

Nitretação em gaiola catódica: influência do tempo de tratamento

SOUSA, R.M.^I; DE ARAÚJO, F.O.^{II}; BARBOSA, J.C.P.^{III}; OLIVEIRA, R.S.^{III};
RIBEIRO, K.J.B.^{III}; MENDES, M.W.D.^{III}; ALVES JUNIOR, C.^{III}

^I Centro Federal de Educação Tecnológica do Piauí,
Núcleo de Pesquisa em Materiais e Metrologia, Teresina, PI, Brasil.
e-mail: romulorms@gmail.com

^{II} Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Departamento de Ciências Ambientais, Mossoró, RN, Brasil.
e-mail: odolbert@yahoo.com.br

^{III} Labplasma, Departamento de Física – UFRN, Campus Universitário, 59072-970 Natal, RN, Brasil.

e-mail: Julio@dfte.ufrn.br, renatchinho@hotmail.com, mendesmwd@yahoo.com.br, kleber_barros@yahoo.com.br, clodomiro@dem.ufrn.br

RESUMO

Amostras do aço inoxidável austenítico AISI 316 foram nitretadas em gaiola catódica nas mesmas condições de tratamento, pressão de 250 Pa, temperatura de 723 K mistura nitretante de 80%N₂/H₂ e variando apenas a duração do processo de 1 a 5 horas com o objetivo de observar o crescimento da camada nitretada. Houve formação de camada para todos os tempos de nitretação. A formação de camada para todas as durações de tratamento é confirmada através da microscopia óptica e também pela análise de microdureza. Os difratogramas de raios-X apresentaram fases semelhantes. Comprovando que é possível obter camada nitretada na técnica de nitretação em gaiola catódica mesmo para pequena duração de tratamento.

Palavras chaves: nitretação a plasma, aço inoxidável austenítico, fase S, gaiola catódica.

Cathodic Cage Plasma nitriding: influence of the treatment time

ABSTRACT

AISI 316 austenitic stainless steel samples have been nitrided by cathodic cage technique in same treatment conditions: pressure 250 Pa, temperature 500 °C and nitriding mixtures 80%N₂/H₂. The variance is limited just to process duration, from 1 to 5 hours. In this work the objective is to observe the increase of nitrided layer. It has been seen that there was layer formation to all times of nitriding. They are confirmed through optical microscopy and microhardness analysis. The X-ray diffratogram presents similar phases proving that is possible obtain nitrided layer using cathodic cage technique even to short during treatment.

Keywords: plasma nitriding, austenitic stainless steel, phase S, cathodic cage.

1 INTRODUÇÃO

A nitretação a plasma convencional é um processo bem aceito industrialmente, porque apresenta várias vantagens em relação aos outros processos de nitretação (a gás e em banho de sais), tais como maior economia de gases e menor duração do processo, uma vez que a velocidade de difusão do nitrogênio é maior [1]. É utilizada na melhoria das propriedades superficiais como dureza, resistências ao desgaste e à corrosão, com o objetivo de aumentar a vida útil das peças nitretadas. No entanto apresenta alguns inconvenientes como efeito de borda, efeito cátodo oco, temperatura não uniforme e abertura de arcos, especialmente no tratamento de peças com geometria complexa [2-4]. Nos últimos 4 anos surgiu mais uma técnica alternativa, denominada de ASPN na qual as amostras são envolvidas por uma tela, na qual um alto potencial catódico é aplicado. Desta forma o plasma atua na tela e não na superfície das amostras. Os componentes a serem tratados estão em um potencial flutuante ou sujeitos a uma baixa tensão de polarização (por exemplo -100 a -200V) por meio de uma fonte auxiliar [2].

Nesse trabalho, utilizamos o mesmo princípio que a ASPN, porém com um arranjo experimental modificado [5], para permitir um estudo sistemático do efeito cátodo oco produzido em cada furo da gaiola, a

qual é mostrada na figura 01. Como o plasma não é formado diretamente na superfície das amostras e sim na gaiola metálica, os defeitos inerentes ao processo convencional são eliminados [5-8]. Além disso, a temperatura na superfície das amostras é praticamente uniforme, porque as mesmas são aquecidas até a temperatura de tratamento através da radiação proveniente da gaiola catódica.

