

Nitretação iônica em gaiola catódica do aço inoxidável martensítico AISI 420

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

^I Centro Federal de Educação Tecnológica do Piauí, Departamento de Mecânica, 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: kleber_barros@yahoo.com.br, robertosilva@cefetrn.br, julio@dfte.ufrn.br, alvesjr@dem.ufrn.br

RESUMO

Amostras cilíndricas de aço inoxidável martensítico AISI 420 foram nitretadas ionicamente usando blindagens elétricas. Elas foram nitretadas nas temperaturas de 623, 673 e 773 K, durante 5 horas. Nessa técnica as amostras são colocadas num potencial flutuante, dentro de uma gaiola que blinda o potencial catódico. Um estudo sistemático foi realizado para avaliar a eficiência desta técnica sobre a eliminação do efeito de borda, quando comparado com a nitretação iônica convencional. As amostras nitretadas por essa nova técnica apresentaram taxa de nitretação, fases cristalinas e durezas, semelhantes às aquelas nitretadas convencionalmente. Porém, foi possível eliminar completamente os anéis de erosão, comumente existentes nas amostras tratadas convencionalmente, os quais surgem devido a efeitos de bordas.

Palavras chaves: Gaiola catódica aço inoxidável AISI 420, efeito de borda.

Martensitic stainless steel AISI 420 nitrided by cathodic cage technique

ABSTRACT

AISI 420 stainless steel samples have been nitrided by cathodic cage technique with addition of methane to reduce chromium nitride precipitation, increase hardness and wear resistance without presence of characteristic defects inherent to the ionic nitriding. Microhardness profile and X-ray analysis confirm formation of layer with high hardness constituted for two regions: one internal region composed for carbon and another composed for nitrogen.

Keywords: Cathodic Cage, stainless steel AISI 420, edge effect.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis são de grande uso na engenharia devido a sua alta resistência à corrosão, apresentando, no entanto, baixa resistência ao desgaste e reduzida dureza. Estas duas últimas propriedades são significativamente melhoradas através da nitretação iônica [1-3]. Como é conhecido, a nitretação do aço inoxidável austenítico a temperaturas superiores a 723 K produz elevadas resistência ao desgaste e dureza, mas a resistência à corrosão diminui sensivelmente devido a precipitação do nitreto de cromo e conseqüente redução do teor de cromo na matriz. Já quando a nitretação é realizada a temperaturas inferiores a 723 K é produzida uma fase supersaturada de nitrogênio na austenita denominada austenita expandida, ou fase S, de elevadas dureza e resistência ao desgaste associadas a uma excelente resistência à corrosão [4, 5].

Embora exista um grande número de trabalhos publicados sobre a nitretação do aço inoxidável austenítico, pouco tem sido divulgado sobre a nitretação do aço inoxidável martensítico [6].

Nesse trabalho tem-se como objetivo demonstrar a eficiência de um novo dispositivo desenvolvido no LabPlasma/UFRN [7], na nitretação iônica do aço inoxidável martensítico 420, possibilitando a obtenção de uma camada superficial espessa, de elevada dureza e sem o efeito de bordas [8, 9]. As elevadas durezas obtidas neste processo se devem ao surgimento de uma fase denominada martensita expandida [10], assim denominada em comparação com a austenita expandida.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado nesse estudo é o aço inoxidável martensítico 420 (ou VC 150, fornecido pela empresa Villares Metals) com a seguinte composição: 0,34% C; 0,45% Si; 0,46% Mn; 12,20%Cr; 0,26% Ni; 0,03% Mo; 0,01% W; 0,04% V; 0,03% Co; 0,07 Cu; 0,005 Al; 0,028 P; 0,029% S; 0,012% N.

As amostras foram usinadas com 9,5 mm de diâmetro e 10 mm de altura, sendo posteriormente recozidas (dureza 240 HV), temperadas em óleo (dureza 480 HV), lixadas com lixas 320, 400, 600 e 1200 mesh e polidas com discos de feltro usando abrasivos de alumina com 1.0 e 0.3 μm . Depois foram limpas com acetona, com agitação por ultrason, antes de serem colocadas na câmara de nitretação.

