

Modificações microestruturais e tribológicas nos aços-ferramenta AISI H13 e DIN X100CrMoV 8-1-1 produzidas por nitretação a plasma

Microstructural and tribological modifications in AISI H13 and DIN X100CrMoV 8-1-1 tool steel produced via plasma nitriding

Guilherme Brandes Both

Engº de Materiais, Laboratório de Transformação Mecânica - UFRGS,
Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil
guilherme.both@ufrgs.br

Alexandre da Silva Rocha

Prof. Dr. Eng. , Laboratório de Transformação Mecânica – UFRGS
Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil
alexandre.rocha@ufrgs.br

Thomas Karl Hirsch

Prof. Dr. Ing., Stiftung Institut für Werkstofftechnik, Badgasteiner Strasse 3
28359, Bremen, Alemanha
hirsch@iwt-bremen.de

Resumo

Os aços-ferramenta AISI H13 e DIN X100CrMoV 8-1-1, de características e aplicações distintas, foram nitretados a plasma em atmosfera de baixa concentração de nitrogênio a 500°C com o objetivo de incrementar a resistência ao desgaste. Em seguida, foi feita uma avaliação de propriedades metalúrgicas nos aços antes e após a nitretação, e também foram feitos ensaios de desgaste. Os resultados demonstraram que a nitretação a plasma foi eficiente em aumentar a resistência ao desgaste dos dois aços. O estudo também demonstrou como as propriedades modificadas contribuíram neste sentido.

Palavras-chave: nitretação a plasma, desgaste, H13, DIN X100CrMoV 8-1-1.

Abstract

The tool-steels AISI H13 and DIN X100CrMoV 8-1-1, which are used for different applications, were plasma nitrided in a low concentration nitrogen atmosphere at 500°C in order to increase the wear resistance. Then, metallurgical properties of these steels before and after nitriding were evaluated, and wear tests were also performed. The results demonstrated that plasma nitriding successfully increased the wear resistance on both steels. This study also demonstrated how the modified properties contributed in this way.

Key words: plasma nitriding, wear, H13, DIN X100CrMoV 8-1-1.

1. Introdução

O desgaste de matrizes é um fenômeno tribológico que pode ser definido como a perda ou remoção progressiva de material da superfície atuante (gravura) da ferramenta. Pela mudança na topografia da matriz, o desgaste pode causar danos severos que levam a defeitos nos produtos e acabam provocando a falha da matriz (Kchaou *et al.*, 2010). Logo, desgaste e falhas de matrizes de forjamento não apenas

reduzem a vida útil das ferramentas, como também podem resultar em produtos com condições superficiais intoleráveis. A crescente demanda da indústria por menores custos, maior produtividade e melhor qualidade estão entre as justificativas para que se busquem maneiras de incrementar a performance de matrizes (Leskovsek *et al.*, 2009). Desgaste e fadiga são os dois principais fatores limitantes da vida útil de matrizes de forjamento a frio (Geiger e Falk, 2001). As falhas podem estar associadas à inadequação de variáveis como material, projeto e manufatura das matrizes, e aspectos da operação de forjamento (Ebara *et al.*, 2009).

A nitretação a plasma é um método de endurecimento superficial que pode ser empregado para aumento na resistência ao desgaste e a fadiga de superfícies metálicas (Berg *et al.*, 2000), e, portanto, pertinente para aplicação em matrizes. A técnica a plasma é especialmente interessante por possibilitar o controle preciso da microestrutura e das fases cristalinas da camada nitretada. A microestrutura resultante é a responsável pela mudança de propriedades, sendo que as principais associadas à resistência ao desgaste são a dureza, tenacidade e espessura da camada nitretada (Leite *et al.*, 2010).

Neste trabalho, foi investigada a resposta de dois aços-ferramenta distintos a um tratamento de nitretação a plasma específico. O tratamento escolhido teve como objetivo formar apenas a zona de difusão, sem a formação da camada de compostos. O aço H13 é amplamente utilizado em ferramental de forjamento a quente, e o aço DIN X100 CrMoV 8-1-1 é indicado para ferramentas de operações a frio. Foram avaliadas características dos aços que são necessárias para a sua aplicação em ferramentas de conformação, com ênfase nas propriedades tribológicas resultantes. Com isso, obtiveram-se conclusões a respeito de como as alterações provocadas no aço pela inserção do nitrogênio influenciaram nas propriedades superficiais e como isso alterou a resistência ao desgaste.

2. Materiais e Métodos

2.1. Substratos e Nitretação a plasma

Primeiramente foi avaliada a composição química dos aços em estudo. A composição química média dos aços AISI H13 e DIN X100CrMoV 8-1-1 está na Tabela 1 (dados obtidos por GDOES).

Tabela 1: composição química dos aços estudados (fração em massa).

