

# INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO A PLASMA NA DUREZA DO FERRO FUNDIDO NODULAR AUSTEMPERADO

## **Mario Vitor Leite**

Tecnólogo Mecânico, aluno de mestrado do Programa de Pós-Graduação Engenharia Mecânica e de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica do Paraná (Cefet-PR – Unidade de Curitiba).

E-mail: vitor\_mario@yahoo.com.br

## **Euclides Alexandre Bernadelli**

Aluno de Tecnologia em Mecânica do Centro Federal de Educação Tecnológica do Paraná. E-mail:

euclides\_ab@yahoo.com.br

## **Paulo César Borges**

Dr. em Engenharia, Professor do Cefet-PR – Unidade de Curitiba. E-mail: pborges@cefetpr.br

## **Giuseppe Pintaúde**

Dr. em Engenharia, Professor do Cefet-PR – Unidade de Curitiba. E-mail: pintaude@cefetpr.br

***Resumo.** O ferro fundido nodular austemperado (FFNA) se apresenta como uma opção aos aços cementados em componentes como engrenagens. Uma das opções para melhorar a resistência à fadiga de contato de diversos materiais são os tratamentos termoquímicos. Estes tratamentos atuam no sentido de criar uma camada com alta dureza e grande resistência ao desgaste na superfície de contato. Dentre os processos termoquímicos citados na literatura a nitretação se apresenta como uma excelente opção. Neste trabalho avaliou-se o efeito da nitretação a plasma do (FFNA) em diferentes condições de tempo e temperatura, utilizando-se caracterização microestrutural e diferentes formas de medidas de dureza (Brinell, dureza Vickers da matriz bainítica e da camada de difusão e dureza Martens da camada de compostos). Os resultados mostraram que o tempo de nitretação, entre 2 e 4 h, afetou pouco as propriedades estudadas do FFNA. Por outro lado, a dureza da matriz foi bastante sensível a mudanças de temperatura nas faixas entre 350 e 450°C, o que pode modificar o desempenho final do componente quanto ao desgaste por fadiga de contato.*

***Palavras-chave:** nitretação a plasma, fadiga de contato, ferro fundido nodular austemperado.*

## **1. INTRODUÇÃO**

Os ferros fundidos nodulares austemperados têm sido regularmente utilizados desde meados dos anos 70 por grandes indústrias do setor automotivo, General Motors, BMW, Renault, FIAT, entre outras [Magalhães e Seabra<sup>(1)</sup>]. O uso do FFNA em componentes mecânicos, neste setor, tem oferecido algumas vantagens quando comparado aos aços, tais como: baixa densidade e redução do nível de ruídos. Outra vantagem é combinar baixo custo com níveis de deformação comparáveis a de algumas classes de aço de alta resistência. No caso dos FFNA há ainda uma combinação entre tenacidade e dureza, relacionada com uma microestrutura de matriz ausferrítica com nódulos de grafita uniformemente distribuídos [Carreño et al.<sup>(2)</sup>].

O nome ausferrita, dado a microestrutura dos FFNA, (fina estrutura bainítica composta de ferrita lamelar e austenita), foi proposto por Kovacs (1990) apud Lin et al.<sup>(3)</sup> com o propósito de distinguir esta da estrutura bainítica presente nos aços.

Nos últimos anos, os ferros fundidos nodulares austemperados têm substituído aços cementados para a fabricação de engrenagens. Usualmente, engrenagens de transmissão estão sujeitas a elevados carregamentos cíclicos e ao desgaste por fadiga de contato, principal causa de sérios danos superficiais, tais como *pitting* e *spalling*. Estes danos são o resultado da formação de trincas na superfície ou na subsuperfície, que são propagadas pelos repetidos ciclos de carregamento [Glodez (1999); Aldfredsson (2000) apud Medeiros et al.<sup>(4)</sup>].

Tratamentos termoquímicos podem ser empregados para melhorar a resistência ao desgaste do FFNA. Conforme Vatajuk (1997) apud Medeiros et al.<sup>(4)</sup>, o processo de nitretação tem fornecido uma boa combinação entre a tenacidade da matriz ausferrítica com uma alta resistência ao desgaste da camada de compostos conferida por este tratamento.

Nas temperaturas de nitretação, pode ocorrer queda na dureza da matriz, uma vez que este tratamento de superfície é realizado posteriormente a austêmpera [Giampietri et al.<sup>(5)</sup>]. Nesse sentido, a adição de elementos de liga, que favoreçam a precipitação concomitante ao tratamento de nitretação, tais como cobre e molibdênio, pode evitar a queda de dureza da matriz, como apresentado por Ordoñez e Sinatorra<sup>(6)</sup>.