Na nitretação iônica em gaiola catódica utilizou-se o mesmo equipamento de nitretação convencional. A fonte de tensão é contínua e possui voltagem e corrente máximas de 1500 V e 2 A, respectivamente. À câmara de vácuo cilíndrica (Figura 1) com 30 cm de diâmetro e 40 cm de altura, confeccionada de aço inoxidável, foi adicionada um dispositivo denominado de gaiola catódica, confeccionada de folha de aço inoxidável austenítico AISI 316, com 0,8 mm de espessura. A gaiola possui 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. A amostra é colocada sobre um disco isolante de alumina conforme figura 1.

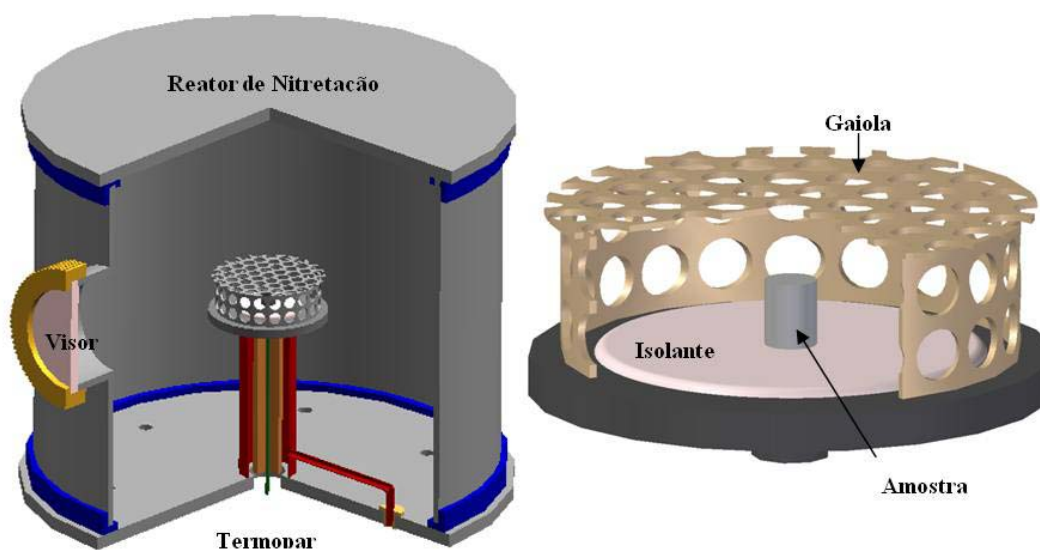


Figura 1: Vista em corte do reator de nitretação iônica, com a adaptação da gaiola catódica.

O plasma é formado na gaiola catódica, que funciona como cátodo (a parede da câmara é o ânodo) e não diretamente na superfície das amostras, que permanecem em potencial flutuante, posicionadas em uma superfície isolante.

Todas as amostras foram tratadas durante 5 horas. Para estabelecimento do efeito de cátodo oco (maior intensidade luminosa nos furos da gaiola), foi necessário fazer pequenas correções na pressão do gás de trabalho. Assim, para as temperaturas de 623K e 673 K foi utilizada a pressão de 250 Pa, enquanto para temperatura de 773K foi utilizada a pressão de 280 Pa. A atmosfera nitretante foi constituída de uma mistura de 80% N_2 + 20% H_2 num fluxo total de 20 sccm. Após a nitretação as amostras foram preparadas metalograficamente e atacadas com reagente marble.

A composição de fases e textura foi analisada usando difração de raios-X (DRX). As análises descritas foram realizadas usando linhas $\text{Cu K}\alpha$ (comprimento de onda: 0.154 nm), operado em 40 KV em um instrumento DRX (Shimadzu, XRD-6000). A microscopia óptica (Olympus BX60M) foi usada para observar a morfologia e espessura da camada nitretada. Finalmente, foi feito o perfil de microdureza para confirmar a espessura e uniformidade das camadas obtidas bem como a eliminação do efeito de bordas.

