



# INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO A PLASMA NA RESISTÊNCIA AO DESGASTE MICROABRASIVO DO AÇO FERRAMENTA AISI D2<sup>1</sup>

Vagner João Gobbi<sup>2</sup>

Silvio José Gobbi<sup>2</sup>

Cosme Roberto Moreira da Silva<sup>3</sup>

## Resumo

O presente artigo estuda a influência do tempo de tratamento na formação da camada nitretada do aço AISI D2 e na resistência ao desgaste microabrasivo a partir da nitretação por plasma. Os corpos de prova foram nitretados a 400°C com uma pressão de 4,5 mbar e utilizando-se uma mistura gasosa de 80% vol.H<sub>2</sub> e 20% vol.N<sub>2</sub>. Os tempos de tratamento foram: 30 minutos, 60 minutos, 120 minutos, 180 minutos e 360 minutos. As propriedades das camadas foram avaliadas por meio de microdureza superficial, perfis de microdureza, análise microestrutural, difratometria de raios X e ensaio de resistência ao desgaste microabrasivo. Para o tempo de 360 minutos o aumento de dureza superficial foi de 94,6% e a resistência ao desgaste microabrasivo de 15%. Este aumento de dureza pode ser associado à alta concentração de nitrogênio na rede cristalina do ferro- $\alpha$  e formação adicional de nitretos. Nitretação, em baixa temperatura, reduz a fragilidade intergranular ao diminuir a probabilidade de precipitação de nitretos de forma contínua nos contornos de grão da austenita previa além da ausência das fases  $\gamma' + \epsilon$ .

**Palavras-chave:** Nitretação; Desgaste microabrasivo; Aço ferramenta AISI D2.

## NITRIDING THE INFLUENCE OF PLASMA IN RESISTANCE TO WEAR MICROABRASIVE TOOL STEEL AISI D2

### Abstract

This work studies the influence of time of treatment in the formation of nitride layer of AISI D2 tool steel and the resistance to micro-abrasive wear from the technique of nitriding in plasma. The samples were nitrided at 400 °C with a pressure of 4.5 mbar (450 Pa) and using a gas mixture of 80% vol.H<sub>2</sub> and 20% vol.N<sub>2</sub>. The times of treatment were: 30, 60, 120, 180 and 360 minutes. The properties of the layers in the samples obtained nitrides were assessed by surface microhardness, profiles of microhardness, metallography analysis, X-ray diffraction and test for resistance to micro-abrasive wear. The best results for nitriding to 400° C, was obtained with the time of treatment of 360 minutes. In this case the increase in surface hardness was 94.6% and resistance to micro-abrasive wear of 15%. This increase in hardness may be associated with high concentration of nitrogen in the crystalline network of iron- $\alpha$  and additional training of nitrides. Low temperature of nitriding reduces between grain fragility to reduce the likelihood of precipitation of nitrides in a continuous manner in the austenite grain boundaries and the absence of previous  $\epsilon' + \gamma$  phases.

**Key-words:** Nitriding; Microabrasive wear; Tool steels AISI D2.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Mestrado, Programa de Pós- Graduação em Ciências Mecânica, Universidade de Brasília (UnB)

<sup>3</sup> Professor, Programa de Pós- Graduação em Ciências Mecânica, Universidade de Brasília (UnB)



## 1 INTRODUÇÃO

O estudo das propriedades tribológicas das superfícies tornou-se fundamental em inúmeras aplicações industriais. Foram desenvolvidas várias técnicas de tratamento superficial visando melhorar as propriedades de superfície dos materiais, incluindo processos mecânicos, térmicos, físicos e químicos. Tratamentos de superfície permitem transformar materiais metálicos convencionais em materiais com propriedades especiais, dificilmente obtidas apenas com o metal base. Por isso a engenharia de superfícies tem se tornado tão importante ultimamente.

A nitretação por plasma também é conhecida como nitretação iônica ou nitretação por descarga luminescente.<sup>(1, 2)</sup> A nitretação iônica teve seu desenvolvimento iniciado por volta de 1920, mas só começou a ser aplicada comercialmente a partir de 1970. É um tratamento físico-químico ativado termicamente de endurecimento superficial pela introdução de nitrogênio atômico. O processo consiste na utilização de uma mistura gasosa composta de nitrogênio e hidrogênio em quantidades variáveis, em uma câmara com pressão entre 133,3 Pa e 1.333 Pa (1 Torr a 10 Torr), onde é aplicada uma diferença de potencial entre a peça a ser nitretada e o reator. A mistura gasosa é ionizada e íons N<sup>+</sup> são acelerados contra a peça.<sup>(3)</sup> Através de processos de adsorção e difusão de nitrogênio ocorre a distorção do reticulado através da formação de nitretos de ferro e de nitretos de elementos de liga além do nitrogênio em solução sólida. Com isso, são atingidas propriedades mecânicas e tribológicas superiores àquelas do material base.<sup>(3)</sup>

Este processo possui vantagens em relação a tratamentos convencionais de nitretação,<sup>(4,5)</sup> especialmente no que diz respeito ao controle das características das camadas obtidas: profundidade de nitretação, microestrutura e espessura da camada de compostos depositada. Adicionalmente, a nitretação iônica apresenta um baixo consumo de energia e menor distorção das peças.

