

# AValiação DA RESISTÊNCIA AO DEsgASTE DE Aços INOXIDÁVEIS ENDURECÍVEIS POR PRECIPITAÇÃO NITRETADOS

L.C. Casteletti<sup>1</sup>; F.A.P. Fernandes<sup>1</sup>; E.B. da Silva<sup>1</sup>; C.A. Picon<sup>2</sup>; G. Tremiliosi-Filho<sup>3</sup>

*Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, Aeronáutica e Automobilística - SMM, 13560-250; São Carlos, SP.*

*\* castelet@sc.usp.br*

<sup>1</sup>Escola de Engenharia de São Carlos – EESC-USP, São Carlos – SP.

<sup>2</sup>Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira – FEIS-UNESP, Ilha Solteira – SP.

<sup>3</sup>Instituto de Química de São Carlos – IQSC-USP, São Carlos – SP.

**ABSTRACT:** *Plasma nitriding is an effective treatment to increase surface hardness of stainless steel and may be performed in temperatures below than those used in conventional nitriding procedures, thereby avoiding the formation of chromium nitrides that would deteriorate the corrosion resistance of the material. The precipitation hardening stainless steels were developed after the Second World War as a result of the needs of aerospace industry, which needed materials resistant to corrosion at higher temperatures. In this work were produced a precipitation hardening Nb stainless steel and a PH 13-8Mo precipitation hardening stainless steels with Cu, for purposes of comparison in terms of production of nitrided layers and abrasive wear resistances. Nb proved to be an effective hardening precipitates former, with the hardness peak occurring after minutes of treatment. In both steels were obtained nitrided layers with good uniformity. The wear resistance of the nitrided Nb steel was much higher than that presented by the PH 13-8Mo nitrided steel.*

*Key words: plasma nitriding; stainless steel; precipitation hardening; wear.*

**RESUMO:** *A nitretação por plasma consiste num tratamento efetivo para o aumento das durezas superficiais dos aços inoxidáveis, podendo ser realizada em temperaturas inferiores às usadas nos processos convencionais, evitando assim a formação de nitretos de cromo, que prejudicariam a resistência à corrosão do material. Os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação foram desenvolvidos após a segunda Guerra Mundial em decorrência das necessidades da indústria aeroespacial, que necessitavam de materiais resistentes à corrosão em temperaturas mais elevadas. Neste trabalho foi produzido um aço inoxidável endurecível por precipitação com uso de e um aço comercial PH 13-8Mo endurecível por precipitados a base de Cu, para fins de comparação em termos de produção de camadas nitretadas e de resistências ao desgaste abrasivo. O Nb mostrou-se um eficiente formador de precipitados endurecedores do aço, com o pico de dureza ocorrendo em poucos minutos de tratamento. Nos dois aços obtiveram-se camadas nitretadas com boa uniformidade. A resistência ao desgaste do aço com Nb nitretado foi muito superior a do aço PH 13-8Mo também nitretado.*

*Palavras chave: nitretação a plasma; aço inoxidável; endurecimento por precipitação; desgaste.*

## 1. INTRODUÇÃO

A partir de 1945, em decorrência das necessidades das indústrias aeronáutica e aeroespacial, em termos da disponibilidade de aços inoxidáveis com resistência mecânica e à corrosão superiores as dos aços inoxidáveis tradicionais, aliadas a uma ductilidade adequada às operações de conformação necessárias, e facilidades de soldagem, foram realizadas

extensas pesquisas que resultaram na obtenção dos aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação, cuja martensita é do tipo substitucional, endurecida posteriormente por precipitados intermetálicos [1-3].

Os aços endurecíveis por precipitação são particularmente adequados a tratamentos de nitretação devido à existência de seus picos de endurecimento, que permitem o tratamento sem quedas acentuadas nas durezas dos substratos,

fator este fundamental para manter a integridade da camada produzida. As altas durezas superficiais conferidas às camadas nitretadas aumentam as resistências à fadiga e ao desgaste das peças, ampliando suas vidas úteis e a faixa de utilização. A nitretação iônica, devido à sua flexibilidade em termos de temperaturas de tratamento constitui-se na alternativa mais indicada nesse caso de tratamento [4-6]. A principal vantagem da nitretação plasma de aços endurecíveis por precipitação é atribuída à possibilidade de emprego de temperaturas inferiores à de envelhecimento do aço [7;8].