Aço	C	Cr	Mn	Si	Mo	V
H13	0,387	4,9	0,326	0,935	1,214	0,871
DIN X100 CrMoV 8-1-1	1,109	8,445	0,359	0,901	1,592	1,547

As amostras foram obtidas a partir do corte de barras circulares e possuem as dimensões de 25,4mm de diâmetro e 6 mm de altura. Elas foram temperadas e revenidas até a dureza de 56 HRC para o H13 e 64 HRC para o DIN X100 CrMoV 8-1-1. Foram então polidas com pasta de diamante até a obtenção de uma superfície espelhada, e limpas com álcool isopropílico. A seguir, as amostras foram nitretadas a plasma. Um desenho esquemático do equipamento está na Figura 1. A câmara foi posta em baixo vácuo antes da abertura do plasma, na pressão de 8×10^{-2} mbar. O processo de nitretação teve início com a etapa

de *sputtering*, a qual tem por objetivo realizar a limpeza da superfície das amostras utilizando gás H₂ em baixa pressão por 10 minutos. O processo seguiu com a etapa de aquecimento das peças utilizando o gás inerte Argônio. Ao se atingir a temperatura de trabalho de 500°C (a temperatura foi monitorada por uma amostra instrumentada com um termopar), a mistura gasosa foi trocada para uma composta de 5% N₂ e 95% H₂ na pressão de 5 mbar, e o tempo de processo a partir daí foi de 6 horas. Após este período, as amostras foram resfriadas até a temperatura ambiente no interior da câmara sob vácuo. Esta sequência de processo bem como suas variáveis foi escolhida visando não formar a camada de compostos, apenas a zona de difusão. A presença da camada de compostos pode aumentar o desgaste em aços, caso ocorra a sua fratura e a liberação de partículas duras que irão atuar como abrasivos (Podgornik *et al.*, 1998). Outra razão pela qual foi escolhido este processo sem camada de compostos é a possibilidade da utilização destes aços nitretados como material base para deposição de revestimentos, o que é chamado de tratamento duplex. Uma camada de compostos frágil pode sofrer fratura na interface e assim prejudicar a adesão entre um revestimento aplicado e o substrato (Ma *et al.*, 2005).

2.2. Avaliação das propriedades metalúrgicas e tribológicas

Os aspectos metalúrgicos da nitretação foram avaliados através da microestrutura resultante, pela análise de fases e da composição química, pela medição de tensões residuais, da dureza e da rugosidade. Todos estes são fatores que influenciam no desgaste e no comportamento tribológico. Quanto ao comportamento dos materiais estudados, foi avaliada a morfologia de trincas (*crack behavior*) e o coeficiente de atrito e desgaste em contato deslizante.

A alteração na microestrutura foi observada com microscópio ótico em uma seção transversal das amostras nas condições originais e após a nitretação a plasma. As amostras foram cortadas, embutidas em baquelite, polidas e atacadas com nital 2% para revelar a microestrutura e as camadas nitretadas. Nesta mesma seção transversal foi traçado o perfil de microdureza a partir da superfície, com um microindentador do tipo Vickers e carga de 0,2 kg (2N). Foi realizada uma medição a cada 20 µm em direção ao núcleo da amostra, até uma profundidade de 400 µm. Foi tomado o cuidado de deixar um espaçamento lateral de 70 µm entre cada medição, a fim de evitar que elas interferissem entre si. A topografia das superfícies foi avaliada com o um rugosímetro e os valores de rugosidade expressos nos parâmetros Ra e Rz.

A análise de fases foi feita na superfície das amostras por difração de raios-X na geometria Bragg-Brentano (θ - 2θ) com uso de radiação de cobre ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$). A mesma radiação foi utilizada para medição das tensões residuais superficiais, através do método $\text{sen}^2\psi$. Neste método, um plano específico é selecionado e a distância interplanar é medida por uma geometria θ - 2θ convencional em diferentes medições variando o ângulo ψ , que é o ângulo formado entre o plano normal de difração e o normal à superfície da amostra. Assim, a tensão residual é calculada a partir da inclinação de uma plotagem linear entre a deformação da rede cristalina e $\text{sen}^2\psi$.

A morfologia de trincas foi observada pelo método de indentação Rockwell (HRC) como um indicativo da resistência da superfície. Embora seja mais comumente utilizado para avaliação da adesão de revestimentos, este método também pode ser utilizado na avaliação de superfícies nitretadas a plasma (Paschke *et al.*, 2010). Para uma medida comparativa da tenacidade da superfície, utilizou-se o método da

indentação Vickers. Neste teste, foram feitas indentações na superfície com carga crescente até a observação de trincas radiais.

Para avaliação da resistência ao desgaste foi utilizado um tribômetro do tipo pino-disco. O corpo de prova é um disco do material em teste; este disco realiza movimento rotatório em contato com o pino, que exerce carga sob a superfície e imprime nela uma trilha de desgaste (Figura 2). Durante a realização do ensaio, uma célula de carga mede a força no sentido horizontal no braço de apoio do pino, fornecendo o valor do coeficiente de atrito entre o pino e o disco em movimento. O resultado do ensaio é expresso como a taxa de desgaste k , que é dada pela equação (1), denominada equação de Archad (Hutchings, 1992).

$$k = \frac{\Delta V}{F_N * L} \quad (1)$$

onde V é o volume desgastado em mm^3 , F_N é a força normal aplicada e L é a distância de deslizamento total do ensaio. Para calcular o volume desgastado, a trilha foi medida com um perfilômetro. Como ponto de contato entre o corpo de prova e o pino, foi utilizada uma esfera de alumina de 6 mm de diâmetro; foram feitas duas trilhas de desgaste para cada condição de amostra: uma com diâmetro de 10 mm e distância total percorrida de 300 m e outra com diâmetro de 16 mm e distância total de 900m. Em ambas utilizou-se a rotação máxima do equipamento de 400 RPM, o que equivale a uma velocidade linear de 0,21m/s para a trilha interna e 0,33m/s para a trilha externa. Em ambas as trilhas a carga aplicada no pino foi de 10N.

