



ESTUDO DE RECOBRIMENTO SUPERFICIAL A PLASMA PARA USO EM ALTAS TEMPERATURAS DE UM AÇO 4340 COM DIFERENTES MICROESTRUTURAS¹

Isabela Reis Carre²

Antônio Jorge Abdalla³

Miguel Justino Ribeiro Barboza⁴

Paulo Atsushi Suzuki⁴

Resumo

O presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência de dois tipos de tratamentos nas propriedades mecânicas de fluência em um aço 4340, de uso aeronáutico. Será analisada, inicialmente, a influência de tratamentos térmicos que modifiquem a microestrutura do material, para isto, foram preparados corpos-de-prova com três diferentes tipos de microestruturas (ferrítico-perlítica, bainítica e martensítica), através de tratamento de normalização, resfriamento isotérmico e têmpera e revenimento. Posteriormente, parte dos corpos-de-prova será submetida a tratamento de carbonitreção a plasma, para avaliar a influência deste tipo de tratamento de superfície nas propriedades de fluência. Para compreender melhor a microestrutura e as relações entre esta e as propriedades, foram realizadas análises microscópicas, ensaios de dureza e por difração de raios-X.

Palavras-chave: Aço 4340; Recobrimento a plasma; Microestrutura; Tratamentos térmicos.

STUDY OF SURFACE PLASMA COATING OF 4340 STEEL WITH DIFFERENT MICROSTRUCTURE FOR HIGH TEMPERATURE USE

Abstract

This paper has as main objective the formation of different microstructures by the specific heat treatments and applies the plasma thermochemical treatments to increase surface hardness. These two types of treatments will be evaluated in creep mechanical properties in steel 4340 for aeronautic uses. It will be evaluated, at first, the influence of heat treatments that changes the material microstructure. It was prepared specimen with three kinds of different microstructures (ferritic- perlitic, bainitic and martensitic), have been formed by the different heat treatments. After that, part of specimen will be submitted to plasma coating to evaluate the influence of this kind of surface treatment on creep properties. To better understand the microstructure and the relations between his properties, it was realized microscopic analyses, hardness tests and X-ray diffraction

Key words: 4340 steel; Plasma coating; Microstructure; Heat treatments.

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

² Aluna Graduação; Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo - EEL/USP, Lorena – SP – Brasil.

³ Prof. Dr.; Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo - EEL/USP, Lorena – SP – Brasil.

⁴ Prof. Dr.; Instituto de Estudos Avançados do Departamento de Ciências e Tecnologia Aeroespacial- IEAv/ CTA, São José dos Campos - SP – Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços estruturais são amplamente empregados na construção civil, em veículos de transporte, em equipamentos ferroviários, navais, aeronáuticos etc.^(1,2) Os principais requisitos para os aços destinados às aplicações estruturais são: alta tensão de escoamento, considerável tenacidade, boa soldabilidade, boa formabilidade e baixo custo.

Para atender a estas aplicações mais exigentes, um grande esforço tem sido feito no sentido de melhorar suas propriedades como, por ex., tenacidade, tração, fadiga, desgaste e corrosão.⁽³⁾ Isto, em muitos casos, requer uma combinação de tratamentos térmicos e de superfícies.

Uma melhoria na tenacidade, na resistência à tração e no aumento da vida em fadiga dos aços da série 4XXX, em especial dos aços 4140 e 4340, tem sido obtida através de tratamentos térmicos envolvendo transformação de fases. As primeiras pesquisas, utilizando o processo de transformação de fases resultaram nos chamados aços bifásicos⁽⁴⁾ e posteriormente nos aços multifásicos, ou de fases complexas.⁽⁵⁾ Estas estruturas são obtidas através de tratamentos térmicos intercíticos, isotérmicos ou processamentos termomecânicos e têm sido muito utilizada na indústria.⁽⁶⁾

O aço AISI/SAE 4340 combina profundo endurecimento, mantendo uma ductilidade aceitável, elevada resistência e razoável tenacidade, além de apresentar boa soldabilidade. Possui alta resistência à fadiga, e é frequentemente empregado onde existem severas condições de serviço, sujeitas a cargas altas e periódicas. Este aço ultra-resistente pode atingir valores de resistência na ordem de 1.900 MPa quando devidamente temperado e revenido a 200°C-230 ° C.

