

## **Nitretação iônica em gaiola catódica do aço ferramenta tipo AISI D2 para trabalho a frio**

Sousa, R.R.M.<sup>I</sup>; Mendes, M.L.M.<sup>I</sup>; Valadão, E.M.<sup>I</sup>; Brandim, A.S.<sup>I</sup>; Oliveira, M.D.<sup>II</sup>; ALVES Jr, C.<sup>II</sup>

<sup>I</sup>Centro Federal de Educação Tecnológica do Piauí, Departamento de Mecânica CEP: 64.000-040, Teresina, PI, Brasil.

e-mail: [romulorms@gmail.com](mailto:romulorms@gmail.com), [luisa2m@hotmail.com](mailto:luisa2m@hotmail.com), [etvaladao@click21.com.br](mailto:etvaladao@click21.com.br),  
[brandim@click21.com.br](mailto:brandim@click21.com.br)

<sup>II</sup>Labplasma, Departamento de Física – UFRN, Campus Universitário CEP: 59072-970, Natal, RN, Brasil.  
e-mail: [alvesjr@dem.ufrn.br](mailto:alvesjr@dem.ufrn.br), [mdoliveir@gmail.com](mailto:mdoliveir@gmail.com)

---

### **RESUMO**

Amostras cilíndricas do aço AISI D2 foram submetidas aos tratamentos térmicos de recozimento, têmpera e revenido e tratadas termicamente em baixas temperaturas para alívio de tensões. Em seguida foram nitretadas em gaiola catódica nas temperaturas de 400 e 480 °C durante 3 e 4 horas com objetivo de avaliar as melhores condições de tratamento para este material. Nessa técnica as amostras são colocadas num potencial flutuante, dentro de uma gaiola que blindava o potencial catódico. Um estudo sistemático foi realizado para avaliar a eficiência desta técnica na melhoria da dureza deste aço e sem o surgimento dos problemas comuns da nitretação iônica convencional como o efeito de borda. As amostras nitretadas por essa nova técnica apresentaram, para uma duração de tratamento bem inferior, espessuras de camadas, fases cristalinas e durezas, semelhantes às aquelas apresentadas na literatura para a nitretação iônica convencional. Observa-se que nas três condições de tratamento térmico, a condição de nitretação que apresentou maior espessura de camada de compostos foi para a duração de 3 horas na temperatura de 480 °C.

**Palavras-chaves:** Gaiola catódica, aço AISI D2, efeito de borda, dureza.

---

## **Plasma nitriding in cathodic cage of type AISI D2 tool steel for cold working**

### **ABSTRACT**

Cylindrical samples of type AISI D2 tool steel were submitted to the thermal treatments of annealing, quenching and tempering, as well as low temperature stress relieving. Then, they were nitrided in a cathodic cage at the temperatures of 400 and 480°C for 3 and 4 hours, to assess the best conditions of treatment for this material. In this technique the samples are placed on an insulating plate inside a cage that shields the cathodic potential. A systematic study was conducted to assess the efficiency of this technique in improving the hardness of the steel and without the appearance of the common problems of conventional ion nitriding, such as the edge effect. The samples nitrided using this new technique, for smaller treatment times presented layer thicknesses, crystalline phases and hardness comparable to those reported in the literature for conventional ion nitriding. It was found that nitriding for 3 hours at 480 °C resulted in a thicker compound layer, among the 3 nitriding conditions tested.

**Keywords:** cathodic cage, steel AISI D2, edge effect, hardness.

---

## **1 INTRODUÇÃO**

Os aços para trabalho a frio da série D (Die steels) são de alto teor de cromo e alto teor de carbono, possuindo elevada resistência ao desgaste (associada à presença de carbonetos de cromo) e baixíssima distorção no tratamento térmico, sendo também chamados de aços “indeformáveis”. O aço desta série mais utilizado é o D2. São utilizados em matrizes para corte, estampagem, embutimento, em pentes para laminação de roscas, punções, calibres, mandris, lâminas para corte a frio e fiação para trefilação [1]. O alto teor de molibdênio (Mo) confere a este aço uma boa resistência ao amolecimento pelo calor. Entretanto, a tenacidade deste aço é fortemente dependente da distribuição dos carbonetos eutéticos tipo  $M_7C_3$ . Esta

dependência é de particular importância à medida que a dimensão do material de partida deve ser adequada à dimensão final da ferramenta, principalmente quando a matéria prima é proveniente de material cortado em distribuidores [2]. Como em todos os aços hipereutetóides, a resposta ao tratamento térmico é excepcionalmente influenciada pelas condições de austenitização, que definem a quantidade de carbono e elementos de liga dissolvidos na austenita e presentes sob a forma de carbonetos, além, evidentemente, do tamanho de grão austenítico.