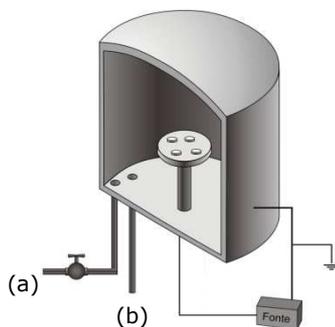


Figura 1: Esquema da câmara de nitretação a plasma. (a) entrada de gases, (b) saída para bomba de vácuo.

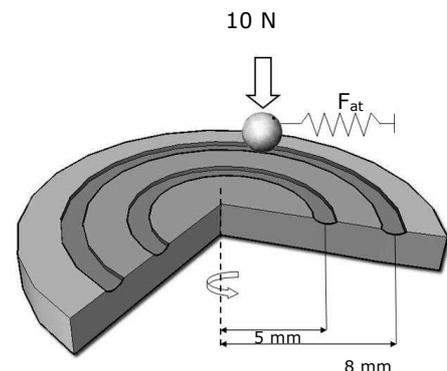


Figura 2: Configuração do ensaio de desgaste do tipo pino-disco.

3. Resultados e Discussão

3.1. Alteração das características superficiais

As metalografias revelam que a o processo de nitretação utilizado produziu apenas a zona de difusão nos dois tipos de aço, sem a presença de camada branca. A Figura 3 mostra a condição anterior e posterior à nitretação. A microestrutura original é composta de martensita revenida, e no caso do DIN X100 CrMoV 8-1-1 há marcante presença de carbonetos primários, por se tratar de um aço ledeburítico. A região escura próxima a superfície corresponde à zona de difusão.

O aumento esperado da dureza superficial provocado pela nitretação a plasma foi verificado nos perfis de microdureza. A dureza do H13 aumentou aproximadamente 56%, passando do valor original em

torno de 600 HV para 977 HV. O aço DIN X100 CrMoV 8-1-1 teve um acréscimo de aproximadamente 34%, partindo de uma dureza inicial de 800 HV para um máximo de 1183 HV. Em ambos os aços nitretados a dureza atinge o patamar original em profundidades acima de 60 μm , o que é condizente com a profundidade da zona de difusão observada nas metalografias. Como a inserção de nitrogênio na superfície é um processo difusional, a profundidade da camada é relacionada com o tempo e temperatura de processo (Paschke *et al.*, 2010). O tipo e a quantidade de elementos de liga também afetam a profundidade, bem como a dureza obtida: outro estudo (Nakata *et al.*, 2003) aponta que a formação de fases coerentes pré-precipitação de elementos de liga provoca a distorção na rede cristalina do aço e por conseqüência o seu endurecimento.

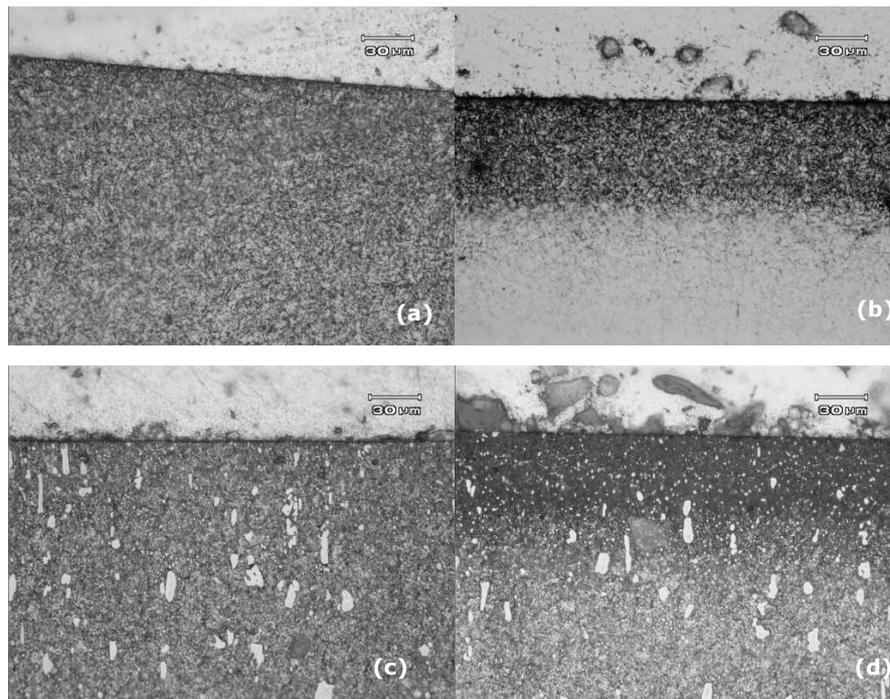


Figura 3: Metalografias dos aços. (a) H13, (b) H13 nitretado a plasma, (c) DIN X100CrMoV 8-1-1, (d) DIN X100CrMoV 8-1-1 nitretado a plasma.