Os aços multifásicos possuem microestruturas com diferentes morfologias e frações volumétricas das fases. Estas estruturas influenciam significativamente as propriedades mecânicas. Desta forma, com um mesmo aço, pode-se alterar a rota de tratamento térmico e obter diferentes propriedades, conforme a exigência do projeto.⁽⁷⁾ Por exemplo, para melhorar a tenacidade dos aços, a substituição total ou parcial da fase martensita, por bainita ou uma estrutura multifásica, pode ser utilizada. Assim, podem-se manter níveis de resistência elevados, sem haja uma perda acentuada da ductilidade.⁽⁸⁾ Alguns trabalhos mostram que, além da influência das fases duras (martensita e bainita) e dúctil (ferrita) sobre a tenacidade, a austenita retida também tem um papel importante.⁽⁹⁾ Devido ao efeito TRIP (Transformation Induced Plasticity), a fase austenítica se transforma em martensita durante a deformação plástica, contribuindo tanto para o aumento da ductilidade como da resistência à tração. Tratamentos isotérmicos na região de formação de bainita podem induzir a formação de austenita retida na microestrutura do aço.⁽¹⁰⁾

Dessa forma, baseado no conceito de baixas temperaturas de transformação na obtenção da estrutura bainítica, somado a atraente característica da microestrutura martensítica em fornecer alta resistência ao material, a obtenção de um tipo de aço que associe ambas as microestruturas representa uma alternativa importante, tendo em vista que estas estruturas podem aumentar a resistência do material, mantendo bom nível de tenacidade.

A melhoria das propriedades superficiais, como desgaste, fadiga, corrosão, fricção e também a capacidade para suportar cargas de contato dinâmicas, tem sido obtidas através de tratamentos termoquímicos como a nitretação, nitrocarbonetação e carbonetação.^(11,12)

A carbonitreção a plasma utiliza a tecnologia da descarga incandescente para substituir os tratamentos tradicionais (Cromo duro – perda na fadiga; carboneto de W e Cd – alto custo e problemas ambientais), para introduzir carbono e nitrogênio na superfície do aço, conferindo uma camada dura e resistente ao desgaste. Esta é uma técnica que tem tido aplicações importantes em peças para veículos e equipamentos mecânicos em geral.

Em relação ao comportamento dos metais em alta temperatura, de uma forma geral, está intimamente relacionado com a presença de imperfeições cristalinas, devido à maior mobilidade atômica, e conseqüentemente aos processos que envolvem o fenômeno da difusão. Temperaturas elevadas aumentam a capacidade de movimentação de discordâncias e podem ativar outros mecanismos responsáveis pelo processo de deformação, como a possibilidade de operação de novos sistemas de deslizamento e a deformação localizada ao longo dos contornos granulares. As condições ambientais, a exemplo dos meios agressivos, exercem uma forte influência na grande maioria dos metais e ligas, principalmente quando conjugadas com os processos que envolvem instabilidades metalúrgicas, conduzindo um componente estrutural a uma possível falha de forma prematura. Muitos destes fenômenos iniciam-se na superfície e a formação de filmes protetores, como o formado na nitreção ou nitrocarbonetação, contribuem para melhorar o desempenho do material em fluência.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste trabalho foram recebidas da Villares (atual Gerdau) o aço AISI/SAE 4340 na forma de chapas laminadas com 3 mm de espessura e barras com 2,54 mm de diâmetro. A composição química foi analisada no laboratório de química da Divisão de Materiais (AMR) do IAE/DCTA.

2.1 Tratamentos Térmicos e Termoquímicos

As chapas laminadas foram cortadas em amostras de 10 x 15 cm e submetido aos tratamentos térmicos de Normalização, Têmpera e revenimento e Isotérmico. Posteriormente estas foram submetidas ao tratamento de nitrocarbonetação a plasma. Estas amostras foram utilizadas para uma análise preliminar da microestrutura e da camada formada pelo tratamento a plasma aplicado. Detalhes do tratamento térmico são mostrados na Tabela 1.

As barras foram utilizadas para confeccionar os corpos-de-prova (CDP) de fluência, nestes foram aplicados os tratamentos térmicos e termoquímicos a plasma propostos.

Para o tratamento a plasma, as amostras e os CDPs foram limpos e desengraxados. Para o processo foi utilizado o reator da empresa Metal Plasma, que utiliza uma descarga dc-pulsada. As amostras foram nitretadas a 500°C por 3h em uma atmosfera contendo, 75% N₂ – 23,5% H₂ – 1,5% CH₄ com o objetivo de formar uma camada fina de nitretos e carbonetos na superfície da chapa.