Assim, a temperabilidade, a quantidade de austenita retida e o comportamento no revenimento, (e, conseqüentemente, as propriedades da ferramenta) são fundamentalmente alterados pelos parâmetros de austenitização.

Observadas estas limitações, informações como dureza e seu comportamento no revenimento podem ser obtidos das curvas de revenimento.

Fornecido no estado recozido, com dureza máxima de 255 HB o aço AISI D2 tem composição química básica: Fe-1,55%C-12,0%Cr, com adições dos elementos de liga Mo e V da ordem de 1,0% para melhorar a resposta ao revenimento. Sua seqüência de solidificação se inicia pela formação da austenita ( $\gamma$ ), com o líquido sofrendo uma reação eutética para:  $\gamma + M_7C_3$  [1, 2, 3]. Os carbonetos eutéticos são os principais responsáveis pela elevada resistência ao desgaste deste aço. Com o trabalho mecânico a quente nos lingotes, a estrutura de carbonetos eutéticos é quebrada, sendo a intensidade desta quebra proporcional ao grau de deformação. Com isto, quanto maior o grau de deformação maior será a intensidade de quebra da rede e, portanto, menor será o tamanho final dos carbonetos e melhor será a sua distribuição [3]. Esta redistribuição de carbonetos é responsável pela forte anisotropia de propriedades entre as direções longitudinal e transversal das barras.

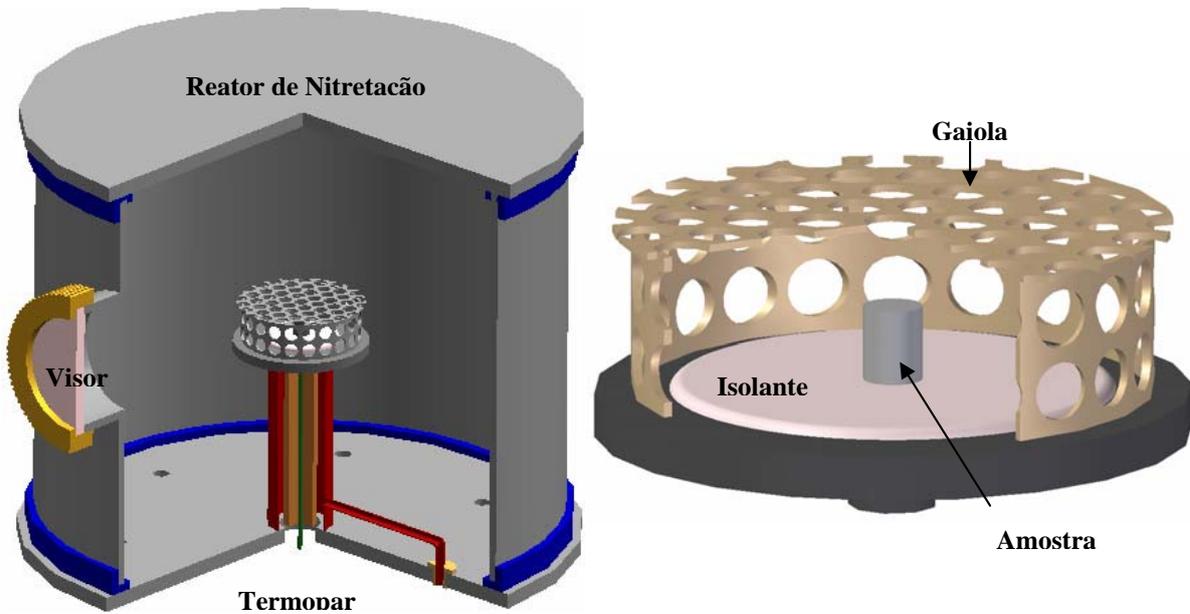
A estrutura consiste em martensita revenida e no núcleo carbonetos de cromo. A estabilidade da estrutura do núcleo se deve a escolha da temperatura de nitretação em torno de 20-30 °C abaixo da temperatura de revenido. A espessura da camada de compostos para a nitretação 510 °C durante 26 horas está na faixa de 5-12  $\mu$ m e espessura total da camada em torno de 70  $\mu$ m. O aumento na espessura da camada de compostos é acompanhado do aumento na porosidade. Este aumento de porosidade na zona de difusão deve-se principalmente a presença de carbonetos de cromo. Os difratogramas de raios-X, para a mostra nitretada a 510 °C durante 26 horas mostram que a camada consiste principalmente de  $\epsilon$ -carbonitreto ( $Fe_{2-3}N$ ), e de aproximadamente mesma quantidade de  $\gamma'$ - $Fe_4N$ . A microdureza medida com a carga de 100 gf ficou em torno de 1280 HV [4].

