

Influência do tempo de pulso do gás nitrogênio na nitretação do aço inoxidável 316L

RESUMO

Andrey Matheus Vianna
andreyvianna@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

Euclides Alexandre Bernardelli
ebarnardelli@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

Marcio Mafra
mafra@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

Paulo Cesar Borges
pborges@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

Anna Carolina Sphair
Anna.sphair@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

OBJETIVO: O objetivo deste trabalho é estudar a influência da variação do potencial de nitrogênio na nitretação a plasma do aço inoxidável austenítico 316L. **MÉTODOS:** O controle do potencial de nitrogênio foi realizado pulsando o fluxo de nitrogênio, onde este permanecia 10 minutos ligado e 10 minutos desligado. Foram realizadas nitretações por 1, 2 e 4 horas a 400°C. As amostras foram caracterizadas por difração de raios-X, microscopia eletrônica de varredura, nanodureza e perfilometria óptica. **RESULTADOS:** Obtiveram-se os perfis de rugosidade e da dureza na camada nitretada, também foram realizadas medições e analisadas as fases presentes nas camadas formadas. **CONCLUSÕES:** Os resultados mostram que a rugosidade e a espessura de camada não foram influenciadas pelo pulso do nitrogênio e que a camada de compostos cresce por um mecanismo difusivo. Pelas análises de difração de raios-X observa-se uma menor expansão da austenita expandida formada nos ciclos com fluxo pulsado de nitrogênio, mostrando que esta possui uma menor quantidade de nitrogênio. O que implica em uma menor dureza superficial.

PALAVRAS-CHAVE: Nitretação. Plasma. Aço inoxidável.

1 INTRODUÇÃO

O aço inoxidável 316L possui alta resistência à corrosão, o que proporciona uma vasta gama de aplicações. A sua grande limitação é a baixa resistência mecânica e suas propriedades tribológicas. Por este motivo há cada vez mais estudos sobre tratamentos de superfície para adequar este material para uma dada aplicação. (LARISCH, 2009)

Dentre os tratamentos está a nitretação a plasma em baixa temperatura, cerca de 400°C, que produz uma camada nitretada de alguns micrometros de espessura, que aumenta a resistência mecânica, ao desgaste e à corrosão. A melhora destas características se deve a solução sólida do nitrogênio, ocorrendo assim a formação de uma fase metaestável chamada austenita expandida, γ_N , também chamada de fase S (XI, 2008). A nitretação a plasma do aço 316L nesta temperatura evita ou diminuiu consideravelmente a formação de nitretos de cromo, o que poderia diminuir sua resistência a corrosão (BERNARDELLI, 2010). A camada formada possui elevada dureza o que pode também aumentar sua fragilidade, ocasionando a formação de trincas (MENDES, 2014).

O objetivo deste trabalho é estudar a influência da variação do potencial de nitrogênio na nitretação a plasma do aço inoxidável austenítico 316L. Este estudo foi feito utilizando pulsos de nitrogênio durante a nitretação em intervalos de tempo pré-determinados.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado foi o aço inoxidável austenítico 316L trefilado, em barra de diâmetro de 1/2". A partir desta barra foram cortadas as amostras com 10 mm de comprimento e 1/2" de diâmetro, o corte foi feito por usinagem. Após o corte, as faces e a lateral das amostras foram lixadas e, em seguida, limpas em banho de ultrassom com álcool 98 GL por 5 minutos. As amostras foram polidas com solução aquosa de alumina de 1 μ m e, após, passaram novamente pela etapa de limpeza em banho de ultrassom com álcool 98 GL.

Na Tabela 1 são apresentados os parâmetros utilizados nas nitretações. Para a realização das nitretações por plasma foi utilizado o reator juntamente com fonte d.c. de onda retangular, que pertence ao LabPlasma da UTFPR. Os parâmetros t_{on} (corrente circulante), t_{off} (corrente nula) e T_{ap} (tensão), ajustáveis. A variável adotada para as nitretações foi tempo total de ciclo, contínuo ou pulsado, os demais parâmetros foram mantidos constantes.

Tabela 1: Parâmetros adotados para as Nitretações.