Utilizando o processo de nitretação a plasma, buscou-se neste trabalho determinar parâmetros (tempo e temperatura) onde possa ser obtida uma camada de compostos com a menor modificação das propriedades mecânicas do FFNA.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras utilizadas neste trabalho foram obtidas de uma barra de ferro fundido nodular produzida por fundição contínua. Esta barra foi austenitizada a 910 °C por 1,5 hora e em seguida foi austemperada, em banho de sais, a 290 °C por duas horas e então resfriada ao ar. A composição química está apresentada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química (% em massa).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mo	Mg
3,71	2,54	0,18	0,065	0,01	0,031	0,72	0,186	0,038

As amostras a serem nitretadas tiveram suas dimensões e método de obtenção apresentados na Figura 1.

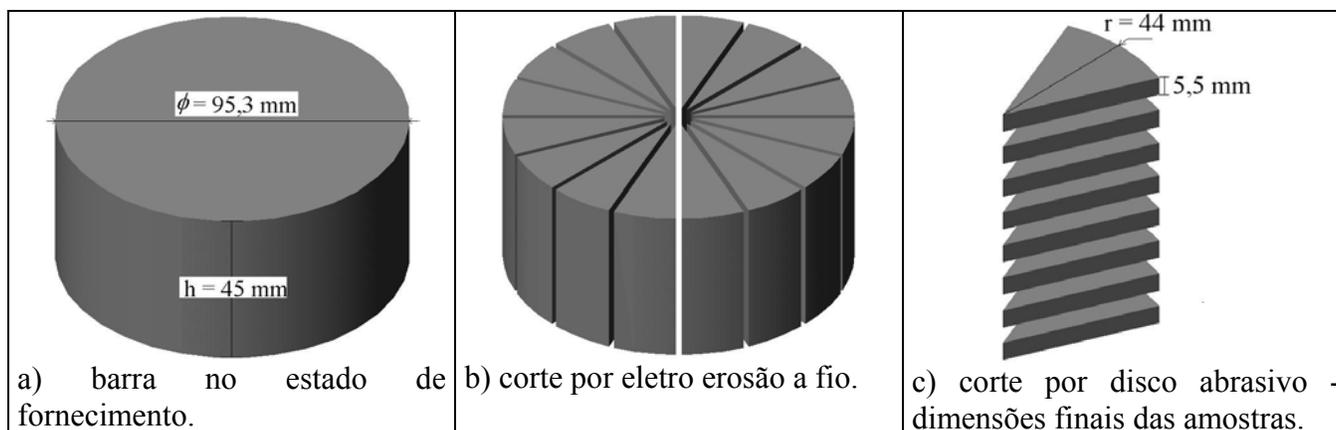


Figura 1. Etapas para obtenção das amostras a serem nitretadas.

A Figura 2 mostra a diferença no tamanho dos nódulos na região próxima a borda. Esta diferença pode ser atribuída à maior taxa de resfriamento que ocorre da extremidade para o núcleo da barra. Esta região, de aproximadamente 6 mm, foi desconsiderada para as análises realizadas neste trabalho.

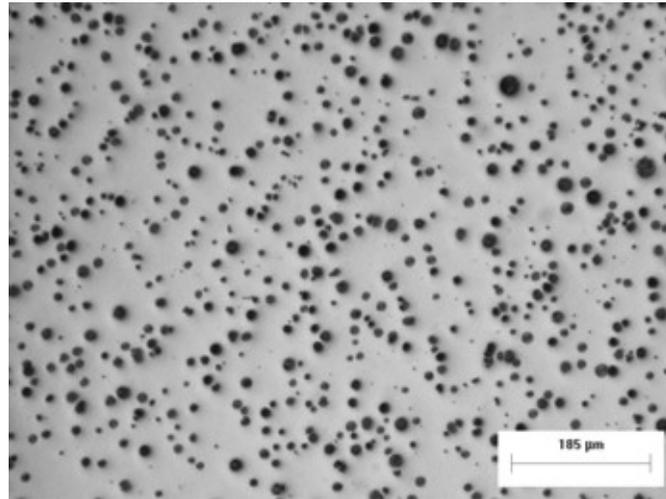


Figura 2. Imagem obtida por microscopia óptica (MO) da região do FFNA de tamanho de nódulo menor, próxima à borda de resfriamento, desprezada para análises.

Após o corte da barra, as amostras foram submetidas a uma preparação metalográfica convencional anteriormente aos tratamentos de nitretação, até um acabamento equivalente ao da lixa de grana #1200. O tratamento de nitretação foi realizado em um reator de plasma, que opera em condições laboratoriais e utiliza uma fonte de corrente pulsada, com um controlador PWM [ing. Pulse Width Modulation]. O procedimento para a nitretação está ilustrado na Figura 3.