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado nesse estudo é o aço para trabalho a frio AISI D2 com a seguinte composição: 1,50% C; 0,30% Mn; 12,0%Cr; 0,95% Mo; 0,90% V.

As amostras foram usinadas com 31,8 mm de diâmetro e 5 mm de altura, sendo posteriormente recozidas (dureza 220 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  $\mu$ m. Depois foram limpas com acetona, com agitação por ultrassom, antes de serem colocadas na câmara de nitretação.

Na nitretação iônica em gaiola catódica utilizou-se o mesmo equipamento de nitretação convencional [5]. A fonte de tensão é contínua e possui voltagem e corrente máximas de 1500 V e 2 A, respectivamente. A câmara de vácuo cilíndrica (fig. 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.

As amostras foram tratadas termicamente (recozimento, tratadas termicamente na temperatura de revenimento máximo, temperadas e revenidas) e em seguida foram nitretadas em gaiola catódica, como indicado na Tabela 1. A atmosfera nitretante foi constituída de uma mistura de 80% N<sub>2</sub> + 20% H<sub>2</sub> num fluxo total de 20 sccm. Após a nitretação as amostras foram preparadas metalograficamente e atacadas com o reagente nital.

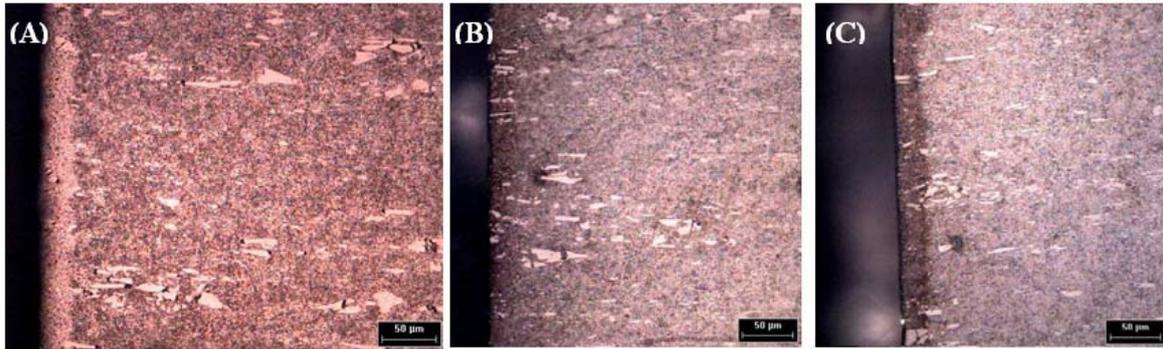
**Tabela 1:** Condições de tratamento prévio e de Nitretação em Gaiola Catódica

Tratamento Térmico	Meio de resfriamento	Temperatura (°C)	
Recozimento	Ar	700	
Têmpera	Óleo vegetal	1050	
Tratadas termicamente na temperatura de revenimento máximo	Ar	300	
Revenido	Ar	300	
NITRETAÇÃO			
Temperatura (°C)	Tempo (h)	Pressão (Pa)	Atmosfera
400; 480	3; 4	250	80 %N <sub>2</sub> / H <sub>2</sub>

A composição de fases e textura foi analisada usando difração de raios-X (DRX). As análises descritas foram realizadas usando linhas 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 [6, 7].

### 3 RESULTADOS

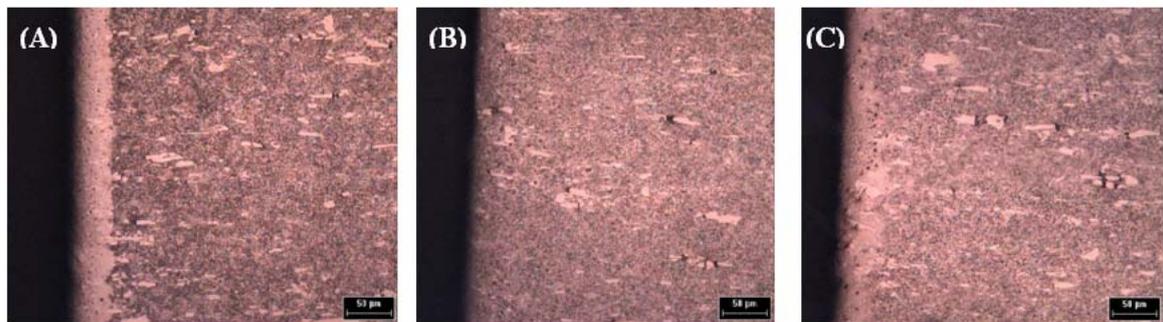
As Figuras 2, 3 e 4 apresentam micrografias ópticas do aço D2 nitretado após tratamento térmico prévio. A Figura 2 apresenta as micrografias das amostras recozidas e nitretadas nas diversas condições de tempo e temperatura.



