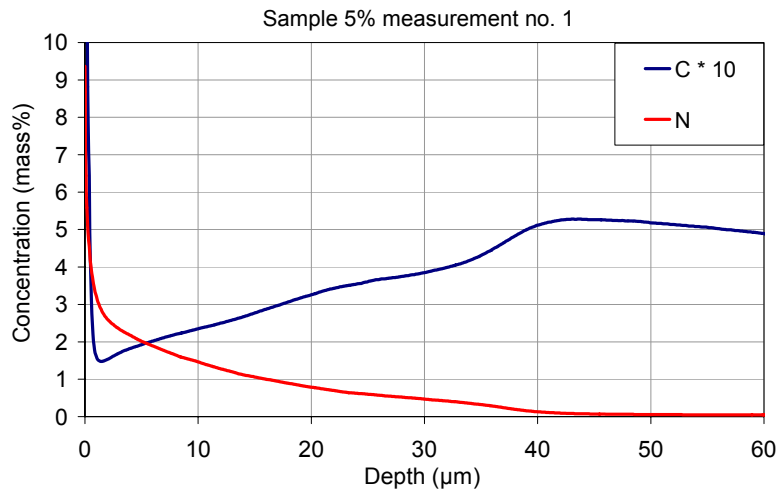


Figura 3: Análise de GDOS das amostras nitretadas com atmosfera de 5% de nitrogênio

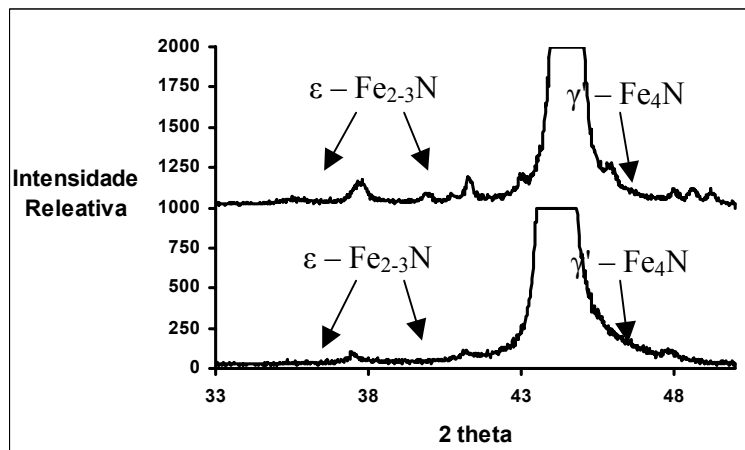


Figura 4: Difração de raios-x das amostras com 76% de N_2 e 5% de N_2 na atmosfera respectivamente.

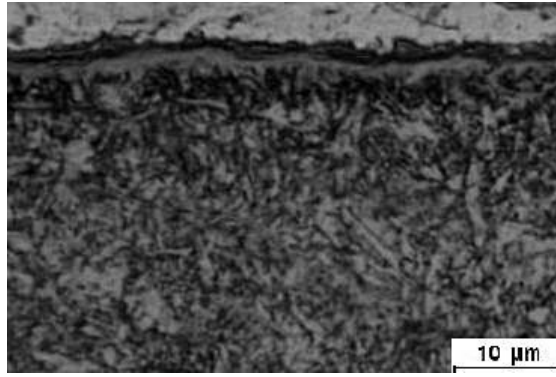


Figura 5. Metalografia com aumento de 1000X evidenciando a formação de camada branca nas amostras nitretadas com mistura gasosa de 76% de N₂

