

Características de Endurecimento Superficial na Nitretação por Plasma de um Aço com 13,5% de Cromo

Carlos Eduardo Pinedo

Núcleo de Pesquisas Tecnológicas da Universidade de Mogi das Cruzes

Waldemar Alfredo. Monteiro

Departamento de Engenharia de Materiais, IPEN - MMM

RESUMO

Na nitretação de aços, a presença de elementos de liga formadores de nitretos afeta sensivelmente as características de endurecimento. Os efeitos estão relacionadas ao caráter de interação entre o substitucional e o nitrogênio. Este trabalho estuda as características de endurecimento em um aço contendo elevado teor de cromo, 13,5%Cr, após nitretação por plasma. Os resultados mostram que o cromo, no teor estudado, se comporta como um elemento de liga com interação do tipo forte. O perfil de dureza apresenta um patamar de dureza máxima que se estende por toda a zona de difusão. Na região da interface de nitretação a dureza sofre uma queda acentuada para o valor do substrato. Os resultados são relacionados à morfologia da camada e à sua cinética de crescimento.

ABSTRACT

The nitriding response of alloy steels is strongly affected by the presence of nitride former alloying elements. Morphology, kinetics and hardening effect are related to the type of interaction between the alloying element with nitrogen. The aim of this paper is to study the hardening characteristics on plasma nitriding a 13.5%Cr alloyed steel. The results show that in this high alloy content the nitriding response for the alloy comparable to that expected for strong interaction elements. The hardness profiles have a maximum hardness profile through the entire diffusion zone. At the interface the hardness decreases sharply to the core hardness. These results are related to the morphology and nitriding kinetics.

Palavras-chave: Nitretação por Plasma, Endurecimento, Aço Inoxidável Martensítico

Introdução

A melhoria da resistência ao desgaste na nitretação é atingida por um endurecimento superficial provocado pela formação da camada de compostos e pela precipitação contínua de nitretos na zona de difusão. As características de endurecimento dependem não apenas dos parâmetros utilizados no processo de nitretação, como temperatura tempo e composição gasosa, mas são intimamente relacionadas à composição química do substrato.

A nitretação por plasma tem sido utilizada de forma crescente não apenas por suas vantagens de processo e ecológicas, mas pela possibilidade de projetar a metalurgia da camada nitretada pelo controle preciso de temperatura, tempo e composição da mistura gasosa permitido por este processo. Em aços inoxidáveis, a nitretação por plasma é de particular interesse pois permite a remoção do filme passivo por um bombardeamento de elétrons de alta intensidade sob plasma de hidrogênio puro antes da nitretação. Esta possibilidade evita a necessidade de remoção do filme passivo por processos químicos ou mecânicos antes da nitretação, que acarretam em problemas de qualidade superficial e em um aumento do custo e do tempo de processamento.

Em ligas contendo elementos de liga substitucionais formadores de nitreto, espera-se que as características de endurecimento estejam relacionadas a intensidade de interação entre o elemento substitucional e o nitrogênio [1,2]. Em ligas a base de ferro, o vanádio e o alumínio possuem interação com o nitrogênio do tipo forte, enquanto que a interação Cr-N é dependente da concentração de cromo na liga. O caráter da interação, que leva a precipitação de nitretos de elemento de liga, interfere não apenas na intensidade de endurecimento, mas na forma do perfil de dureza resultante da nitretação.

A alteração das características de endurecimento é relacionada às variáveis cinéticas envolvidas na nitretação de aços ligados que modificam o mecanismo de avanço da interface de nitretação e determinam a morfologia da zona de difusão e forma do perfil de dureza ao longo da profundidade da camada nitretada [1-3]. Este trabalho apresenta os resultados obtidos na nitretação por plasma de um aço inoxidável martensítico tipo AISI 420, de composição base Fe-0,40%C-13,5%Cr, no qual se avalia às suas características particulares de endurecimento do aço por consequência do elevado teor de cromo em sua composição.

