

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NA NITRETAÇÃO IÔNICA DOS AÇOS DIN16MnCr5, AISI-420 E SAE-4140

M. F. Zambon^{1*}; L.C. Casteletti²; F.A.P. Fernandes²; P.A.P. Nascente³

¹UFSCar, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Via Washington Luiz, Km 235, 13.560-970, São Carlos, SP

²USP, Escola de Engenharia de São Carlos, Depto. Engenharia de Materiais, Aeronáutica e Automobilística, 13.525-090, São Carlos, SP

³UFSCar – Departamento de Engenharia de Materiais, Via Washington Luiz, Km 235, 13.560-970, São Carlos, SP

Palavras-chave: nitretação a plasma, engenharia de superfície, temperatura.

RESUMO

Nitretação a plasma é uma técnica de modificação superficial para melhorar a dureza, a resistência ao desgaste e a resistência à fadiga. Neste trabalho, amostras de aços AISI-4140, DIN16MnCr5 e AISI-420C foram tratadas termicamente e em seguida submetidas à nitretação a plasma, por cinco horas, em temperaturas de 400, 450 e 500°C, com pressão 5mbar e uma mistura de gases hidrogênio e nitrogênio. As amostras foram caracterizadas por microscopias óptica e eletrônica de varredura, difração de raios X e ensaios de microdureza. Foi observado um aumento de dureza, conforme previsões a partir de estudo da literatura. Foram obtidas camadas com aumento da espessura em relação ao aumento de temperatura. Foi observada a presença de nitretos γ' (Fe_4N) e também nitreto de elementos de liga (CrN) que caracterizam a dureza. Verificou-se o revenimento das camadas endurecidas por têmpera por indução nas temperaturas de nitretação.

ABSTRACT

Plasma nitriding is a surface modification technique used for improving hardness, wear resistance, and fatigue resistance. In this work, samples of AISI-4140, DIN16MnCr, and AISI-420C steels were heat treated, forming martensitic structures, and then were submitted to plasma nitriding for 5 hours at 400, 450, and 500°C, under a hydrogen and nitrogen gas mixture under a pressure of 5 mbar. The samples were characterized by optical microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffraction, and hardness tests. There has been an increase in surface hardness, as expected from the literature. The rise of nitriding temperature produced an increase in the surface layers' thickness. The results obtained show a compact layer composed of Fe_4N nitrides and CrN nitrides, identified by x-ray diffraction, characterizing the hardness. With these nitriding temperatures, there was a decrease in hardness caused by the annealing.

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de melhorias em processos tribológicos e triboquímicos tem promovido uma maior demanda por componentes em aço com maior resistência à corrosão e ao desgaste. Este incremento está relacionado à engenharia de superfície. A nitretação é um desses métodos e se baseia na

introdução de nitrogênio na superfície do aço formando uma camada dura de nitretos difundida, aumentando assim a dureza superficial e promovendo uma melhora em relação à resistência ao desgaste [1].

O processo de nitretação teve sua primeira patente registrada em 1913 e vem se desenvolvendo com o uso do sistema de plasma desde 1931, com a patente de J.J. Egan nos EUA e em 1932 por Berghaus na Alemanha. Com o processamento a plasma, décadas depois, um bom controle das espessuras das camadas é obtido, além do processo trabalhar com baixas temperaturas [2-3].

Os benefícios da nitretação a plasma estão relacionados à formação de camada de martensita expandida [4], camada supersaturada em nitrogênio, dura e resistente à abrasão.

Em geral, a nitretação por plasma produz sobre a superfície do material tratado uma camada (camada nitretada) composta por duas regiões. A mais externa é conhecida por camada branca ou de compostos. A camada branca é formada por nitretos: $\epsilon(Fe_{2-3}N)$ e $\gamma'(Fe_4N)$. A fase $\epsilon(Fe_{2-3}N)$ é desejada para aplicações que requerem resistência ao desgaste e à fadiga sem choque. A fase $\gamma'(Fe_4N)$ tem maior tenacidade, porém menor dureza e menor resistência ao desgaste e é aplicada em trabalhos com choque ou cargas severas [1,5]. Logo abaixo se encontra a camada de difusão. A camada de difusão, onde o nitrogênio se encontra na forma intersticial ou na forma de nitretos de ferro ou de elementos de liga finamente dispersos, é caracterizada pelo perfil de composição do elemento nitrogênio ao longo da profundidade da mesma [6].