**Tabela 1.** Relação entre condições de tratamento térmico e estrutura obtida

<i>Tratamento Térmico</i>	<i>Descrição</i>	<i>Estruturas esperadas</i>
Normalização	Recozimento a 900°C durante 1h e resfriamento no ar.	Ferrítica, perlítica
Têmpera e Revenimento	Aquecimento a 900°C por 30min, seguido de tempera em óleo e revenimento a 400°C por 2h.	Martensítica revenida
Isotérmico	Aquecimento a 900°C por 30min, seguido de tratamento isotérmico em banho de sal a 320°C por 15min e resfriamento em água gelada.	Bainítica

2.2 Caracterizações Microestrutural

2.2.1 Difração de raios-X

A camada superficial foi examinada por meio da difração de raios-X (XRD), usando-se a radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$). Esta análise foi realizada no laboratório do DEMAR/USP/Lorena.

2.2.2 Microscopia óptica

Amostras de cada tipo de aço foram retiradas, as quais foram seccionadas, embutidas e posteriormente lixadas e polidas. Após este processo, as amostras foram atacadas quimicamente em solução de nital 3%. Na EEL/USP, as amostras foram preparadas, atacadas e observadas ao microscópio óptico (MO), com aumento de 200X, 500X e 1.000X. Para melhor observação das camadas formadas, foram realizadas análises microscópicas com um microscópio confocal a laser, no IEAv-DCTA.

2.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foram preparadas amostras dos três tipos de tratamentos térmicos, com a aplicação do tratamento de nitrocarbonetação a plasma, para serem analisados em um microscópio eletrônico de varredura (MEV). Este procedimento foi realizado na EEL/USP.

2.2.4 Medidas de microdureza

Foram efetuadas as medidas de microdureza com cargas de 50 gf. , na camada superficial endurecida a plasma e na região de difusão atômica, próxima a camada, obtendo-se os perfis de microdureza após a nitrocarbonetação, para as três condições de tratamentos térmicos. Esta análise foi realizada no laboratório de tratamento e análise de superfícies do IEAv/CTA.

3 RESULTADOS

3.1 Composição Química

A composição química foi analisada no laboratório de química da Divisão de Materiais (AMR) do IAE/DCTA. e apresentou os seguintes percentuais em peso: 0,39% de C, 0,001% de S, 0,017% de P, 0,26% de Si, 0,64% de Mn, 0,80% de Cr, 1,82% de Ni, 0,22% de Mo e Fe em balanço.

3.2 Difração de raios-X

Os picos do diagrama de difração de raios-X do aço AISI 4340 obtidos, assim como os diagramas de XRD das amostras nitrocarbonetadas nas três condições de tratamentos térmicos são apresentados na Figura 1. As análises mostram que, ao aplicar o tratamento a plasma os principais componente da camada de compostos são os nitretos de ferro $Fe_{2-3}N$ e Fe_4N .