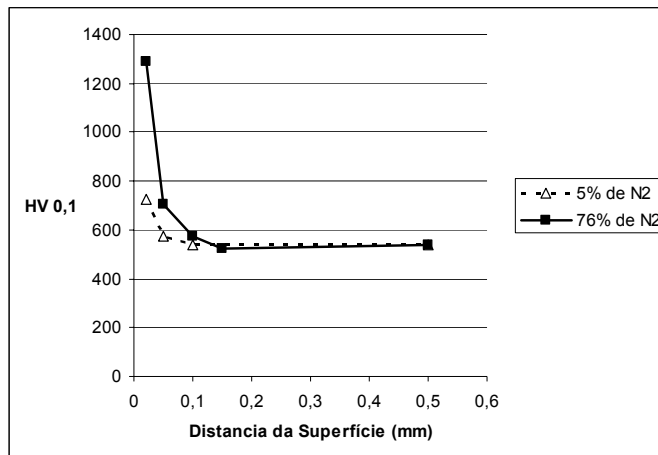


Figura 6. Perfis de Microdurezas das Zonas de Difusão das Camadas nitretadas

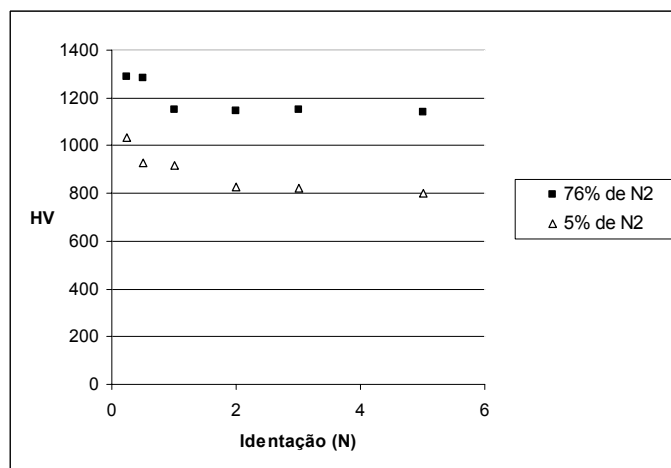
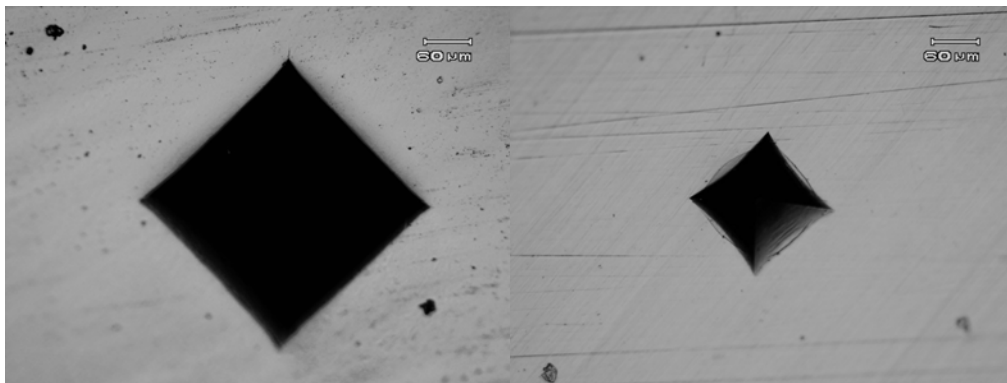


Figura 7. Dureza superficial estimada a por meio de variações de cargas vickers



Figuras 8 e 9. mostrando respectivamente as cargas onde ocorreram as primeiras trincas nas nitretações com 5% de N₂ e 76% de N₂.

3.2 Avaliação Tribológica do Conjunto Matrizes/Bilets na Conformação da liga de Alumínio AA 6351

Sabia-se de trabalhos anteriores^(9,10) da influência da camada de compostos no que se refere a diminuição do coeficiente de atrito devido à alteração da rugosidade superficial pela formação de micro cones nas superfícies dos materiais.

Entretanto os testes realizados nos estudos citados, foram executados com amostras previamente polidas não reproduzindo a condição normalmente empregada na prática em que as matrizes para conformação são apenas retificadas apresentando rugosidades entre 0,3 µm e 0,5 µm. Neste trabalho foram usadas ferramentas com a superfície retificada (antes da nitretação) com o intuito de se manter as propriedades tribológicas (rugosidade e atrito) como em condições usuais de serviço.

Os resultados da análise de rugosidade mostraram que não houve nenhuma alteração detectável na rugosidade como influência da nitretação em nenhuma das condições de nitretação, para o presente caso de ferramentas retificadas antes da nitretação. A rugosidade média aferida das peças antes da nitretação foi de 0,39 µm enquanto as peças nitretadas com 76% e 5% de N₂ em hidrogênio, apresentaram, respectivamente, rugosidades de 0,39 µm e 0,41 µm. Realizou-se o teste de compressão uniaxial de anéis da liga AA6351 (3 compressões para cada condição estudada) visando comparar qualitativamente e quantitativamente a variação de atrito que eventualmente poderia ocorrer, principalmente na peça que apresentou formação de camada de compostos.

Foi encontrado que a nitretação não possui, em nenhum dos casos estudados, qualquer influência significativa sobre o atrito para o H13 na conformação da liga AA 6351 a frio. Isso se deve provavelmente ao fato de que a condição inicial da peça antes da nitretação era de uma superfície retificada. No entanto nota-se uma grande diferença no atrito quando se utiliza o lubrificante Aerodag G[®] a base de grafite. Na Figura 10 pode-se observar os anéis antes e após a redução de 60% de altura. Ocorreu uma grande diferença nos diâmetros internos entre os que foram feitos sob a condição de lubrificação (esquerda) e sem lubrificação (direita) podendo ser considerado desprezível o fato de as matrizes terem sido nitretadas ou não. Na Figura 11 podem se averiguar as medidas médias dos ensaios com os respectivos desvios-padrão salientando que a única diferença considerável é o uso ou não de lubrificante. As amostras lubrificadas

apresentaram um coeficiente de atrito em torno de $\mu = 0,1$ enquanto que para as não lubrificadas este mesmo parâmetro foi de aproximadamente $\mu = 0,3$ segundo a sobreposição dos resultados sobre as curvas de calibração propostas por Martin.⁽⁷⁾



Figura 10. Anéis antes do ensaio (esquerda) e após o ensaio (direita).