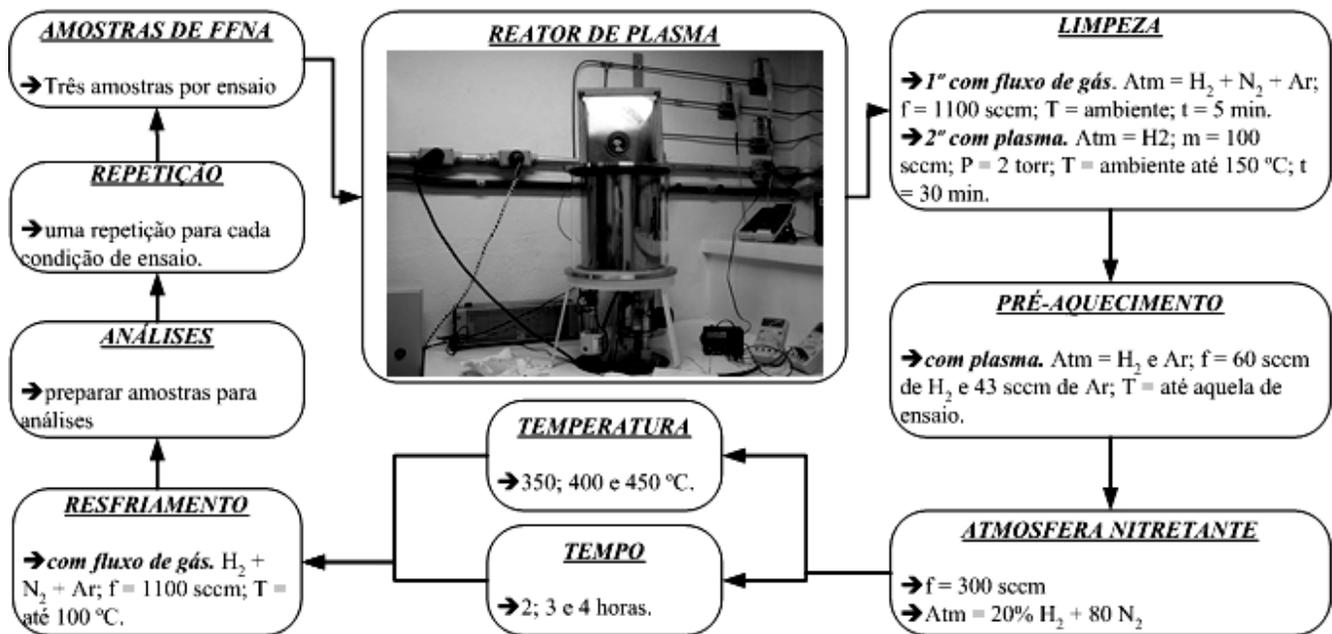


Figura 3. Fluxograma com as etapas para nitretação a plasma.

As amostras foram identificadas com letras (A, B, C, D e E) para cada uma das condições estudadas, (Figura 4).

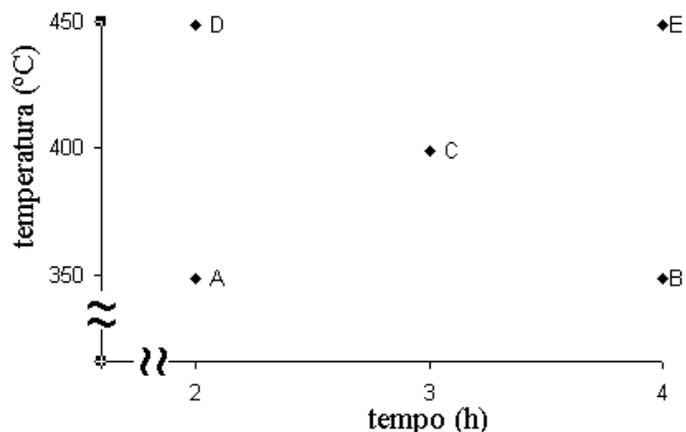


Figura 4. Identificação dos pontos estudados.

Realizada a nitretação, as amostras foram cortadas (LABOTOM – disco 31 TRE), embutidas e preparadas seguindo práticas metalográficas convencionais (polimento até pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$ ) para posteriores caracterizações.

Foram observadas as seções transversais e longitudinais ao raio das amostras. A microestrutura das amostras foi revelada utilizando-se microscopia óptica (MO), (CARL ZEISS, NEOPHOT 32), com auxílio de um aplicativo analisador de imagens, (IMAGE PRO-PLUS) e por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Medidas de dureza na escala Brinell (HBW 2,5/187,5), média de cinco pontos, para caracterizar a dureza no núcleo da macroestrutura e na escala Vickers (HV 0,05), média de trinta pontos, para a dureza no núcleo da microestrutura.