O objetivo deste trabalho é analisar a viabilidade da nitretação iônica e suas modificações nas propriedades dos aços utilizados na fabricação de correntes industriais utilizando diferentes temperaturas.

2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Os materiais escolhidos para este estudo foram os aços AISI-4140, DIN16MnCr5 e AISI-420C, aços utilizados na fabricação de correntes industriais. Esses aços passaram anteriormente por processos de tratamento térmico para adquirir durezas de núcleo maiores, condizentes com a aplicação do componente. O aço DIN16MnCr5 foi primeiramente cementado e logo após, temperado e revenido. Já os aços AISI-4140 e AISI-420C sofreram processos de têmpera e têmpera por indução e posterior revenimento para formação de camada endurecida na superfície.

Após a preparação, as amostras foram submetidas ao processo de nitretação a plasma. Na câmara do equipamento de nitretação, as amostras inicialmente foram limpas por “sputtering” com gás argônio a uma temperatura de 50°C mais baixa que a do processo de nitretação, por um tempo de trinta minutos (350°C, 400°C e 450°C). Uma amostra de cada material foi utilizada para cada temperatura processada. As nitretações foram realizadas em três temperaturas diferentes, 400°C, 450°C e 500°C, com tempo de duração de cinco horas e pressão de 5mbar (500 Pa). A mistura gasosa utilizada constituiu numa mistura de 80% de hidrogênio e 20% de nitrogênio. Assim, apenas um parâmetro foi modificado, permitindo analisar as modificações nas estruturas e espessuras das camadas nitretadas comparando as modificações com a temperatura. O resfriamento após nitretação foi feito com as amostras no interior da câmara sob vácuo até a temperatura ambiente.

Análises microestruturais das camadas nitretadas foram realizados.

A microscopia óptica foi feita utilizando-se o equipamento Leica – Leitz Laborlux 12ME S utilizando a técnica de contraste, após o ataque com Nital. Também foram realizados exames metalográficos em um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) Quanta 400 com filamento de tungstênio.

A determinação estrutural foi feita empregando-se um difratômetro Rigaku – Geigerflex Analix, Esse equipamento operou com radiação de cobre (Cu K α , $\lambda = 1,542 \text{ \AA}$). A excitação da fonte foi efetuada com corrente de 30 mA e uma diferença de potencial aplicada de 40 kV. Uma velocidade de varredura de 2°/min e ângulo de varredura (2θ) de 5° a 90° foram aplicados ao ensaio. A análise por difração de raios X foi usada para identificar as fases formadas na zona nitretada e a indexação dos picos foi realizada com auxílio da base de dados do software EVA.

Medidas de microdureza no topo, ou seja, nas superfícies das amostras, foram realizadas em um microdurômetro Shimadzu – HMV2 com sistema CAMS (Computer Assisted Microhardness System) com uma carga de 50 gf.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Estado Temperado sem Nitretação

Antes de iniciar as nitretações, foram analisadas amostras de materiais temperados, tratamento realizado na empresa Ello Correntes. Observou-se uma microestrutura predominante de martensita, característica do processo de têmpera. Os aços AISI-4140 e AISI-420C, que foram temperados por indução, possuem uma camada superficial endurecida que são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Durezas em materiais tratados termicamente

Aços	Dureza superficial		Dureza Núcleo	
	HRC	HV	HRC	HV
SAE-4140	58	653	39	382
DIN16MnCr5	60	697	24	260
AISI-420C	52	544	36	354

3.2 Estado Nitretado

3.2.1 Micrografia

As micrografias dos aços em questão mostram a camada nitretada formada e também uma evidente alteração na espessura da camada em cada condição, a espessura nitretada aumenta com o aumento da temperatura. Na figura 1, é mostrada a camada nitretada formada com a temperatura de 400°C para o aço DIN16MnCr5.