O objetivo do presente trabalho foi efetuar o tratamento superficial de nitretação iônica no aço ferramenta AISI D2 a baixa temperatura (400°C) e identificar as alterações ocorridas nas camadas nitretadas com variação do tempo de tratamento. Estas modificações microestruturais são responsáveis pelo endurecimento superficial tendo influência direta na resistência ao desgaste do material. O aço AISI D2 é empregado em diversas situações, entre elas matrizes para estamparia e forjamento. Aplicações onde além de boa resistência mecânica, é importante uma alta resistência ao desgaste.<sup>(6)</sup>

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste trabalho foi o aço ferramenta AISI D2. A composição química, determinada por espectroscopia de massa, é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1: Composição química (% em massa) do aço AISI D2

Elemento	C	Mn	Si	Cr	V	Mo	Ni	S	P
%	1,49	0,35	0,42	12,04	0,68	0,64	0,18	0,003	0,023

A tempera foi realizada em forno à vácuo com aquecimento a 1.050°C por 30 minutos seguido de resfriamento em N<sub>2</sub> gasoso a uma pressão de 5 bar até a temperatura de 25°C. A seguir os corpos de prova foram submetidos a um duplo revenido a 540°C por 2h. A dureza média final obtida foi de 57 HRc.

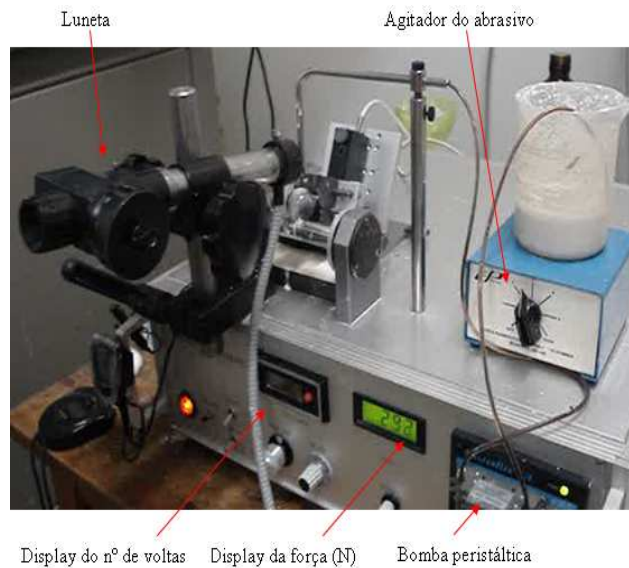


**Figura 1:** Equipamento de nitretação iônica.

A nitretação iônica do aço ferramenta foi realizado no Departamento de Física da UFSCar, conforme ilustra a Figura 1. Os parâmetros de nitretação dos corpos de prova foram: temperatura de 400°C, pressão de 4,5 mbar e mistura gasosa de 80% vol.H<sub>2</sub> e 20% vol.N<sub>2</sub>. O tempo de tratamento foi: 30 minutos, 60 minutos, 120 minutos, 180 minutos e 360 minutos.

Para caracterização das amostras, várias análises foram realizadas. Na caracterização microestrutural utilizou-se análise metalográfica em microscópio óptico marca Olympus BX60M e microsópio Eletrônico de Varredura. Para determinação da microdureza superficial e dos perfis de microdureza, utilizou-se um microdurômetro modelo HMV 2 versão 1.23 (Shimadzu, Japão) com indentador Vickers e carga 500 gf. A identificação dos nitretos das camadas nitretadas foi realizada por difração de raios-X. Foi utilizada a radiação cobre K $\alpha$ , com varredura entre 30° $\angle$ 2 $\theta$  $\angle$ 90° e velocidade angular de 0,5°/minuto.

O ensaio de desgaste microabrasivo foi realizado em um equipamento de microabrasão do tipo esfera livre (da marca CSEM) pertencente ao Laboratório de Tribologia e Materiais da Universidade Federal de Uberlândia (Figura 2).



**Figura 2:** Visão geral do equipamento de micro-abrasão.

Para realização do ensaio de desgaste utilizou-se uma esfera de aço AISI 52100 com um diâmetro de 25,4 mm. O meio abrasivo foi uma suspensão composta de partículas abrasivas de dióxido de silício (SiO<sub>2</sub>) em água destilada, a uma concentração de 0,75 g de abrasivo por cm<sup>3</sup> de água. A distribuição granulométrica das partículas abrasivas estava entre 0,5-10µm, com aproximadamente 80% entre 1-5 µm. A suspensão abrasiva foi agitada continuamente durante cada teste por meio de agitador acoplado ao aparelho. A mistura foi bombeada até a interface esfera-amostra, utilizando-se uma bomba peristáltica. A vazão do abrasivo foi fixada a cerca de uma gota a cada 3 segundos. A rotação do eixo motor foi mantida em 150 rpm, gerando uma velocidade entre a superfície da esfera e a amostra de aproximadamente 0,1m.s<sup>-1</sup>.