Este trabalho tem como objetivos avaliar e comparar a resistência ao desgaste por abrasão de dois aços endurecíveis por precipitação, o PH13-8Mo e outro com adição de Nb, nitretados por plasma em corrente contínua e pulsada.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Os aços foram obtidos por fundição, forjados e submetidos a tratamentos térmicos. As fundições foram realizadas em forno de indução a vácuo. Os lingotes foram forjados na faixa de temperatura de 1000-1100°C, com uma redução de área da ordem de 85%. Partindo-se das barras forjadas, foram confeccionados corpos de prova

para as etapas posteriores. Todas as ligas foram submetidas a tratamentos de solubilização durante 1,5h a 1100°C, com resfriamento em óleo.

As composições químicas nominais dos aços, em porcentagem peso, são apresentadas na Tabela 1. O aço PH13-8Mo foi usado para fins de comparação. No aço com Nb foi adicionado um teor desse elemento, como formador de precipitados, e cálcio visando melhorar as propriedades de impacto, pelo seu efeito na esferoidização das inclusões.

Para os exames metalográficos, foram utilizados procedimentos convencionais de lixamento e polimento, seguido de ataque químico com o seguinte reagente: 20ml HCl-100ml H<sub>2</sub>O-2,4g NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>. As fotomicrografias ópticas foram obtidas com auxílio da técnica de contraste de interferência. As microdurezas das camadas foram obtidas em um microdurômetro usando-se a escala Vickers.

As ligas foram nitretadas com o uso de corrente contínua e pulsada, em uma mistura gasosa composta por 80% de H<sub>2</sub> e 20% de N<sub>2</sub>. Para ambas as condições, foi empregada uma pressão de 6mBar a uma temperatura de 480°C por 3h. O ciclo empregado para o plasma pulsado foi de 75% e frequência de 2KHz.

**Tabela 1:** Composições químicas nominais dos aços produzidos (% em peso).

Liga	Elementos									
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Al	Nb	Ca	
PH13-8Mo	0,04	0,03	0,03	12,70	8,20	2,20	1,10	-	-	
Aço-Nb	0,04	0,03	0,03	12,00	6,00	2,20	-	2,00	0,1	

A Tabela 2 apresenta os parâmetros empregados na nitretação.

**Tabela 2:** Parâmetros empregados na nitretação por plasma.

Condição	Corrente (mA)	Tensão (V)	Ciclo
C.C	375	549	--
Pulsado	728	619	75%

A partir dos parâmetros usados, para o plasma pulsado, se obtém o tempo que o plasma permanece ligado e desligado ( $t_{on}=375\mu s$  e  $t_{off}=125\mu s$ ).

Os ensaios de abrasão foram do tipo pino sobre lixa 500, com corpos de prova cilíndricos, sendo que o disco girava com 50rpm e a cada 200 giros o corpo de prova era limpo e pesado com uma precisão de 0,0001g. A carga aplicada sobre o corpo de prova foi de 150g.

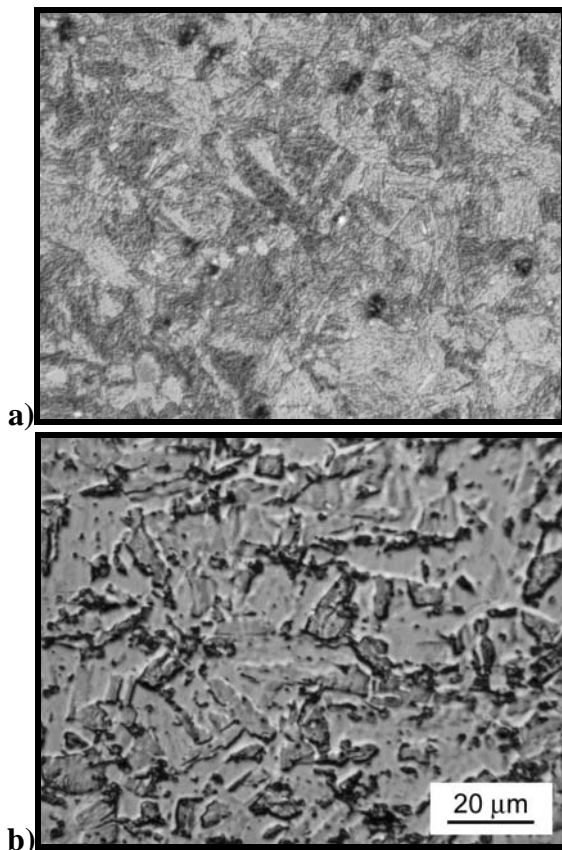
## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1 são apresentadas as micrografias, correspondentes às matrizes das ligas nos estados solubilizados. Verificam-se em ambos os casos a presença da estrutura martensítica do tipo "lath", responsável pelo acentuado endurecimento quando submetidas aos tratamentos posteriores de envelhecimento. Na