A dureza da camada de difusão foi analisada na escala Vickers HV 0,05 em pontos distantes da superfície de 15, 25, 50, 100, 200 e 500  $\mu\text{m}$ . Em cada posição obteve-se um valor médio correspondente a cinco medidas. Através de métodos estatísticos, teste “F” e teste “T”, com nível de significância de 95 %, foram comparados os valores de dureza em cada ponto até que um desses fosse igual ao valor médio no núcleo da matriz. A quantificação da camada de compostos foi realizada utilizando-se MEV, sendo que os valores apresentados correspondem a uma média de cinco medidas.

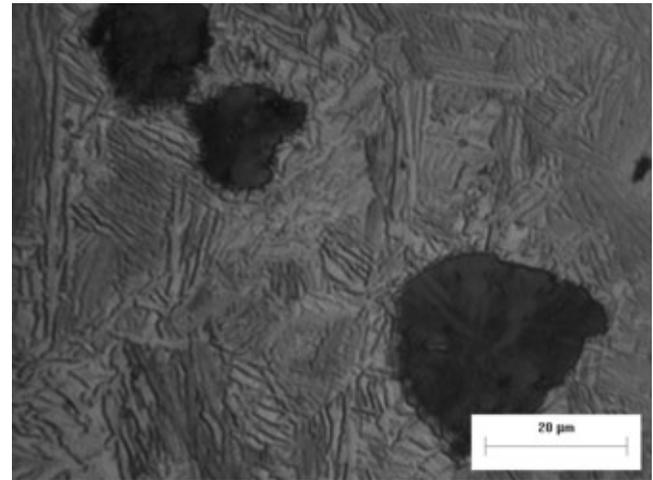
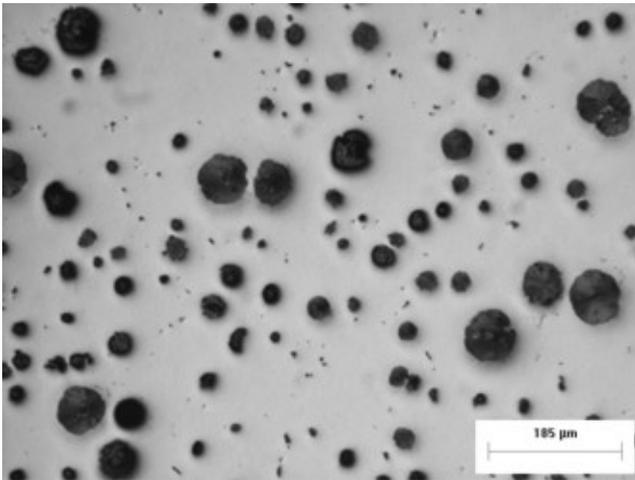
Foram realizadas indentações de topo num equipamento instrumentado, FISCHER HV100, de penetrador Vickers, utilizando-se uma carga de 10 mN. Esta carga de ensaio possibilitou que a profundidade de penetração não ultrapassasse 10 % do valor determinado para a espessura da camada de compostos. Usualmente com esta relação assume-se que as propriedades do substrato não interferem na medida de dureza da camada superficial [Bhattacharya e Nix<sup>(7)</sup>].

Os valores de dureza obtidos neste tipo de ensaio serão apresentados na escala Martens [ISO 14577-1<sup>(8)</sup>] e as médias correspondem a uma série de 30 medidas.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1. Caracterização do FFNA sem Tratamento

A Figura 5 apresenta a estrutura típica do FFNA e algumas de suas principais características analisadas.



a) macroestrutura por MO.

→ % de nódulos = 13,6

→ dureza Brinell HB 2,5/187,5 = 362 ± 12

b) microestrutrua; ataque com Nital 3% por MO.

→ bainita inferior

→ dureza Vickers HV 0,05 = 508 ± 28

Figura 5. Características analisadas do FFNA conforme recebido.

### 3.2. Evolução na Dureza da Matriz

Verificou-se que a variável ‘temperatura’ foi significativa, ou seja, apresentou influência na modificação da dureza do núcleo do FFNA. Por sua vez, a variável ‘tempo’ não foi significativa dentro dos níveis estudados. As Figuras 6 e 7 mostram as curvas de nível para a variável de resposta ‘dureza’ em função das variáveis de controle ‘tempo’ e ‘temperatura’. Estas curvas formam uma superfície de resposta com um coeficiente de correlação de 95,6 %.