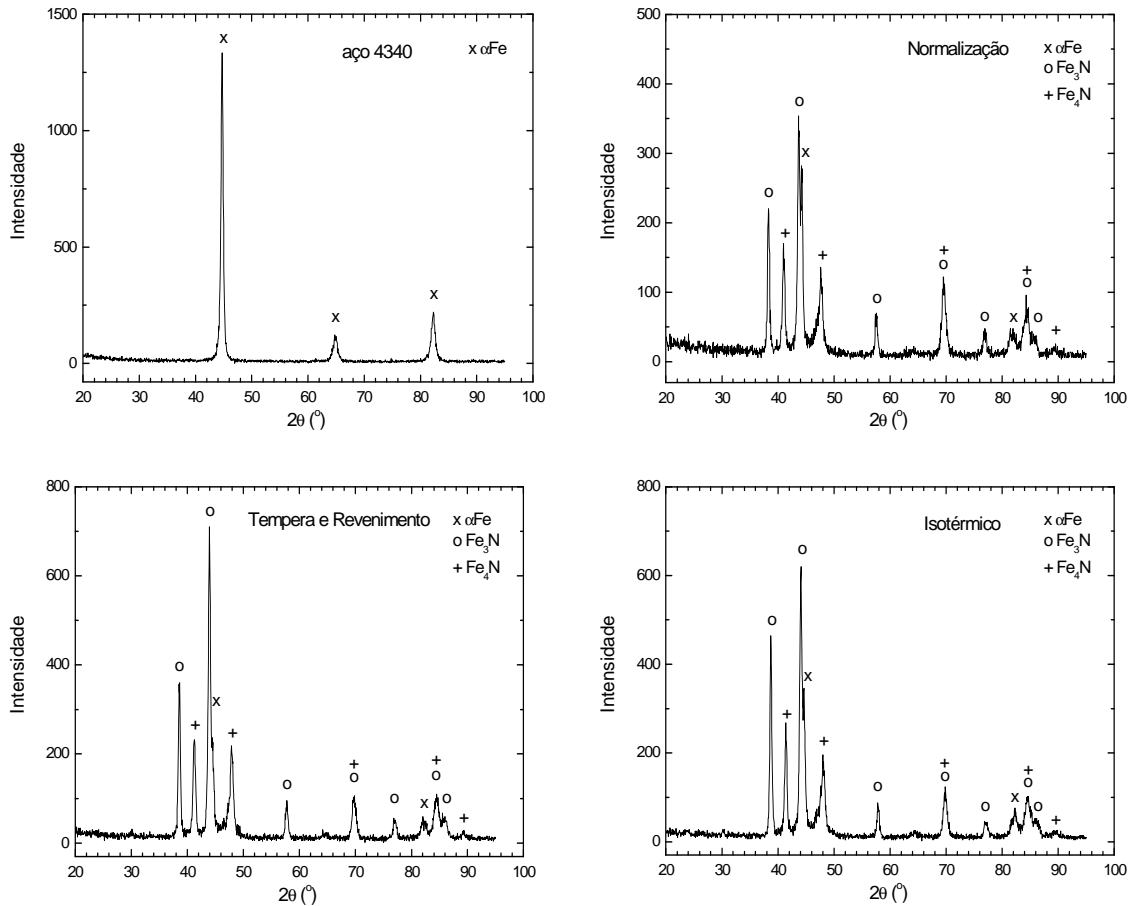


Figura 1. Difratoformas XRD do aço 4340 nitrocarbonetado nas três condições de tratamentos térmicos.

3.3 Microscopia Óptica

A microscopia óptica envolve técnicas convencionais de preparação de amostras tais como seccionamento, embutimento, lixamento e polimento.⁽¹³⁾ A Figura 2 mostra as micrografias do aço 4340 com ataque químico de nital 3%, com aumento de 200X, para os três tipos de tratamentos térmicos estudados. Observa-se o aspecto geral dos aços, porém, para revelar detalhes microestruturais necessita-se de aumentos maiores.

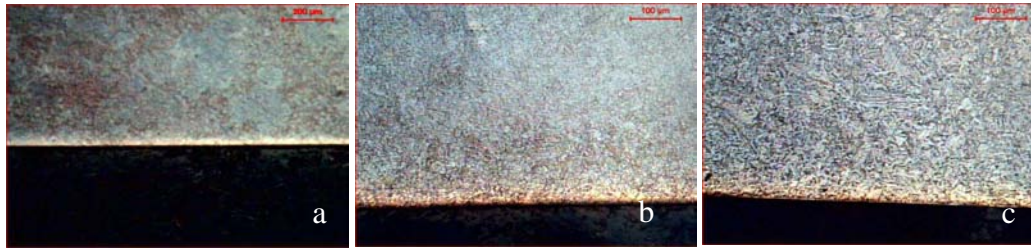


Figura 2. Fotomicrografias (MO), aumento de 200X (ataque nital 3%). Amostra com tratamentos térmicos: a)Temperado e revenido, b)Isotérmico e c)Recozido.

Na Figura 3 foi utilizado um aumento de 500X e 1.000X e na próxima etapa do trabalho serão aplicados outros reagentes para delimitar com clareza a fase austenítica e bainítica. Com este aumento observa-se a camada nitrocarbonetada, faixa branca lateral e diferença de cores, mostrando as diferentes fases presentes.

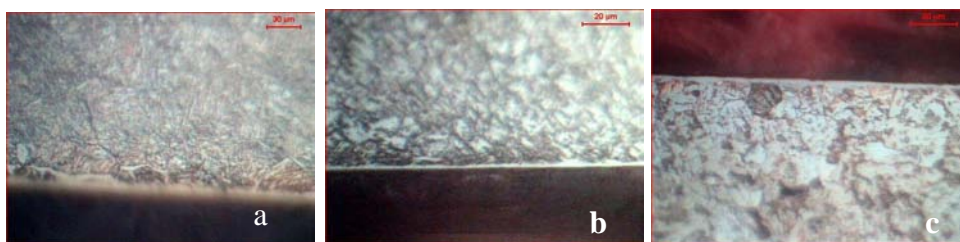


Figura 3. Fotomicrografias (MO) (ataque nital 3%) Amostra com tratamentos térmicos: a)Temperado e revenido (500X), b)Isotérmico (1.000X) e c)Recozido (1.000X).