Tabela 3 são apresentados os valores de microdureza Vickers para os aços nitretados em plasma com corrente contínua e pulsada com 2KHz.

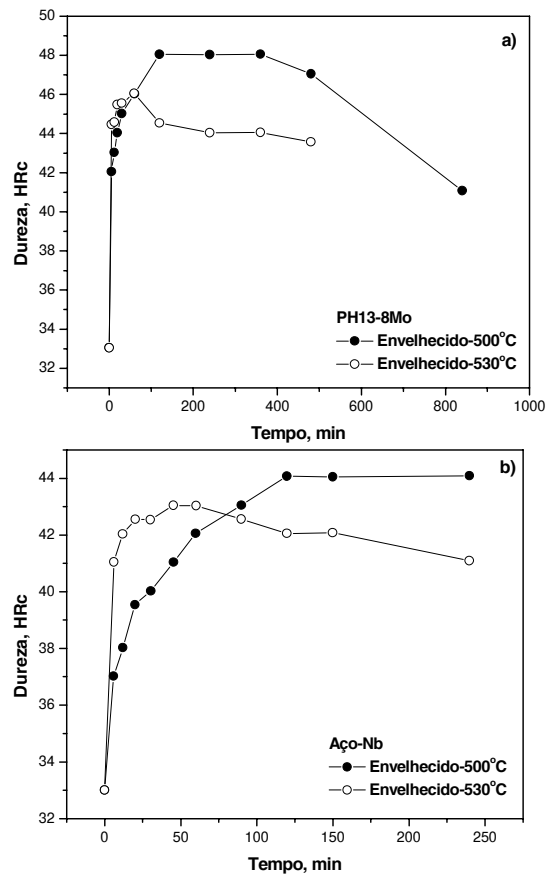
**Tabela 3: Durezas das camadas nitretadas (HV).**

Condição	Liga	
	PH13-8Mo	Aço-Nb
Solubilizada	327	310
Nit. C.C	780	792
Nit. Pulsado	815	725