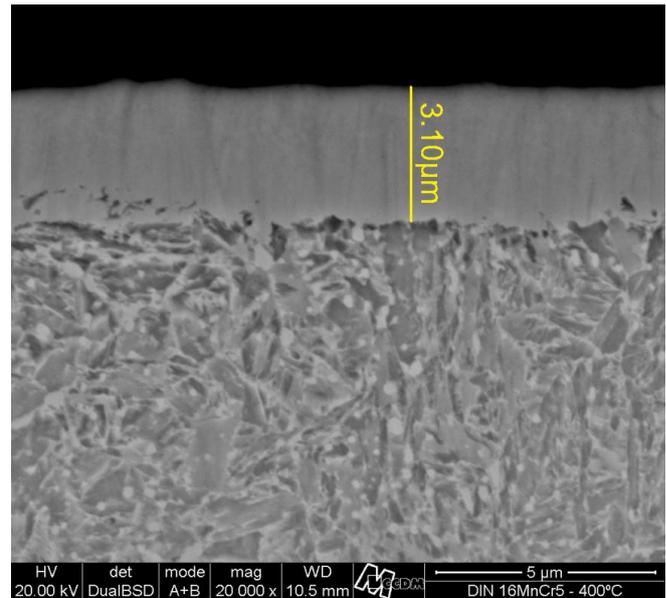


Figura 1 - Detalhes da camada nitretada do aço DIN16MnCr5 nitretado por 5 horas, a 400°C, com composição gasosa em 20% N₂

Observa-se que a camada nitretada possui uma interface com o substrato muito definida e plana e com diferente morfologia em relação ao substrato, ou seja, uma espessura constante de camada nitretada para cada situação. A Tabela 2 mostra a espessura da camada nitretada para as diferentes temperaturas.

Tabela 2 – Profundidade da camada nitretada

Aços	Profundidade camada (mm)		
	400°C	450°C	500°C
SAE-4140	0,022	-	0,075
DIN16MnCr5	0,02	-	0,05
AISI-420C	0,015	0,046	0,071

Os aços AISI-4140 e DIN16MnCr5 apresentam uma camada nitretada no topo apresentando dois tipos de camadas (camada de compostos e camada de difusão). Para o aço inoxidável AISI-420C, não foi verificada a presença de camada de compostos ou camada branca, Figura 2, de acordo com Pinedo [5], a camada branca será formada em nitretação a cima de 500°C. Nesse aço nitretado à temperatura de 500°C é possível visualizar uma região mais escurificada, que pode estar relacionada a uma região de acúmulo de carbonetos, pois nessa temperatura, de acordo com Lightfoot e Jack [7], a precipitação de CrN na camada nitretada torna instáveis a cementita e os carbonetos complexos, assim há uma difusão do carbono livre em

direção ao núcleo rico em cromo, onde ocorre novamente a precipitação de carbonetos.

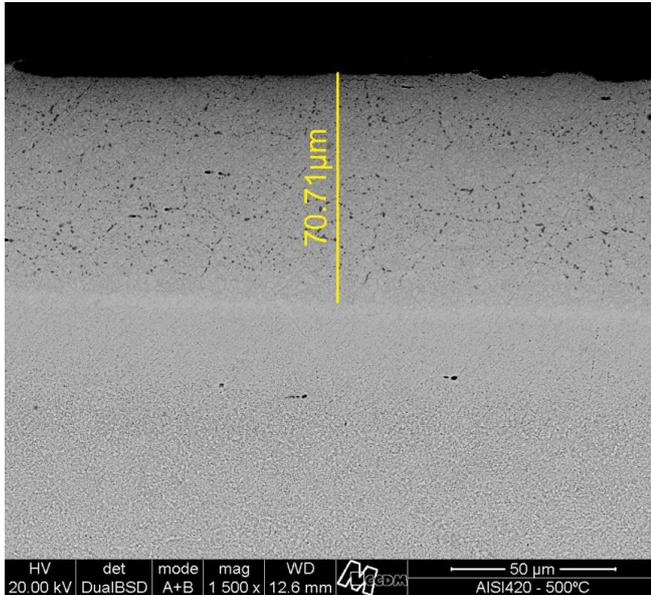


Figura 2 - Microestrutura do aço AISI-420C nitretado na temperatura de 500°C

3.2.2 Difração de Raios X

As análises dos espectros de DRX para o aço AISI-4140, Figura 3, mostram a existência de nitretos de ferro tipo γ' (Fe_4N) e picos referentes ao Fe e Cr característicos do substrato do material. A presença desse nitreto também está relacionada à dureza obtida..