**Figura 2:** Micrografias das amostras do aço AISI D2 recozidas e nitretadas em condições variadas de temperatura e tempo, (A) 3 h 480°C, (B) 4 h 480°C e (C) 4 h 400°C.

As amostras recozidas nitretadas durante 4 horas (400 °C e 480 °C) não apresentaram zona de compostos. Destaca-se nestas amostras umas partes mais escuras, próximas à superfície, que corresponde à zona de difusão. E para as três amostras, os carbeto de cromo oriundos do substrato continuam presentes.

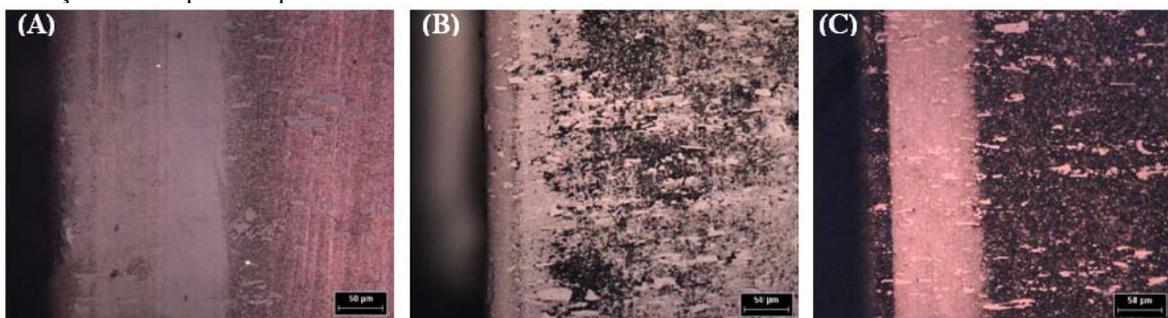
Na Figura 3 têm-se as amostras tratadas termicamente na temperatura de revenimento máximo, nitretadas em gaiola catódica nas diversas condições de tempo e temperatura.



**Figura 3:** Micrografias das amostras do aço AISI D2 revenidas e nitretadas em condições variadas de temperatura e tempo, (A) 3 h 480°C, (B) 4 h 480°C e (C) 4 h 400°C

Para as amostras tratadas termicamente na temperatura de revenimento máximo, apenas a amostra nitretada durante 4 horas na temperatura de 480 °C não apresentou zona de compostos, sendo que a amostra nitretada a 4 horas a 400 °C apresentou uma camada de compostos fina.

A Figura 4 apresenta as micrografias das amostras temperadas e revenidas, nitretadas nas diversas condições de tempo e temperatura.