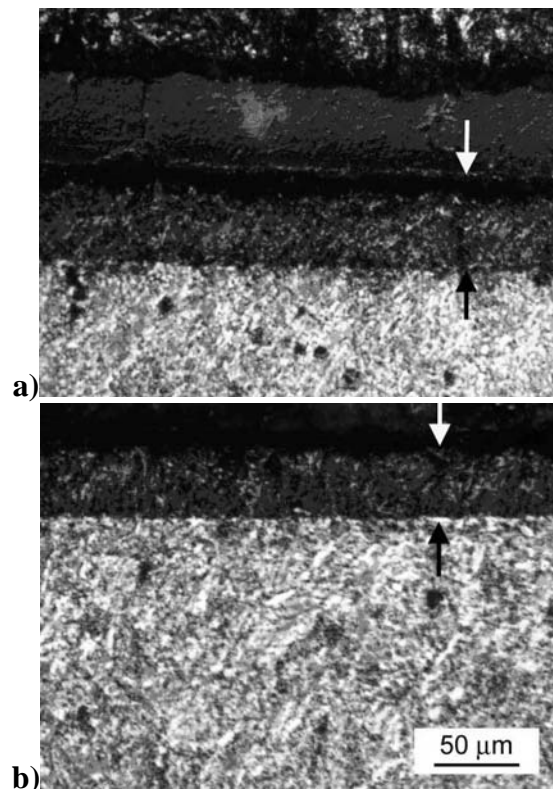


**Figura 1: Microestrutura das ligas estudadas: a) PH13-8Mo; b) Aço-Nb.**

Na Figura 2 são apresentadas as curvas de envelhecimento para os dois aços estudados, nas temperaturas de 500 e 530°C. Com base nessas curvas verifica-se a possibilidade de envelhecimento simultâneo à nitretação por plasma. Para o aço PH13-8Mo (Fig. 2a) se obtém uma dureza máxima de cerca de 48Rc para a temperatura de 500°C com um tempo de 120min. O Aço-Nb (Fig. 2b) apresentou dureza máxima de 44Rc, também a 500°C para um tempo de 120min de tratamento.



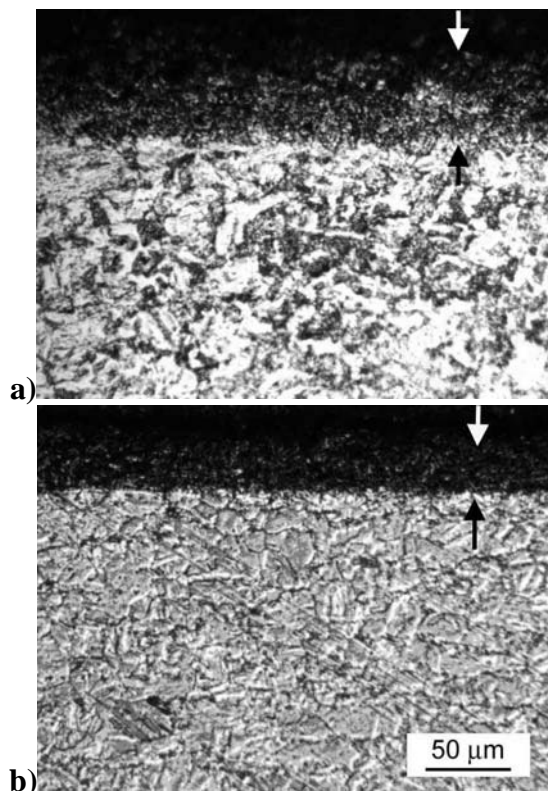
**Figura 2: Curvas de envelhecimento das ligas solubilizadas: a) PH13-8Mo; b) Aço-Nb.**



**Figura 3: Microestrutura do aço PH13-8Mo nitretado: a) cc; b) 2KHz.**

Na Figura 3 são apresentadas as camadas obtidas no aço PH13-8Mo por meio de plasma com corrente contínua e pulsada. As espessuras obtidas são semelhantes nos dois casos. O substrato constitui-se de martensita do tipo substitucional Fe-Ni como mostrado com maior detalhe na Figura 1a.

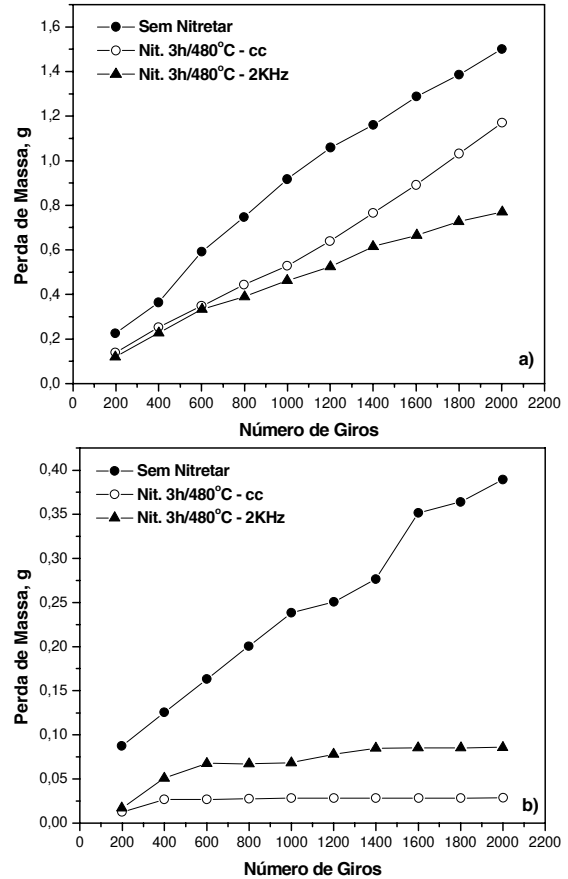
Na Figura 4 verifica-se a as camadas produzidas por plasma em corrente contínua e plasma pulsado para o Aço-Nb, que não fora previamente envelhecido. O envelhecimento foi realizado simultaneamente com o tratamento de nitretação, uma vez que as temperaturas de tratamento são semelhantes.