3.4 Análise com Microscópio Confocal a Laser

Na Figura 4 é mostrada o aço que foi tratado através do tratamento térmico de Têmpera e Revenimento, com aumento de 600X e 4.800X.

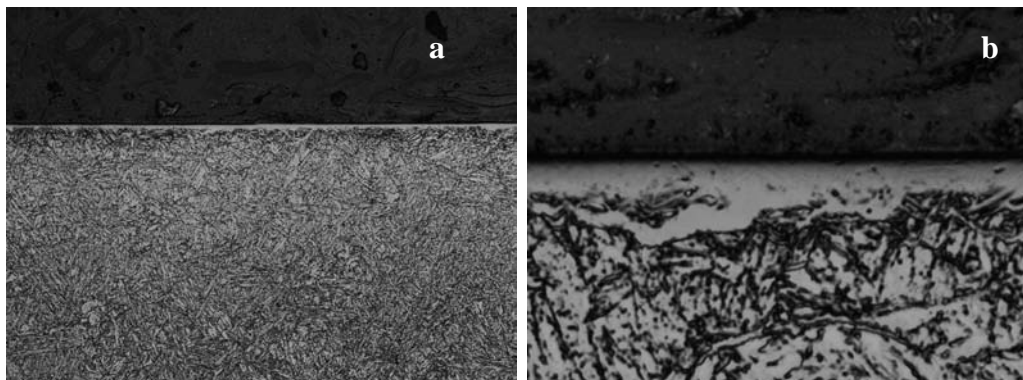


Figura 4. Amostra Temperada e Revenida com aumento de 600X e 4.800X (confocal).

Na Figura 5 é mostrada uma região da amostra que recebeu o tratamento térmico isotérmico com aumento de 600X e 1.200X.

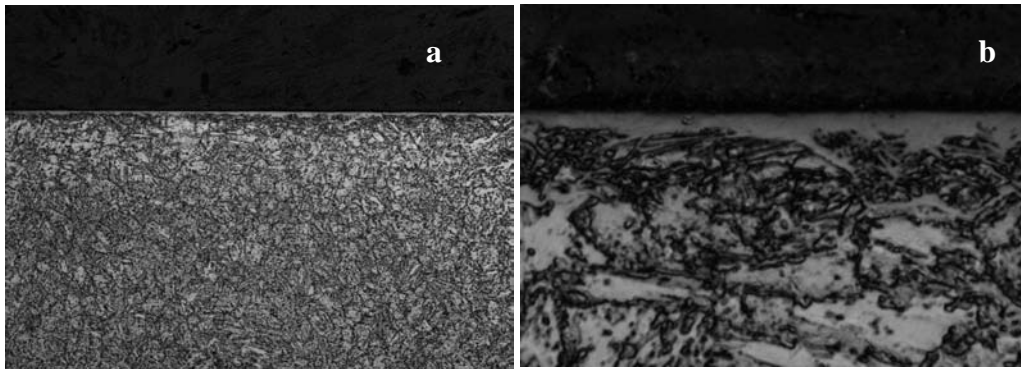


Figura 5. Amostra bainítica com aumento do 600X e 1.200X (confocal).

Na Figura 6 é mostrada uma região da amostra que obteve o tratamento térmico de Recozimento (microestrutura predominantemente ferrítica/perlítica) com aumento de 3.600X e 7.200X.