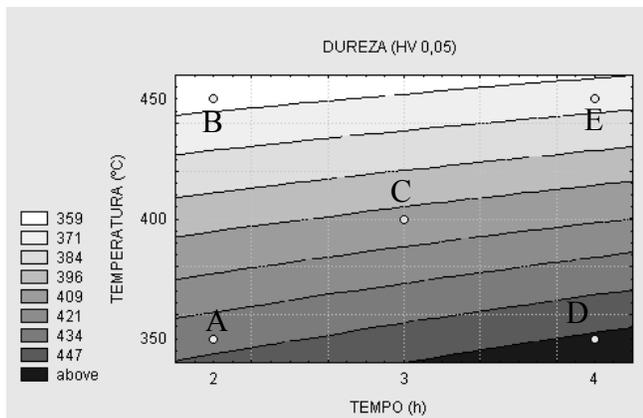


Figura 6. Superfície de resposta para a dureza o núcleo da microestrutura (HV 0,05).

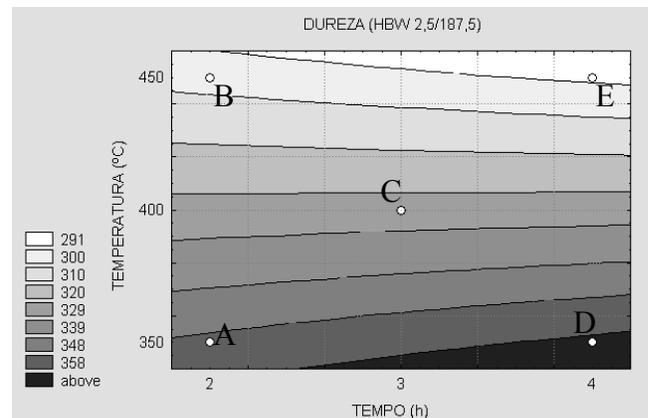


Figura 7. Superfície de resposta para a dureza no núcleo da macroestrutura (HBW 2,5 / 187,5).

A Tabela 2 apresenta os valores médios de dureza para cada uma das condições estudadas. Estão apresentados também, para efeito de comparação, os valores médios de dureza do FFNA sem tratamento superficial.

Tabela 2. Comparação entre os valores médios de dureza do FFNA antes e após nitretação.

AMOSTRAS	média (kgf/mm <sup>2</sup> )	diferença (%)
S.T* HBW 2,5/187,5	362 ± 12	
HV 0,05	508 ± 28	
A	345 ± 0 419 ± 21	5 25
D	363 ± 0 447 ± 22	0 17
C	331 ± 7 407 ± 23	9 28
B	306 ± 0 363 ± 22	15 40
E	285 ± 0 349 ± 27	21 44

\*S.T = sem tratamento

A diferença entre os valores médios de dureza Brinell do FFNA sem tratamento com aqueles nitretados nas condições A e D não é significativa ( $\alpha=95\%$ ). Os resultados da Tabela 2 mostram que, independentemente da condição de tratamento analisada, os valores obtidos de microdureza foram sempre maiores que os valores de dureza Brinell. Considerando o efeito de escala no ensaio de dureza [Li et al.<sup>(9)</sup>], este seria um resultado esperado. Entretanto, para o material analisado, apenas este efeito não é suficiente para explicar as diferenças encontradas.

Uma possível explicação pode ser dada com auxílio da Figura 8, que é uma representação esquemática das diferentes regiões de deformação resultantes da ação de um penetrador agudo [Giannakopoulos e Suresh<sup>(10)</sup>]. Nesta Figura estão apresentados, de forma esquemática, nódulos de grafita, nas diferentes de regiões de deformação.

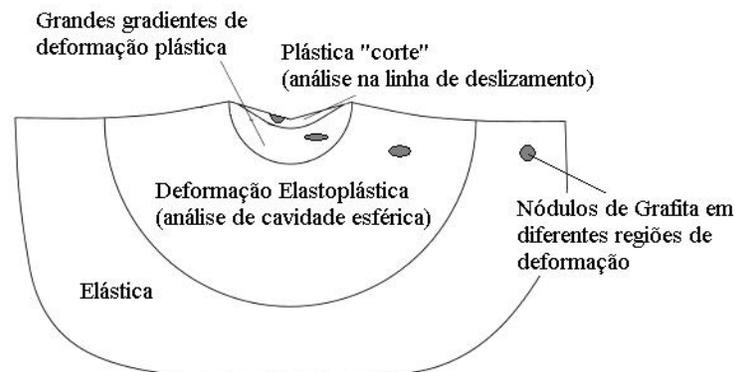


Figura 8. Diferentes regiões de deformação sob a ação de um indentador.