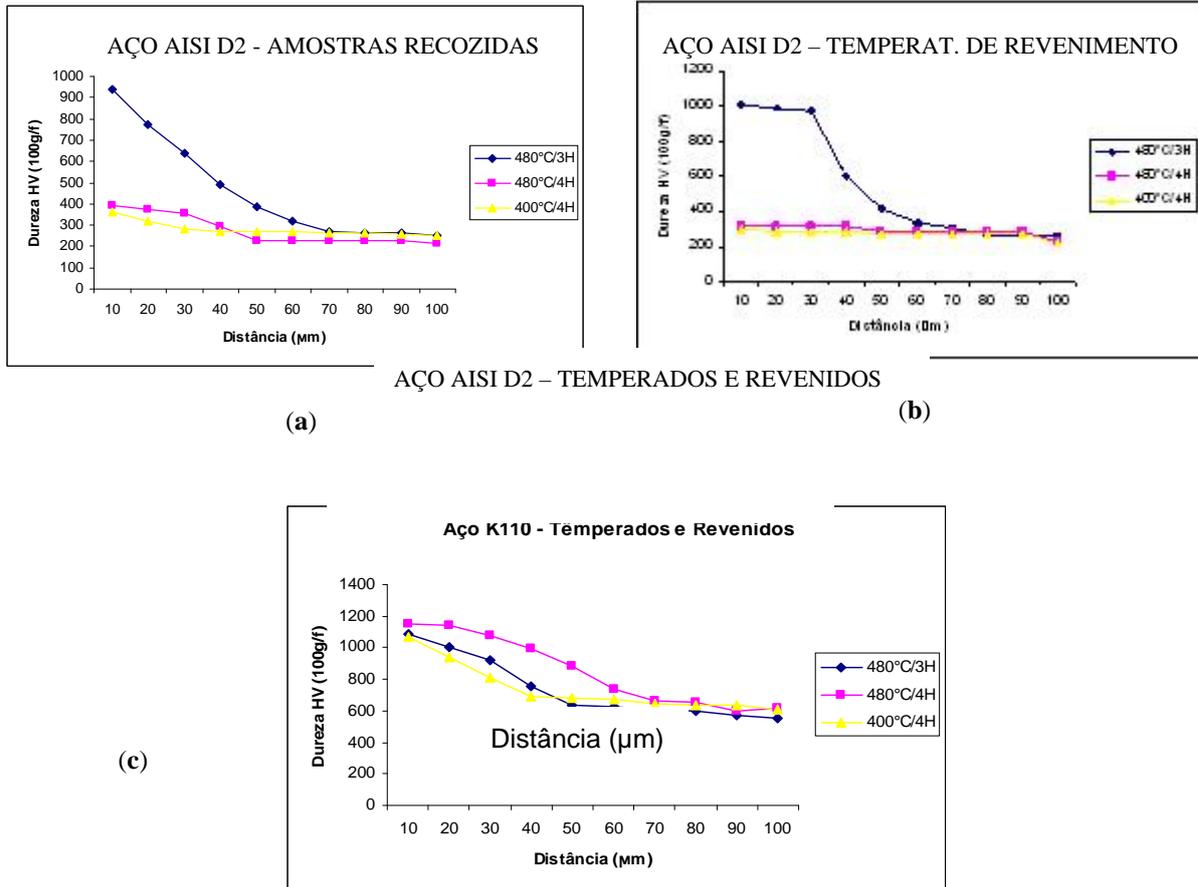


**Figura 4:** Micrografias das amostras do aço AISI D2 temperadas e revenidas, e nitretadas em condições variadas de temperatura e tempo, (A) 3 h 480°C, (B) 4 h 480°C e (C) 4 h 400°C.

Observa-se que nas três situações que a condição de nitretação que apresentou maior espessura de camada de compostos foi para a duração de 3 horas na temperatura de 480 °C, e a que apresentou menor espessura de camada foi a 4 horas a 480 °C. Este fato deve-se, provavelmente, ao grande teor de carbono e de cromo que favorece a formação de carbeto de cromo e a dificuldade da dissolução destes carbonetos para maiores durações de tratamento e em temperatura mais elevada, dificultando conseqüentemente a formação de nitretos de ferro e de cromo, que são os componentes que formam a camada de compostos.

Para as amostras temperadas e revenidas nitretadas a 3 H 480 °C e a 4 H 400 °C, o que aparentemente é camada de compostos deve ter na realidade influência de efeito térmico, pois a espessura é muito grande, atingindo até 268 µm. E foram estas as amostras que apresentaram uma menor variação entre a microdureza da camada nitretada e a microdureza do substrato, quando comparamos com as outras duas situações. Estas condições proporcionaram à maior microdureza, chegando a 1200HV.

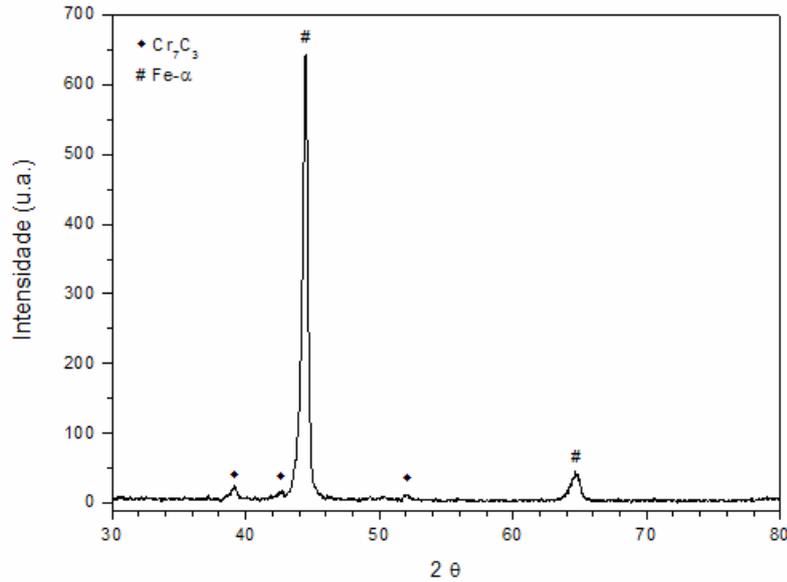
Os perfis de microdureza apresentados nas Figuras 5 confirmam a maior espessura de camada de compostos para as amostras nitretadas durante 3 horas na temperatura de 480 °C. Porque nas três condições de tratamento térmico prévio a microdureza é maior para as amostras nitretadas durante 3 horas na temperatura de 480 °C.



