

NITRETAÇÃO POR PLASMA DAS LIGAS FE-C SINTERIZADAS

^a E. C. Borba, ^a A. R. de Souza, ^b C. A. S. de Oliveira,
^a A. N. Klein, ^a P. Wendhausen e ^a M. Krabbe

^a LABMAT/ Laboratórios de Materiais
Depto de Engenharia Mecânica/UFSC
CEP 88015-100, Florianópolis, SC – Brasil

^b LabConf/ Laboratório de Conformação Mecânica
Depto de Engenharia Mecânica/UFSC
C. P. 476
CEP 88015-100, Florianópolis, SC – Brasil

e-mail: rogerio@labmat.ufsc.br

e-mail: carlosa@emc.ufsc.br

e-mail: klein@labmat.ufsc.br

Palavras-chaves: plasma, nitretação, metalurgia do pó.

RESUMO

O processo de nitretação por plasma de ligas Fe-C, preparadas via metalurgia do pó, é estudado em termos da evolução microestrutural da camada nitretada. O tratamento de nitretação foi realizado sob plasma obtido numa atmosfera de 90%N₂/10%H₂ e pressão de 3 Torr. A evolução da camada foi avaliada em função do teor de carbono, da temperatura e do tempo de tratamento. Os resultados mostram que a espessura da camada nitretada é sensível ao aumento da temperatura, à quantidade de carbono na liga e ao tempo de tratamento. O teor de carbono, apesar de influenciar a formação de fases, não afeta a dureza da camada nitretada. O teor de carbono na liga não interfere na dureza da camada, mas na formação das fases.

ABSTRACT

The process of plasma nitriding Fe-C alloys obtained by powder metallurgy is studied in terms of the microstructural evolution of the nitried layer. The nitriding treatment was carried out in plasma formed in a 90%N₂/10%H₂ atmosphere under constant pressure of 3 Torr. The evolution of the compound layer formed was a function of the carbon content, the temperature and the treatment time. The results showed that the thickness of the compound layer is sensitive to temperature, treatment time and amount of carbon. Although it influences the phase formation during nitriding, the carbon content of the parent alloy has no effect on the hardness of the nitried layer.

INTRODUÇÃO

É crescente a utilização da nitretação por plasma na indústria de componentes de materiais ferrosos [1]. Suas inúmeras vantagens em relação aos processos conven-

cionais tornam esse processo um dos mais promissores na melhora das propriedades mecânicas e tribológicas da superfície dos componentes ferrosos. Além disto, a nitretação é um dos tratamentos superficiais mais indicados para a melhoria das propriedades da superfície dos componentes obtidos por metalurgia do pó. A melhoria das propriedades está relacionado as variações microestruturais com a formação de uma camada de nitrocarbonetos ou nitretos de ferro com propriedades diferentes do material base. Abaixo desta camada há uma zona parcialmente transformada contendo nitretos ou nitrocarbonetos com uma porção de ferrita e cementita com uma porção de nitrogênio em solução sólida. Os parâmetros comumente conhecidos que determinam os resultados da nitretação por plasma são mistura gasosa, pressão, taxa de fluxo, densidade de corrente, temperatura e tempo de tratamento e teor de carbono na liga Fe-C. Neste trabalho é mostrada a influência do tempo e da temperatura de tratamento, como também do teor de carbono nas ligas Fe-C na formação da camada de compostos. O comportamento da camada de compostos, bem como sua evolução com o tempo e temperatura, foi avaliada por metalografias óptica e eletrônica (MEV), difração de raios-X e ensaios de microdureza.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Preparação das ligas por P/M

As ligas Fe-C foram obtidas pela mistura do pó de ferro ASC 100.29 ao pó de grafita e pó de estearato de zinco. As ligas Fe-0,64%C e Fe-0,34%C foram preparadas de acordo com o procedimento convencional da metalurgia do pó: mistura, compactação e sinterização. Na etapa da sinterização foi utilizada atmosfera protetora H₂-CH₄ para evitar a descarbonetação das ligas. A sinterização foi realizada em forno tubular na temperatura de 1150 °C durante uma hora.