Materiais e Métodos

Neste trabalho foi utilizado um aço inoxidável martensítico do tipo AISI 420, recebido na forma de uma barra recozida. A composição química do material é fornecida na Tabela I. No estado recozido, a microestrutura é composta de uma matriz ferrítica com uma dispersão fina e homogênea de carbonetos esferoidizados, com dureza de 200 HB. Amostras para os tratamentos de nitretação com dimensão de 5 x 25 x 30 mm foram retiradas do meio raio da barra e tiveram a superfície preparada por plaina e acabadas com lixa de grana 600.

Tabela I – Composição química do aço tipo AISI 420 (% em massa).

C	Mn	Si	Cr	Ni	V	N	P	S
0,40	0,50	0,95	13,50	0,21	0,27	0,0350	0,027	0,001

Para o condicionamento do substrato, as amostras foram previamente temperadas e revenidas, objetivando um substrato com dureza entre 35 – 37 HRC. No tratamento térmico de têmpera as amostras foram austenitizadas a 1025°C e resfriadas em óleo. Os revenimentos foram duplos, de duas horas cada, na temperatura de 580°C. Todos os tratamentos térmicos foram realizados em sistema de retorta de vácuo para evitar efeitos deletérios sobre a superfície a ser nitretada.

Para os tratamentos de nitretação foi utilizado um reator de nitretação por plasma com fonte de tensão pulsada e de parede quente. Todos os parâmetros de processo como: fluxo gasoso, pressão, tensão, duração e repetição do pulso, temperaturas da amostra e parede e tempo, são controlados simultaneamente por um microcomputador.

Com objetivo de remover o filme passivo do aço inoxidável, as amostras foram submetidas a um bombardeamento iônico de alta intensidade sob plasma de hidrogênio puro, realizado em uma etapa prévia à de nitretação. Para a nitretação foram utilizadas as temperaturas de 480, 500, 520, 540 e 560°C, por um tempo constante de 4 horas e uma relação de mistura gasosa $N_2:H_2 = 3:1$. A temperatura da carga foi controlada por dois termopares posicionados em diferentes amostras da carga, objetivando um controle preciso da temperatura.

A superfície nitretada foi observada em microscópio óptico, após ataque com reagente de Nital 4%. Para estudar as características de endurecimento do substrato, as medidas de microdureza, utilizando carga de 25 g, foram realizadas ao longo da profundidade da zona de difusão, conduzindo a determinação do perfil de dureza. A profundidade de endurecimento foi determinada seguindo o critério NHT especificado pela Norma DIN [4].

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra a microestrutura na camada obtida na nitretação por plasma do aço AISI 420, 13,5%Cr, a 560°C por 4 horas. Observa-se a formação da camada de compostos seguida da zona de difusão que se estende na direção do núcleo do substrato. A zona de difusão, região na qual são determinados os perfis de dureza, é caracterizada pela ausência de precipitação de nitretos em contornos de grão da ferrita e por possuir uma interface com o substrato de morfologia plana. A morfologia da interface formada é um indicativo do caráter forte da interação entre o cromo e nitrogênio durante o deslocamento da interface de nitretação [1,2].