O formato da calota de desgaste foi obtido por um interferômetro óptico a laser (UBM Microfocus Expert IV). A formulação para o cálculo do volume desgastado e do coeficiente de desgaste depende da semelhança entre a cratera de desgaste e o formato da esfera utilizada no teste. O volume de desgaste (V) e o coeficiente de desgaste (K) após cada intervalo de distância de deslizamento, foram determinados usando as expressões:<sup>(7)</sup>

$$V \cong \frac{\pi.b^4}{32.\phi} \quad e \quad k = \frac{\pi.b^4}{32.\phi.L.F_N} \quad \text{para } b \ll \phi$$

Onde: b, diâmetro da calota de desgaste;  $\phi$ , diâmetro da esfera de ensaio, F<sub>N</sub>, força normal à amostra, L, distância de deslizamento

Essa equação é utilizada para uma calota esférica, visto que o volume da calota é muito pequeno em relação ao volume da esfera.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1 Caracterização do Material após a Têmpera

Na Figura 3 observa-se a microestrutura do aço AISI D2 após têmpera e revenido. Microestrutura composta por carbonetos secundários globulares (pequenos) e carbonetos primários irregulares (grandes) distribuídos na matriz martensítica.

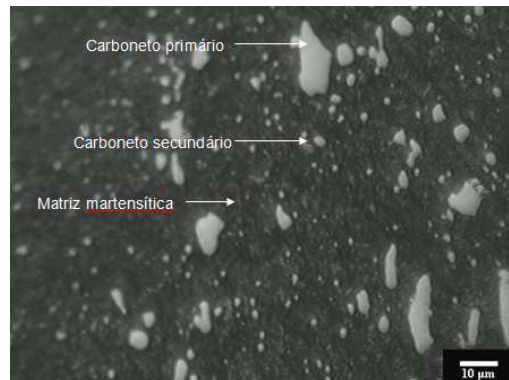
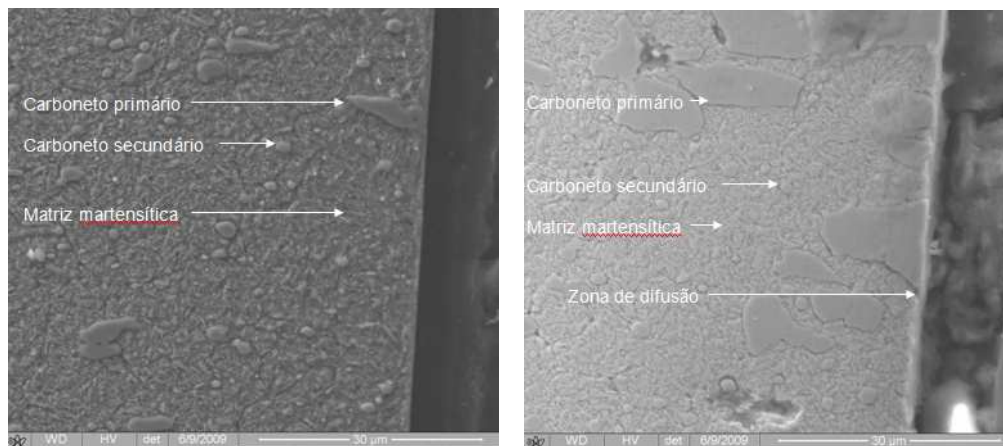


Figura 3: Microestrutura do aço ferramenta AISI D2, em microscópio óptico, após têmpera e revenido. Ataque: nital 2%. Aumento: 400X.