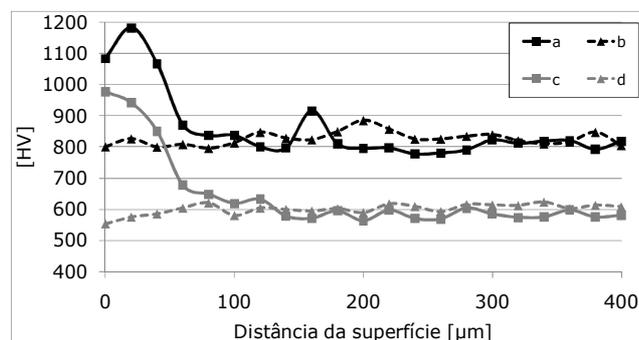


Figura 4: Perfis de microdureza. (a) DIN X100CrMoV 8-1-1 nitretado a plasma, (b) DIN X100CrMoV 8-1-1, (c) H13 nitretado a plasma, (d) H13.

A análise de fases revelou apenas a presença de nitretos do tipo γ' (Fe_4N) nas amostras nitretadas. A forte intensidade do pico do Fe- α quando comparado aos picos dos nitretos demonstra que não houve a formação de camada branca, e o seu deslocamento lateral indica a presença de nitrogênio em solução sólida.

É bastante aceito que a formação da camada branca em baixos potenciais de nitrogênio se inicia pela nucleação de Fe_4N na superfície (Hirsch *et al.*, 2007). Logo, os nitretos detectados podem ser tanto precipitados na zona de difusão como os núcleos do início de uma camada de compostos que não completou sua formação.

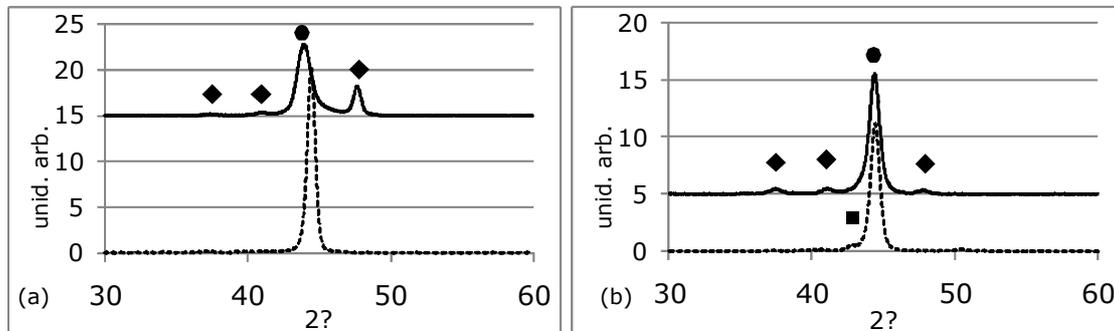


Figura 5: Análise de fases. (a) H13, (b) DIN X100CrMoV8-1-1. A condição original é a linha pontilhada. Notas: ● Fe- α , ◇ γ' - Fe_4Ni , □ Fe_3C .

Os perfis de concentração de nitrogênio traçados por GDOES (Figura 6) estão de acordo com as metalografias, com os perfis de microdureza e com a análise de fases, já que mostra um máximo de concentração de nitrogênio próximo a superfície que decai gradualmente com a profundidade. A fração de nitrogênio, que é de no máximo de 23% para os dois aços nitretados, atinge um patamar de cerca de 8% no H13 que decai mais acentuadamente a partir de 50 μm . No X100 CrMoV 8-1-1 a concentração é mais alta próxima a superfície mas a queda é mais brusca, o que revela que neste aço a difusão do nitrogênio é limitada quando comparada a do H13.

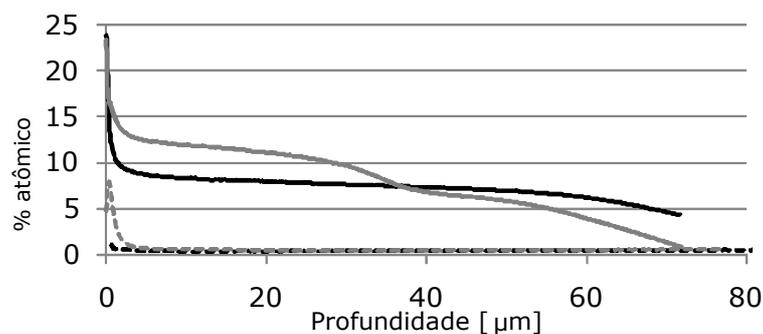


Figura 6: Perfis de concentração de nitrogênio.

Notas: — H13 nitretado a plasma, --- H13, — DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma, --- DIN X100CrMoV8-1-1.

