

NITRETAÇÃO POR PLASMA DE AÇO ABNT 1020: INFLUÊNCIA DA RELAÇÃO $N_2/(N_2+H_2)$ SOBRE AS PROPRIEDADES DA CAMADA NITRETADA

Marley Anúciação Magella

Ingeborg Kühn-Arroyo

Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Engenharia Mecânica, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Cx. Postal 476, CEP: 88040-900, Florianópolis, SC, Brasil. E-mail: marley@pg.materiais.ufsc.br e ingeborg@emc.ufsc.br

Resumo

Este trabalho tem como objetivo mostrar a influência da relação $N_2/(N_2+H_2)$ da atmosfera de nitretação por plasma do aço ABNT 1020 nas propriedades mecânicas da camada nitretada. As atmosferas utilizadas para nitretação foram 25% N_2 + 75% H_2 e 80% N_2 + 20% H_2 , num tempo de 2h à 540°C. A caracterização da camada nitretada foi feita por Microscopia Eletrônica de Varredura, Difratomia de Raios-X e Microdureza Vickers. Diferença significativa nas propriedades do aço foi observada para a amostra com maior porcentagem de nitrogênio, que apresentou maior valor de dureza.

Palavras-chave: Nitretação por plasma, Atmosfera de nitretação, Aço comum ao carbono

1. INTRODUÇÃO

Grande parte dos componentes usados na indústria mecânica são peças móveis sujeitas quase sempre a condições de elevado desgaste, como é o caso de bielas, eixos, engrenagens de transmissão, etc. As solicitações a que estão submetidas essas peças exigem uma combinação de dureza superficial e núcleo tenaz. Para aumentar a dureza e conseqüentemente a resistência ao desgaste do material, são empregadas técnicas de endurecimento superficial. Comumente esse endurecimento é obtido pelo tratamento térmico da superfície ou pela modificação da composição da camada superficial.

A nitretação é um dos métodos mais utilizados para melhoria das propriedades das camadas superficiais através da modificação da composição dessas camadas. A nitretação por plasma é um processo relativamente novo que sofreu grande evolução nas duas últimas décadas. Tal crescimento deve-se basicamente ao fato de ser uma técnica que exhibe elevada repetibilidade e que é ambientalmente correta uma vez que não é poluente.

Estudos têm sido desenvolvidos tanto no que se refere à física do plasma, à otimização do processo, bem como à caracterização metalúrgica e mecânica do material submetido a esta técnica. Este trabalho está inserido neste último contexto.

Considerando o papel de destaque que os aços comuns baixo carbono têm na construção mecânica, uma vez que estes materiais apresentam propriedades compatíveis a cerca de 80% das

aplicações do mercado, baixo custo, grande disponibilidade e tecnologia de processamento dominada, foi desenvolvida a presente pesquisa. Esta objetiva quantificar a influência da quantidade de nitrogênio presente na atmosfera de nitretação por plasma sobre as características da camada nitretada.

2. NITRETAÇÃO POR PLASMA EM AÇOS - CONSIDERAÇÕES

O plasma é obtido quando uma corrente elétrica é produzida entre dois eletrodos contidos em uma câmara (reator) com gás a baixa pressão. Na nitretação o cátodo consiste normalmente nas peças a serem nitretadas enquanto o ânodo é a carcaça do reator, sendo que o meio nitretante deve necessariamente conter nitrogênio. A corrente elétrica acelera os elétrons do cátodo para o ânodo, atravessando o gás. Ao atravessar o gás, os elétrons colidem com as moléculas de nitrogênio, ionizando as mesmas, ou dissociando-as em nitrogênio atômico. Esse gás formado por moléculas íntegras, moléculas ionizadas, átomos livres e elétrons é denominado plasma. Os íons positivos são acelerados com grande energia em direção ao cátodo (aço a ser nitretado), provocando sua incorporação à superfície do mesmo na forma de nitretos.

Dependendo do tipo de aço, a nitretação por plasma pode ocorrer entre 350°C até 580°C. Assim sendo, não ocorre a transformação da fase Fe- α (ferrita) em Fe- γ (austenita) o que reduz a possibilidade de empenamento nas peças. Essa é uma das vantagens da nitretação em relação a outros métodos concorrentes.