#### 3.2 Caracterização do Material após Nitretação

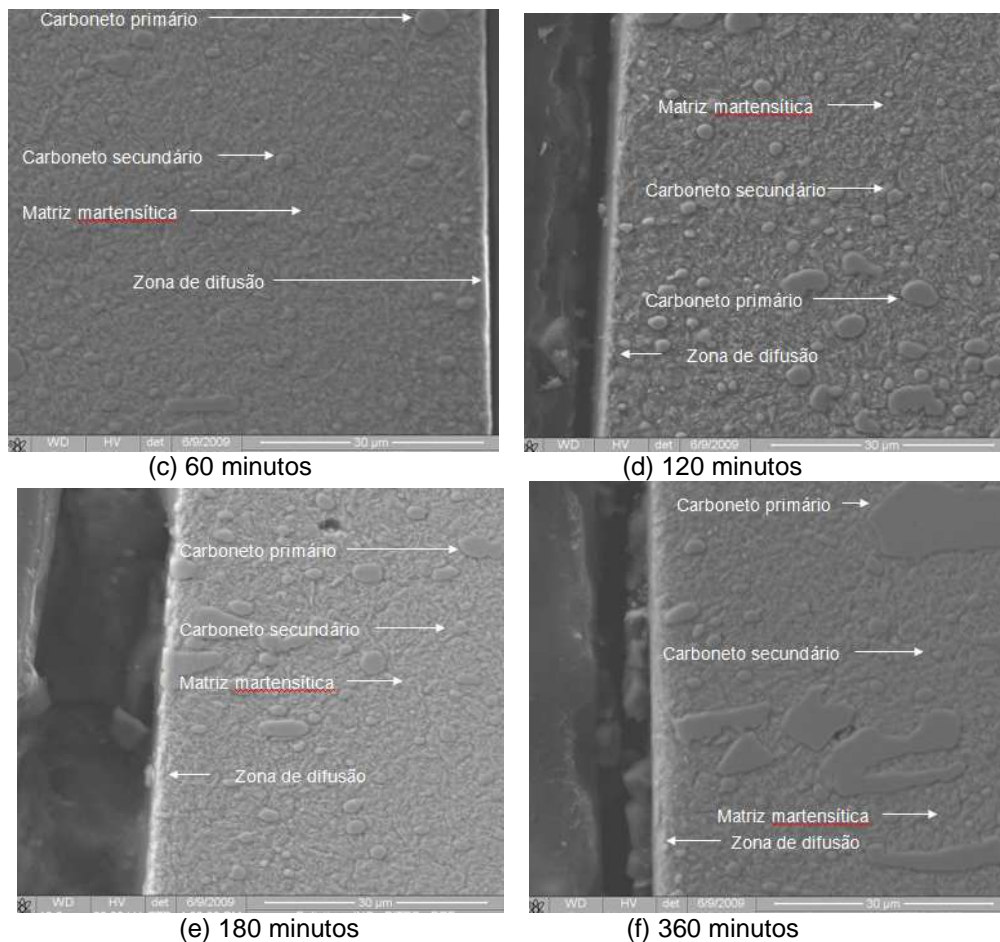
##### 3.2.1 Microestrutura do material nitretado

A seqüência das Figuras 4 (a) à (f), obtidas por microscopia eletrônica de varredura, mostram o material nitretado em função do tempo de tratamento.



(a) material não nitretado

(b) 30 minutos



**Figura 4:** Microestruturas, obtidas em Microscópio Eletrônico de Varredura, das amostras nitretadas do aço ferramenta AISI D2 temperado e revenido em função do tempo de nitretação. Ataque: nital 2%. Aumento: 4000X.

As micrografias do material nitretado não apresentam camada de compostos em nenhuma das condições estudadas. Observa-se uma microestrutura martensítica com carbonetos primários, secundários e uma pequena camada de difusão. Não houve formação de novas fases de modo contínuo nos contornos de grão, pelo fato da concentração de nitrogênio intersticial não ultrapassar o limite de solubilidade na rede cristalina do Ferro- $\alpha$ .

A camada de difusão é responsável por alteração nas propriedades mecânicas da superfície do material. A referida camada promove aumento de dureza e geração de tensões residuais compressivas que são responsáveis por aumento nas propriedades mecânicas.<sup>(8-10)</sup>

### 3.2.2 Microdureza de superfície

A Figura 5 apresenta a variação da dureza na superfície das camadas nitretadas em função do tempo de nitretação. Também são apresentados nesta Figura os valores de microdureza do material não tratado. Os valores representam uma média de 5 indentações.

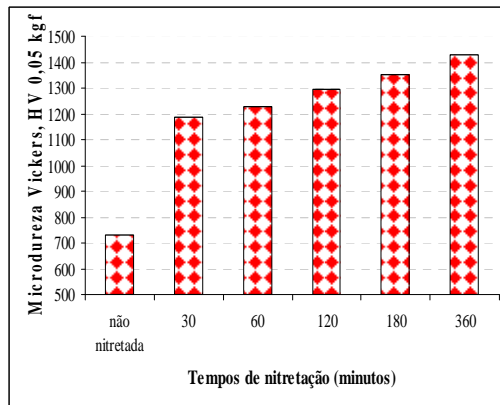


Figura 5: Microdureza na superfície das amostras.

Verifica-se que a microdureza na superfície da camada nitretada aumenta em função do tempo de tratamento atingindo 1426,4 HV para 360 minutos. Com o aumento do tempo tem-se uma maior concentração de nitrogênio em solução sólida que, ao provocar uma maior distorção na matriz, promove a elevação da dureza. Nos tempos menores o aumento de dureza é menor, mas significativo em relação ao material não nitretado.

### 3.2.3 Perfis de microdureza

A Figura 6 apresenta os perfis de microdureza das camadas endurecidas. Estes foram realizados com espaçamentos de 20 micra, sendo o primeiro ponto correspondente a microdureza na superfície da amostra.