A análise das tensões residuais revelou que a inserção do nitrogênio na estrutura cristalina provocou um aumento significativo nas tensões residuais compressivas. Devido à baixa solubilidade do nitrogênio na matriz ferrítica, há formação de precipitados de Fe_4N na zona de difusão. A presença de elementos de liga irá modificar a composição destes nitretos, resultando em nitretos e carbonitretos dos elementos de liga. O aumento da tensão residual na zona de difusão está associado à deformação na rede cristalina provocada pelo nitrogênio em solução sólida na matriz ferrítica, pela precipitação de diferentes nitretos e pela diferença

na contração volumétrica entre a matriz e os precipitados. Além da formação de precipitados, a composição do aço também influencia o comportamento do nitrogênio. Uma presença alta de elementos que são fortes formadores de nitretos, como cromo, alumínio e titânio, resulta em uma dureza alta, e em tensões residuais elevadas (Totten, 2002). No entanto, como o nitrogênio fica retido por estes elementos, a difusão é diminuída e restringe a espessura da camada. Isto fica visível nas curvas de concentração de nitrogênio por GDOES, onde o aço com maior quantidade destes elementos teve uma menor difusão de nitrogênio para o seu interior. O resultado é condizente com a relação encontrada no aumento da dureza superficial, já que as tensões residuais e a dureza costumam aumentar proporcionalmente. A Tabela 2 ilustra a evolução das tensões residuais compressivas provocadas pela nitretação a plasma. Para o H13, a tensão residual atingiu 5,7 vezes o valor da condição anterior ao tratamento, e para o DIN X100 CrMoV 8-1-1 chegou a 3,8 vezes. A maior elevação porcentual atingida pelo H13 pode ser explicada pela forma como os elementos de liga e o carbono estão distribuídos nos dois aços. No H13, a maior parte deles está presente em solução sólida ou com uma dispersão muito fina, o que não os torna visíveis nas metalografias. Já o DIN X100 CrMoV 8-1-1 possui macrocarbonetos primários, claramente visíveis, que concentram o carbono e elementos de liga em pontos localizados e possuem certa estabilidade química. Assim, há uma maior proporção de elementos de liga disponíveis no H13 para combinar-se com o nitrogênio e o ferro para formar precipitados coerentes com a rede cristalina de forma finamente dispersa, o que provoca distorção na organização atômica do aço. Este mesmo mecanismo de distorção que aumenta a dureza é o responsável pelo aumento das tensões residuais, o que faz com que um aumento acompanhe o outro. Mesmo assim, como a concentração de elementos de liga e carbono é significativamente maior no aço para trabalho a frio, o valor absoluto da dureza é mais alto, embora haja uma menor diferença na deformação no interior da rede cristalina entre amostras nitretadas e não-nitretadas.

Tabela 2: alteração das tensões residuais na superfície.

Amostra	Tensão residual [MPa]	Aumento
H13 nitretado a plasma	-938 ± 78,4	5,71 vezes
H13	-164,2 ± 8,9	
DIN X100 CrMoV 8-1-1 nitretado a plasma	-671,1 ± 17,7	3,81 vezes
DIN X100 CrMoV 8-1-1	-175,7 ± 17,5	

O comportamento da superfície quanto ao surgimento de trincas estudado por indentação Rockwell é diferente nos dois aços na condição nitretada, e é o mesmo (sem trincas) na ausência de tratamento. No aço DIN X100 CrMoV 8-1-1 foram observadas apenas trincas radiais; no H13, além das trincas radiais, foram observadas trincas circunferenciais. Os dois tipos de trincas possuem origens diferentes. As trincas radiais formam-se a partir da superfície, e as circunferenciais têm início abaixo dela, o que indica que há diferença suficiente entre o comportamento elastoplástico de duas regiões distintas – no caso, a zona afetada pela nitretação e a zona não-afetada abaixo dela – para que ocorra fratura (Verein Deutscher Ingenieure, 2001). O resultado do teste por indentação Vickers vai de encontro ao que se observou na indentação Rockwell. O surgimento de trincas radiais sem a ocorrência de trincas de Palmqvist (que surgem nas extremidades da indentação) é típico de aços nitretados que possuem somente a camada de difusão, sem camada branca (Nolan *et al.*, 2006). Não houve observação de trincas na superfície das amostras não-nitretadas até a carga

máxima de 250 kgf. Nas amostras nitretadas, a primeira trinca identificada no H13 ocorreu sob carga de 40 kgf, e no DIN X100 CrMoV 8-1-1, sob carga de 60 kgf, o que indica que este possui superfície mais tenaz. Uma hipótese para este fato é que a diferença entre a dureza máxima atingida com o tratamento superficial e a dureza do núcleo é menor neste aço, conforme descrito anteriormente.