**Figura 4:** Microestrutura do Aço-Nb nitretado: a) cc; b) 2KHz.

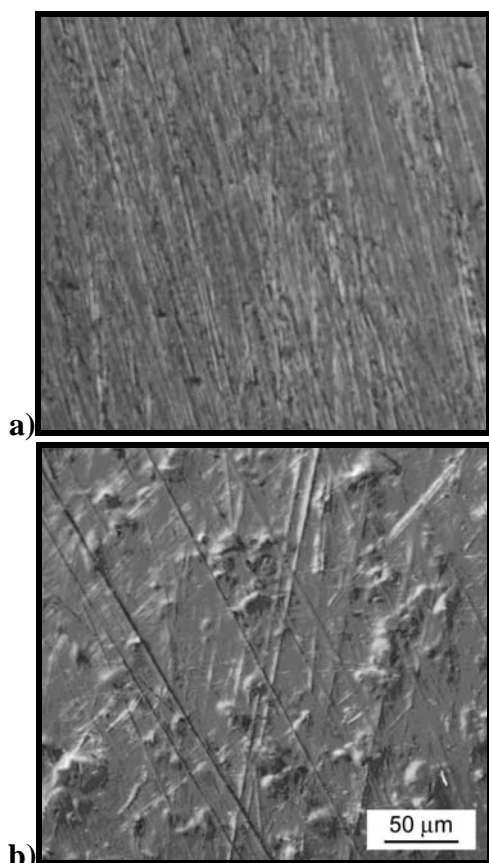
Na Figura 5 são apresentadas as curvas obtidas nos ensaios de desgaste para os dois aços em análise. Verifica-se que no caso do aço PH13-8Mo o tratamento de nitretação com corrente pulsada produziu uma grande melhora na sua resistência ao desgaste, porém no caso do tratamento com plasma com corrente contínua, apesar de apresentar uma resistência inicial superior, ocorre uma tendência de aproximação com a resistência do aço sem nitretar. Isto pode ser devido a uma maior fragilidade da camada, com as partículas de nitretos que se destacam da

mesma atuando como abrasivos adicionais. Já no caso do aço com Nb seu efeito no melhoramento da resistência ao desgaste foi extremo. Neste caso, ocorreu logo no início do ensaio uma estabilização da curva, indicando que o desgaste praticamente deixou de ocorrer.



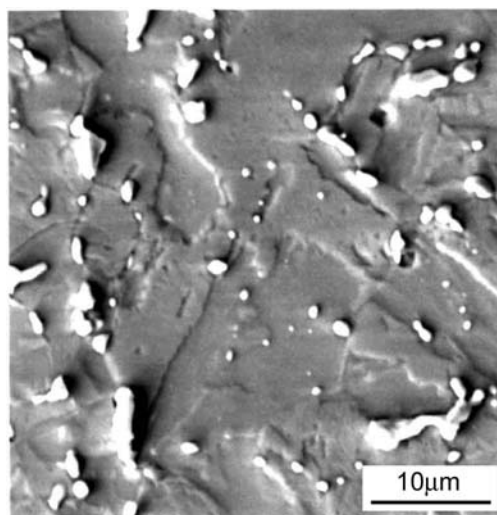
**Figura 5:** Curvas de desgaste por abrasão das ligas: a) PH13-8Mo; b) Aço-Nb.