Temp. (°C)	t_{on} (μ s)	t_{off} (μ s)	Tap (V)	Fluxo (cm ³ /min)	Pressão (Torr)	Tempos de tratamento (horas)	Código
400±5	50±10	200	500	200 (25%N ₂ +25%H ₂ +50%Ar)	4	1, 2, 4 h (N ₂ contínuo) 1, 2, 4 h (N ₂ pulsado: 10/10 min)	1C, 2C, 4C 1P, 2P, 4P

Fonte: Autoria própria (2017)

Após as nitretações, as amostras foram caracterizadas por meio das seguintes análises: difração de raio-X para análise de fases; medição de camada no microscópio eletrônico de varredura (MEV), nanodureza e perfilometria óptica. As amostras destinadas ao MEV e a nanodureza foram cortadas

transversalmente, depois embrulhadas em fita de cobre e então embutidas. Após o embutimento, as amostras foram lixadas e polidas novamente.

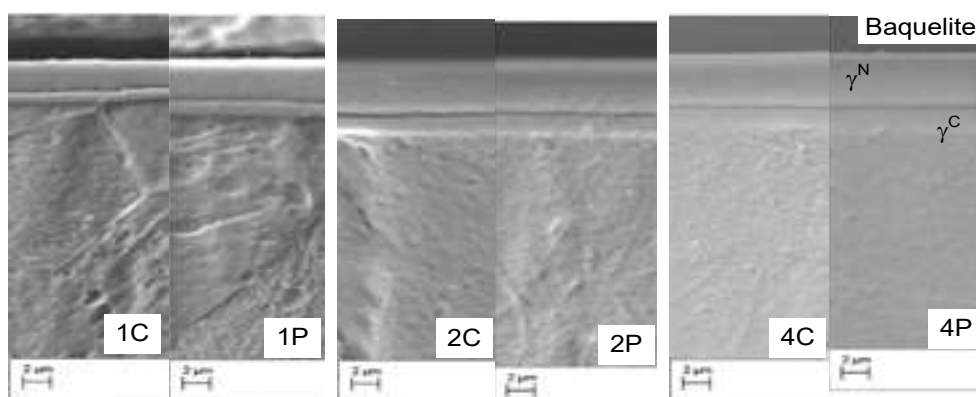
Foi necessário realizar o ataque químico, por setenta e cinco segundos, nas amostras destinadas ao MEV para revelar a camada formada pela nitretação e microestrutura do material, onde foi utilizado reagente Marble (4g CuSO₄ + 20ml HCl + 20ml H₂O).

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 CAMADA NITRETADA

Na Figura 1 são apresentadas as micrografias, onde é possível observar uma camada homogênea e regular. Os resultados das medições de camada são apresentados na Tabela 2. Estes valores são a média de 5 pontos. A espessura de camada cresce em função do tempo (LIANG, 2006), sendo a mesma tanto nos ciclos com fluxo contínuo de nitrogênio quanto com fluxo pulsado. Nos ciclos com fluxo pulsado, os 10 minutos com fluxo de nitrogênio são suficientes para que a camada continue crescendo mesmo nos 10 minutos sem fluxo de nitrogênio. Isto mostra que a camada cresce a partir da camada nitretada formada nos 10 minutos com fluxo de nitrogênio.

Figura 1. Micrografia das camadas nitretadas.



Fonte: Autoria própria (2017)

Tabela 2: Espessuras de camada

Amostra	1C	1P	2C	2P	4C	4P
Espessura da camada (μm)	4,2±0,1	5,1±0,1	6,4±0,3	6,5±0,4	8,1±0,7	8,0±0,5
Taxa de crescimento	4,2	5,1	4,4	4,6	4,0	4,0

Fonte: Autoria própria (2017)

