# AÇO FERRAMENTA PARA TRABALHO A FRIO AISI D6 TRATADO TERMICAMENTE E NITRETADO EM PLASMA COM GAIOLA CATÓDICA

R.R.M. Sousa<sup>1\*</sup>; M.L.M. Mendes<sup>1</sup>; E.M.Valadão<sup>1</sup>; A.S. Brandim<sup>1</sup>.; M.D. Oliveira<sup>2</sup>; C. Alves Jr<sup>2</sup> <sup>1</sup> Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnológica do Piauí, Depto. de Mecânica, 64.000-040 Teresina, PI, Brasil <sup>2</sup> UFRN, Labplasma, Departamento de Física, Campus Universitário, 59072-970, Natal, RN, Brasil

Palavras-chave: Gaiola catódica, aço AISI D6, efeito de borda, dureza.

#### RESUMO

Amostras cilíndricas do aço AISI D6 foram submetidas aos tratamentos térmicos de recozimento, têmpera e revenido e tratadas termicamente na temperatura máxima de revenimento. Em seguida foram nitretadas em gaiola catódica nas temperaturas de 300 e 400 °C durante 3 e 4 horas com objetivo de avaliar as melhores condições de tratamento para este material. Nessa técnica as amostras são colocadas num potencial flutuante, dentro de uma gaiola que blinda o potencial catódico. Um estudo sistemático foi realizado para avaliar a eficiência desta técnica na melhoria da dureza deste aco e sem o surgimento dos problemas comuns da nitretação iônica convencional como o efeito de borda. As amostras nitretadas por essa nova técnica apresentaram, para uma duração de tratamento bem inferior, espessuras de camadas, fases cristalinas e durezas, semelhantes àquelas apresentadas na literatura para a nitretação iônica convencional. Observa-se que nas três condições de tratamento térmico, a condição de nitretação que apresentou maior espessura de camada de compostos foi para a duração de 4 horas na temperatura de 300 °C.

## ABSTRACT

Cylindrical Samples of the steel AISI D6 were submitted to annealing, quenching and tempering thermal treatments besides a heat treatment at the maximum tempering temperature. Then they were nitrided in cathodic cage at temperatures of 300 and 400°C for 3 and 4 hours, in order to evaluate the best conditions of treatment for this material. In this technique the samples are placed on an insulating plate inside a metallic cage that shields the cathodic potential. A systematic study was conducted to test the efficiency of this technique in improving the hardness of the AISI D6 steel and to obtain nitrided layers without the well known problem of conventional ion nitriding such as the edge effect. The samples nitrided by this new technique presents layers thickness, crystalline phases and hardness, comparable to those presented in literature for conventional ion nitriding, although for smaller treatment times. It notices that in three cases, the condition that showed bigger thickness of the compounds layer was the treatment for 4 hours at the temperatures of 300°C.

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços para trabalho a frio da série D (Die Steels) são de alto teor de cromo e alto teor de carbono, possuindo elevada resistência ao desgaste (associada à presença de carbonetos de cromo) e baixíssima distorção no tratamento térmico, sendo também chamados de acos "indeformáveis". Desta série o mais utilizado é o D6. O cromo é adicionado, juntamente com Mn, principalmente, para aumentar a temperabilidade, tornando, o aço temperável em óleo. Aumenta a resistência ao desgaste, porque aumenta a dureza, sem prejudicar sensivelmente à ductilidade. O vanádio forma carbonetos estáveis e melhora a temperabilidade dos acos ferramenta. O carboneto formado pelo vanádio é considerado como sendo o carboneto mais duro encontrado nos aços, com dureza superior ao carboneto de cromo, ao tungstênio ou ao óxido de alumínio [1]. O principal efeito é impedir o crescimento do grão, refinando-o e, também, atua na melhora da dureza a quente.