**Figura 5:** Perfil de Microdureza para as amostras do aço AISI D2 nitretadas e (A) Recozida; (B) Tratadas termicamente na temperatura de revenimento máximo e (C) Temperadas e Revenidas.

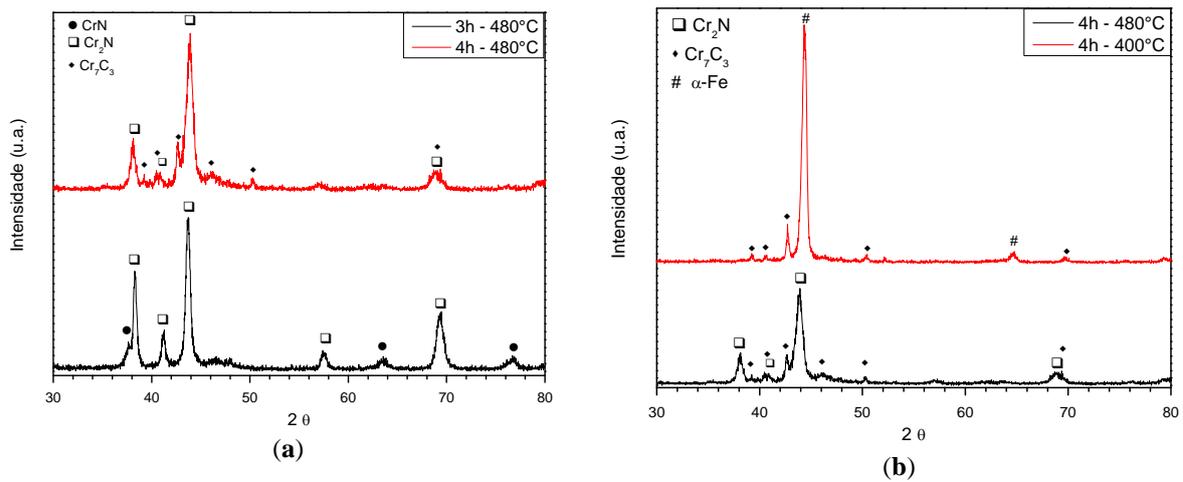
A Figura 5 (A) mostra que a amostra recozida e nitretada durante 3 horas a 480°C, apresenta uma espessura de camada em torno de 35 µm, já para a tratada termicamente na temperatura de revenimento máximo, a amostra nitretada durante 3 horas a 480°C, apresenta uma espessura de camada em torno de 45 µm. Na Figura 5 (C) observa-se uma menor variação entre a microdureza da camada nitretada e a microdureza do substrato, quando comparamos com as duas situações anteriores, embora apresente uma variação de aproximadamente 50% (de 600 para 1200 HV).

A Figura 6 apresenta os difratogramas do aço AISI D2 sem tratamento na condição recozida, apresentando apenas as fases carbeto de cromo e ferro alfa, em conformidade com o que já foi comentado por outros autores [8, 9].