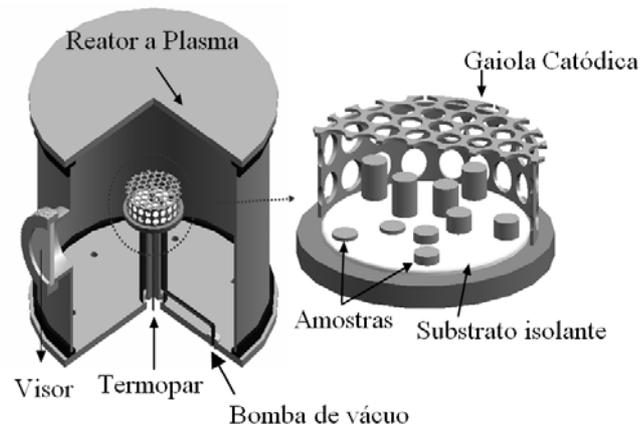


Figura 1: Esquema do reator de nitretação.

Com o objetivo de analisar a influência do tempo de tratamento, amostras de aço AISI 316 foram nitretadas em gaiola catódica nas condições: pressão de 250 Pa, atmosfera nitretante de 80 %N₂/ H₂, na temperatura de 500 °C variando apenas a duração do processo. Observa-se que com esta atmosfera nitretante foi possível a formação de camada de compostos para todos os tempos de tratamento (1; 2; 2,5; 3 e 5 horas). As fases presentes são as mesmas para todos os tempos de tratamento e todas as amostras apresentaram endurecimento, como comprovado através de ensaios de microdureza.

2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

As amostras do aço inoxidável austenítico 316 foram cortadas na forma cilíndrica com altura de 10mm e diâmetro de 11mm, previamente recozidas, foram lixadas com lixas de granulometria 220, 360, 600, 1200 e 1500 em seguida foram polidas com pasta de diamante de 1 e 0,3 µm. Depois foram limpas com acetona em ultrassom, antes de serem colocadas na câmara de nitretação.

O sistema para a nitretação convencional consiste de uma fonte (tensão máxima 1500 V, corrente máxima 2A), uma câmara de vácuo cilíndrica montada verticalmente (40 cm de diâmetro e 40 cm de altura confeccionada de aço inoxidável). Utilizou-se a mesma câmara de nitretação convencional com a adição de uma gaiola catódica, confeccionada de aço inoxidável 316 com 0,8 mm de espessura, 112 mm de diâmetro, 25 mm de altura e furos de 8 mm de diâmetro uniformemente distribuídos, com distância de 9,2 mm entre centros de furos adjacentes [5]. O plasma é formado na gaiola catódica, que é o cátodo e não diretamente na superfície das amostras.

As condições de tratamento foram as seguintes: temperatura 773K, mistura nitretante de 80% N₂ / H₂ e fluxo de 20 sccm, duração de 1; 2; 2,5; 3 e 5 h e pressão de trabalho de 250 Pa.

A composição de fases e textura foi analisada usando difração de raios-X (DRX). As análises descritas foram realizadas usando linhas Cu K (comprimento de onda: 0.154 nm), operado em 40 KV em um instrumento DRX (Shimadzu, XRD-6000). A microscopia óptica foi usada para observar a morfologia e a espessura da camada nitretada. Finalmente, foi feito o perfil de microdureza para confirmar a espessura de camada e avaliar a sua uniformidade.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A nitretação do aço inoxidável austenítico quando realizada em temperaturas inferiores a 450 °C ocorre apenas a difusão intersticial do nitrogênio para a formação da fase “S” ou austenita expandida fase de elevada dureza e excelente resistência à corrosão. Quando a temperatura de nitretação é superior a 450 °C, além da difusão intersticial do nitrogênio na austenita e da decomposição da austenita expandida em fases mais estáveis, ocorre também a difusão substitucional, que facilita a formação dos nitretos de cromo [9]. A precipitação de nitreto de cromo ocasiona uma redução do teor de cromo da matriz e provocando a redução na resistência à corrosão.

Todas as amostras de aço AISI 316 nitretadas a 250 Pa, na temperatura de 500 °C apresentaram camada de compostos. Observa-se um aumento da espessura da camada com a temperatura, principalmente

para durações superiores a 2 horas. Como mostrado na figura 2. O que é compatível com a relação que indica que a espessura é diretamente proporcional a raiz quadrada do tempo.