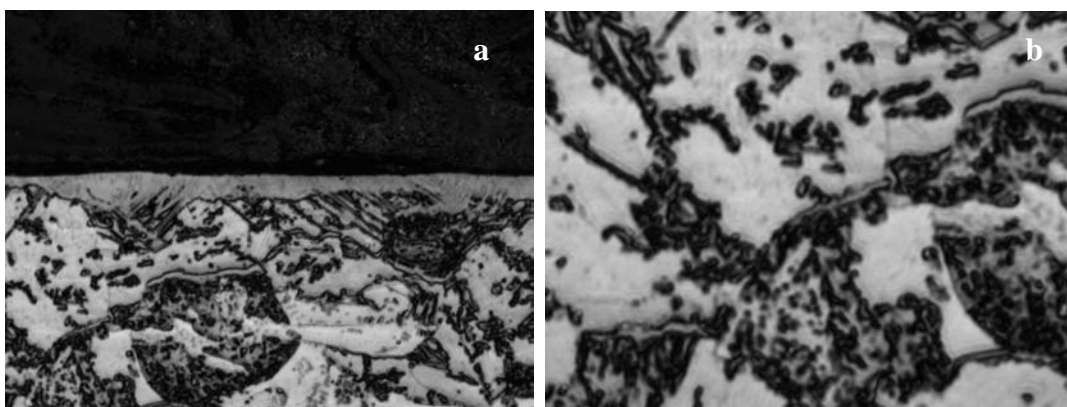


Figura 6. Amostra do aço recozido a) camada e microestrutura (3600 X) e b) detalhe da microestrutura ferrita (branca) e perlita (escura) (7.200X) (confocal).

3.5 Microscopia Eletrônica De Varredura (MEV)

As Figuras 7 a e b mostram imagens obtidas por microscópio eletrônico de varredura (MEV) em duas condições de tratamento térmico do aço: a) temperado e revenido e, b) recozido.

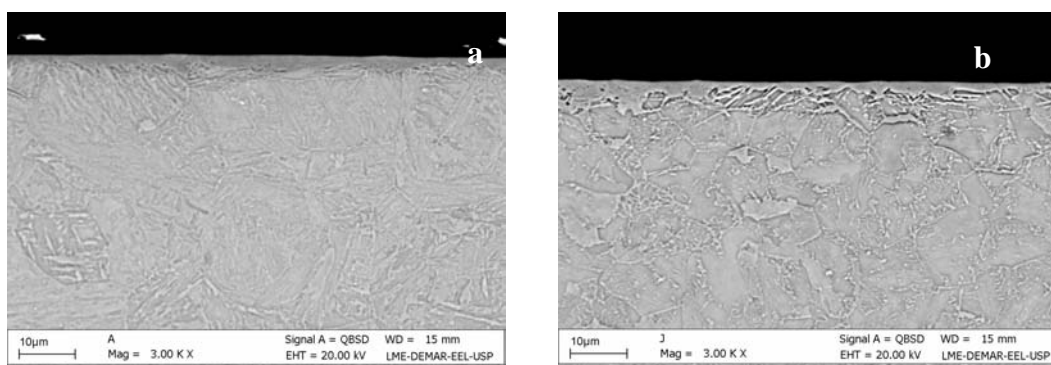


Figura 7. Fotomicrografias obtida através de MEV comparando as estruturas do aço Temperado e Revenido (a) e do aço Recozido (b) com aumento de 3000X.



3.6 Perfil de Microdureza

Os perfis de microdureza obtidos após a nitrocarbonetação, nas três condições de tratamentos térmicos são mostrados na Figura 8.

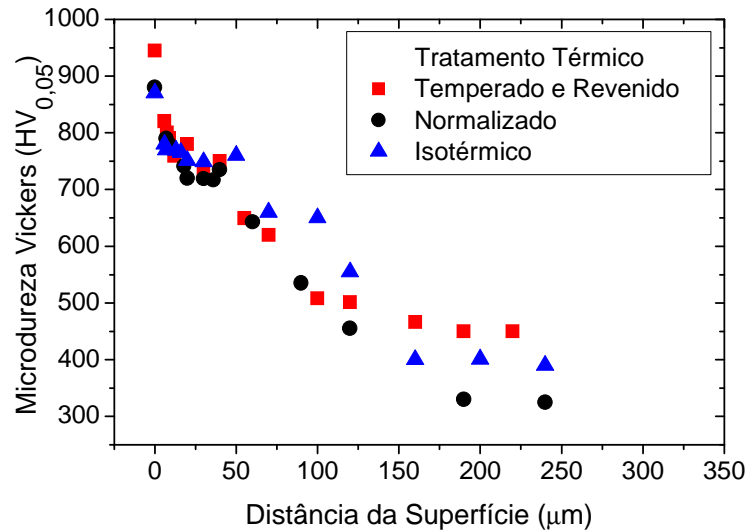


Figura 8. Perfis de microdureza do aço 4340 nitrocarbonetado a plasma para as três condições de tratamentos térmicos estudadas.