**Figura 6:** Difratogramas do aço AISI D2 sem tratamento

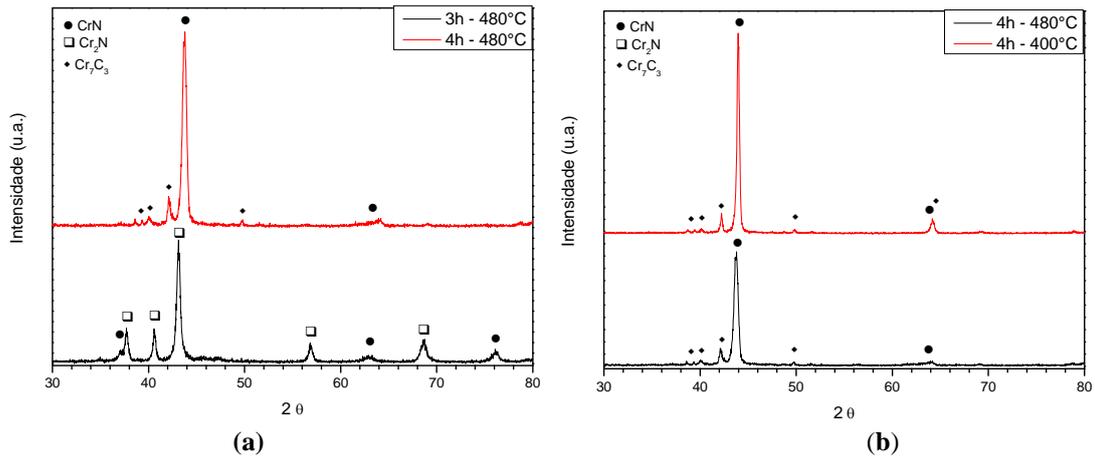
Na Figura 7 são apresentados os difratogramas das amostras recozidas e nitretadas: (A) apresentando a variação das fases com o tempo de tratamento e (B) com a temperatura.



**Figura 7:** Difratogramas das amostras recozidas e nitretadas: (A) analisando o aumento do tempo de tratamento e (B) o aumento da temperatura de tratamento.

Observa-se que apenas a amostra nitretada durante 3 horas na temperatura de 480 °C, amostra esta que apresentou a maior espessura na camada de compostos não apresentou a fase carbeto de cromo. Porque como ocorreu a dissolução dos carbeto de cromo a camada de compostos foi formada.

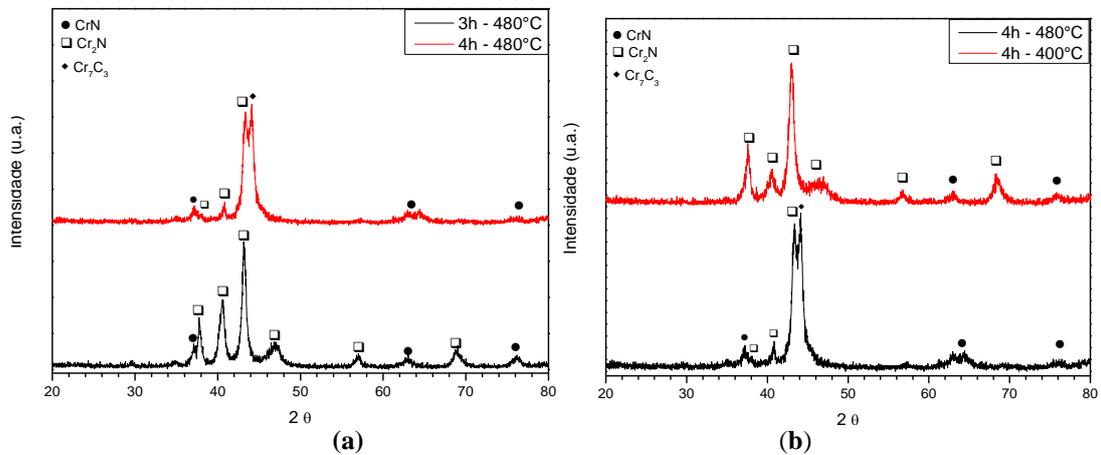
A Figura 8 apresenta os difratogramas das amostras tratada termicamente na temperatura de revenimento máximo e nitretadas: (A) apresentando a variação das fases com o tempo de tratamento e (B) com a temperatura.



**Figura 8:** Difratogramas das amostras tratada termicamente na temperatura de revenimento máximo e nitretadas: (A) analisando o aumento do tempo de tratamento e (B) o aumento da temperatura de tratamento.

Observa-se, novamente, que a única amostra que não apresenta a fase carbeto de cromo é a que foi nitretada durante 3 horas na temperatura de 480 °C. E a amostra nitretada durante 4 horas na temperatura de 400 °C, não apresentou mais a fase ferro alfa, do substrato, porque nesta condição houve a formação da camada de compostos.

A Figura 9 apresenta os difratogramas das amostras temperadas e revenidas e nitretadas: (A) apresentando a variação das fases com o tempo de tratamento e (B) com a temperatura.