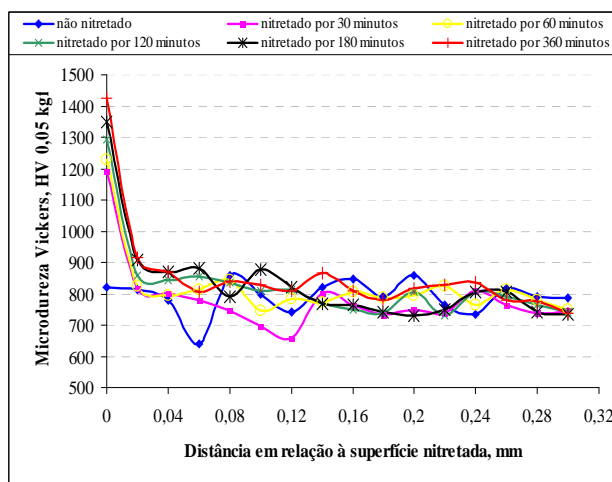


Figura 6: Perfis de microdureza das camadas nitretadas nos diferentes tempos

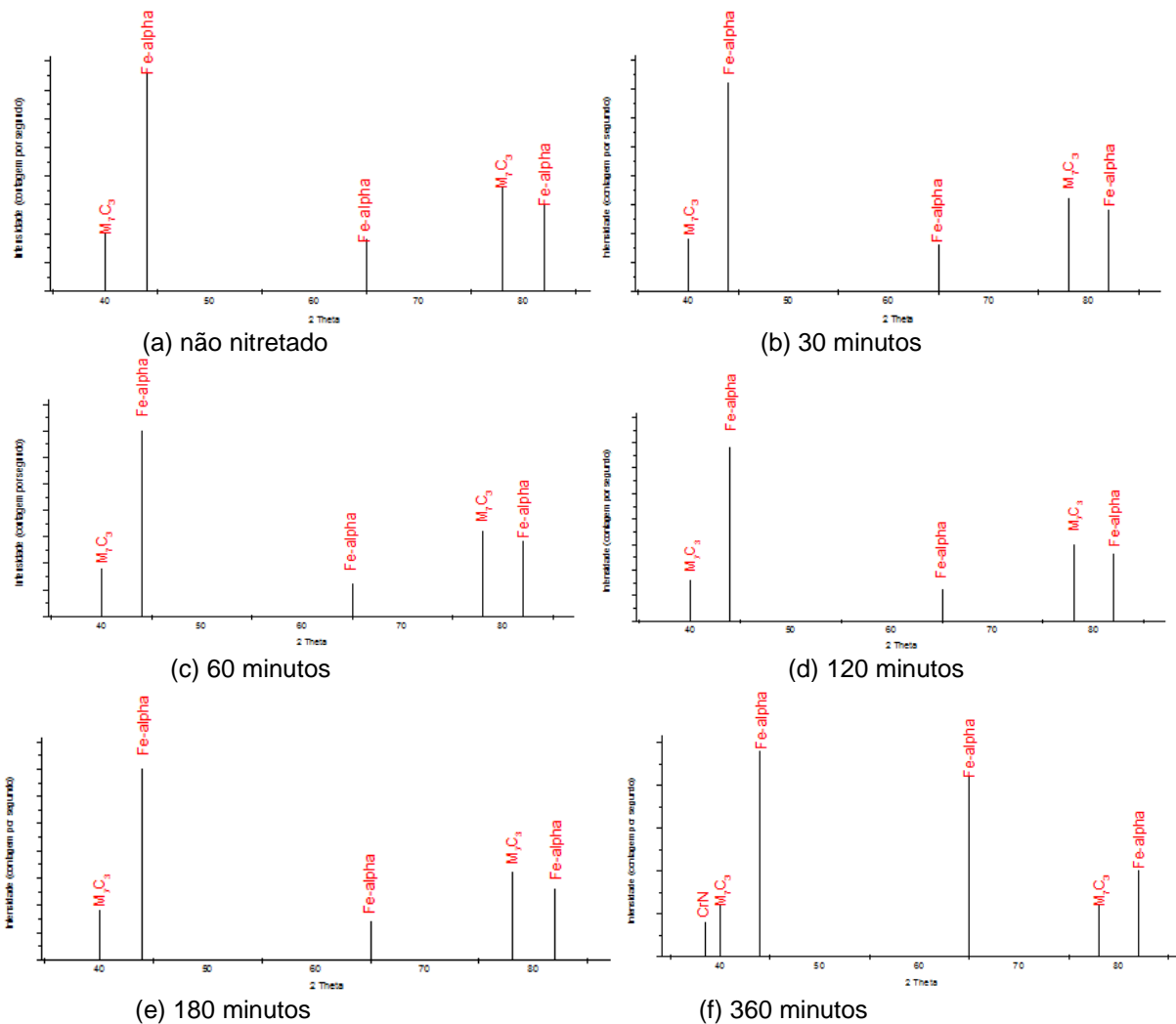
Como pode ser observado, a efetividade da nitretação foi verificada através de um aumento de dureza superficial que apresentou valores da ordem de 1189,2 no tempo de 30 minutos e 1426,4 no tempo de nitretação de 360 minutos.