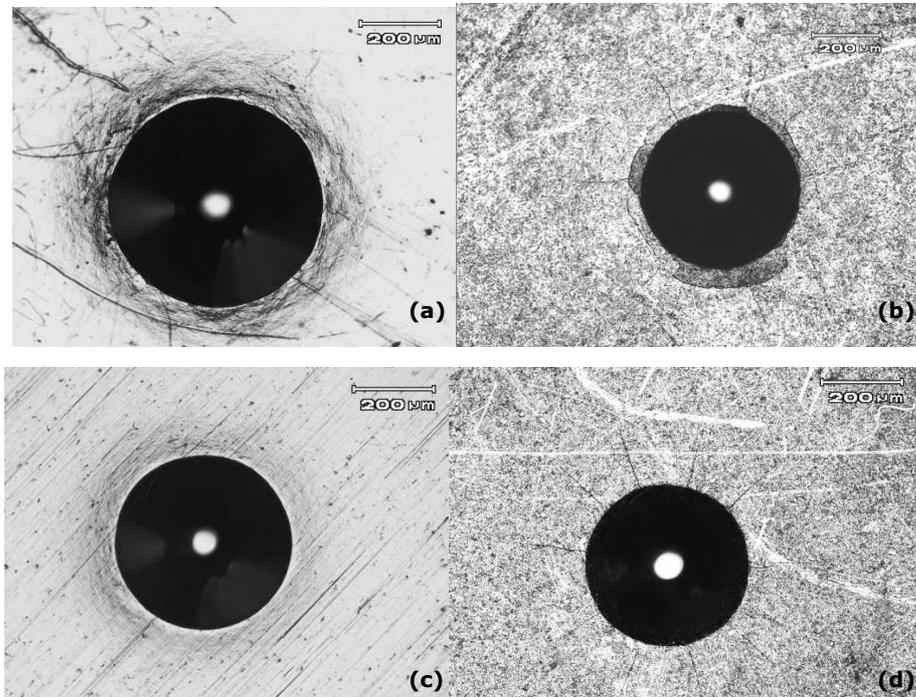


Figura 7: Indentações Rockwell nos aços. (a) H13, (b) H13 nitretado a plasma, (c) DIN X100CrMoV 8-1-1, (d) DIN X100CrMoV 8-1-1 nitretado a plasma.

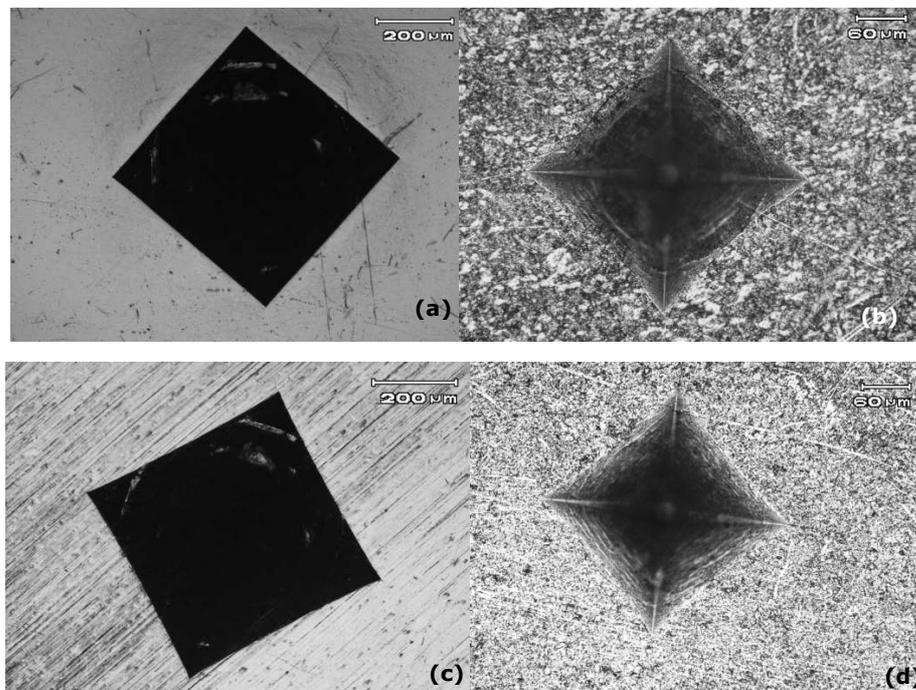


Figura 8: Indentações Vickers nos aços. (a) H13 e 250 kgf, (b) H13 nitretado a plasma e 40kgf, (c) DIN X100CrMoV 8-1-1 e 250 kgf e (d) DIN X100CrMoV 8-1-1 nitretado a plasma e 60 kgf.

3.1. Alteração das características tribológicas

O comportamento e características dos aços quando submetidos a contato e desgaste foram avaliados através da medição da rugosidade, do coeficiente de atrito e da resistência ao desgaste.

Como esperado (Podgornik *et al.*, 1998; Lee e Park, 2007), a nitretação a plasma provocou aumento na rugosidade nos dois parâmetros avaliados, Ra e Rz. Os valores estão no gráfico da Figura 9. O aumento da rugosidade é atribuído ao processo de sputtering (Singh *et al.*, 2006), que é o desarranjo e ejeção de átomos da superfície provocado pelo choque de partículas energéticas (Alves, 2001). Misturas gasosas com baixo teor de nitrogênio, como a utilizada nas nitretações deste estudo, provocam maior aumento na rugosidade que misturas mais ricas em N₂: isto pode ser atribuído a uma alta taxa de sputtering químico do plasma de hidrogênio e por um incremento na voltagem de descarga (Singh *et al.*, 2006).

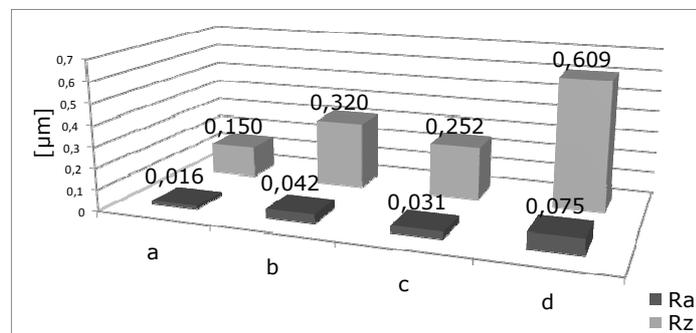


Figura 9: Incremento da rugosidade com a nitretação a plasma. (a) H13, (b) H13 nitretado a plasma, (c) DIN X100CrMoV8-1-1, (d) DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma.