São utilizados em matrizes para corte, estampagem, embutimento, em pentes para laminação de roscas, punções, calibres, mandris, lâminas para corte a frio e fieiras para trefilação [2]. Como em todos os aços hipereutetóides, a resposta ao tratamento térmico é excepcionalmente influenciada pelas condições de austenitização, que definem a quantidade de carbono e elementos de liga dissolvidos na austenita e presentes sob a forma de carbonetos, além, evidentemente, do tamanho de grão austenítico.

A excepcional resistência à abrasão e máxima estabilidade de gume, torna-os adequados para a utilização em matrizes para corte, estampagem e embutimento, punções de alta solicitação, facas para tesouras de alto rendimento, fieiras para trefilação, fresas, moldes para prensagem de cerâmicos, ferramentas para prensas de extrusão, revestimentos de moldes cerâmicos, facas para corte de chapas de aço alto silício [2]. Assim, a temperabilidade, a quantidade de austenita retida e o comportamento no revenimento, (e, conseqüentemente, as propriedades da ferramenta) são fundamentalmente alterados pelos parâmetros de austenitização. Observadas estas limitações, informações como dureza e seu comportamento no revenimento, sendo que a adição dos elementos de liga 0,7%W e 0,2%V melhora a resposta ao revenimento.

A tenacidade deste aço é fortemente dependente da distribuição dos carbetos eutéticos do tipo  $M_7C_3$ . Sendo que as melhores distribuições desses carbetos, bem como a sua menor dimensão fazem, também, com que tenham a resistência à

<sup>\*</sup> romulorms@gmail.com

fadiga bastante melhorada. A ocorrência de microlascamentos e microtrincamento, importantes mecanismos de desgaste em várias operações de trabalho a frio, é também reduzida em relação à ocorrência nos aços da série D. Esta dependência é de particular importância à medida que a dimensão do material de partida deve ser adequada à dimensão final da ferramenta, principalmente quando a matéria prima é proveniente de material cortado em distribuidores.

Sua sequência de solidificação se inicia pela formação da austenita ( $\gamma$ ), com o líquido sofrendo uma reação eutética para:  $\gamma + M_7C_3$  [3]. Os carbetos eutéticos são os principais responsáveis pela elevada resistência ao desgaste desse aço. Com o trabalho mecânico a quente dos lingotes, a estrutura de carbetos eutéticos é quebrada, sendo a intensidade desta quebra proporcional ao grau de deformação. Com isto, quanto maior o grau de deformação maior será a intensidade de quebra da rede e, portanto, menor será o tamanho final dos carbetos e melhor será a sua distribuição.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado nesse estudo é o aço para trabalho a frio AISI D6 com a seguinte composição: 2,1%C, 11,5%Cr, 0,7%W e 0,2%V, fornecido no estado recozido (dureza 231 HV) pela Böhler. As amostras foram tratadas termicamente na temperatura de 300°C durante 2,5 h com resfriamento ao ar, a têmpera foi realizada a 1050°C resfriamento em óleo, o revenido realizado a 300°C com resfriamento ao ar.

As amostras foram usinadas com 31,8 mm de diâmetro e 5 mm de altura, lixadas com lixas 320, 400, 600 e 1200 mesh e polidas com discos de feltro usando abrasivos de alumina com granulometria de 1.0 e 0.3  $\mu$ m. Depois foram limpas com acetona, com agitação por ultrasom, antes de serem colocadas na câmara de nitretação.

Na nitretação iônica em gaiola catódica utilizou-se o mesmo equipamento de nitretação convencional [4]. A fonte de tensão é contínua e possui voltagem e corrente máximas de 1500 V e 2 A, respectivamente. Na câmara de vácuo cilíndrica, fígura 1, com 30 cm de diâmetro e 40 cm de altura, confeccionada de aço inoxidável austenítico, foi adicionada um dispositivo denominado de gaiola catódica, confeccionada de folha de aço inoxidável austenítico AISI 316, com 0,8 mm de espessura. A gaiola possui 112 mm de diâmetro, 25 mm de altura e furos de 8 mm de diâmetro uniformemente distribuídos com distância de 9,2 mm entre centros de furos adjacentes. A amostra é colocada sobre um disco isolante de alumina conforme mostra a Figura 1.