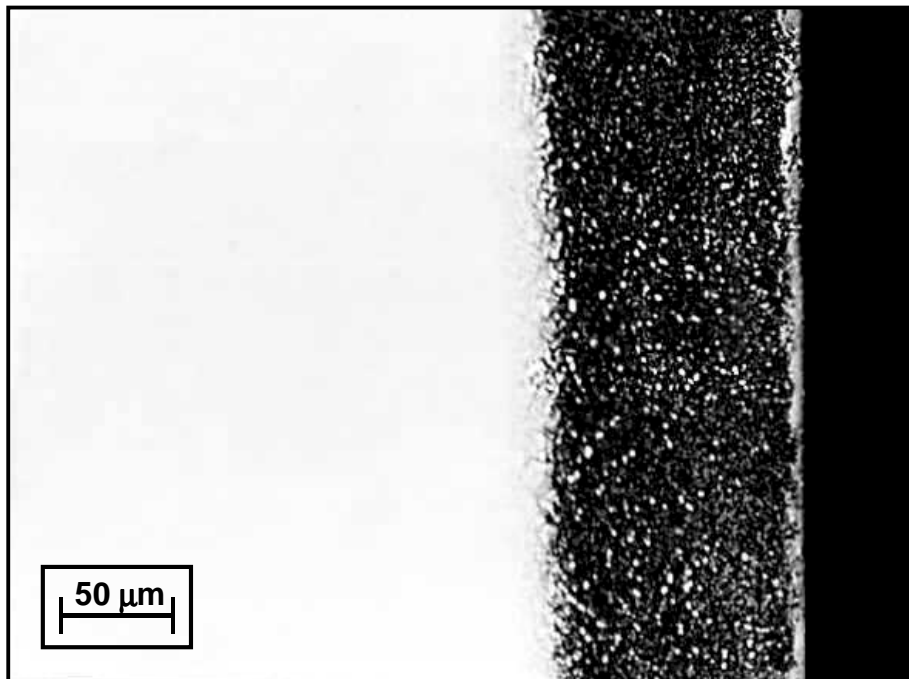


Figura 1 – Microestrutura da camada nitretada por plasma a 560°C por 4 horas em mistura gasosa 75%N₂:25%H₂. Ataque: Nital 4%.

Os perfis de microdureza obtidos para os tratamentos de nitretação são apresentados na Figura 2. A dureza máxima obtida, em todos os tratamentos, foi de 1532,6 HV0,025. A dureza máxima de nitretação se mantém na forma de um patamar, por uma extensão que corresponde aproximadamente a zona de difusão, região escurecida observada por metalografia, cuja profundidade máxima aumenta com o aumento da temperatura de nitretação.