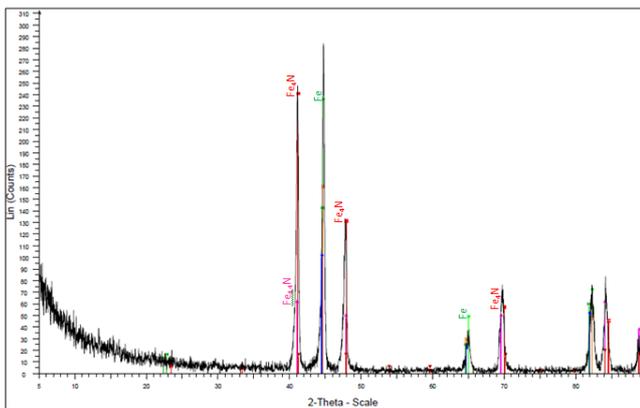


Figura 3 - Difratograma do aço AISI-4140 nitretado com temperatura de 500°C

Para o aço DIN16MnCr5, também se encontram nitretos de ferro do tipo γ' (Fe_4N) para todas as temperaturas utilizadas no processo de nitretação, Figura 4.

Na figura 5, o espectro de difração para o aço AISI-420C mostra a existência de nitretos de ferro do tipo γ' (Fe_4N) e picos referentes aos nitretos de cromo CrN , para as temperaturas de 450°C e 500°C. Há também a presença de alguns carbonetos, que devem ser remanescentes do processo de têmpera.

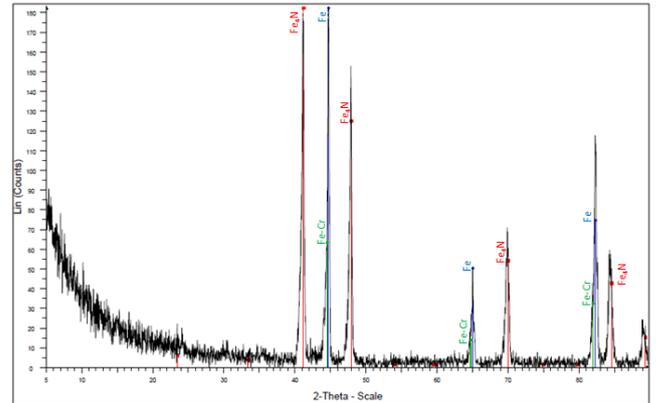


Figura 4 - Espectro de difração de raios X do aço DIN16MnCr5 nitretado na temperatura de 500°C

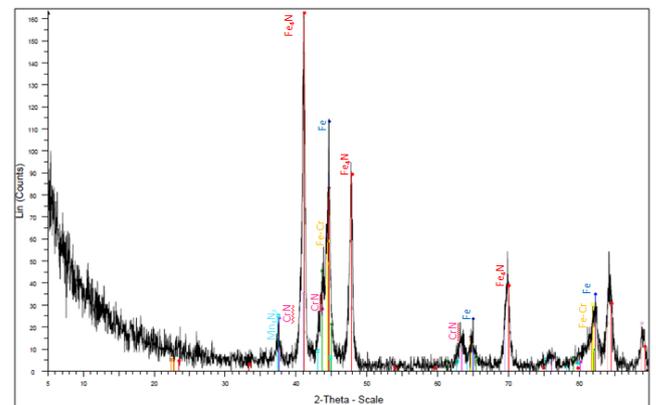


Figura 5 - Espectro de difração de raios X do aço AISI-420C nitretado com temperatura de 500°C.