As forças envolvidas no ensaio de dureza Brinell deformam uma grande área quando comparadas àquelas produzidas na microestrutura num ensaio Vickers HV 0,05. Assim, as possíveis alterações da microestrutura, ocasionadas pelo coalescimento de precipitados e carbonetos, tornam-se menos significativas por estar sendo uniformizadas em uma maior área, bem como qualquer efeito devido à presença dos nódulos de grafita, que possuem módulo de elasticidade muito menor que o da matriz metálica.

Nas condições de tratamento B, C e E, a redução na dureza pode ser atribuída a um possível coalescimento de precipitados e carbonetos, embora não tenha sido possível a observação de modificações microestruturais.

### 3.3. Camada Nitretada

Os parâmetros para a nitretação a plasma utilizados neste estudo possibilitaram a formação de uma camada nitretada com espessura que varia entre 51 a 204  $\mu\text{m}$ , sendo que a maior parcela é relativa a camada de difusão. A Figura 9 apresenta um gradiente típico de dureza (para a condição B) em função da profundidade a partir da superfície. É esperado que o gradiente de composição química do nitrogênio obedeça a relações semelhantes ao observado com o gradiente de dureza [Toro<sup>(11)</sup>].

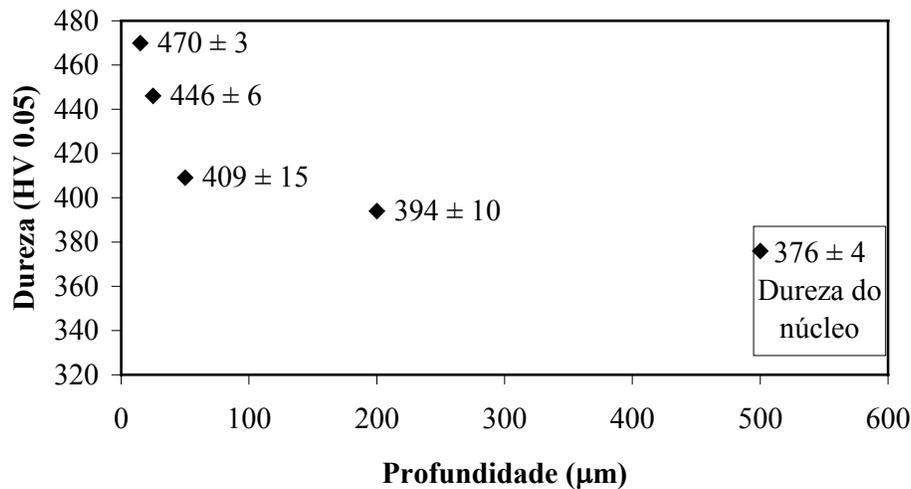


Figura 9. Perfil de microdureza para camada de difusão da amostra B (450 °C / 2 horas).

Em todos os experimentos obteve-se o endurecimento superficial, proveniente da introdução de nitrogênio no substrato. A Tabela 3 apresenta os valores de espessura de camada de compostos formada em cada experimento.

Tabela 3. Valores de espessura de camada de compostos.

<i>Amostra</i>	<i>Espessura (<math>\mu\text{m}</math>)</i>
A	$1,4 \pm 0,1$
D	$2,2 \pm 0,3$
C	$4,1 \pm 0,1$
B	$4,0 \pm 0,2$
E	$4,7 \pm 0,2$

Os valores de espessura determinados para as amostras A e D (tratadas a 350 °C) são estatisticamente semelhantes, assim como os valores obtidos para as amostras C, B e E (tratadas a 450 °C). Estas semelhanças mostram que para a formação da camada de compostos somente a temperatura de tratamento teve influência.

A Figura 10 mostra a superfície de resposta para a espessura da camada de compostos em função do tempo e da temperatura de tratamento.

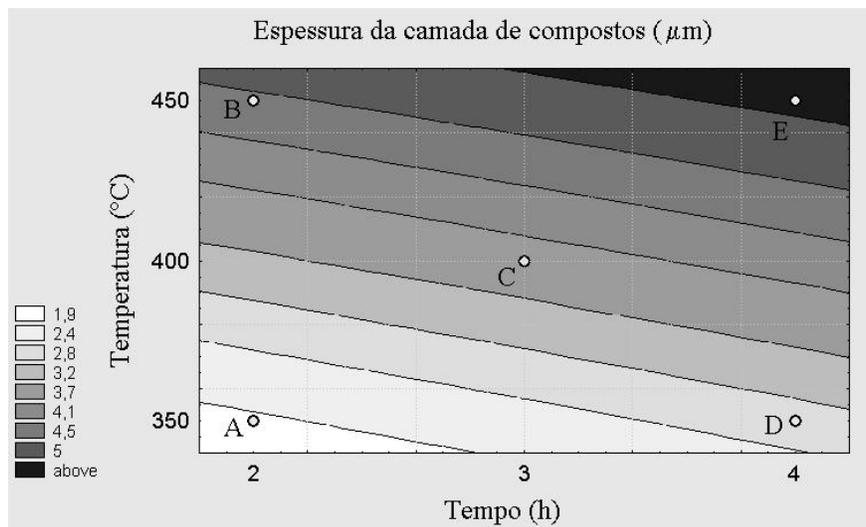


Figura 10. Espessura da camada de compostos.