Na figura 3 observa-se uma pequena variação na espessura de camada quando a duração de tratamento aumenta de 1 para 2 horas. Porque em 1 hora começa aparecer núcleos de crescimentos da camada e esta nucleação continua para 2 horas de tratamento, ou seja, neste intervalo de tempo a camada não cresce porque a nucleação está servindo apenas para completar uma camada contínua ao longo de toda a superfície da amostra, como podemos observar na figura 2. Por isso que a espessura continua praticamente constante. Só a partir de 2,5 horas de tratamento a camada tem um crescimento bem maior.

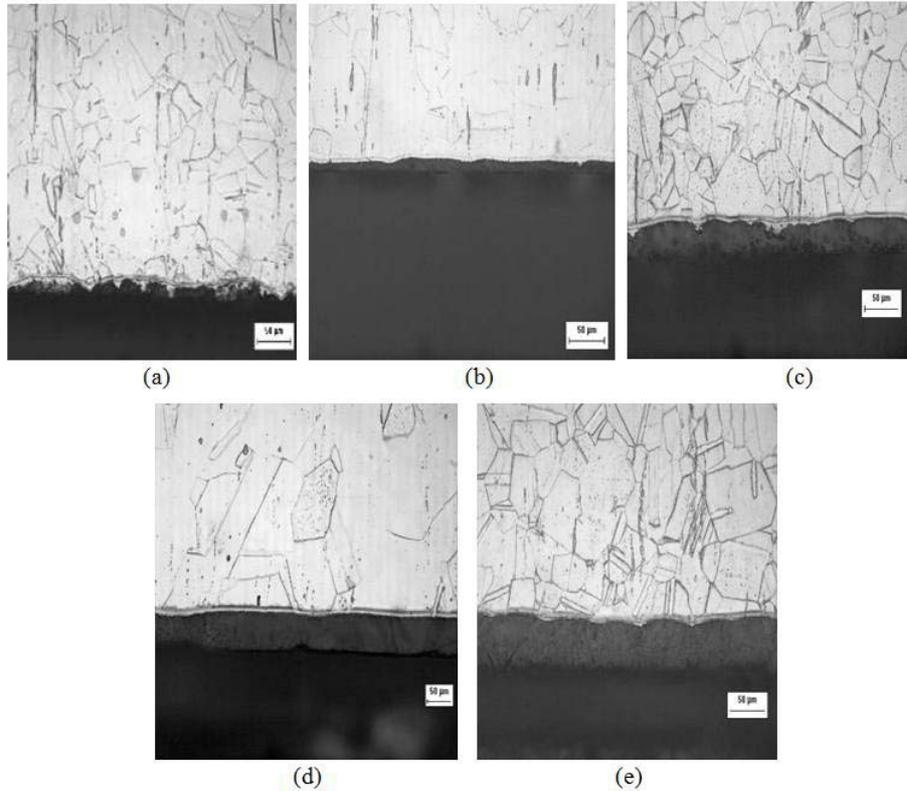


Figura 2: Micrografias das amostras nitretadas dentro da gaiola catódica a 773 K na pressão de 250 Pa durante (a) 1 hora, (b) 2 horas, (c) 2,5 horas, (d) 3 horas e (e) 5 horas.

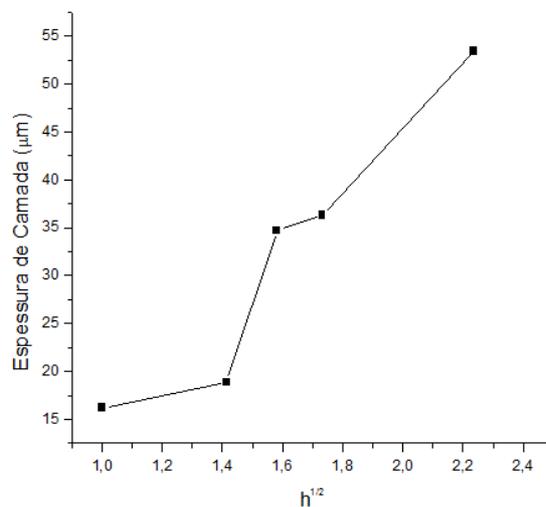


Figura 3: Gráfico da espessura de camada em função da raiz quadrada do tempo das amostras nitretadas dentro da gaiola catódica a 773 K na pressão de 250 Pa.

A tabela 1 apresenta a microdureza e espessuras de camadas para as amostras de aço AISI 316 nitretadas em gaiola catódica. A microdureza foi realizada com a carga de 100 gf, observa-se um aumento considerável na microdureza até mesmo para a amostra tratada durante 1 hora quando comparada com a amostra não tratada que possui dureza de 240 HV_{0,1}. E para as amostras nitretadas com duração maior ou igual a duas horas, a dureza foi superior a 1000 HV_{0,1}. Este aumento de microdureza deve-se principalmente à formação da austenita expandida, ou fase S, que é uma fase termodinamicamente metaestável supersaturada em nitrogênio.