3 RESULTADOS

Na Figura 2 (a) tem-se a fotografia de uma amostra nitretada ionicamente na temperatura de 623 K, apresentando os anéis de erosão característicos do efeito de bordas. Na Figura 2 (b) tem-se a fotografia de uma amostra nitretada ionicamente utilizando a gaiola catódica, com a qual as superfícies das amostras tratadas apresentam uma coloração uniforme em toda a sua extensão.

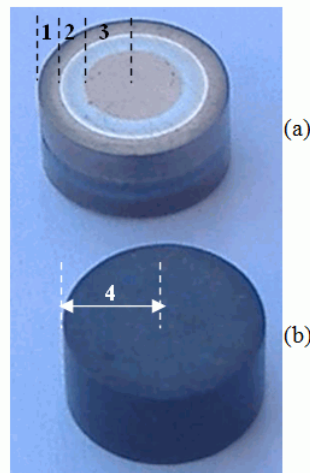


Figura 2: Fotografias do aço AISI 420, apresentando anéis de erosão quando tratado convencionalmente (a), e sem efeito de borda quando tratado em gaiola catódica (b).

Esta uniformidade demonstra a eliminação do efeito de bordas, fato confirmado pelas medidas de microdureza tomadas ao longo da superfície das amostras, conforme perfil radial apresentado na Figura 3.

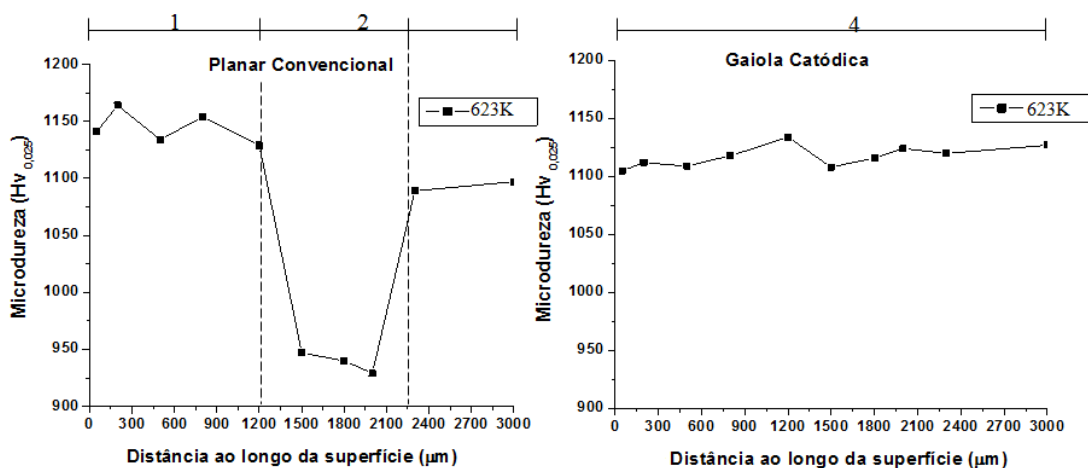


Figura 3: Perfil de microdureza radial ao longo da superfície das amostras, carga de 100 gf.

Observa-se que na Figura 3, para a amostra tratada convencionalmente (Planar), há um decréscimo da dureza na região “2”. Enquanto na borda e na região central a dureza fica em torno de 1100 HV; para a região do anel esse valor decresce para aproximadamente 900 HV. Isso ocorre porque átomos ejetados por sputtering (incidência oblíqua devido à borda) da região “1” formam uma nuvem sobre a região “2”, dificultando a interação do plasma nessa região [8]. Para a amostra blindada com a gaiola catódica, não foram observadas variações de durezas superiores a 50 HV, indicando a eficiência da técnica na eliminação dos efeitos de borda. Como nesse caso não há bombardeamento iônico diretamente na amostra, a nitretação ocorre a partir dos produtos formados nas paredes internas dos furos da gaiola (Fe-N, o CrN e o N⁺²) que se depositam uniformemente na amostra e depois são difundidos para o seu interior.