O plasma é formado na gaiola catódica, que funciona como cátodo (a parede da câmara é o ânodo) e não diretamente na superfície das amostras, que permanecem em potencial flutuante, posicionadas em uma superfície isolante.

As amostras foram tratadas durante 3 e 4 horas, na pressão de 250 Pa, nas temperaturas de 300 e 400 °C. A atmosfera nitretante foi constituída de uma mistura de 80%  $N_2$  + 20%  $H_2$  num fluxo total de 20 sccm. Após a nitretação as amostras foram preparadas metalograficamente e atacadas com reagente marble.



Figura 1 – Vista em corte do reator de nitretação iônica, com a adaptação da gaiola catódica.

A composição de fases e textura foi analisada usando difração de raios-X (DRX). As análises descritas foram realizadas usando linhas Cu K $\alpha$  (comprimento de onda: 0.154 nm), operado em 40 KV em um instrumento DRX (Shimadzu, XRD-6000). A microscopia óptica (Olympus BX60M) foi usada para observar a morfologia e espessura da camada nitretada. Finalmente, foi feito o perfil de microdureza para confirmar a espessura e uniformidade das camadas obtidas bem como a eliminação do efeito de bordas [5,6].

#### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 2 a 4 apresentam micrografias ópticas do aço D6 nitretado após tratamento térmico prévio.

As amostras recozidas e nitretadas por 3 horas a 400°C, figura 2-b, não apresentaram zona de compostos, porque não possuía nitretos de cromo em sua superfície e sim carbetos de cromo, inibidores de formação de nitretos, e ferro alfa em sua superfície outro fator que dificulta a formação de nitretos. A amostra nitretada durante 3 h a 400 °C apresentou camada nitretada mais fina, porque o carbono não dissociou,



Figura 2 – Micrografias das amostras do aço D6 recozidas e nitretadas em condições variadas de temperatura e tempo



Figura 3 – Micrografias das amostras do aço D6 tratadas termicamente na temperatura máxima de revenimento e nitretadas em condições variadas de temperatura e tempo.

As amostras tratadas por 3 horas a 400°C, Figura 3-b, não apresentaram zona de compostos, pois não se formou nitretos, visto que o carbono não se dissociou, portanto, as fases presentes são carbeto de cromo e ferro alfa.

As amostras nitretadas por 4 horas a 400°C e por 4 horas a 300°C, figuras 3-a e 3-c, respectivamente, apresentaram zona de compostos, porque houve a dissociação dos carbetos de cromo favorecendo a presença dos nitretos de cromo dos tipos CrN e  $Cr_2N$ , embora a espessura de camada da amostra nitretada a 4 horas a 400°C tenha sido menor.

Nas amostras temperadas e revenidas, figura 4, foram verificadas as maiores espessuras de camada, excetuando apenas a amostra nitretada durante 3h a 400 °C, figura 4-b, que apresentou camada mais fina quando comparadas com as demais. Observou-se que nas três condições de tempo e temperatura, a condição que apresentou maior espessura de zona de compostos foi para a duração de 4 horas na temperatura de 300 °C, figura 4-c, bem como a amostra nitretada durante 4 horas na temperatura de 400 °C, figura 4-a. Este fato deve-se ao grande teor de carbono e de cromo que favorece, para maior duração de tratamento, a formação de carbetos de cromo e dificultam a formação de nitretos de ferro e cromo, que são os componentes que formam a camada de compostos.



Figura 4 – Micrografias das amostras do D6 temperadas, revenidas e nitretadas em condições variadas de temperatura e tempo.