Nitretação

A unidade de nitretação por plasma dc utilizada nos experimentos é um reator de forma cilíndrica com paredes de vidro de pirex dispostos em uma base de aço inox AISI 310. Antes da nitretação, as amostras foram submetidas a uma descarga de hidrogênio na temperatura de 300 °C, durante 15 minutos com pressão de aproximadamente 2 Torr, para remover contaminantes e possíveis óxidos. Durante o tratamento de nitretação a pressão foi mantida a 3 Torr em todos os tratamentos sob fluxo constante da mistura 90%N₂/10%H₂. As temperaturas utilizadas na nitretação foram de 540 e 570 °C durante 60, 120 e 180 minutos. Finalizado o tratamento, as amostras foram resfriadas no reator previamente evacuado.

Metalografia

As amostras, após o tratamento, foram embutidas, cortadas transversalmente, lixadas e o polidas em pasta de diamante de 1µm. Os ataques utilizados foram nital 2% e mistura de nital 1% acrescido de 0,1% HCl. Esta última solução permite o discernimento das fases ϵ e γ' na camada de compostos; a fase γ' torna-se escura e a fase ϵ , clara.

Análises

A análise microestrutural da seção transversal das amostras foi realizada utilizando os microscópios óptico (Carl Zeiss Neophot 30) e eletrônico de varredura (Philips XL 30). As fases presentes foram determinadas por difração de raios-X (X'Pert), radiação K α do Cu, e por microscopia óptica. Foram realizados ensaios de microdureza Vickers com carga variando entre 15 a 25 gf. A carga menor foi utilizada na camada de compostos e a carga maior (25 gf) foi utilizada nas impressões de microdureza na zona de difusão.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Camada de compostos

Na nitretação das ligas Fe-C, inicialmente as fases da liga ferrita e cementita ($\alpha + \theta$) absorvem pequenas quantidades de nitrogênio. As lamelas de cementita na perlita são transformadas no carbonitreto ϵ , figura 1. Entre os 60 a 120 minutos de nitretação a 540 °C na liga Fe-0,34%C e Fe-0,64%C, a camada de compostos é praticamente ϵ , conforme verificado por difração de raios-X (figura 2). Com o aumento do tempo de nitretação para 180 minutos, há um aumento na fração de γ' na camada de compostos. Esse fenômeno pode estar associado a redução da atividade do carbono na interface entre a camada de compostos com a zona de difusão com o aumento do tempo de nitretação [2]. Esse decréscimo na atividade do carbono nessa região reduz a estabilidade da fase ϵ levando ao surgimento de γ' na interface com o substrato [2-4].

Na nitretação a 570 °C na liga Fe-0,34 e Fe-0,64%C, ocorre a mesma sequência de eventos, mas em uma escala de tempo menor. Pode-se observar, a partir das micrografias ópticas expostas na figura 3, a evolução da subcamada γ' na interface ϵ/α com o aumento do tempo de nitretação. En-

quanto que, na liga Fe-0,64%C com o aumento do tempo de tratamento para 180 minutos há uma diminuição de γ' na camada de compostos.

Os resultados da espessura das fases na camada de compostos (em forma de gráficos) são a média de 40 medidas de espessura da fase γ' em relação à espessura total da camada. O ataque químico pelo reagente constituído de uma mistura de nital 1% acrescido de 0,1% HCl permitiu uma identificação muito clara das fases ϵ e γ' na camada de compostos apenas para a temperatura mais elevada (570 °C) de tratamento; para 540 °C, a análise quantitativa apresentou sérias dificuldades em relação à identificação precisa de γ' devido à pequena espessura da camada de compostos (menos de 5 e de 10µm para as ligas Fe-0,34 e Fe-0,64%C, respectivamente) e à quantidade relativamente baixa (equivalente a aproximadamente 1µm de espessura da camada) desta fase nas camadas obtidas nesta temperatura.