Pode-se verificar que, para alcançar espessuras de compostos superiores a 1,4  $\mu\text{m}$ , foi necessário trabalhar com temperaturas superiores a 350  $^{\circ}\text{C}$ . Obteve-se para a superfície de resposta adotada um coeficiente de correlação de 75,5 %.

### 3.3.1. Indentações de Topo

A Tabela 4 apresenta os valores médios de dureza Martens para a camada de compostos.

Tabela 4. Valores médios de dureza Martens da camada de compostos.

<i>CONDIÇÃO</i>	<i>HM (MPa)</i>
A	5500 $\pm$ 1000
D	4400 $\pm$ 1000
C	4400 $\pm$ 1000
B	4000 $\pm$ 1000
E	4200 $\pm$ 1000

Os resultados mostram que não há diferença entre os valores obtidos nas diferentes condições de nitretação estudadas.

Chama a atenção o grande coeficiente de variação dos resultados de dureza apresentados na Tabela 4. Esta dispersão pode estar associada aos seguintes fatores:

→ Interferência das propriedades da grafita na dureza da camada: como pode ser visto na Figura 11, a grafita está presente mesmo nesta região, fazendo com que não haja camada de compostos em torno desta região, ou seja, a camada não está uniformemente distribuída nestas regiões e;

→ Relação entre os valores de rugosidade da superfície e valores de profundidade máxima atingidas nos ensaios: como as amostras foram preparadas até acabamento equivalente ao da lixa grana #1200, a camada de compostos pode ainda ter refletido este acabamento. A ISO 14577-1<sup>(8)</sup> recomenda que a rugosidade média  $R_a$  seja pelo menos 20 vezes menor que a profundidade máxima de penetração atingida nos ensaios, de modo que não haja interferência suficientemente grande deste fator nos resultados. Como houve a preocupação de não haver interferência do substrato nas medidas (relação com valores da Tabela 3), provavelmente a relação sugerida pela norma entre  $R_a$  e a profundidade máxima não pode ser obedecida.

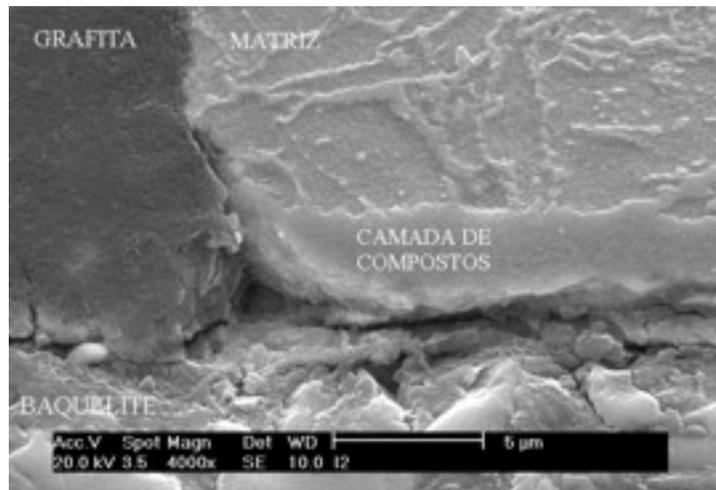


Figura 11. MEV da camada de compostos sobre o FFNA. Amostra E (450 °C / 4 horas).

#### 4. CONCLUSÕES

As diferentes condições estudadas para a nitretação a plasma do FFNA possibilitaram as seguintes conclusões:

- Possibilidade em obter uma camada nitretada em temperaturas iguais ou superiores a 350 °C.
- O tempo de tratamento superficial não teve influência sobre a formação da camada de compostos, bem como sobre os valores de dureza do FFNA.
- Em todas as condições experimentais obteve-se camada de difusão e de compostos, sendo que a maior camada de difusão e de compostos foram obtidas para as condições estudadas na temperatura de 450°C, embora para esta temperatura os valores de dureza da matriz tenham sido bastante afetados.

Trabalhos futuros serão realizados com o objetivo de avaliar qual das condições de nitretação estudadas apresenta melhor resistência ao desgaste por fadiga de contato.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer a CAPES-BRASIL pelo financiamento do projeto, a Fundação Tupy S/A pelo fornecimento do material e a SOCIESC pelo tratamento térmico de austêmpera, ao Laboratório de Fabricação da PUC-PR pelo corte por eletro-erosão a fio das amostras e ao Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS) da Escola Politécnica da USP pelos ensaios instrumentados de dureza.