A difusão nos aços é afetada pelo conteúdo de carbono e de elementos de liga com grande afinidade por nitrogênio.<sup>(9,11)</sup> Logo, para o aço ferramenta AISI D2, a profundidade de endurecimento está diretamente ligada ao seu alto teor de cromo

(aproximadamente 12%) e carbono (em torno de 1,5%). A presença acentuada destes elementos faz com que a profundidade de endurecimento alcançada seja pequena, uma vez que a presença destes dificulta a difusão do nitrogênio em direção ao núcleo. A elevada dureza do núcleo do aço sem nitretação torna desnecessárias camadas com grande profundidade de endurecimento. A própria dureza da matriz já é suficiente para dar sustentação a finas camadas nitretadas evitando a formação de trincas.<sup>(9,11,12)</sup>

### 3.2.4 Determinação das fases presentes por difratometria de raios X

A Figura 7 (a) à (f), mostra os padrões obtidos pela análise de difratometria de raios X para identificação de possíveis nitretos formados nas camadas nitretadas.



**Figura 7:** Padrões de difratometria de raios X das amostras nitretadas nos cinco diferentes tempos e para a amostra não nitretada.

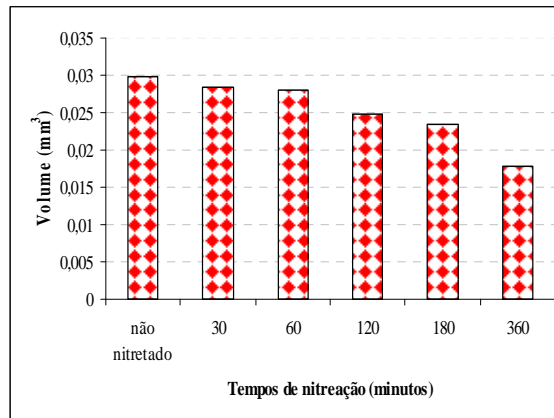
Como pode ser observado nos difratogramas da Figura 7, ocorre superposição de algumas fases. A fase α (martensita revenida) e a fase M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> possuem alguns picos, nos mesmos ângulos, em todas as amostras para todos os tempos de tratamento. No maior tempo (f) aparece a fase adicional nitreto de cromo. Nos demais tempos de



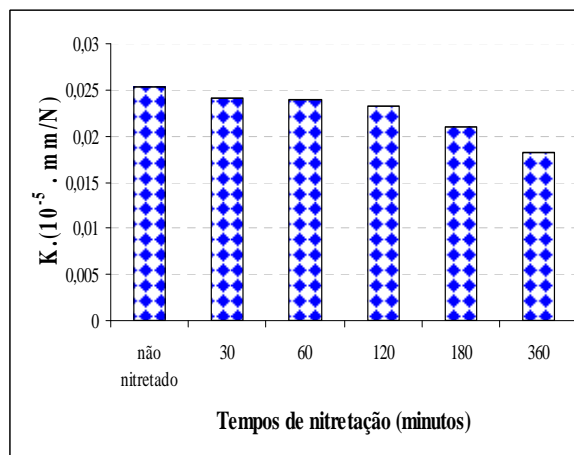
nitretação não foram observados, ao nível de resolução do equipamento utilizado, fases correlacionadas à formação de nitretos.

### 3.2.5 Ensaio de desgaste por micro-abrasão

Os resultados deste teste, descritos como volume desgastado do material e do coeficiente de desgaste, são ilustrados nas Figuras 8 e 9.