O coeficiente de atrito mostrou um leve decréscimo nas amostras que foram nitretadas a plasma, tanto no ensaio pino-disco com 900 metros de deslizamento como no com 300 metros. Isto pode ser atribuído a uma menor deformação da superfície endurecida em deslizamento contra a esfera de alumina, o que significa uma menor área de contato entre os corpos e menor resistência ao deslizamento. No entanto, a alteração no valor é baixa, e pode se considerar que não houve mudança significativa no coeficiente de atrito (Podgornik *et al.*, 1998). Os valores do coeficiente de atrito medidos no decorrer do ensaio estão na Figura 8; a Tabela 3 apresenta o valor médio após o coeficiente de atrito apresentar um comportamento aproximadamente linear.

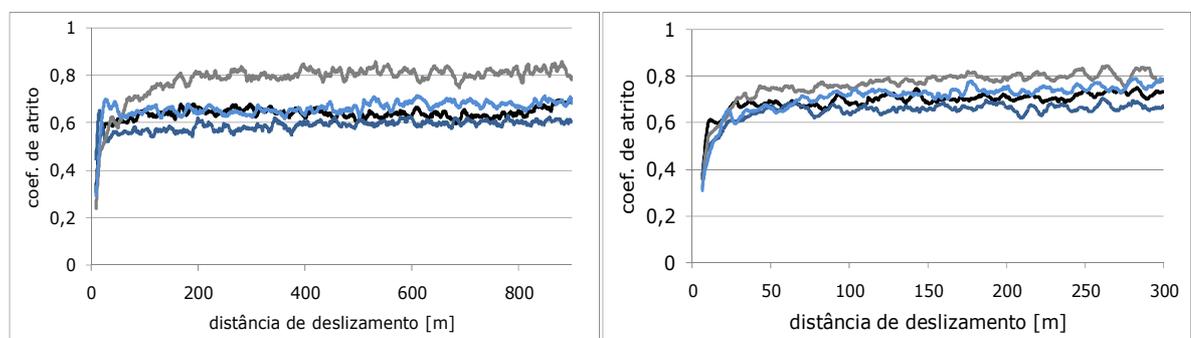


Figura 10: Coeficiente de atrito durante os ensaios de 900 e 300 m de deslizamento.

Notas: — H13; — H13 nitretado a plasma; — DIN X100CrMoV8-1-1; — DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma.

Tabela 3: média dos coeficientes de atrito.

Amostra	Coeficiente de atrito	
	900 m	300 m
H13	0,642	0,706
H13 nitretado a plasma	0,595	0,662
DIN X100 CrMoV 8-1-1	0,805	0,789
DIN X100 CrMoV 8-1-1 nitretado a plasma	0,736	0,666

Os ensaios pino-disco demonstraram que foi significativo o aumento da resistência ao desgaste proporcionado pela nitretação a plasma. Tomando o valor de k (taxa de desgaste) para as amostras não nitretadas como 100%, o desgaste no H13 caiu para 21,07% no ensaio mais longo e para 18,13% no de menor duração. Para o outro aço, a queda foi de 26,14% e 20,64%. A Figura 9 apresenta uma comparação entre os perfis das trilhas de desgaste para uma amostra nitretada e uma não nitretada de H13: fica evidente o desgaste muito menor na amostra nitretada. Os valores de k para as diferentes condições estão expressas na Figura 12.

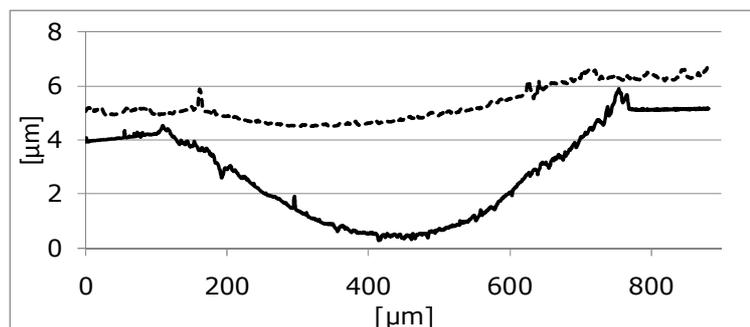


Figura 11: Comparação entre trilhas de desgaste.

Notas: — H13 — H13 nitretado a plasma.

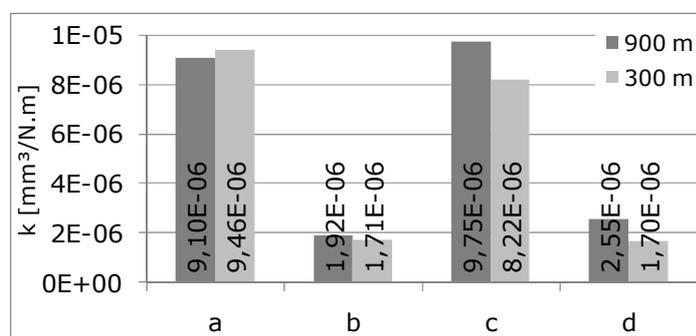


Figura 12: Valores para a taxa de desgaste dos ensaios pino-disco.