A Figura 4 apresenta micrografias das amostras nitretadas pela técnica da gaiola catódica e atacadas com o reagente marble. As espessuras das camadas obtidas para as temperaturas de 623, 673 e 773 K, foram respectivamente 30, 45 e 130 µm, semelhante aos resultados obtidos na nitretação iônica convencional, tanto nesse trabalho como por P. Corengia [11] e Pinedo [12].

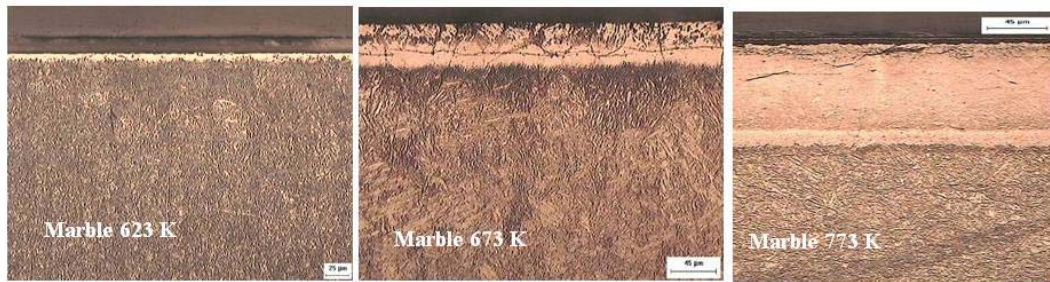


Figura 4: Micrografias das amostras nitretadas em gaiola catódica.

Diferenças microestruturais foram observadas, principalmente para as amostras nitretadas em 673K e 773K. Enquanto a primeira sugere a precipitação de uma segunda fase (parte escura), a última apresenta como uma única fase. De fato, medidas de microdureza no perfil em função da profundidade das camadas confirmam essa constatação (Figura 5).

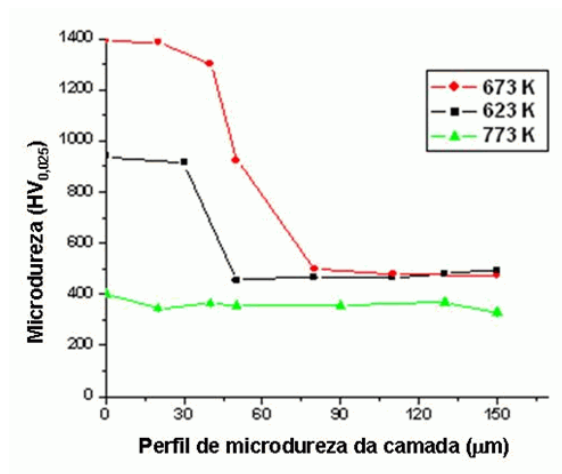


Figura 5: Perfil de microdureza da superfície para o núcleo das amostras, carga de 25 gf.

Verifica-se que os níveis de dureza das amostras nitretadas a 623 e 673K, apresentam uma acentuada redução com a profundidade, ao contrário da amostra nitretada a 773K, que teve baixos níveis de microdureza. A explicação desse baixo nível de dureza está na temperatura de revenimento desses aços. Uma vez que a temperatura de revenimento deve ser inferior a 693K, o uso de temperaturas superiores a esse valor leva a resultados igualmente deletérios para a nitretação. No entanto, quando nitretamos em gaiola catódica, a temperatura de 773 K, uma amostra que não foi previamente temperada apresentou dureza média de 1050 HV, destacando os grãos de ferrita, como mostrado na Figura 6.