A camada nitretada é composta basicamente por duas regiões distintas. A região mais externa é denominada camada branca, sendo formada essencialmente por nitreto de ferro em consequência da elevada concentração de nitrogênio na superfície do material. Possui elevada dureza e pode ser constituída pelas fases Fe₄N- γ e/ou Fe₂₋₃N- ϵ , podendo ainda ser monofásica ou polifásica. Quando a camada branca é polifásica, apresenta elevada fragilidade, não sendo portanto recomendável para solicitações mecânicas (BRUNATO, 1993).

A região subjacente é denominada camada de difusão. Situa-se logo abaixo da camada branca e também é conhecida por zona de difusão. Corresponde à profundidade na qual o nitrogênio penetra para o interior do material. Caracteriza-se por duas zonas distintas, sendo a primeira rica em nitretos precipitados na forma de agulhas e a segunda, subsequente à primeira, onde o nitrogênio causa endurecimento via solução sólida intersticial.

Controlando-se o teor de nitrogênio da atmosfera de nitretação pode-se controlar as fases formadas e a espessura das camadas. Com base nas pesquisas de BOCCHINI (1990) e EDENHOFEN (1974) sobre a influência do teor de nitrogênio da atmosfera de nitretação, pode-se concluir que:

- em atmosferas com baixo teor de nitrogênio ocorre a total supressão da camada branca, havendo somente a formação da camada de difusão;
- em plasmas contendo de 15 a 30% de nitrogênio em volume, ocorre a formação da camada branca, que é predominantemente constituída pela fase Fe₄N (fase γ). Neste caso, a espessura desta camada dificilmente supera 10 μ m, mesmo para longos tempos de nitretação;
- em atmosferas contendo teores médios ou elevados de nitrogênio, predomina a formação de camadas brancas constituídas pela fase Fe₂₋₃N (fase ϵ), cujas espessuras podem atingir até 50 μ m.

A fase $Fe_4N-\gamma$ (cfc) possui uma faixa estequiométrica que varia entre 5,30 e 5,75% de nitrogênio em peso. É a fase mais estável do sistema Fe-N, apresentando estabilidade térmica até 650°C (BRUNATO, 1993). Segundo EDENHOFER (1993), esta fase se caracteriza por menor dureza e maior ductilidade na interface camada branca-matriz, comparativamente com a fase $Fe_{2-3}N-\epsilon$, apresentando, portanto, melhores características mecânicas.

A fase $Fe_{2-3}N-\epsilon$ (hc) apresenta uma faixa estequiométrica muito larga, variando de 5,75 a 11% de nitrogênio em peso à temperatura ambiente. É estável termicamente até 580°C, evoluindo para a fase $Fe_4N-\gamma$ em temperaturas superiores (FIGUEIREDO, 1991). Por ser mais dura, apresenta também maior fragilidade em relação à fase $Fe_4N-\gamma$ (EDENHOFER, 1974).

Quando a temperatura de tratamento é superior à temperatura de transformação $\alpha-\gamma$ do aço tratado, a nitretação ocorre no campo austenítico. Neste caso, surge uma camada intermediária entre as camadas branca e de difusão, de aspecto escuro quando revelada metalograficamente por Nital. A camada escura (braunita) é resultante da decomposição eutetóide da austenita nas fases Fe- α e $Fe_4N-\gamma$ durante o resfriamento desta logo após o térmico do tratamento (BRUNATO, 1993).

A microdureza da camada branca é aproximadamente constante, variando entre 800 e 900 Vickers. A microdureza da camada escura é proporcional à quantidade de fases γ presentes na mistura Fe- γ + nitroferrita, podendo variar entre 300 e 700 Vickers.

Baixas temperaturas de nitretação iônica do aço 1020 ($T < 490^\circ C$) favorecem a formação da camada branca. Altas temperaturas ($T > 570^\circ C$) favorecem a formação de camada escura. Temperaturas intermediárias ($490^\circ C \leq T \leq 570^\circ C$) formam uma camada branca na superfície e uma camada escura logo abaixo.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para realização do experimento foi usada uma amostra de chapa de aço ABNT 1020 cuja superfície foi retificada e logo após cortada em pequenas peças para nitretação das superfícies retificadas. A nitretação foi realizada em um reator de plasma nas condições apresentadas na Tabela 1. Uma amostra sem tratamento foi reservada para comparação da microestrutura com as amostras nitretadas.