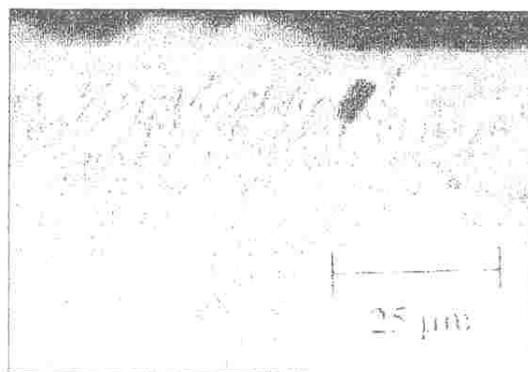
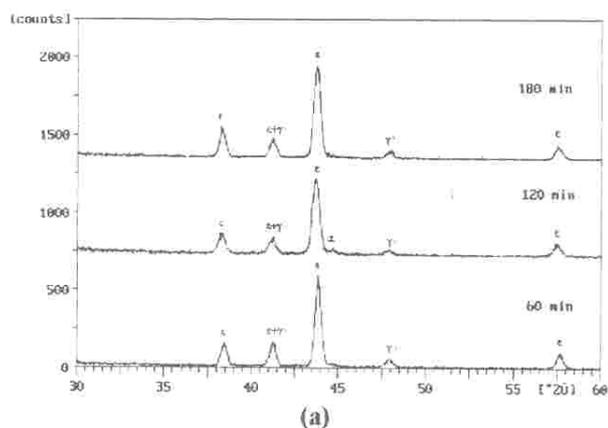


Figura 1 – Microscopia óptica evidenciando a transformação das lamelas de cementita em carbonitreto.



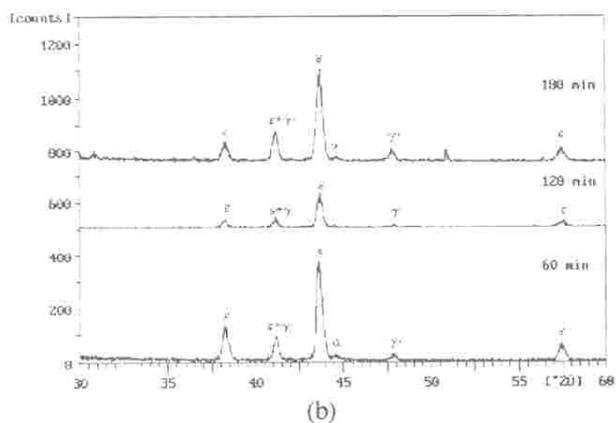
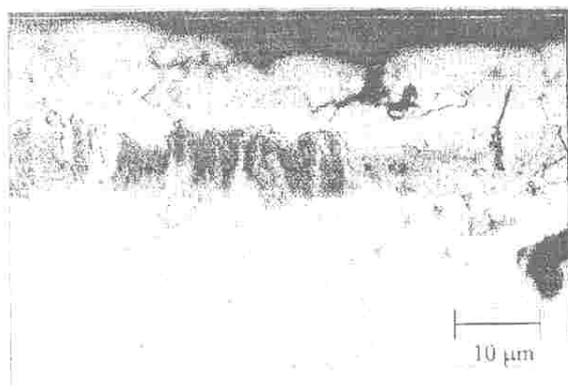


Figura 2- Difração de raios-X nas ligas (a) Fe-0,34%C e (b) Fe-0,64%C nitretadas a 540 °C.



(a)



(b)

Figura 3 – Microscopia óptica da camada de compostos na liga Fe-0,34%C nitretada a 570 °C por (a) 60 e (b) 180 minutos.