Tabela 2 - Variação de dureza do substrato após o tratamento a plasma

Dureza do substrato (HV _{0,05})			
Tratamento a plasma	Tratamento térmico		
	Normalização	Tempera E revenimento	Isotérmico
Sem tratamento	341	505	498
Nitrocarbonetação	330	450	400

4 DISCUSSÃO

4.1 Difração De Raios-X

Os picos do diagrama de difração de raios-X do aço AISI 4340 foram identificados como sendo provenientes da estrutura α -Fe, como pode ser visto na Figura 1. Os diagramas de XRD das superfícies nitrocarbonetadas nas três condições de tratamentos térmicos mostraram a ocorrência das fases ϵ - [Fe₂₋₃N], γ' - [Fe₄N] e α -Fe. Na condição temperada e revenida a proporção entre as fases ϵ , γ' e α -Fe foi de 59%, 29% e 12%, respectivamente. Portanto, o processo de a 500°C durante 3h resultou em uma camada de compostos com predominância da fase ϵ . Resultados semelhantes foram obtidos com a nitretação deste mesmo aço em condições similares, porém com uma incidência menor da fase ϵ .

4.2 Microscopia Óptica

Foi necessária a utilização de um ataque químico para revelar a estrutura do material. A solução mais usada, preparada à base de ácido nítrico, é o nital, em uma proporção de 2% de ácido nítrico e 98% de álcool etílico. Considerado um dos mais

antigos reagentes aplicados em aços, revela os contornos de grãos da ferrita. Porém, conforme a composição do material ou constituição microestrutural, este reagente responde de maneira distinta em cada grão atacado, dependendo das diferentes orientações cristalográficas da estrutura. Isto implica que nem sempre todos os contornos de grãos de ferrita são delineados, podendo levar a erros em medições e contagens.^(13,14)

Estes aços apresentam uma microestrutura bastante refinada e complexa, necessitando de aumentos maiores e outros tipos de ataques químicos para permitir uma análise mais detalhada da microestrutura.

Segundo Pereira,⁽¹⁵⁾ o ataque com nital apresenta alguma limitação na identificação de determinadas fases em aços multifásicos, pois este ataque químico impossibilitou a diferenciação entre ferrita e austenita retida, assim como entre martensita e bainita.

4.3 Microscopia Confocal a Laser

Este tipo de técnica de microscopia permite uma melhor visualização em regiões onde haja algum desnível na amostra. Devido a diferença de dureza entre a camada de compostos e a região próxima, há um desnível durante o processo de preparação da amostra. Nesta técnica, são sobrepostas várias imagens com focos em profundidades diferentes, consegue-se um bom resultado da imagem da microestrutura das amostras que foram submetidas a diferentes tratamentos térmicos, apesar da topografia.

Os principais detalhes a serem observados nas Figuras 4 a 6 são: a camada com a formação de nitretos na superfície da amostra (branca). Próximo à camada há uma região mais escura, indicando a difusão atômica e a formação de carbonetos e nitretos. Já para aumentos maiores observa-se em detalhe a camada nitretada. Próximo à camada há uma região mais escura, indicando a difusão atômica e a formação de carbonetos e nitretos.

As regiões brancas no interior da microestrutura que obteve o tratamento Isotérmico (microestrutura predominantemente bainítica), observada na figura 5, mostram diferentes fases, onde as regiões escuras indicam bainita e carbonetos.

Já na Figura 6, que obteve tratamento de Recozimento (microestrutura predominantemente ferrítica/perlítica) para grandes aumentos (7.200 X), vê-se claramente duas fases distintas: branca (ferrita com carbonetos) e escura (perlita); além de regiões brancas no interior da microestrutura, mostrando diferentes fases.

4.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Nas Figuras 7 a e b observam-se detalhes dos grãos, das fases presentes e da camada superficial formada.

4.5 Perfil de Microdureza

O maior valor de microdureza foi medido na superfície do aço na condição temperado e revenido, 945HV_{0,05}. Uma dureza um pouco inferior, em torno de 875 HV_{0,05}, foi observada nas outras condições de tratamentos térmicos. A camada difusa se estende até uma profundidade de 130 μm. A variação de dureza observada entre 25 μm a 50 μm de profundidade é um indício de que houve uma migração de carbono nesta região, induzida pelo tratamento a plasma.

Há uma redução da dureza do substrato (microdureza medida para profundidades além de 120 μm) após o tratamento a plasma. Isto ocorre porque durante o processo de nitrocarbonetação a 500°C o aço é submetido a outro ciclo de revenimento. A maior redução de dureza, cerca de 100 HV, ocorreu para o tratamento isotérmico com estrutura bainítica, como pode ser visto na Tabela 2. Lee et al.⁽¹⁶⁾ obteve um resultado semelhante, porém, na condição de têmpera e revenimento, a queda de dureza observada foi ainda maior, atingindo 407 HV.