Tabela 1. Condições de Nitretação

Parâmetros de processamento	Amostra 1	Amostra 2
Pressão (Torr)	3	3
Temperatura (°C)	540	540
Tempo (h)	2	2
Relação $N_2/(N_2/H_2)$	0,25	0,80
Voltagem (V)	600	600
Corrente (A)	1	1,2

Após a nitretação as amostras foram cortadas transversalmente às superfícies tratadas para verificar a profundidade do tratamento. Em seguida foram embutidas em baquelite, lixadas (lixas de SiC 220, 320, 400 e 600 mesh), polidas (alumina 1 μ m) e atacadas com Nital 2%.

A microestrutura das amostras foi observada no microscópio eletrônico Philips XL 30. A microdureza realizada no microdurômetro Shimadzu HVM 2000, com uma carga de 25g por um tempo de 15s, nas amostras tratadas e na amostra sem tratamento. As medidas foram feitas à partir da superfície para o centro da amostra, tirando três medidas para cada distância. A determinação das fases presentes foi realizada num difratômetro de raios-X Philips X'Pert PW 3719 com tubo de Cu cujo ângulo de incidência do feixe foi variado de 30 a 100°.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A figura 1 mostra uma micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra não nitretada.

A Figura 2 mostra a micrografia da amostra que foi submetida ao tratamento de nitretação na atmosfera pobre em nitrogênio ($N_2/(N_2+H_2) = 0,25$). Verifica-se facilmente na Figura 2 a existência da camada branca nitretada e da camada de difusão com cristais de nitretos precipitados na forma de agulhas.

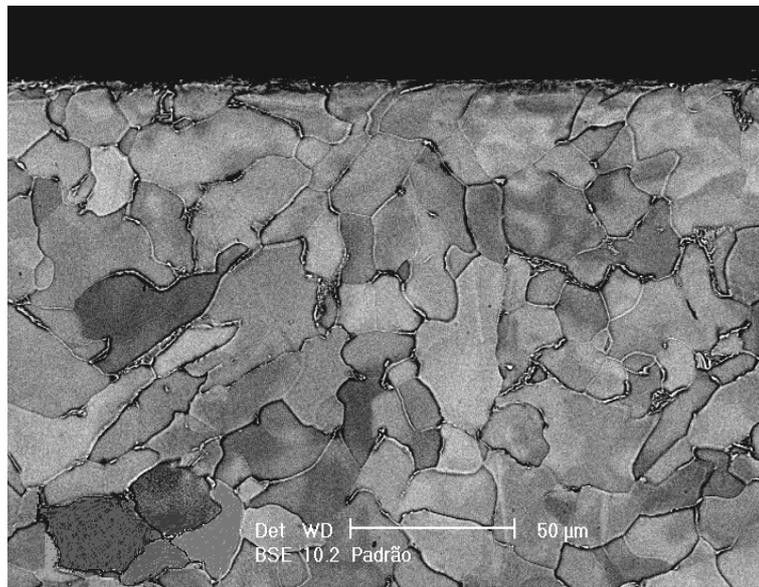


Figura 1. Micrografia obtida por MEV da amostra sem tratamento, (ataque com Nital 2%)