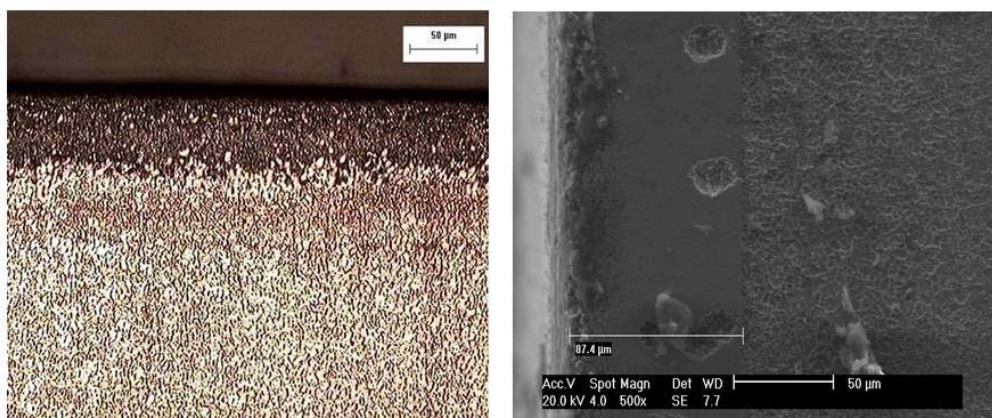


Figura 6: Imagens com ampliação de 500x da amostra não temperada nitretada em gaiola catódica na pressão de 250 Pa durante 5 horas, na temperatura de 773 K, (a) microscopia óptica e (b) MEV.

A Figura 7 apresenta os difratogramas de raios-X em incidência normal e em ângulo rasante. A amostra não tratada apresenta apenas dois picos de Fe – α em aproximadamente 44,9° e 64,6°. A amostra tratada a 623 K, não apresenta CrN em incidência normal; o CrN apresentado em incidência rasante confirma que o volume de CrN é insignificante, mostrando que à baixas temperaturas não ocorre a precipitação do nitreto de cromo, e predomina a fase ε - Fe₃N, apresentando também picos de Fe – α a aproximadamente 45° e 65°. Apresenta ainda dois picos de martensita expandida α_N . A amostra nitretada a 673 K, apresenta as mesmas fases presentes na amostra tratada a 623 K, sendo que ocorre a presença de picos de nitreto de cromo e a fase γ' - Fe₄N é mais intensificada. A amostra nitretada a 773 K, por sua vez, apresenta as mesmas fases, sendo o pico de Fe – α em 44,9° mais intenso.

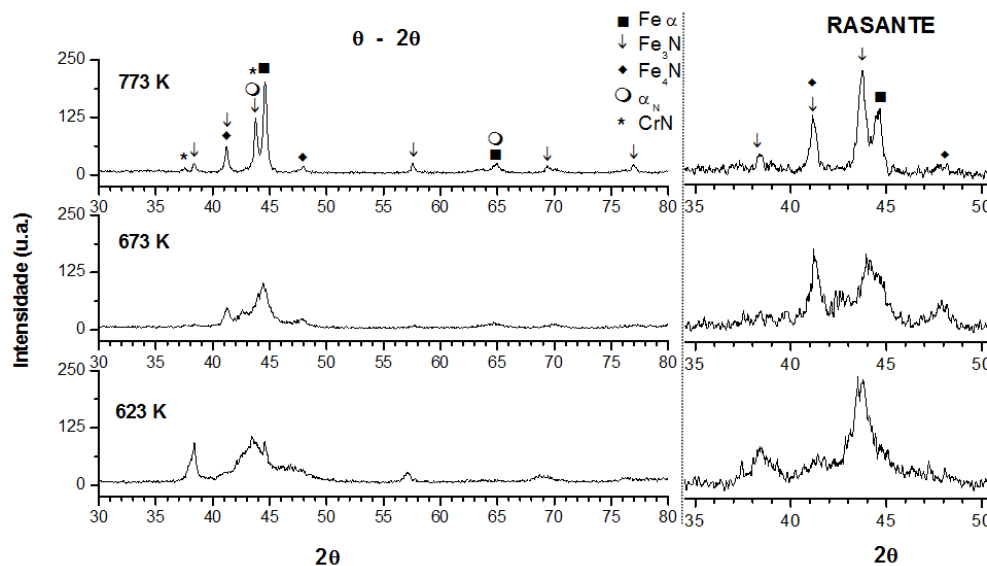


Figura 7: Espectro de raios-X das amostras tratadas em 623, 673 e 773 K.