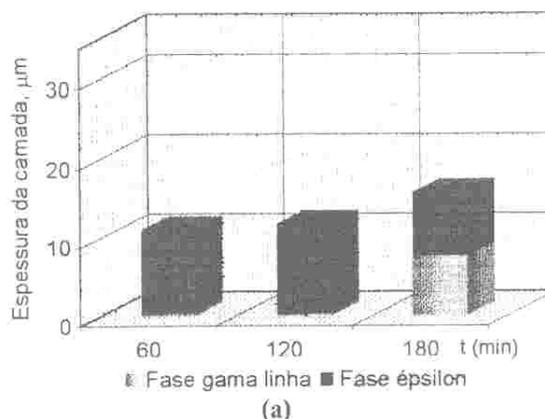
A evolução da espessura e a quantificação das fases na camada de compostos para a temperatura de 570 °C é apresentada na forma de gráfico na figura 4. A queda na espessura da liga Fe-0,64%C nitretada a 570 °C, em 180 minutos de tratamento, pode estar associada à redução da fração de γ' na camada de compostos.

Microdureza

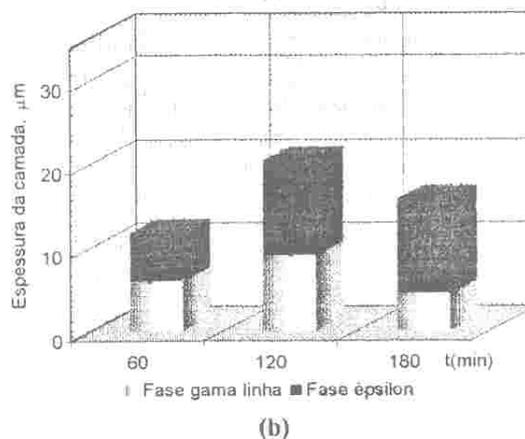
Os ensaios de microdureza na camada de compostos revelou que não há diferença significativa na dureza da camada com a variação da porcentagem de carbono na liga. Entretanto, é observada uma redistribuição dos átomos de carbono na interface camada e zona de difusão com uma queda na dureza bastante evidente nessa região.

CONCLUSÕES

- Na nitretação a 540 °C até 120 minutos a fase ϵ é predominante na camada de compostos das ligas Fe-0,34%C e Fe-0,64%C. Com o aumento do tempo de tratamento ocorre um aumento de γ' .
- Com a elevação da temperatura é observada a mesma seqüência de eventos, mas em uma escala de tempo menor. Para a liga Fe-0,64%C, o aumento na fase γ' é observado até 120 minutos. Por outro lado, com aumento do tempo de nitretação para 180 minutos, há uma diminuição de γ' na camada de compostos
- O aumento na espessura da camada de compostos está associado ao maior teor de carbono na liga.
- A dureza na camada de compostos não está associada ao teor de carbono no substrato.



(a)



(b)

Figura 4- Evolução da camada de compostos nas ligas (a) Fe-0,34%C e (b) Fe-0,64%C nitretadas a 570 °C.

Bibliografia

- [1] Dawes C., Nitrocarburising and Its Influence on Design in The Automotive Sector, Heat Treatment of Metals, 1991, v. 18, n. 1, p. 19-30.
- [2] Slycke J. and I. Sproge. Kinectics of The Gaseous Nitrocarburising Process, Surface Engineering, 1989, v. 5, n. 2, p. 125-140.
- [3] Rozendaal H.C.F., P.F. Colijn, and E. J. Mittemeijer. Morphological, Composition, and Residual Stresses of Compound Layers of Nitrocarburized Iron and Steels, Surface Engineering, 1985, v.1, n. 1, p. 30-42.
- [4] Lampe T., S. Eisenberg, and G. Laudien, Compound Layer Formation During Plasma Nitriding and Plasma Nitrocarburising. Surface Engineering, 1993, v. 9, n.1, p. 69-76.