Tabela 1: Microdureza e espessura de camada das amostras nitretadas a 250 Pa a 773 K e tempos diferentes.

| Duração da nitretação | Microdureza HV 0,1 | Espessura de camada (µm) |
|-----------------------|--------------------|--------------------------|
| 1 h | 633 | 16,2 |
| 2 h | 1094 | 18,9 |
| 2,5 h | 1234 | 31,6 |
| 3 h | 1243 | 36,3 |
| 5 h | 1290 | 53,4 |

A figura 4 mostra os perfis de microdureza obtidos com a carga de 25g, com o objetivo de confirmar a espessura de camada como também a sua uniformidade.

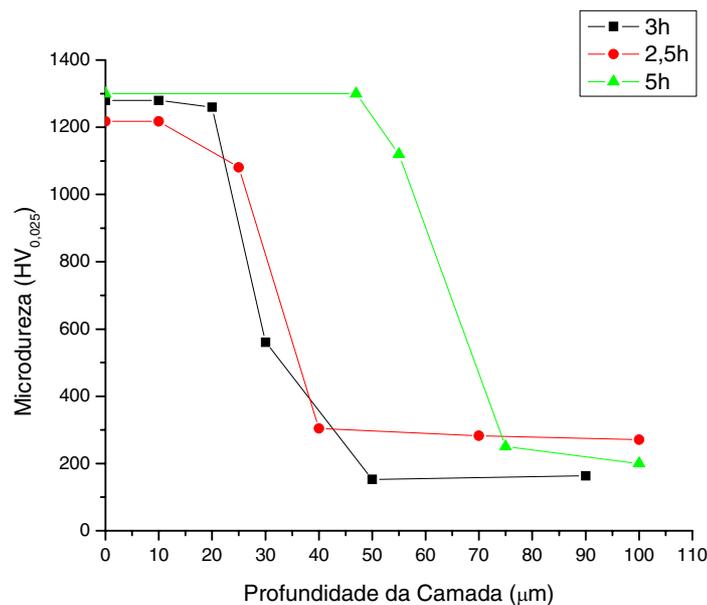


Figura 4: Perfis de microdureza das amostras nitretadas a 773 K na pressão de 250 Pa com diferentes durações de tratamento.

A figura 4 não apresenta os perfis de microdureza para as amostras nitretadas a 1 e 2 horas porque a espessura de camada é menor.

A figura 5 mostra os difratogramas das amostras nitretadas em gaiola catódica nas mesmas condições de tratamento, com diferentes durações de tratamento. Observa-se que as fases presentes são praticamente as mesmas. Para as amostras nitretadas durante 1 h, 2 h e 2,5 h foram observados picos relativos à fase austenítica (Fe-γ) do substrato [10]. Observa-se ainda a competição entre as fases ε (Fe₂₋₃N) e a solução sólida de nitrogênio em ferro (Fe_α(N)), onde a última desaparece à custa do crescimento da primeira, para maiores tempos de nitretação. O deslocamento para a esquerda nos picos relativos à fase Feγ ocorre devido à expansão da rede e conseqüente aumento do parâmetro de rede, provocada pela inserção do nitrogênio em solução, cujo teor aumenta com o tempo de nitretação. Observando o espectro para o tempo de

2,5 h, verifica-se uma forte queda na intensidade do pico de $Fe\gamma$, levando a crer que a concentração do nitrogênio seja superior ao limite de solubilidade, ocorrendo a formação da solução sólida supersaturada metaestável, denominada austenita expandida ou fase S. O aumento na intensidade dos picos de Fe_4N e o surgimento da fase S são responsáveis pelo aumento abrupto na espessura da camada nitretada.