4 CONCLUSÕES

Na nitretação iônica com gaiola catódica do aço inoxidável martensítico AISI 420 obteve-se camadas nitretadas com fases, taxa de nitretação e níveis de dureza semelhantes às obtidas usando o processo de nitretação iônica convencional. Porém, conseguiu-se eliminar uma grande limitação existente no processo convencional que é o surgimento de anéis de erosão, originados por variações do campo elétrico próximo às bordas das peças. Nesse trabalho a dureza máxima (1400 HV) da superfície foi obtida para a amostra tratada a 673 K. A amostra tratada a 773 K não apresentou endurecimento com a nitretação porque estava além da temperatura de revenimento recomendada, ocorrendo o coalescimento dos precipitados de Fe₃N promovendo o crescimento acentuado da estrutura e reduzindo a dureza. As fases presentes são as mesmas independentemente da temperatura, sendo que a amostra nitretada a 773 K apresenta uma redução de α_N (martensita expandida) e conseqüentemente um aumento de nitreto de cromo CrN. Pode-se concluir que a técnica gaiola catódica produz camada nitretada com mesmas propriedades (espessura, fases presentes e microdureza superficial) obtidas pela técnica convencional planar, porém eliminando totalmente o efeito de bordas.

5 BIBLIOGRAFIA

- [1] ZHANG, Z.L., BELL, T., *Surface Engineering*, v. 1, n. 2, pp. 131, 1995.
- [2] MENTHE, E., RIE, K.-T., *Surface Coatings Technology*, v. 199C, pp. 116–119, 1999.
- [3] CHENG, Z., LI, C.X., DONG, H., BELL, T., *Surface and Coatings Technology*, v. 191, pp. 195–200, 2005.
- [4] MENTHE, E., BULAK, A., OLFE, J., *et al.*, *Surface and Coatings Technology*, pp. 133–134, 259 – 263, 2000.

- [5] LI, C.X., BELL, T., “Corrosion properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel”. *Corrosion Science*, v. 46, pp. 1527-1547, 2004.
- [6] ALPHONSA, C.A., RAOLE, P.M., *et al.*, “A study of martensitic stainless steel AISI 420 modified using plasma nitriding”, *Surface and Coatings Technology*, v. 150, pp. 263–268, 2002.
- [7] ALVES JR., C., *at al.*, “Use of cathodic cage in plasma nitriding”, *Surf. Eng.*, v. 201, pp. 2450–2454, 2006.
- [8] ALVES JR., C., SILVA, E.F., MARTINELLI, A.E., “Effect of workpiece geometry on the uniformity of nitrided layers”, *Surf. Technol.*, v. 139, n. 1, pp. 1-5, 2001.
- [9] LI, C.X., GEORGES, J., LI, X.Y., “Active screen plasma nitriding of austenitic stainless steel”, *Surface Engineering*, v. 18, n.6, pp. 453-458, 2002.
- [10] KIM, S.K. YOO, J.S., PREIEST, J.M., FEWELL, M.P., “Characteristics of martensitic stainless steel nitrided in a low pressure RF plasma”, *Surface and Coatings Technology*, pp. 163–164, 380–385, 2003.
- [11] CORENGIA, P., YBARRA, G., MOINA, C., *et al.*, “Microstruture and corrosion behaviour of DC-pulsado plasma nitride AISI 420 martensitic stainless steel”, *Surface and Coatings Technology*, v. 187, pp. L63–69, 2004.
- [12] PINEDO, C.E., MONTEIRO, W.A., “On the kinetics of plasma nitriding a martensitic stainless steel type AISI 420”, *Surface and Coatings Technology*, v. 179, pp. 119–123, 2004.