

## AVALIAÇÃO DA REPRODUTIBILIDADE DA NITRETAÇÃO POR PLASMA NUMA DETERMINADA CONDIÇÃO DE TEMPERATURA, PRESSÃO E ATMOSFERA

### Tais Ital Filipaki

Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Campus Curitiba, 80230-901, Curitiba, PR, Brasil  
[tais.ital@hotmail.com.br](mailto:tais.ital@hotmail.com.br), [pborges@utfpr.edu.br](mailto:pborges@utfpr.edu.br)

### Luiz Miguel Amorim Santos

Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Campus Curitiba, 80230-901, Curitiba, PR, Brasil  
[miguelmecaloco@hotmail.com](mailto:miguelmecaloco@hotmail.com), [tais.ital@hotmail.com.br](mailto:tais.ital@hotmail.com.br), [pborges@utfpr.edu.br](mailto:pborges@utfpr.edu.br)

### Paulo César Borges (orientador)

Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Campus Curitiba, 80230-901, Curitiba, PR, Brasil  
[pborges@utfpr.edu.br](mailto:pborges@utfpr.edu.br)

#### Resumo:

*Os aços inoxidáveis são conhecidos por apresentarem excelente resistência a corrosão quando submetidos a um meio ou agente agressivos. O tratamento termoquímico de nitretação a plasma tem o intuito de conferir ao aço inoxidável maior dureza superficial. Neste estudo o aço inoxidável ASTM 316L foi nitretado em atmosfera de 50% de N<sub>2</sub> e 50% de H<sub>2</sub>, a uma temperatura de 530°C e pressão de 4 Torr por 2h. O tratamento foi realizado em duas etapas. A caracterização das amostras foi feita através de perfil de microdureza Vickers, e medidas de espessura da camada de compostos. O perfil de dureza revelou uma camada de compostos com dureza de aproximadamente 3 vezes a dureza do núcleo, uma zona de difusão rasa e abrupta. O tratamento conferiu ao aço uma camada de compostos de aproximadamente 37µm. A reprodutibilidade do tratamento foi avaliada através da ferramenta estatística: Anava fator Único, sendo que não há evidência de diferença tanto para a dureza quanto para espessura da camada.*

**Palavras-chave:** Aços Inoxidáveis, Nitretação, Plasma, Microdureza.

## 1. INTRODUÇÃO

O uso de tratamentos térmicos e termoquímicos em ligas comerciais consiste em uma prática comum para se alterar características mecânicas exigidas para aplicações específicas. Dentre as novas tendências de tratamentos termoquímicos está a nitretação a plasma.

A nitretação a plasma é uma técnica que altera a superfície dos materiais contribuindo para melhorar certas propriedades como por exemplo: mecânica e tribológica.

O Plasma; que pode ser definido como um sistema de partículas carregadas, com carga total igual a zero, caracterizado por ter uma distância entre as cargas muito menores do que as dimensões do plasma. Um plasma parcialmente ionizado tem um grau de ionização muito baixo, da ordem de 10<sup>-5</sup>; no entanto, os elétrons têm alta energia cinética. Outra característica importante de um plasma é o seu comportamento coletivo. Na nitretação a plasma os íons presentes (N<sup>+</sup>, H<sup>+</sup>, ...) mediante a presença de um campo elétrico, apresentarão um comportamento coletivo, bombardeando o cátodo (amostra). Este bombardeamento incitará o aquecimento, bem como poderá acelerar o processo de nitretação.

No passado, o uso industrial desta técnica teve pouca aceitação no mercado devido ao seu alto custo e as dificuldades técnicas do equipamento, como é o caso de arcos elétricos e superaquecimento de partes da peça durante o processo de tratamento. Atualmente, com o advento da eletrônica de potência e da microeletrônica, estes problemas foram quase completamente resolvidos (ALVES, 2001).

Esse processo possui certas vantagens sobre os processos convencionais de nitretação tais como: tempo de tratamento inferior; baixas temperaturas de tratamento, evitando distorções da peça; uniformidade da camada mesmo com geometrias complexas; não poluentes e possibilita selecionar as condições de operação para formar o tipo específico de camada desejada através das variáveis do processo (KURNEY, MOHAN, MALLYA, 1986). Entre as limitações do processo está a abertura de arcos catódicos, que pode provocar uma fusão localizada na peça ou a extinção do plasma com a queda do potencial (ALVES, 2001).