**Figura 9:** Difratogramas das amostras temperadas e revenidas e nitretadas: (a) analisando o aumento do tempo de tratamento e (b) o aumento da temperatura de tratamento.

A amostra nitretada durante 3 horas na temperatura de 480 °C, não apresenta carbeto de cromo, apresentando apenas nitretos de cromo.

Observa-se que como as amostras temperadas e revenidas apresentaram camada de composto para todas as condições, de nitretação, de tempo e temperatura, então ocorreu a dissolução dos carbetos de cromo, por isso existe uma forte predominância dos nitretos de cromo, praticamente não aparece a fase carbeto de cromo nos difratogramas. Aparece apenas um pico de carbeto de cromo para a amostra nitretada durante 4 horas na temperatura de 480°C.

#### 4 CONCLUSÕES

A nitretação a plasma em Gaiola Catódica produz as mesmas propriedades em relação à nitretação a plasma convencional, eliminando os problemas comuns associados com o processo, especialmente, o efeito de bordas, proporcionando a formação de camadas uniformes [5].

As melhores condições para a nitretação em gaiola catódica do aço D2 foram: duração de tres horas na temperatura de 480 °C observa-se que nestas condições as amostras não apresentam a fase carbeto de cromo, predominando a fase nitreto de cromo responsável pela formação da camada de compostos.

A NGC proporcionou a formação de camadas de compostos para uma duração de tratamento muito menor quando comparado com a nitretação iônica convencional [4].

O aço D2 nitretado em gaiola catódica apresentou aumento substancial na microdureza, sem prejuízo na tenacidade, as fases presentes são: ferro alfa, nitretos de cromo e carbeto de cromo.

#### 5 AGRADECIMENTOS

Este trabalho recebeu apoio da FAPEPI e do fundo setorial de Infra-Estrutura(CT-INFRA) por intermédio do MCT/CNPq.

#### 6 BIBLIOGRAFIA

- [1] SILVA, A.L.V.C., MEI, P.R., *Aços e Ligas Especiais*, 2 ed. revisada e ampliada, São Paulo, Edgard Blücher, 2006.
- [2] FRANCO JÚNIOR, A.R., *Obtenção de Revestimentos Dúplex por Nitretação a Plasma e PVD-TiN em Aços Ferramenta AISI D2 e AISI H 13*, Tese de D.Sc., Escola Politécnica da Universidade de São Paulo/ Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, São Paulo, Brasil, 2003.
- [3] LYMAN, T., *Metals Handbook Metallography, Structures and Phase Diagrams*, 8 ed., Metals Park, ASM International, pp. 402-404, 1978.
- [4] DEVI, M.U., MOHANTY, O.N., “Plasma-nitriding of tool steels for combined percussive impact and rolling fatigue wear application”, *Surface and Coatings Technology*, v. 107, n. 1, pp. 55-64, August 1998.
- [5] ALVES C. Jr., ARAÚJO, F.O., RIBEIRO, K. J. B., COSTA, J. A. P., SOUSA, R. R. M., SOUSA, R. S., “Use of cathodic cage in plasma nitriding”, *Surface and Coatings Technology*, v. 201, n. 2, pp. 2450-245, December 2006.
- [6] SOUSA, R.R.M., ARAUJO, F.O., RIBEIRO, K.J.B., MENDES, M.W.D., COSTA, J.A.P., ALVES J.R., “Cathodic cage of samples with different dimensions”, *Materials Science and Engineering A*, v. 465, n. 1, pp. 223 – 227, September 2007.
- [7] SOUSA, R.R.M., ARAUJO, F.O., RIBEIRO, K.J.B., DUMELow, T., COSTA, J.A.P., ALVES J.R., “Ionic nitriding in cathodic cage of AISI 420 martensitic stainless steel”, *Surface Engineering*, v. 24 n. 1, pp. 52 - 56, 2008.
- [8] STOIBER, M., WAGNER, J., MITTERER, C., GAMMER, K., HUTTER, H., LUGMAIR, C. KULLMER, R., “Plasma-assisted pre-treatment for PACVD TiN coatings on tool steel” *Surface and Coatings Technology*, v. 174, pp. 687–693, September 2003.
- [9] MENDANHA, A., GOLDENSTEIN, H., PINEDO, C.E., TSCHIPTSCHIN, A.P., FRANCO Jr, A.R., “Principais parâmetros metalúrgicos e suas influências na qualidade e desempenho do aço para trabalho a frio AISI D2”, In: 6º Seminário da Cadeia de Ferramentas, Moldes e Matrizes, ABM, pp. 1-20, São Paulo, SP, 2008.