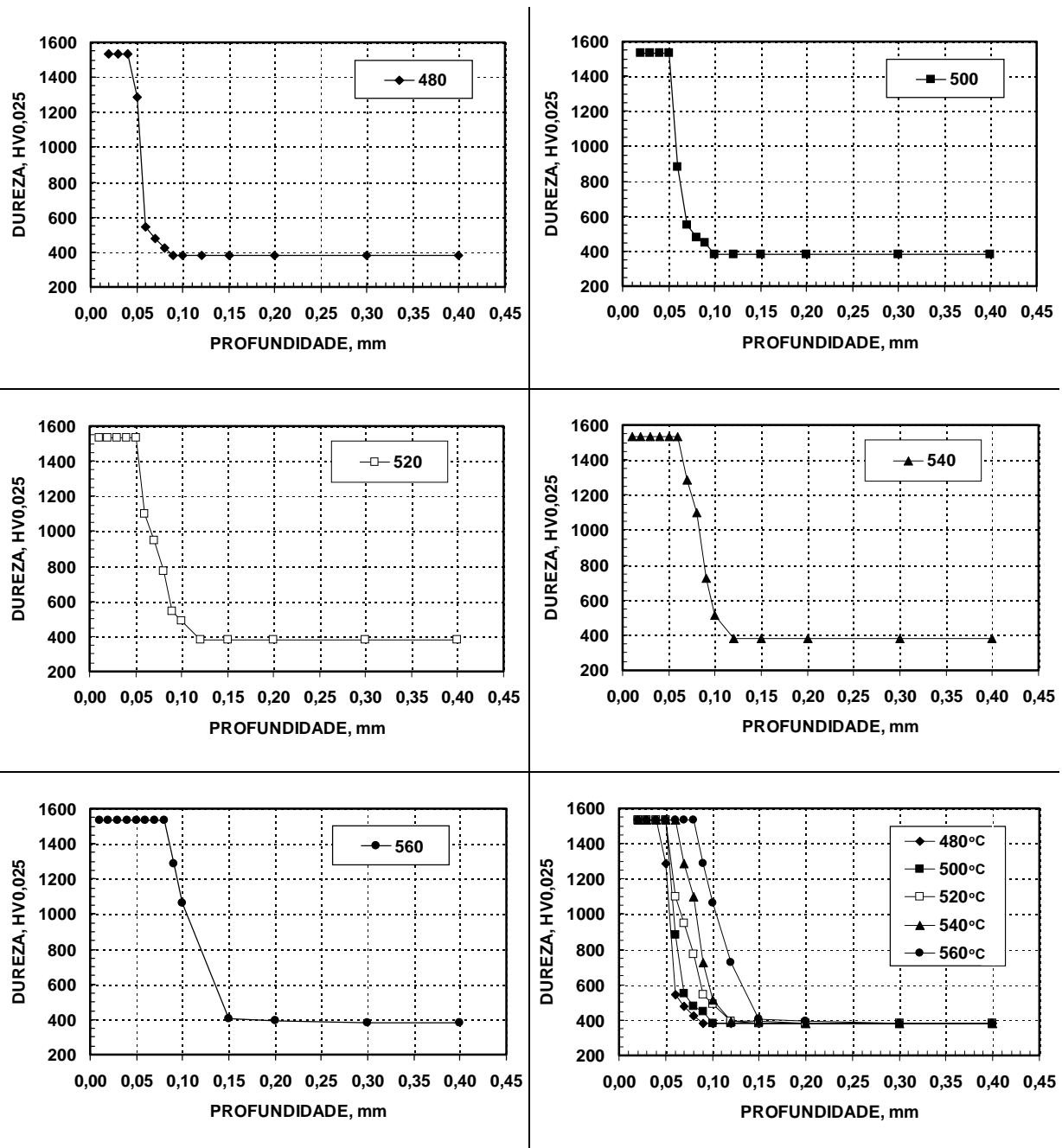


Figura 2 – Perfis de dureza obtidos nos tratamentos de nitretação por plasma.

Em todas as condições, a dureza sofre uma queda brusca após o patamar de dureza máxima, fato este relacionado ao mecanismo de deslocamento da interface de nitretação. A dureza do substrato, medida a 0,80 mm de profundidade, HV0,025 = 383,14, coincide com a medida a 0,40 mm, o que mostra que este valor pode ser considerado como a dureza do substrato não endurecido na nitretação. Com o aumento da temperatura de nitretação ocorre um deslocamento dos perfis de dureza para a direita, indicando um aumento na profundidade de nitretação, mostrado no conjunto dos perfis de microdureza apresentado na Figura 2. Os resultados de profundidade de endurecimento obtidos pelo critério NHT, apresentados na Tabela 2 confirmam este comportamento.

Tabela 2 - Resultados da profundidade de endurecimento, obtidos a partir dos perfis de microdureza, utilizando o critério NHT da norma DIN.

		TEMPERATURA DE NITRETAÇÃO (°C)				
		480	500	520	540	560
Profundidade NHT (µm)		77,87	92,31	99,72	112,34	147,35

Trabalhos recentes em nitretação por plasma do aço inoxidável martensítico tipo AISI 410 mostram uma elevação significativa da dureza na zona de difusão [5,6]. Stagno [6] verificou um aumento de dureza de 3 a 6 vezes na nitretação/sinterização por plasma do aço 410. Na nitretação por plasma de um aço inoxidável martensítico tipo AISI 440C, na forma de anéis para motores de combustão interna, também se verifica o aparecimento deste patamar de dureza máxima seguido de uma queda acentuada de dureza na região da interface zona de difusão/substrato [7].

A formação do patamar de dureza máxima é considerado como sendo resultante da necessidade de precipitação contínua de nitretos de liga, tipo CrN, decorrente de uma interação do tipo forte entre o cromo e o nitrogênio. Esta precipitação tem influência direta na cinética de deslocamento da interface responsável pela formação de uma camada nitretada com interface de morfologia plana e não difusa, o que se reflete nos perfis de dureza obtidos.

A formação do patamar de dureza máxima, que aumenta com o aumento da temperatura de nitretação e a queda brusca de dureza na região da interface são características mais importantes dos perfis de dureza do aço com 13,5%Cr. A presença e extensão deste patamar esta associada com o perfil composicional, teor de nitrogênio, através da camada nitretada e ao mecanismo de nitretação.