O controle automático dos equipamentos de nitretação iônica assegura um melhor controle dos parâmetros da nitretação, possibilita uma maior confiabilidade e reprodutibilidade do processo (VERMA, 1985). Os principais parâmetros a serem controlados são: composição da mistura gasosa, pressão do gás, temperatura e tempo de nitretação (ALVES, 2001). Além das variáveis que envolvem o processo, a composição química do material a ser nitretado influi fortemente nas características da camada nitretada (CHO e LEE, 1980).

Os aços que contém elementos de liga que tenham alta afinidade pelo nitrogênio, tais como Al, Cr, Mo, V e Ti, obtêm melhores resultados no tratamento de nitretação. As propriedades da superfície, da camada de compostos e da zona de difusão são largamente afetadas pelo tipo e concentração dos elementos de liga presentes no aço. Quando comparados aços com baixo teor de cromo, AISI 4340 e 4140, com aços inoxidáveis AISI 316 e 304, eles apresentam perfis de dureza distintos. Os aços com baixo teor de cromo mostram uma dureza na superfície mais baixa quando comparada com os aços inoxidáveis, porém com uma extensa zona de difusão, enquanto os aços inoxidáveis mostram uma zona de difusão rasa e abrupta (TALIVALDIS, 1985).

Os aços Inoxidáveis são conhecidos por apresentarem excelente resistência à corrosão, quando submetidos a um meio agressivo. Então, tratamentos térmicos capazes de proporcionar aos aços inoxidáveis uma maior dureza superficial, podem significar uma expansão no seu campo de aplicação.

O objetivo deste trabalho foi comparar os resultados de microdureza e espessura da camada de compostos entre as amostras de Aço inoxidável ASTM 316L nas mesmas condições de nitretação (Temperatura, Pressão e composição gasosa do plasma).

Esta comparação foi realizada empregando-se uma metodologia conhecida como análise de variância (ou Anava), utilizada para comparar as médias aritméticas dos grupos. Na análise de variância, a variação total nas medidas de resultado subdivide-se naquilo que se pode atribuir as diferença entre os grupos e aquilo que se deve ao acaso. A variação “dentro do grupo” é considerada erro experimental, enquanto a variação “entre grupos” é atribuída a efeitos de tratamento (LEVINE, BEREMSON, STEPHAN, 2000).

## **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

Amostras do aço inoxidável 316L foram cortadas (10x10x3 mm), lixadas (220, 320 e 400 mesh) e limpas em ultra-som por 30 minutos.

### **2.1 O Tratamento de Nitretação**

O tratamento foi realizado em duas etapas sob as mesmas condições. Em cada processo utilizou-se três amostras distribuídas de maneira a ficarem equidistantes do centro do reator.

Depois de posicionadas as amostras dentro do reator, foi adotado o procedimento abaixo:

- Limpeza somente com fluxo de gases: 500scc/min de H<sub>2</sub>, 500scc/min de N<sub>2</sub> e 100scc/min de Ar;
- Limpeza com descarga elétrica e fluxo de 250scc/min de H<sub>2</sub>, a 4 Torr, e Temperatura 140°C por 20 minutos;
- Aquecimento com fluxo de 150scc/min de H<sub>2</sub> e 100scc/min de Ar, a 4 Torr até a temperatura de 530°C;
- A nitretação foi realizada a 530°C com vazão total de 200scc/min, numa atmosfera de 50% de H<sub>2</sub> e 50% de N<sub>2</sub> a 4 Torr por 2 horas.
- O resfriamento foi realizado com fluxo de gás 500scc/min de H<sub>2</sub>, 500scc/min de N<sub>2</sub> e 100scc/min de Ar por 30 minutos e depois sem fluxo de gás.

## 2.2 Caracterizações das amostras.

Foram determinados os perfis de dureza, pelo ensaio de microdureza Vickers, e espessura de camada utilizando-se o microscópio Óptico Zeiss Neophot 32. As medidas de Microdureza Vickers foram feitas utilizando-se carga de 0,05Kgf/mm<sup>2</sup> por 15s em Microdurômetro Shimadzu.