5 CONCLUSÃO

Estes aços apresentam uma microestrutura bastante refinada e complexa, necessitando de aumentos maiores e outros tipos de ataques químicos para permitir uma análise mais detalhada da microestrutura.

A camada difusa, induzida pelo tratamento a plasma, se estende até uma profundidade de 130 μm . A variação de dureza observada entre 25 μm a 50 μm de profundidade é um indício de que houve uma migração de carbono nesta região. Há uma redução da dureza do substrato (microdureza medida para profundidades além de 120 μm) após o tratamento a plasma. Isto ocorre porque durante o processo de nitrocarbonetação a 500°C o aço é submetido a outro ciclo de revenimento.

6 PRÓXIMAS ATIVIDADES

Os tratamentos a plasma testados nas amostras serão aplicados em corpos-de-prova de fluência, para isto, foram confeccionados corpos-de-prova e tratados termicamente. Além dos testes de fluências, serão realizadas análises fractográficas.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPESP, ao CNPq e ao IEAv pela bolsa de iniciação científica e suporte financeiro; ao DEMAR/EEL/USP e ao IAE/CTA pelo apoio nas atividades experimentais para a realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 ABDALLA, A. J.; HASHIMOTO, T. M.; MOURA NETO, C.; PEREIRA, M. S.; SOUZA, N. S.; MENDES, F. A. Alterações nas propriedades mecânicas em aços 4340 e 300M através de tratamentos térmicos isotérmicos e intercríticos. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 59, São Paulo, 2004. Anais do 59º Congresso Anual da ABM, São Paulo: ABM, 2004, 8p. (em CD-ROM).
- 2 CHIAVERINI, V. Aços Estruturais. In: _____. Aços e Ferros Fundidos. São Paulo: ABM, 1990. p. 203-218.
- 3 BSHAN, B., GUPTA, B.K., Handbook of Tribology – Materials, Coatings and Surface Treatments, McGraw-Hill, New York, 1991
- 4 HAYAMI, J., FURUKAWA, T., Microalloying, Vanitech, 1975, p.78-87.
- 5 SOUZA, G.A., ELISEI, C.C.A., ABDALLA, A.J., HASHIMOTO, T.M., PEREIRA, Anais do 63º Congresso Anual da ABM, CDROM, pg.2791-2799, 2008.
- 6 ANDRADE, S.L.; BATISTA, J.F.; TAISS, J.M.; ROSA, L.K.; In: 57th Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo, 2002.
- 7 SAKUMA, Y., MATSUMURA, O., TAKECHI, H., Metallurgical Transaction, v.22A, 1991.
- 8 ABDALLA, A.J., HASHIMOTO, T.M., MOURA NETO, C., MONTEIRO, W.A, Proceedings of 8º Int. Fatigue Congress, v.4, 2002, p.2263-2270.

- 9 MATSUMURA, O.; SSKUMA, Y; TAKECHI, H.; Transactions ISIJ, v. 27, n. 7, p. 570 – 579, 1987.
- 10 SAKUMA, Y.; MATLOCK, D. K.; RAUSS, G. K., Metallurgical Transactions, v.23 A, p. 1221-1232 ,1992.
- 11 SIRIN, S.Y., SIRIN, K., KALUC, E., Materials Characterization 59, p. 351 - 358, 2008.
- 12 PODGORNIK, B., VIZINTIN, J., Material Science and Engineering A315, p. 28 – 34, 2001.
- 13 BRAMFITT, B. L.; LAWRENCE, S. J. Metallography and Microstructures of Carbon and Low-Alloy Steels. In: ASM Handbook. Metallography and Microstructures. Metals Park, Ohio: ASM, 2004. V.9, p.608-627.
- 14 VOORT, VANDER. Microstructure. In: Metallography Principles and Practice. New York: McGraw-Hill.1984. p.165-266.
- 15 PEREIRA, M. S. Caracterização Microestrutural e Mecânica de um Aço Multifásico, em Consonância com o Projeto ULSAB - AVC. 2004. 98f. Tese (Livre Docência em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2004.
- 16 LEE, W.S., S. U., T.T., Journal of Materials Processing Technology, v. 87, pg.198–206, 1999.