Já para as amostras apenas temperadas e nitretadas nas três condições de tempo e temperatura, não ocorreu à formação de zona de compostos, pois em nenhum desses tratamentos houve formação de nitretos, apenas de carbeto de cromo e ferro alfa, como observado na Figura 5.



Figura 5 – Micrografia do aço D6 temperado, e nitretado durante 3h a 400 °C.

#### 3.1 Análise de Microdureza

Os perfís de microdureza apresentados, na figura 6, para as amostras recozidas e nitretadas, confirmam a maior espessura de zona de compostos para as amostras nitretadas durante 4 horas na temperatura de 300 °C. Os perfís de microdureza para as amostras nitretadas nas outras duas condições de tempo e temperatura apresentaram-se semelhantes.

A figura 7 apresenta os perfis de microdureza para as amostras tratadas termicamente na temperatura máxima de revenimento, observou-se a confirmação de que a amostra nitretada durante 3 horas a 400°C não apresentou formação de camada nitretada, por issso não houve aumento na microdureza. E, também comprova a maior espessura de camada para amostra nitretada durante 4 horas na temperatura de 300°C.



Figura 6 – Perfis de microdureza para o aço D6 recozido e nitretado



Figura 7 – Perfis de microdureza do aço D6 tratado na temperatura máxima de revenimento e nitretado

A Figura 8 apresenta os perfis de microdureza para a amostra temperada e nitretada, a título de exemplo, na temperatura de 400°C durante 3 horas, que tem-se mostrado ser a melhor condição de tratamento. Observa-se que em total consonância com a micrografia e com os difratogramas de raios-X, esta amostra não apresenta endurecimento, permanecendo a dureza do substrato. As fases presentes na superficie das amostras temperadas e nitretadas, nas três condições de tratamento, foi apenas carbeto de cromo e ferro alfa.



Figura 8 – Perfis de microdureza para o aço D6 temperado e nitretado

Os perfís de microdureza apresentados, na Figura 9, para as amostras temperadas e revenidas nitretadas, confirmam a maior espessura de zona de compostos para as amostras nitretadas durante 4 horas na temperatura de 300 °C. E também comprova que houve endurecimento em todas as condições de tratamento, a microdureza do substrato é em torno de 600 HV e a amostra nitretada a 300°C durante 4h apresentou microdureza na superfície em torno de 1100 HV e para as amostras nitretadas nas outras duas condições de tempo e temperatura a microdureza superfícial é de aproximadamente 800 HV.



Figura 9 – Perfis de microdureza para o aço D6 temperado revenido e nitretado.

#### 3.2 Análise de Difração de Raios-X

O processo de nitretação em gaiola catódica produziu as fases mostradas nos difratogramas abaixo.

As amostras recozidas e nitretadas, Figura 10, tratadas por 3 horas a 400°C apresentaram carbeto de cromo que é inibidor da formação de nitretos. O carbono se liga ao cromo evitando a formação de nitretos de cromo. Foi detectada a presença de ferro alfa, provavelmente do substrato.



Figura 10 – Amostras recozidas e nitretadas variando as condições de tratamento em relação ao tempo e a temperatura de tratamento.

As amostras tratadas por 4 horas a 400°C e por 3 horas a 300°C, figura 10, apresentaram nitretos de cromo como fase predominante, resultando da dissociação de parte dos carbetos de cromo que continua como fase presente na superfície do material, porém em menor intensidade.

## 3.3 Difratogramas das Amostras Tratadas Termicamente na Temperatura de Revenimento Máximo e Nitretadas

A Figura 11 apresenta os difratogramas das amostras tratadas termicamente na temperatura máxima de revenimento e nitretadas.

A amostra nitretada por 3 horas a 400°C não apresenta nitreto de cromo, e sim carbetos de cromo, inibidores de formação de nitretos e ferro alfa em sua superfície. As amostras tratadas por 4 horas a 400°C e por 4 horas a 300°C apresentaram como fase predominante os nitretos de cromo.