Os cálculos da variabilidade foram obtidos utilizando-se o Microsoft Excel para o Teste F Anava de Fator Único como descrito na Literatura (LEVINE, BEREMSON, STEPHAN, 2000 e LAPPONI, 1997).

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Perfis de Microdureza.

O perfil de microdureza foi obtido através da média aritmética de cinco pontos para cada profundidade. Foi avaliada uma amostra de cada tratamento. As impressões foram feitas respeitando a distância mínima de três vezes o valor da diagonal da impressão entre as impressões. A figura 1 mostra o gráfico de microdureza em função da profundidade da amostra.

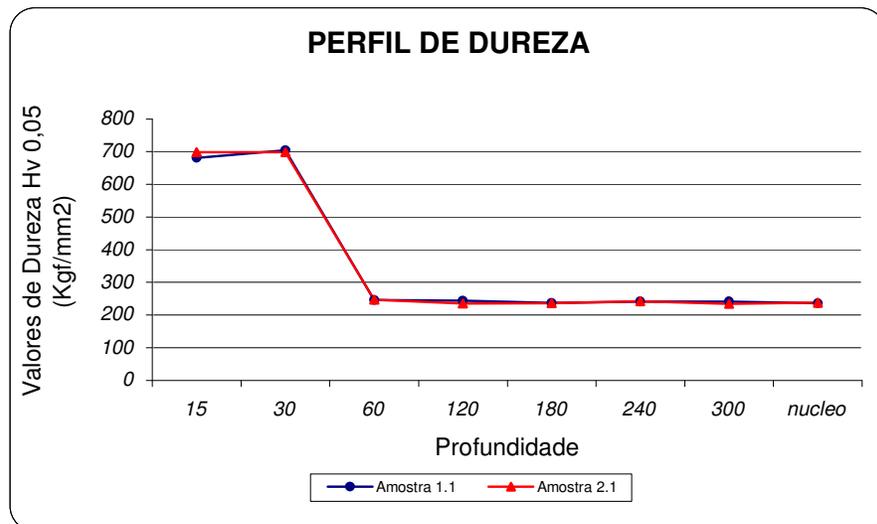


Figura 1 – Valores de Dureza (HV) em função da profundidade a partir da superfície.

Analisando o gráfico da figura 1, observa-se que a curva dos valores médios de dureza da amostra do tratamento 1 quase sobrepõe por completo a curva do tratamento 2. Também é possível observar que até 30µm de profundidade os valores médios de dureza são de aproximadamente 700HV, caindo abruptamente em seguida para aproximadamente 240HV.

Este comportamento é previsto para aços com alto teor de Cr, uma vez que a alta reatividade entre o Cr e o N<sub>2</sub> provoca o aumento progressivo da fase nitretada, a qual precipita, impedindo a difusão do N<sub>2</sub> no interior conforme Literatura (TALIVALDIS, 1985).

As tabelas 1 e 2 mostram os resultados de dureza das amostras dos tratamentos 1 e 2, em profundidades diferentes da camada de compostos. Os valores médios de dureza e o desvio padrão para cada amostra foram obtidos a partir de cinco medidas sucessivas.

Tabela 1 – Valores médios de dureza da camada de compostos para amostras nitretadas no Tratamento 1.

Profundidade ( $\mu\text{m}$ )	TRATAMENTO 1		
	Valores de Dureza HV0,05 Kg/mm <sup>2</sup>		
	A 1.1	A 1.2	A 1.3
15	682 $\pm$ 31	682 $\pm$ 29	720 $\pm$ 35
30	704 $\pm$ 31	683 $\pm$ 44	708 $\pm$ 28

Tabela 2 – Valores médios de dureza da camada de compostos para amostras nitretadas no Tratamento 2.

Profundidade ( $\mu\text{m}$ )	TRATAMENTO 2		
	Valores de Dureza HV0,05 Kg/mm <sup>2</sup>		
	A 2.1	A 2.2	A 2.3
15	699 $\pm$ 23	702 $\pm$ 30	691 $\pm$ 18
30	699 $\pm$ 29	713 $\pm$ 39	712 $\pm$ 35

A tabela 3 mostra os valores médios de espessura da camada de compostos. Os valores médios de dureza e o desvio padrão para cada amostra foram obtidos a partir de vinte e cinco medidas sucessivas ao longo de cada amostra.