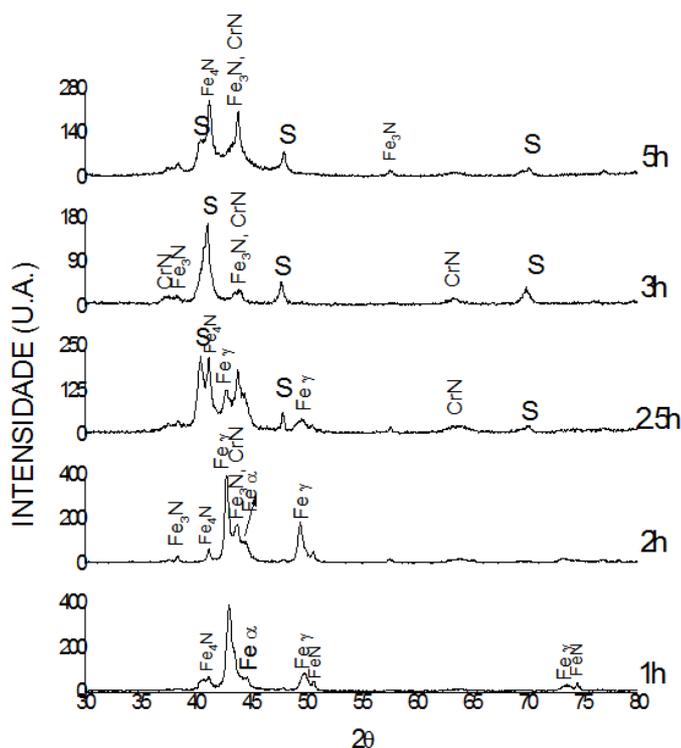


Figura 5 : Difratogramas das amostras do aço AISI 316 nitretadas em gaiola catódica a 250 Pa a 500 °C com diferentes durações de processo.

Os picos de nitreto de cromo só aparecem para as amostras nitretadas com tempos superiores a 3 horas porque a precipitação do nitreto depende não somente da temperatura de tratamento mas também da duração do tratamento [11], ou seja, mesmo para temperaturas superiores a 500 °C não ocorre a precipitação de nitreto de cromo se a duração do processo for muito pequena.

Sabe-se que o aumento na precipitação de nitreto de cromo tem como consequência a redução na presença da austenita expandida e aumento na intensidade dos picos de Fe_4N .

4 CONCLUSÃO

Podemos concluir que a nitretação em gaiola catódica é eficiente na modificação das propriedades superficiais do aço inoxidável austenítico AISI 316, mesmo para pequenas durações de tratamento. Obtendo-se elevada microdureza e praticamente as mesmas fases para tempos de nitretação a partir de 1 hora. Além disso, é possível a obtenção da austenita expandida a partir de 2,5 horas de tratamento, promovendo-se um significativo aumento na espessura da camada formada.

5 REFERÊNCIAS

- [1] ALVES JR., C., *Nitretação a plasma: Fundamentos e Aplicações*, Natal/RN: Brasil, 2001.
- [2] LI, C.X., GEORGES, J., LI, X.Y., “Active screen plasma nitriding of austenitic stainless steel”, *Surface Engineer*, v. 18, pp. 453-458, 2002.

- [3] LI, C.X., BELL, T., “Sliding properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel”. *Wear*, v. 256, pp. 1144-1152, 2004.
- [4] LI, C.X., BELL, T., “Corrosion properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel”, *Corrosion Science*, v. 46, pp. 1527-1547, 2004.
- [5] ALVES JR, C., DE ARAÚJO, F.O., RIBEIRO, K.J.B., DA COSTA, J.A.P., SOUSA, R.R.M., DE SOUSA, R.S., “Use of cathodic cage in plasma nitriding”, *Surface & Coatings Technology*, v. 201, 2450-2454, 2006.
- [6] LI, C.X., BELL, T., DONG, H., “A study of active screen plasma nitriding”, *Surface Engineer*, v. 18, pp. 174-181, 2002.
- [7] GEORGE, J., “TC plasma nitriding”, *Heat Treatment of Metals*, v. 28, pp. 33-37, 2001.
- [8] LI, C.X., BELL, T., “Principles, mechanisms and applications of active screen plasma nitriding”, *Heat Treatment of Metals*, v. 1, pp. 1-7, 2003.
- [9] BELL, T., “Surface engineering of austenitic stainless steel”, *Surface Engineering*, v. 18, n. 6, pp. 415-422, 2002.
- [10] FOSSATI, A., BORGIOLO, F., GALVANETTO, E., BACCI, T., “Glow discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment time”, *Surface and Coatings Technology*, v. 200, pp. 3511–3517, 2006.
- [11] LI, X.Y., THAIWATTHANA, S., DONG, H., BELL, T., “Thermal stability of carbon s phase in 316 stainless steel”, *Surface Engineering*, v. 18, n. 6, pp. 448–452, 2002.