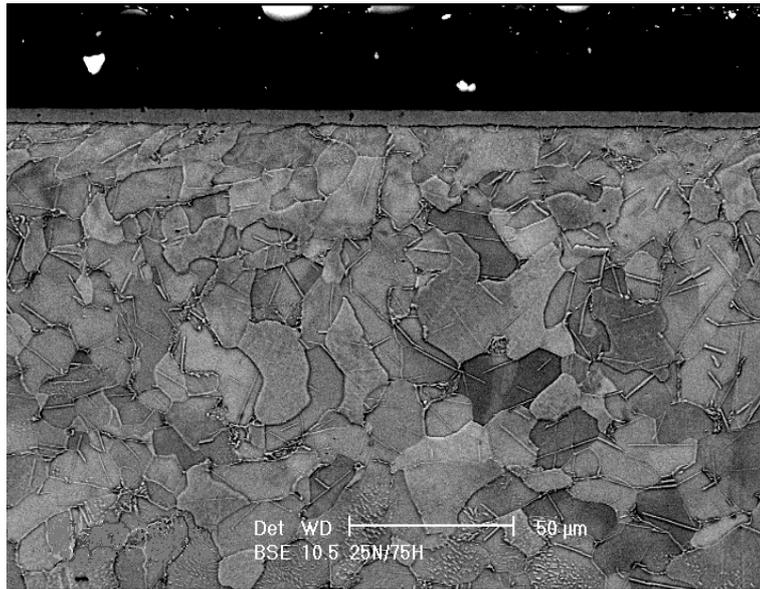


Figura 2. Micrografia obtida por MEV da amostra tratada em atmosfera pobre em nitrogênio ($N_2/(N_2+H_2) = 0,25$), (ataque com Nital 2%)

Na Figura 3, referente a uma amostra nitretada em atmosfera rica em nitrogênio, também pode ser observada a camada branca e a zona de difusão. A Figura 4 apresenta uma micrografia em maior ampliação da amostra nitretada em atmosfera pobre em nitrogênio, onde se observa com maior detalhe a camada branca e a zona de difusão. Na Figura 5 é apresentada a micrografia em maior ampliação da amostra nitretada em atmosfera rica em nitrogênio.

Observando as micrografias das amostras tratadas em condições atmosféricas distintas, ambas apresentam a mesma microestrutura, com camadas de aproximadamente mesma espessura. A espessura da camada branca medida através de imagens no MEV foi de aproximadamente $4,7 \mu\text{m}$ para a amostra tratada em atmosfera pobre em nitrogênio e de $5,2 \mu\text{m}$ para a amostra tratada em atmosfera rica, sendo uma diferença muito pequena.

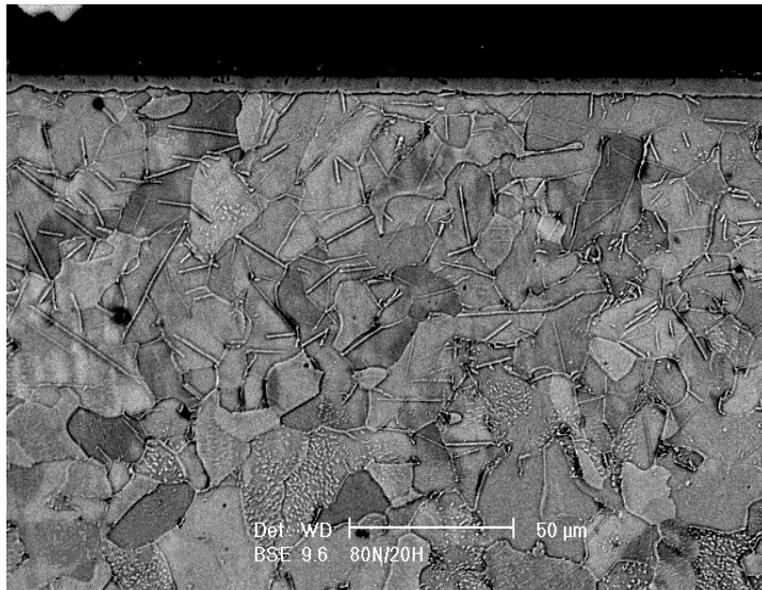


Figura 3. Micrografia obtida por MEV da amostra tratada em atmosfera rica em nitrogênio ($N_2/(N_2+H_2) = 0,80$), (ataque com Nital 2%)