Tabela 3 –Valores médios de espessura da camada de compostos das Amostras.

Amostra	ESPESSURA ( $\mu\text{m}$ )
1.1	37,0 $\pm$ 1,4
1.2	36,9 $\pm$ 1,8
1.3	36,6 $\pm$ 1,8
2.1	37,5 $\pm$ 1,9
2.2	37,4 $\pm$ 1,1
2.3	37,2 $\pm$ 1,3

Utilizou-se da ferramenta estatística: Anava fator Único para determinar se existe diferença entre as médias aritméticas dos grupos. Para níveis de significância de 0,05 e 0,1 o resultado dos testes permite concluir que não há evidências de diferença tanto para de dureza média entre as seis amostras nas profundidades avaliadas (15 e 30 $\mu\text{m}$ ); quanto para a espessura da camada de compostos ao longo das amostras.

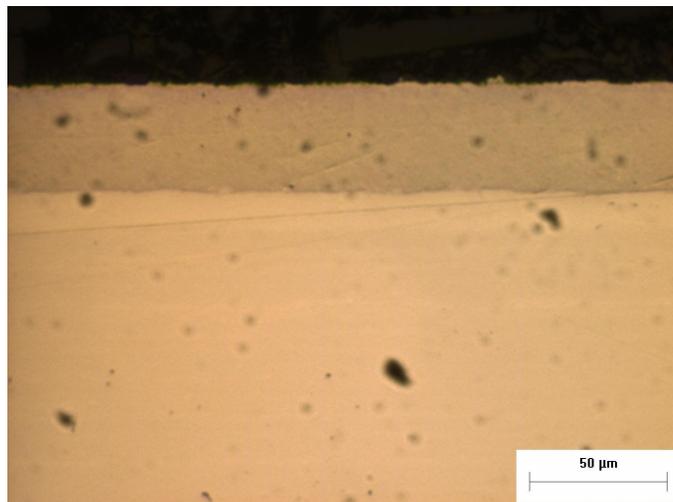


Figura 2 – Secção transversal do aço inoxidável 316L nitretado a 530°C por 2h.

A figura 2 mostra a foto tirada em microscópio óptico da secção transversal da amostra após nitretação. É possível observar a uniformidade da camada de compostos.

#### **4 Conclusão**

Foram caracterizadas amostras segundo perfil de dureza e espessura média da camada de compostos. As amostras tratadas apresentaram uma camada de compostos de aproximadamente 37mm, com dureza aproximadamente 3 vezes maior que a dureza do substrato e uma zona de difusão rasa e abrupta. A comparação dos valores de espessura de camada e dureza média através da ferramenta estatística que para níveis de significância de 0,05 e 0,1 permite concluir que não há evidências de diferença tanto para a dureza quanto para espessura da camada de compostos nas amostras avaliadas.

#### **5. AGRADECIMENTOS**

Ao professor Paulo César Borges pela proposição do tema e orientação. Ao colega Euclides Bernadelli da Cunha pela contribuição para realização do trabalho e à Villares Metals pelo material cedido para pesquisa.

#### **6. REFERÊNCIAS**

ALVES, C. JR. Nitretação a Plasma – Fundamentos e Aplicações. Natal:UFRN, 2001. p.4-5, 21-27.

CHO, K.S.;LEE, C.O. The effects of carbon on ion-nitriding. Journal of Engineering Materials and technology, v.102, p229-33,1980.

KURNEY,A.S.W.;MOHAN,R.M.;MALLYA,R.M. Nitriding of Steels – an overview. In: GUPTON, P.S.,ed. The heat treating source book, Metals Park, ASM, 1986. p.127-33.

LAPPONI, J.C. Estatística usando Excel. São Paulo: Lapponi Treinamento e Editora,1997.

LEVINE, D.M.;BERENSON, M.L.;STEPHAN D. Estatística: Teoria e Aplicações. Rio de Janeiro:LTC, 2000. p.400-413.

TALIVALDIS, S. Frictional and Structural Characterization of ion-nitrided low and high chromium steels. Journal Vacuum Science Thecnology, Cleveland, A3(6), nov/dec 1985.

VERMA, R. Plasma nitriding: State of the art. Industrial Heating, p.14-8. Sept.1985.