Na Figura 6 são mostrados os aspectos superficiais das superfícies desgastadas. No caso do aço PH13-8Mo verifica-se uma superfície de desgaste típica de desgaste abrasivo, com seus riscos característicos. No caso do Aço-Nb a superfície apresenta-se com poucos riscos, polida em sua maior parte e com a presença de precipitados duros em relevo, que provavelmente apresentam dureza superior a do abrasivo da lixa usada e foram os principais responsáveis pelo desempenho excepcional ao desgaste. O tratamento com corrente contínua produziu uma camada que apresentou a melhor resistência ao desgaste abrasivo.



**Figura 6:** Superfícies após ensaio de abrasão das ligas: a) PH13-8Mo, b) Aço-Nb.

Na Figura 7 está apresentada a fotomicrografia eletrônica do aço com Nb, com a presença de precipitados semelhantes aos observados na Figura 6b.



**Figura 7:** Micrografia eletrônica do Aço-Nb.

Na Tabela 4 são apresentados os resultados de microsonda eletrônica realizada em alguns precipitados presentes nesse aço.

Por análise estequiométrica, os precipitados constituem-se provavelmente de fases de *Laves* do tipo  $Fe_2[Nb;Mo]$ . Pela análise das Figuras 6 e 7, pode-se relacionar a grande resistência ao desgaste desse aço com a presença desses precipitados microscópicos. Já o aumento de dureza com o envelhecimento está relacionado provavelmente aos precipitados desse tipo submicroscópicos.

**Tabela 4:** Composições químicas (% peso) de três precipitados presentes no aço com Nb.

Elementos	Fe	Nb	Cr	Ni	Mo	Si
<b>Precipitado 1</b>	41,9	27,7	7,0	3,3	16,8	2,1
<b>Precipitado 2</b>	40,5	33,8	6,4	3,1	13,3	1,7
<b>Precipitado 3</b>	43,2	30,4	6,7	3,2	13,6	1,8

#### 4. CONCLUSÕES

O Nb demonstrou ser um eficiente formador de precipitados endurecedores, provavelmente do tipo  $Fe_2[NbMo]$ , no caso do aço em estudo.

A nitretação com plasma pulsado produziu um aumento acentuado na resistência ao desgaste do aço PH13-8Mo, porém no caso do aço com Nb esse efeito foi extremo. Tendo ocorrido logo no início do ensaio uma estabilização da curva, indicando que o desgaste praticamente deixou de ocorrer. A superfície apresenta-se com poucos riscos, polida em sua maior parte e com a presença de precipitados duros em relevo, que

provavelmente apresentam dureza superior a do abrasivo da lixa usada e foram os principais responsáveis pelo desempenho excepcional ao desgaste. O tratamento com corrente contínua produziu uma camada que apresentou a melhor resistência ao desgaste abrasivo devido provavelmente à menor fragilidade da camada formada

#### 5. BIBLIOGRAFIA

- [1] FINE, M.E. Precipitation Hardening. *The Strengthening of Materials*, Reinhold P. Corp. (Chapman), New York, 1964, 250p.

- [2] DECKER, R.F. Alloy design, using second phases. *Metallurgical Transactions*, v.14, n.11, 1973.
- [3] ESFANDIARI, M.; DONG, A. Improving the surface properties of A286 precipitation-hardening stainless steel by low-temperature plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, v.201, p. 6189-6196, 2007.
- [4] CELIK, A. *et al.* Improvement on the fatigue strength of AISI 4140 steel by an ion nitriding process. *Surface and Coatings Technology*, v.72, p. 169-173, 1995.
- [5] COHEN, A. The influence of ion nitriding parameters on the hardness layer of 15-5PH stainless steel. *Thin Solid Films*, v.141, p. 53-58, 1986.
- [6] COHEN, A. The influence of the nitriding process on the dry wear resistance of 15-5PH stainless steel. *Wear*, v.108, p. 157-168, 1986.
- [7] DONG, A.; ESFANDIARI, M.; LI, X.Y. On the microstructure and phase identification of plasma nitrided 17-4PH precipitation hardening stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, v.202, p. 2969-2975, 2008.
- [8] SUN, Y.; BELL, T. Low temperature plasma nitriding characteristics of precipitation hardening stainless steel. *Surface Engineering*, v.19, p. 331-336, 2003.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a CAPES pela bolsa concedida ao autor F.A.P. Fernandes.