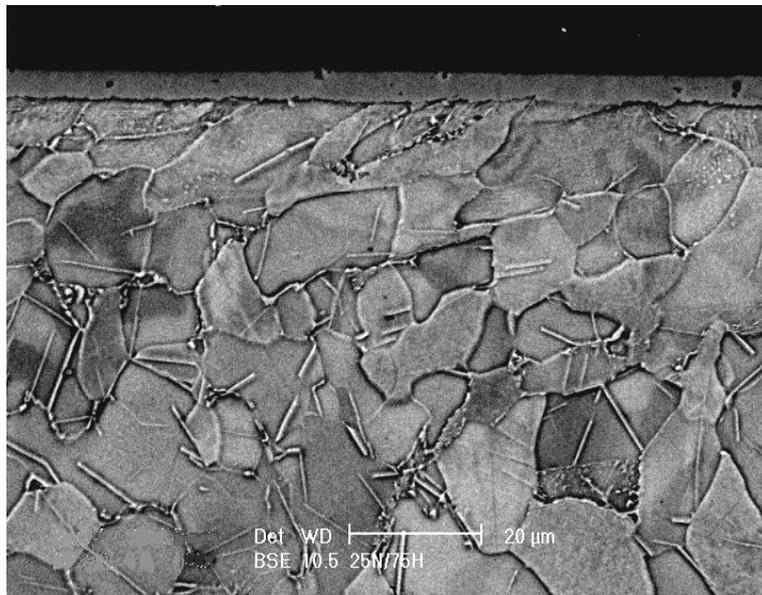


Figura 4. Micrografia obtida por MEV da amostra tratada em atmosfera pobre em nitrogênio ($N_2/(N_2+H_2) = 0,25$) – maior ampliação, (ataque com Nital 2%)

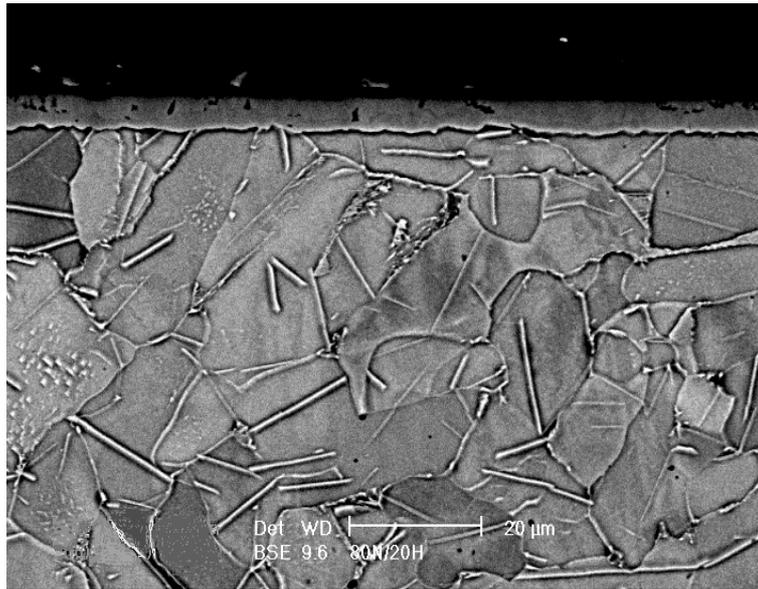


Figura 5. Micrografia obtida por MEV da amostra tratada em atmosfera rica em nitrogênio ($N_2/(N_2+H_2) = 0,80$) – maior ampliação, (ataque com Nital 2%)

A Figura 6 mostra o perfil de microdureza Vickers em função da profundidade de tratamento para as amostras nitretadas em atmosfera pobre ($N_2/(N_2+H_2)=0,25$) e rica ($N_2/(N_2+H_2)=0,80$). A superfície da amostra tratada em atmosfera rica em nitrogênio apresentou dureza levemente superior, devido a presença da fase $Fe_{2-3}N$ ou fase ϵ . Porém, comparando os dois tratamentos, os valores de dureza das camadas de difusão não apresentaram diferença significativa. A amostra não nitretada apresentou dureza de 114 HV.