#### 6. REFERÊNCIAS

1. MAGALHÃES, L. e SEABRA, J. “Wear and Scuffing of Austempered Ductile Iron Gears”, *Wear*, Vol. 215, 1998, pp. 237-246.
2. E. CARRÑO-MORELLI, E., DIAO, M., e SCHALLER, R., “Mechanical Spectroscopy of Austempered Ductile Iron”, *Scripta Materialia*, Vol. 38, 1998, pp. 259-265.
3. LIN, C. P., LAI, P. K., e SHIH, T. S., “Influence of microstructure on the fatigue properties of austempered ductile irons – I. High-cycle fatigue”, *Int. J. Fatigue*, Vol. 18, 1996, pp. 297-307.
4. MEDEIROS, J. T. N., HERNÁNDEZ, C. R. F., ORDOÑES, F. U., OLIVEIRA, A. M., SINATORA, A., TANAKA, D. K., “Rolling Contact Fatigue Wear of Nitriding Austempered Ductile Iron (ADI) – ADI Discs”, XVI Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica [CDROM], 2001, pp. 93-100.
5. GIAMPIETRI, S. M., VIEIRA, R. R., e GUEDES, L. C., “Ferro Fundido Nodular Austemperado para Nitretação”, *Metalurgia e Materiais*, Vol. 51, 1995, pp. 728-733.

6. ORDOÑES, F. U. e SINATORA, A., “**The Influence of Aging in Hardness and Impact Resistance of Low Alloy Austempered Ductile Iron**”. Workshop Recope- Desafios, Experiências e Expectativas sobre Tratamentos de Superfície na Indústria Automobilística. São Paulo, Brasil, 1998, pp. 87-93.
7. BHATTACHARYA, A. K.; NIX, W. D., “**Analysis of Elastic and Plastic Deformation Associated with Indentation Testing of Thin Films on Substrates**”, Int. J. of Solids Structures, Vol. 24, 1988, pp. 1287-1298.
8. International Organization for Standardization. **ISO/FDIS 14577-1 – Metallic Materials – Instrumented indentation test for hardness and material parameter – Part 1: Test method**. Geneva, Switzerland, 2002.
9. LI, H.; GHOSH, A.; HAN, Y. H.; BRADT, R. C., “The Frictional Component of the Indentation Size Effect in Low Load Microhardness Testing”, J. Mater. Research, Vol. 8, 1993, pp. 1028-1032.
10. GIANNAKOPOULOS, A. E. e SURESH, S., “**Determination of Elastoplastic Properties by Instrumented Sharp Indentation**”, Scripta Materialia, Vol. 40, 1999, pp. 1191–1198.
11. TORO, A. B., “**Microestrutura e Propriedades de Superfície de Aços Inoxidáveis Martensíticos de Alto Teor de Nitrogênio**”, São Paulo, Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 2001, p. 197.

## **THE INFLUENCE OF THE PLASMA NITRIDING ON THE HARDNESS OF AUSTEMPERED DUCTILE IRON**

### **Mario Vitor Leite**

Graduate Student of a Materials and Mechanical Engineering – PPGEM – Cefet-PR. E-mail: vitor\_mario@yahoo.com.br

### **Euclides Alexandre Bernadelli**

Undergraduate Student of a Mechanical Technology – Cefet-PR. E-mail: euclides\_ab@yahoo.com.br

### **Paulo César Borges**

Lecturer of Cefet-PR. E-mail: pborges@cefetpr.br

### **Giuseppe Pintaúde**

Lecturer of Cefet-PR. E-mail: pintaude@cefetpr.br

***Abstract.** The austempered ductile iron (ADI) is becoming as an alternative material to cemented steel for components as gears. An option to improve the resistance the rolling contact fatigue of diverse materials is through thermochemical treatments. These treatments create a layer with high hardness and wear resistance in the contact surface. Among thermochemical processes cited in literature the nitriding appears as an excellent option. In this work the effect of the plasma nitriding of (ADI) in different conditions of time and temperature was evaluated by means of microstructural characterization (composite and diffusion layer), and by many kinds of hardness test: Brinell, Vickers hardness of bainitic matrix and diffusion layer, and Martens hardness of composite layer. The results showed that the time of nitriding treatment, between 2 and 4 h, did not influenced the evaluated properties of ADI. On the other hand, the hardness of matrix was very affected by the nitriding temperature for the range between 350 and 450°C, which can modify the performance of the component subjected to contact fatigue wear.*

***Keywords:** Plasma nitriding, rolling contact wear, austempered ductile iron (ADI).*