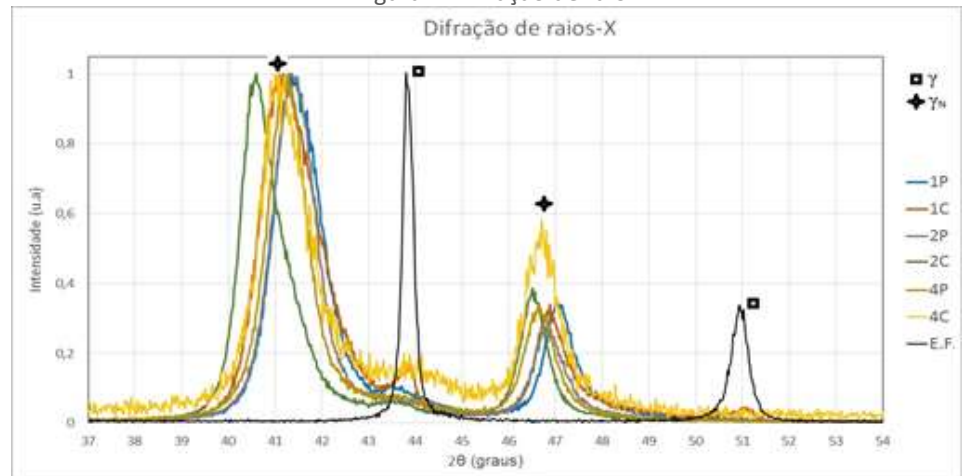
Observa-se pela Tabela 2 que a taxa de crescimento tende a diminuir, o que indica que o coeficiente de difusão também diminui com o tempo de tratamento. Segundo Mändl et al. (2003) o coeficiente de difusão na austenita expandida é menor para determinadas faixas de concentração de nitrogênio, o que diminui a taxa de crescimento.

3.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A Figura 2 mostra a difração de raios-X, observa-se que houve deslocamento dos picos de austenita (γ) para a esquerda, em comparação com a amostra de estado de fornecimento (E.F.), indicando a formação de austenita expandida (γ_N)(LARISCH, 2009). Não houve a formação de CrN, uma vez que a formação

deste composto é esperada para temperaturas superiores a 450°C (MENDES, 2014; MÄNDL, 2003). Nota-se que o deslocamento dos picos da austenita expandida nas amostras com fluxo pulsado tem uma tendência a estar mais à direita do que os picos das amostras de fluxo contínuo, indicando assim uma menor expansão, e conseqüentemente menor concentração de nitrogênio na austenita expandida das amostras com fluxo pulsado de nitrogênio.

Figura 2: Difração de raio-X



Fonte: Autoria própria (2017)

3.4 DUREZA

As medições de nanodureza, Figura 3, mostram que a dureza aumenta com o aumento do tempo de tratamento devido a maior concentração de nitrogênio na camada de austenita expandida (LARISCH, 2009). Mostram ainda que há uma tendência de que as camadas das amostras nitretadas com o fluxo pulsado de nitrogênio tenham menor dureza do que as das amostras que foram nitretadas com fluxo contínuo.

Figura 3: Medições de dureza

Profundidade (µm)		0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	1	1,4
Dureza (Gpa)	1P	11,2±0,5	11,4±0,5	11,6±0,5	11,4±0,7	10,4±0,5	7,6±0,9	6,1±0,5
	1C	12,1±1,7	12,8±1,0	12,7±1,0	11,9±0,8	10,3±1,0	7,5±0,7	5,9±0,5
	2P	11,4±1,0	11,5±0,8	11,9±0,8	11,9±0,6	11,5±0,6	8,6±0,6	7,0±0,3
	2C	11,4±2,4	12,1±1,9	12,9±1,8	12,8±1,2	12,6±1,2	10,5±1,2	8,5±0,6
	4P	12,0±0,8	12,2±0,8	12,3±0,7	12,5±0,7	12,6±0,7	11,5±0,7	9,5±0,5
	4C	12,1±1,4	12,5±1,2	13,0±1,0	13,2±1,0	13,3±0,8	12,7±0,5	10,3±0,7

Fonte: Autoria própria (2017)

3.3 PERFILOMETRIA ÓPTICA

Pela Tabela 3 observa-se que a amostra antes da nitretação possui um valor de S_{ku} maior que 3, indicando a presença de picos muito agudos, e o valor de S_{sk} é menor do que zero, o que mostra a presença de mais picos do que vales em relação a linha média. Os valores destes parâmetros diminuem em comparação com as amostras após a nitretação, isso se deve ao fato de que durante a nitretação, os picos agudos são os pontos preferenciais para o bombardeamento iônico, pois possuem maior energia livre. Isto faz com que os picos fiquem menos agudos após a nitretação. Comparando os valores de S_{ku} e S_{sk} entre as amostras nitretadas observa-se que estes ficam muito próximos, o que indica que não houve influência do pulso de nitrogênio na rugosidade das amostras.

Tabela 3: Parâmetros de rugosidade S_{sk} e S_{ku} obtidos.