Figura 11 – Amostras tratadas termicamente na temperatura de revenimento máximo e nitretadas nas diversas condições de tratamento.

#### 3.4. Difratogramas das Amostras Temperadas e Nitretadas

Nenhuma das amostras, independentemente da condição de nitretação, apresenta nitretos, Figura 12.



Figura 12 – Amostras temperadas e nitretadas nas diversas condições de tratamento.

Todas as amostras apresentam apenas carbetos de cromo, inibidores de formação de nitretos. Todas as amostras temperadas e nitretadas apresentam ferro alfa. Provavelmente isso se deve ao fato que no material temperado, o carbono apresenta-se "preso" nos interstícios; após revenido, o carbono forma carbonetos, de cromo ou cementita. Talvez isto modifique a difusão do nitrogênio.

#### 3.5 Difratogramas das Amostras Temperadas, Revenidas e Nitretadas

Observa-se da Figura 13 que todas as amostras apresentaram a fase nitreto de cromo, comprovando que houve a dissociação dos carbetos de cromo e por isso as amostras apresentaram zona de compostos em todas as condições de tratamento. As amostras tratadas por 3 horas a 400°C e 4 horas a 400°C apresentam nitreto de cromo (CrN) e carbeto de cromo, inibidores de formação de nitretos. A amostra tratada por 4 horas a 300°C apresenta predominante o nitreto de cromo  $Cr_2N$  e pequenas concentrações de carbetos de cromo. Em nenhuma amostra foi detectada a presença de ferro alfa na superfície, este fato se deve a maior espessura de camada nitretada.



Figura 13 – Amostras temperadas, revenidas e nitretadas nas diversas condições de tratamento.

#### 4. CONCLUSÕES

A nitretação a plasma em Gaiola Catódica produz as mesmas propriedades em relação à nitretação a plasma convencional (NI).

As melhores condições para a nitretação em gaiola catódica do aço D6 foram: duração de 4 horas na temperatura de 300 °C, quando temperado e revenido. Formando uma camada nitretada de 100µm de espessura

A NGC proporcionou a formação de camadas de compostos para uma duração de tratamento muito menor quando comparado com a nitretação iônica convencional.

O aço D6 nitretado em gaiola catódica apresentou aumento substancial na microdureza, em torno de 66,67%, sem prejuízo na tenacidade. As fases presentes são: nitretos de cromo, carbeto de cromo e ferro alfa.

#### AGRADECIMENTOS

Este trabalho recebeu apoio da FAPEPI e do fundo setorial de Infra-Estrutura (CT-INFRA) por intermédio do MCT/CNPq.

## REFERÊNCIAS

- FERRARESI, D., Fundamentos da Usinagem dos Metais, Editora Edgard Blücher, São Paulo, 1970.
- SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R., Aços e Ligas Especiais, 2<sup>a</sup> Edição, Edgard Blücher, São Paulo, 2006.
- 3. ASM INTERNATIONAL, *Metals Handbook: Metallography, Structures And Phase Diagrams*, V.8, 8<sup>a</sup> Ed., Ohio (USA), 1978.
- ALVES Jr., C.; ARAÚJO, F.O.; RIBEIRO, K.J.B.; COSTA, J.A.P.; SOUSA, R.R M.; SOUSA, R.S., Surface and Coatings Technology 201 (2006) 2450-245.
- SOUSA, R.R.M.; ARAUJO, F.O.; RIBEIRO, K.J.B.; MENDES, M.W.D.; COSTA, J.A.P.; ALVES Jr., C., Materials Science and Engineering A 465 (2007) 223–227.
- SOUSA, R.R.M.; ARAUJO, F.O.; RIBEIRO, K.J.B.; DUMELOW, T.; COSTA, J.A.P.; ALVES Jr., C., Surface Engineering 24 (2008) 52-56.