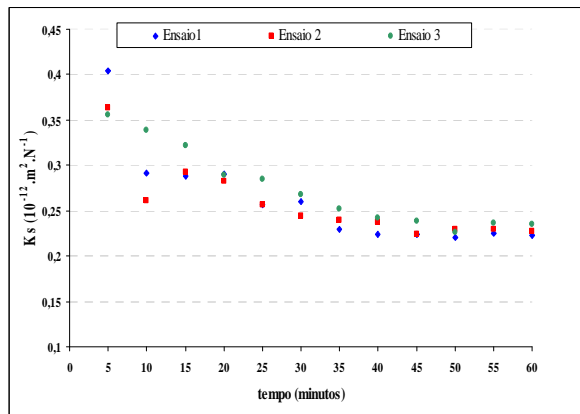


**Figura 8:** Volume desgastado de material, em 1 hora de ensaio, para cada tempo de nitreção.



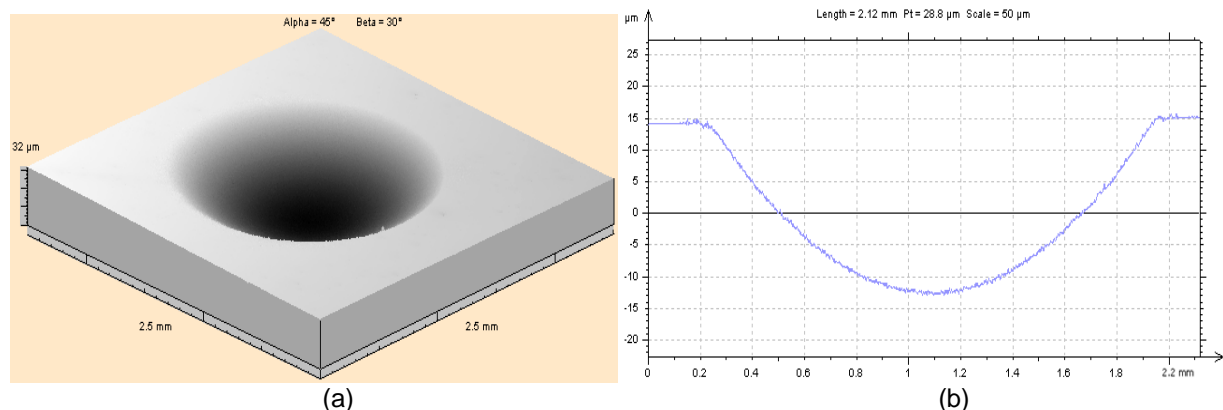
**Figura 9:** Coeficiente de desgaste de material para cada tempo de nitreção

Como indicado na Figura 10, verifica-se que a taxa de desgaste tende a se estabilizar somente após uma distância de deslizamento percorrida de aproximadamente 260 metros (40 minutos) de ensaio. Esta distância de deslizamento mínima, para estabilização do coeficiente de desgaste, foi verificada para todas as condições de tratamento.



**Figura 10:** Coeficiente de desgaste em função do tempo de ensaio, exibindo o alcance do regime permanente de desgaste. Amostra nitretada no tempo de 180 minutos.

Extraiu-se por interferometria a laser perfis das crateras de desgaste (material removido da amostra) gerados durante o ensaio (Figura 11: a e b). Estes perfis são utilizados para verificar se a cratera do material desgastado das amostras aparenta-se na forma de calotas esféricas. Neste caso pode-se utilizar as equações, anteriormente descritas, para o cálculo do volume desgastado e do coeficiente de desgaste.



**Figura 11:** (a) Aspecto típico das crateras obtidas por interferometria a laser. Superfície em 3D. (b) Traço do perfil da cratera no centro (diâmetro da calota).

O comportamento apresentado por cada uma das curvas de desgaste micro-abrasivo está associado à mudanças microestruturais que ocorrem no substrato com o aumento do tempo de tratamento de nitretação.<sup>(13)</sup> De uma maneira geral observa-se que as amostras nitretadas apresentaram um melhor comportamento em relação ao volume desgastado do que o material não nitretado. Verifica-se que houve uma redução no volume desgastado para todos os tempos de tratamento. A diminuição foi mais significativa para o maior tempo utilizado.

O importante aumento obtido na resistência ao desgaste para a nitretação a baixa temperatura de tratamento pode ser correlacionada à não formação de novas fases contínuas nos contornos de grão, ao aumento de dureza superficial, à formação de precipitados e à profundidade do endurecimento. A presença de fases contínuas de elevada dureza nos contornos de grão resulta em alto concentrador de tensão que,

somado com o carregamento externo (tensão trativa), facilita a nucleação e propagação de trincas. Desta forma, a presença de um filme de elevada dureza nos contornos de grãos fragiliza a camada favorecendo os mecanismos de desgaste.

Provavelmente, este bom desempenho em relação ao desgaste pode estar relacionado também com a formação de tensões residuais compressivas. Estes valores de tensões residuais compressivas formados na superfície das amostras são mais elevados quando a nitretação é efetuada em baixas temperaturas.<sup>(8,9)</sup> Tensões residuais ocorrem quando existem restrições físicas a tendência de alteração volumétrica em partes específicas do material. Na nitretação ocorrem principalmente devido ao gradiente de composição da camada superficial em direção ao substrato (tensão composicional) e aos diferentes coeficientes de expansão térmica linear entre camada e substrato (tensão térmica). A tensão térmica na camada é induzida durante resfriamento da temperatura de nitretação até a temperatura ambiente. O gradiente de composição ocorre devido a presença de um perfil de concentração do nitrogênio, com aumento de sua fração volumétrica no deslocamento em direção à superfície. Uma vez imposta uma força coesiva entre a camada e o substrato através de uma acomodação elástica, uma tensão compressiva paralela a superfície ocorre com uma magnitude que aumenta com a distância da interface em direção a superfície que é compensada pelo núcleo não nitretado o qual resulta com tensões trativas.

#### 4 CONCLUSÕES

O tratamento de nitretação à baixa temperatura proporcionou aumentos consideráveis na resistência ao desgaste micro-abrasivo do aço ferramenta AISI D2, sendo mais relevante para o tempo de 360 minutos, que apresentou aumento de aproximadamente 15% em relação ao não nitretado (AISI D2 temperado e revenido). Com o uso de baixas temperaturas de tratamento foi possível obter valores elevados de resistência a abrasão e reduzir a probabilidade de precipitação de carbonetos e nitretos nos contornos de grão. Neste caso, a inexistência de fases contínuas de elevada dureza nas interfaces dos grãos reduziu a concentração de tensão e dificultou a atuação dos mecanismos de desgaste.