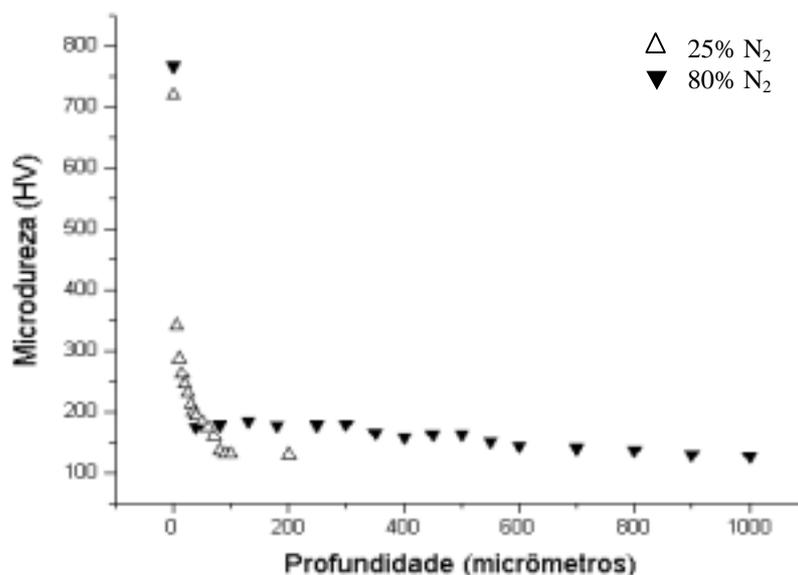


Figura 6. Representação gráfica do perfil de dureza das amostras nitretadas em atmosferas rica e pobre em nitrogênio.

Os resultados obtidos por difratometria de raios-X das amostra nitretadas indicaram a presença das fases $\text{Fe}_4\text{N-}\gamma$ e $\text{Fe-}\alpha$ na amostra tratada em atmosfera pobre em nitrogênio. As fases $\text{Fe}_4\text{N-}\gamma$ e $\text{Fe}_{2-3}\text{N-}\epsilon$ foram detectadas na amostra tratada em atmosfera rica em nitrogênio. Nos dois casos, a camada branca parece ser polifásica, o que implica em camada mais frágil que o esperado, o que inviabiliza sua utilização em aplicações em que seja exigida resistência a esforços cíclicos.

É possível que no caso da camada branca da amostra nitretada em atmosfera pobre, a presença de $\text{Fe-}\alpha$ detectada seja devido ao alcance da radiação produzida pelo tubo de cobre, que alcança 20 μm de profundidade, sendo superior à espessura da camada branca observada nas amostras, que é de aproximadamente 5 μm . A presença efetiva da fase $\text{Fe-}\alpha$ na camada branca se deve provavelmente a um tempo insuficiente de nitretação para as condições do experimento.

No caso da amostra nitretada em atmosfera rica em nitrogênio, a presença inesperada da fase $\text{Fe}_4\text{N-}\gamma$ pode ter sido consequência de uma pequena diminuição no teor de nitrogênio da atmosfera de nitretação observada no fim do ciclo de nitretação. Provavelmente, maior tempo de tratamento proporcione a transformação de toda fase $\text{Fe}_4\text{N-}\gamma$ em fase $\text{Fe}_{2-3}\text{N-}\epsilon$, evitando assim, a obtenção de um produto com camada branca polifásica que é frágil.

5. CONCLUSÕES

Para o tempo de nitretação do experimento (2h), não foi observada diferença significativa na dureza e espessura da camada de difusão e na espessura da camada branca. A maior diferença observada entre os dois tratamentos foi verificada na dureza e nas fases identificadas na camada branca. No caso da atmosfera pobre há a tendência de formação da fase $\text{Fe}_4\text{N-}\gamma$ que estequiometricamente também é mais pobre em nitrogênio que a fase $\text{Fe}_{2-3}\text{N-}\epsilon$, formada preferencialmente no tratamento feito com atmosfera rica em nitrogênio. A presença de camadas polifásicas foi detectada nos dois casos, o que pode ser evitado com maior tempo de nitretação.

6. REFERÊNCIAS

- Brunato, S. F., 1993, “Nitretação por Plasma de Ferro Sinterizado”, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, S.C., Brasil, 90p.
- Bocchini, G. F., *et al.*, 1990, “Ion Nitriding of Sintered Steel – Present Situation and Perspectives”, MPR, Vol. 45, Nº 11, Brasil, pp. 772-778.
- Edenhofer, B., 1974, “Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding”, Part 2, HTM, Vol. 2, pp. 59-67.
- Figueiredo, R. S., 1991, “Análise de Superfície em Aços Nitretados por Espectroscopia Mossbauer”, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, S.C., Brasil, 160p.