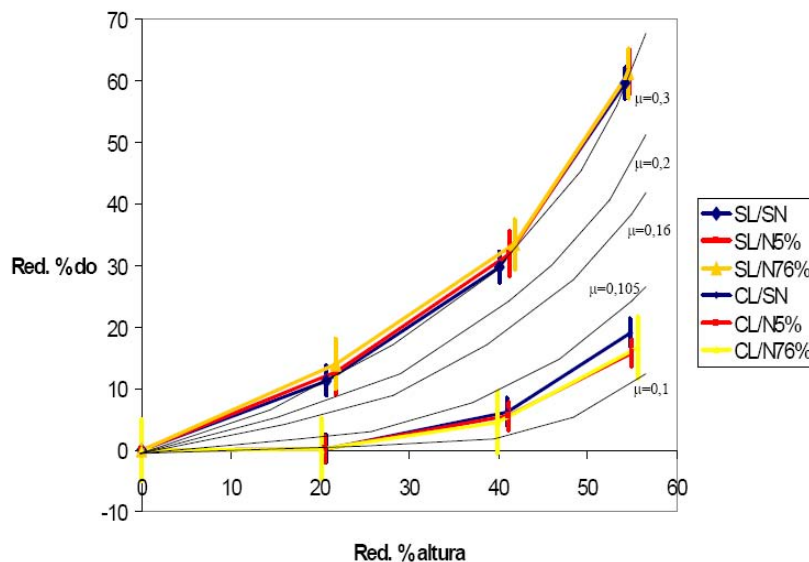


Figura 11. Curvas aferidas através do teste do anel nas 6 condições estudadas: sem nitretação, nitretado em atmosfera de 5% e de 76%. Todos testados com e sem o uso de lubrificantes

4 CONCLUSÕES

A nitretação a plasma do aço H13 empregando a mistura mais pobre em nitrogênio (5%) proporcionou camadas com melhores tenacidades, durezas superficiais relativamente mais baixas (em torno de 200 HV) e menores zonas de difusão do que o uso da mistura mais rica em nitrogênio. Para ambas as misturas gasosas ocorreu a formação de camada branca, porém no caso da mistura pobre em nitrogênio esta apresentou uma espessura bem menor, sendo difícil de ser detectada ao microscópio óptico, mas cuja presença pôde ser confirmada pelo GDOS, difração de raios-X e microdureza.

O teste do anel demonstrou que para o presente caso (aço H13, temperado, revenido e retificado) a nitretação a plasma não afetou o coeficiente de atrito, independentemente da presença de uma camada branca ou não. Desta forma pode-se afirmar que as melhores condições de nitretação para as matrizes passam pela utilização de pequenas quantidades de N₂ na atmosfera uma vez que uma alta tenacidade de camada é requerida para este tipo de peça.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer a FAPERGS (Fundação de Amparo à Pesquisa no Estado do Rio Grande do Sul) pelo financiamento do projeto no qual este trabalho está inserido e ao CNPq pelo apoio com uma bolsa de mestrado. Agradecem também a parceria e colaboração do Institut fuer Werkstofftechnik, Bremen, Alemanha.

REFERÊNCIAS

- 1 Karakan, M. , Alasaran, A. , Çelik, A. , Effect of process time on structural and tribological properties of ferritic plasma nitrocarburized AISI 4140 steel, *Materials and Desing*, pp. 349-353, 2004.
- 2 O'Brian, J. M. , and O'Brian Associates, ASM American Society for Metals – Metals Handbook, v.4, Heat Treating, pp. 420-424, 1992.
- 3 Dossett, J. L. , Boyer, H. E. , American Society for Metals, *Practical Heat Treating – Second Edition*, pp. 155-156, 2006.
- 4 Ochoa, E. A. , Figueroa, C. A. , Alvarez, F. , The Influence of the ion current on plasma nitriding precess. *Surface and Coatings Technology*, 2005, pp 2165-2169.
- 5 T. Altan, S. Oh and H. Gegel. *Conformação de Metais Fundamentos e Aplicações*. EESC-USP São Carlos, pp. 87-89, 1999.
- 6 Jorge Rodrigues e Paulo Martins, *Tecnologia Mecânica da Deformação Plástica*, vol. 1, Escolar Editora, pp. 559-562, 2005.
- 7 Geier, M. , Considerações sobre o atrito para processos de forjamento a frio no ensaio de compressão do anel. *Dissertação de Mestrado*, Porto Alegre, 2007, pp. 66.
- 8 Rocha, A. S. , *Influência do Estado Superficial Prévio na Nitretação a Plasma do Aço ABNT M2*. Tese de Doutorado, Porto Alegre, 2000.
- 9 K. Marchev, C.V. Cooper and C.B. Giessen. Observation of a compound layer with very low friction coefficient in ion-nitrided martensitic 410 stainless steel, *Surface and Coatings Technology*, pp. 229-233, 1998.
- 10 B. Podgornik, J. Vizintin and V. Leskovsek, Tribological properties of plasma and pulse plasma nitrided AISI 4140 steel, *Surface and Coatings Technology*, pp. 454-460, 1998