Em nenhuma das situações estudadas houve formação de camada de compostos (fases  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) e  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ )). As condições de processo utilizadas foram adequadas considerando-se que a eventual presença destas duas fases deixaria a camada superficial mais fragilizada, suscetível a trincas devido a fraca adesão entre as duas fases e a diferença entre os coeficientes de expansão térmica<sup>(14, 15)</sup>.

O aumento de dureza superficial, para todos os tempos de tratamento, foi proporcionado pela presença de nitrogênio em solução sólida e nitretos. Átomos de nitrogênio nos interstícios da rede cristalina do ferro- $\alpha$  e a formação de nitretos distorcem o reticulado, reduzindo o movimento de discordâncias e conseqüentemente dificultando a deformação plástica.

O maior endurecimento da superfície foi para o tempo de nitretação de 360 minutos, ou seja, houve um aumento na dureza superficial de 94,6% em relação ao não nitretado (AISI D2 temperado e revenido). Este aumento deve-se à maior quantidade e concentração de nitrogênio difundido na matriz martensítica que proporciona uma

maior distorção do reticulado cristalino e também devido à formação adicional de nitretos.

Os perfis de microdureza obtidos revelaram para as amostras tratadas pequena profundidade de endurecimento e finas camadas nitretadas. O alto teor de cromo e carbono na composição química do AISI D2, elementos com grande afinidade pelo nitrogênio dificultam sua difusão durante a nitretação. Os resultados confirmam a aplicabilidade da temperatura de nitretação usada, tendo em vista que o aço selecionado possuiu dureza suficiente no núcleo para prover sustentação à finas camadas nitretadas que se formam em menores temperaturas de tratamento.

## REFERÊNCIAS

- 1 Gomes, G.F., Ueda, M., Reutauer, H.(2003). "Alternated high and low pressure nitriding of austenitic stainless steel: Mechanisms and results". In: Journal of Applied Physics. Volume 94, no 8, paginas 5379-5383.
- 2 Jeong, B.Y., Kim, M. (2001). "Effects of the process parameters on the layer formation behavior of plasma nitrided steels", In: Surface and Coatings Technology 141, pg. 182- 186.
- 3 Wolfart, M.J. (1996). Nitretação Iônica para Trabalho a Frio- ABNT D6, Dissertação de Mestrado, PPGEM, UFRGS.
- 4 Osbaysal, K., Inal, O.T. (1986). "Structure and properties of ion-nitrided stainless steels", Journal of Materials Science, 21, pg 4318- 4326.
- 5 Leyland, D.B., Lewis, P.R., Stevenson, A. Mathews. (1993). "Low temperature plasma diffusion treatment of stainless steels for improved wear resistance." In: Surface and Coatings Technology, 62, pg 608- 617.
- 6 Chiaverini, V. (1977). Aços e ferros fundidos, 4<sup>ed.</sup>, São Paulo, ABM.
- 7 Cozza, R.C. (2006). Estudo do Comportamento do Coeficiente de Desgaste e dos Modos de Desgaste Abrasivo em Ensaios de Desgaste Micro-Abrasivo, Dissertação de Mestrado, USP.
- 8 Manfrinato, M.D (2006). Influência da Nitretação a Plasma no Comportamento em Fadiga dos Aços Inoxidáveis Austeníticos AISI 304 e 306, Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de São Carlos.
- 9 Tier, M.A.D. (1998). Avaliação da Resistência ao Desgaste do Aço AISI M2 Nitretado a Plasma, Tese de Doutorado, PPGEM, UFRGS.
- 10 G.H. Farrahi, G.H; Ghadbeigi, H. (2006). "An investigation into the effect of various surfacetreatments on fatigue life of a tool steel". In: Materials Processing Technology 174 pág. 318–324
- 11 Teichmann, L. (2002). Influência da Mistura Gasosa na Nitretação Iônica do Aço AISI 420, Dissertação de Mestrado, PPGEM: UFRGS.
- 12 Jacques, R.C. (2005). Nitretação de um Aço H13 a Baixas Pressões em um Equipamento IP35L/ TECVAC. Dissertação de Mestrado. PPGEM: UFRGS.
- 13 PESSIN, M.A. (1999). Caracterização de Camadas Nitretadas a Plasma com uso de uma Fonte de Potência Pulsada, Dissertação de Mestrado, PPGEM: UFRGS.
- 14 Novák, P., Vojtech, D., Serák, J. (2006). "Wear and corrosion resistance of plasma-nitrided PM tool steel alloyed with niobium". In: Surface and Coatings Technology 200, pg. 5229-5236.
- 15 Ferreira, G.E.F. (2001). Avaliação da Resistência à Fadiga Térmica do Aço H13 Nitretado pelos Processos Gasoso e por Plasma, Dissertação de Mestrado, UFSC.