Após estudo composicional da superfície nitretada, Marchev [5] verificou que este patamar de dureza máxima reflete a concentração constante de nitrogênio obtido no perfil composicional ao longo da zona de difusão. Resultados de microanálise por EDS no aço AISI 420 mostram que a concentração de nitrogênio é constante na zona de difusão e decresce acentuadamente na região da interface para o teor original no aço [3].

A morfologia da camada nitretada e os perfis de dureza obtidos neste trabalho são explicados como resultado de uma interação entre o cromo e o nitrogênio de caráter forte. Como sugerido pela literatura [1,2] em ligas contendo cromo como elemento de liga existe uma modificação no caráter de interação de intermediário para forte a medida que o teor de cromo na liga aumenta. Assumindo a necessidade de reações de precipitação de nitretos de liga na região da interface de nitretação, o deslocamento desta interface somente é possível após as reações de precipitação se completarem, considerando que somente o nitrogênio possui difusão de longo alcance.

Portanto, as características de endurecimento superficial observadas no aço com 13,5%Cr, com o aparecimento do plateau de dureza máxima, são consequência do mecanismo e da cinética de crescimento da interface de nitretação, confirmando um comportamento de interação entre o elemento substitucional (Cr) e o intersticial (N) do tipo forte. O efeito resultante é formação de uma interface de nitretação do tipo plana, ao invés de difusa encontrada em aços de menor teor de cromo com caráter de interação Cr-N intermediário.

Conclusões

A nitretação por plasma do aço inoxidável AISI 420, 13,5%Cr, permite a elevação da dureza do substrato de 380 HV para 1532 HV_{0,025}. O perfil de dureza, independente da temperatura estudada, é constituído de um patamar de dureza máxima que se estende por toda a zona de

difusão. Após o patamar a dureza diminui bruscamente para o valor da dureza inicial do substrato.

Com o aumento da temperatura de nitretação a dureza máxima permanece inalterada. A profundidade do patamar aumenta com o aumento da temperatura. A profundidade de endurecimento aumenta com o aumento da temperatura.

As características de endurecimento observadas são consequência do mecanismo de nitretação e de sua cinética. O aço com 13,5%Cr exibe um caráter de interação forte entre o cromo e o nitrogênio na nitretação.

Referências Bibliográficas

- [1] JACK, D. H. - “Nitriding”, in **Heat Treatment’73**, Proc. Conf., 12-13 December, London – UK, Ed. The Metals Society, pp.: 39-50, 1973.
- [2] LIGHTFOOT, J. & JACK, D.H. - “Kinetics of Nitriding With and Without White Layer Formation”, in **Heat Treatment’73**, Proc. Conf., 12-13 December, London – UK, Ed. The Metals Society, pp.: 59-65, 1973.
- [3] PINEDO, C. E. – **Estudo Morfológico e Cinético da Nitretação por Plasma Pulsado do Aço inoxidável martensítico AISI 420**, Tese de Doutorado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares/USP, 176p., 2000.
- [4] **DIN 50190** – “Häteteife Wärmebehandelter Teile – Ermittung der Nitriehätetiefe”, Teil 3, März, 1979.
- [5] MARCHEV, K., COOPER, C. V. & GIESSEN, B. C. – “Observation of a Compound Layer With Very Low Friction Coefficient in Ion-Nitriding Martensitic 410 Stainless Steel”, **Surface and Coatings Technology**, V. 99, pp.: 229-233, 1998.
- [6] STAGNO, E., et alli – “Behaviour of Sintered 410 Low Carbon Steel Towards Ion Nitriding”, **Journal of Alloys and Compounds**, V. 247, pp.: 172-179, 1997.
- [7] PINEDO, C. E., PANONNI, F. D. & VATAVUK, J. – “Utilização do Processo de Nitretação por Plasma para o Tratamento Superficial de Anéis de Pistão em Motores ciclo Otto e Diesel”, **Relatório Final FAPESP – Programa Jovens Pesquisadores em Centros Emergentes**, Processo N° 96/10411-0, 61 p., 1999.