Parâmetros	EF	1C	1P	2C	2P	4C	4P
S_{ku}	25,50	5,85	6,00	5,10	5,75	4,75	5,50
S_{sk}	-2,50	-0,22	-0,39	-0,42	-0,40	-0,48	-0,59

Fonte: Autoria própria (2017)

4 CONCLUSÕES

Com o fluxo pulsado de nitrogênio durante as nitretações houve o controle do potencial de nitrogênio na austenita expandida, controlando assim a dureza superficial da camada nitretada. Não houve influência do pulso de nitrogênio na rugosidade e na espessura da camada de austenita expandida.

Influence of nitrogen gas pulse time on 316L stainless steel nitriding

ABSTRACT

OBJECTIVE: The objective of this work is to study the influence of nitrogen potential variation on 316L austenitic stainless steel plasma nitriding. **METHODS:** The nitrogen potential control was realized pulsing the nitrogen flow, where it remained 10 minutes on and 10 minutes off. The nitriding were performed for 1, 2 and 4 hours at 400°C. The samples were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy, nano-hardness and optical profilometry. **RESULTS:** Roughness and hardness profiles were obtained in the nitrided layer, also measurements were taken and the phases present in the formed layer were analyzed. **CONCLUSIONS:** The results show that the roughness and the layer thickness were not influenced by the pulse of nitrogen and that the layer of compounds grows by a diffusive mechanism. The X-ray diffraction analysis shows a smaller expansion of the expanded austenite formed in the cycles with pulsed nitrogen flow, showing that it has a smaller amount of nitrogen. This implies a lower surface hardness.

KEYWORDS: Nitriding. Plasma. Stainless steel.

AGRADECIMENTOS

A Fundação Araucária pela bolsa de iniciação científica. A UTFPR pela disponibilização dos laboratórios.

REFERÊNCIAS

BERNARDELLI E.A. et al. Role of plasma nitriding temperature and time in the corrosion behaviour and microstructure evolution of 15-5 PH stainless steel. *Mettalic Materials*, Curitiba, v. 48, n. 2, p. 105-116, jan. 2010. Disponível em www.kovmat.sav.sk/full.php?rr=48&cc=2&ss=105. Acesso em 08 ago. 2017.

LARISCH B.; BRUSKY U.; SPIES H.J.. Plasma nitriding of stainless steels at low temperature. *Surface and Coatings Technology*, Freiberg, v. 116-119, p. 205-211, set 2009. Disponível em <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897299000845>. Acesso em 12 ago. 2017.

LIANG W.; JI S.; SUN J. Effect of nitriding time on nitrided layer of AISI 304 austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, Dalian, v.200, n.16-17, p.5067-5070, abr. 2006. Disponível em <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897205006407>.

Acesso em 09 ago. 2017.

MÄNDL S. et al. Nitrogen diffusivity in expanded austenite. *Surface and Coatings Technology*, Leipzig, v. 174-175, p.1191-1195, set/out 2003. Disponível em <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897203004547>. Acesso em 12 ago. 2017.

MENDES A.F. et al . Low-temperature plasma nitriding of sintered PIM 316L austenitic stainless steel. *Material Research*, São Carlos , v. 17, n. 1, p. 100-109, ago. 2014. Disponível em http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1516-14392014000700017&lng=en&nrm=iso. Acesso em 08 ago. 2017.

XI Y.T. et al.. Improvement of mechanical properties of martensitic stainless steel by plasma nitriding at low temperature. *Acta Metallurgica Sinica*, Xi'an, v. 21, n. 1, p. 21-29, fev. 2008. Disponível em <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1006719108600150?via%3Dihub>. Acesso em 07 ago. 2017.

Recebido: 31 ago. 2017.

Aprovado: 02 out. 2017.

Como citar:

VIANNA, A.M. et al. Influência do tempo de pulso do gás nitrogênio na nitretação do aço inoxidável 316L. In: SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DA UTFPR, 22., 2017, Londrina. **Anais eletrônicos...** Londrina: UTFPR, 2017. Disponível em: <<https://eventos.utfpr.edu.br/sicite/sicite2017/index>>. Acesso em: .

Correspondência:

Andrey Matheus Vianna

Avenida Presidente Affonso Camargo, número 849, Bairro Cristo Rei, Curitiba, Paraná, Brasil.

Direito autoral:

Este resumo expandido está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição-Não Comercial 4.0 Internacional.