A presença de CrN para temperaturas acima de 450°C afetará a resistência à corrosão, devido a precipitação de nitreto de cromo e consequentemente redução do teor de cromo na matriz [8]. Em 400°C, a mobilidade do cromo se torna restrita e apenas a fase de martensita expandida é formada, fase com elevadas durezas e resistência ao desgaste.

3.2.3 Microdureza

Os valores de microdureza do topo das amostras dos aços nitretados são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Durezas superficiais nas amostras

	Dureza superficial (HV)		
	SAE-4140	DIN16MnCr5	AISI-420C
Sem nitretação	653	697	544
Nitretadas a 400°C	647	745	1172
Nitretadas a 450°C	704	620	1264
Nitretadas a 500°C	410	610	1108

A dureza máxima obtida foi de 1264 HV para o aço inoxidável AISI-420C nitretado a 450°C. A dureza sofre uma queda brusca após o patamar de dureza máxima, fato relacionado com o mecanismo de endurecimento na nitretação. A análise das microdurezas das amostras mostra que houve uma diminuição da dureza do substrato. A

temperatura utilizada no processo de nitretação promove um super-revenimento nas amostras, diminuindo assim a dureza do substrato, para uma faixa de 330 a 400 HV, variando com a temperatura do processo.

O processo de nitretação é atingido, havendo a camada de nitretação, e o fato do aumento da dureza superficial deve-se à presença de nitretos e nitrogênio difundido devido a maior dificuldade de movimentação das discordâncias.

4. CONCLUSÕES

Os tratamentos de nitretação a plasma realizados com os aços temperados por indução e com os aços cementados, que proporcionam a formação de camada endurecida na superfície, apresentam uma acentuada redução nos níveis de dureza superficial. Fato explicado pela temperatura de revenimento desses aços, uma vez que a temperatura de revenimento deve ser em torno de 180°C para manter a dureza superficial e o processo de nitretação foi realizado a 400°C, 450°C e 500°C. O uso dessas temperaturas de nitretação promove resultados deletérios para a região superficial endurecida. Estes resultados mostram que não será possível a utilização do processo de nitretação para os componentes de correntes industriais com os atuais padrões de fabricação.

As espessuras das camadas nitretadas aumentam com a temperatura de nitretação, o que mostra que a condição de transformação depende desse um parâmetro. Neste trabalho foi alterado somente esse parâmetro, porém outros

parâmetros também alteram a característica da camada nitretada, como tempo de nitretação, composição gasosa, entre outros.

Os resultados de DRX mostram a formação de nitretos de liga tipo CrN e também nitretos do tipo γ' (Fe_4N) que são responsáveis pelas durezas superficiais altas encontradas.

REFERÊNCIAS

1. DA COSTA E SILVA, A.L.V.; MEI P.R., *Aços e Ligas Especiais*, Ed. Edgard Blucher, p. 171-181, São Paulo, 2006.
2. CASTELETTI, L. C.; LOMBARDI NETO, A.; TOTEN, G. E., Nitretação à plasma de aços inoxidáveis. *Industrial Heating*, Editora SF, p.20-24, Janeiro 2009.
3. FIGUEROA, C. A.; WISNIVESKY, D.; ALVAREZ F. *Máquinas e Metais* 492 (2007) 116.
4. SOUSA, R.M.; DE ARAÚJO, F.O.; RIBEIRO, K.J.B.; DE SOUSA, R.S.; BARBOSA, J.C.P.; ALVES JUNIOR, C., *Revista Matéria* 13 (2008) 104.
5. PINEDO, C.E., *Metalurgia & Materiais* 60 (2004) 162.
6. ALVES JÚNIOR, C. *Nitretação a plasma: Fundamentos e aplicações*. Ed. Natal EDUFRRN, 2001.
7. LIGHTFOOT, J; JACK, D.H., Kinetics of nitriding with and without white layer formation. *Heat Treatment '73*, Proc. Conf. 12-13 December, London-UK, Ed. The Metals Society, p.59-65, 1973.
8. XI, Y.T.; LIU, D.X.; HAN, D. *Surface and Coatings Technology* 202 (2008) 2577.