Notas: (a) H13, (b) H13 nitretado a plasma, (c) DIN X100CrMoV8-1-1, (d) DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma.

As imagens das trilhas de desgaste revelam que houve alteração no modo como o material foi removido da superfície. As amostras não-nitretadas possuem um mecanismo tipicamente abrasivo, com

sulcos característicos bem pronunciados (Figura 13a). Estas marcas são provocadas por *debris* – partículas de desgaste que ao serem pressionadas contra a superfície durante o ensaio provocam estes sulcos. Simultaneamente há a ocorrência de deformação plástica, mais evidente no lado externo das trilhas. Nas amostras nitretadas, embora também haja características de desgaste abrasivo, o mecanismo principal é o desgaste adesivo (Figuras 13b e 13c). O aumento na dureza da superfície explica esta alteração, já que o *debris* que provocou as marcas na condição não-nitretada aparece em menor quantidade e sua dureza não é suficiente para que o seu arraste provoque arrancamento de material, o que faz com que a adesão passe a ser o mecanismo de desgaste predominante.

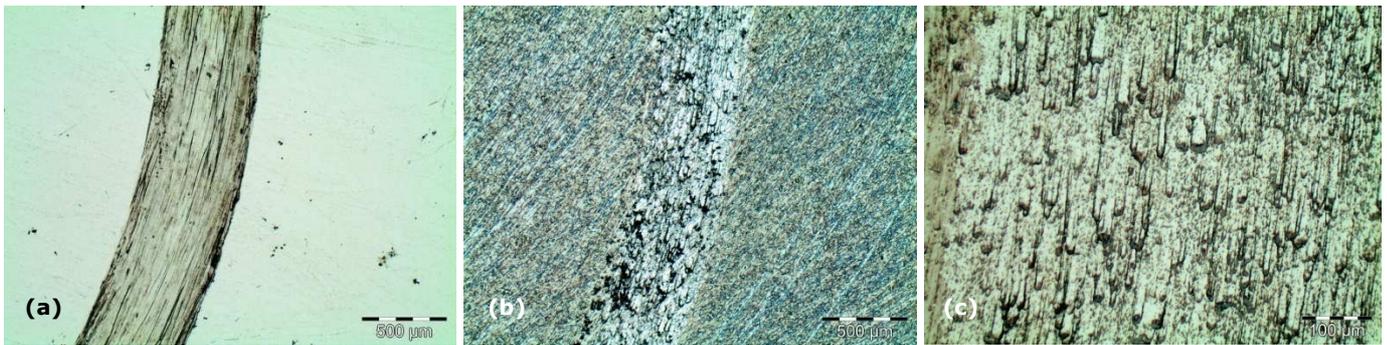


Figura 13: (a) trilha de desgaste em uma amostra de H13 não-nitretada, (b) trilha de desgaste em H13 nitretado a plasma, (c) detalhe de uma trilha de desgaste de uma amostra de DIN X100CrMoV8-1-1 nitretada a plasma.

4. Conclusões

As variáveis de processo utilizadas na nitretação a plasma produziram a microestrutura esperada, uma zona de difusão sem a presença da camada de compostos.

Embora o valor absoluto da dureza superficial fosse mais alto no aço DIN X100CrMoV 8-1-1 nitretado, o aumento relativo foi maior no H13. Isto foi explicado pela diferente composição química e forma como os elementos de liga se distribuem. A isto também se atribui a diferença na profundidade de penetração do nitrogênio observada no GDOES.

As tensões residuais compressivas aumentaram na mesma proporção do aumento na dureza.

Nos ensaios comparativos por indentação, o aço DIN X100CrMoV 8-1-1 apresentou uma superfície mais resistente e mais tenaz.

Apesar do aumento na rugosidade provocado pela nitretação, o coeficiente de atrito foi pouco alterado.

A nitretação a plasma obteve sucesso na melhora da resistência ao desgaste dos dois aços, que apresentaram valores próximos da taxa de desgaste k . O aumento na dureza e nas tensões residuais compressivas é responsável por isto.

Houve mudança no modo de desgaste de abrasivo para adesivo.

5. Agradecimentos

Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), pelo financiamento da pesquisa e bolsas de estudo.

Referências

- ALVES, J.C. 2001. *Nitretação a Plasma - Fundamentos e Aplicações*. [s.l.], EDUFRRN, 109 p.
- BERG, M.; BUTZ-JORGENSEN, C.V.; REITZ, H.; SCHWEITZ, K.O.; CHEVALLIER, J.; KRINGHOJ, P.; BOTTIGER, J. 2000. On plasma nitriding of steels. *Surface and Coatings Technology*, **124**(1):25-31. [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00472-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00472-7)
- EBARA, R.; TAKEDA, K.; ISHIBASHI, Y.; OGURA A.; KONDO, Y.; HAMAYA, S. 2009. Microfractography in failure analysis of cold forging dies. *Engineering Failure Analysis*, **16**(6):1968-1976. <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfailanal.2008.10.023>
- GEIGER, M.; FALK, B. 2001. Prediction of service life and failure probability of cold forging tools. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, **50**(1):173-176. [http://dx.doi.org/10.1016/S0007-8506\(07\)62098-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0007-8506(07)62098-8)
- HIRSCH, T.K.; CLARKE, T.G.R.; ROCHA, A.S. 2007. An in-situ study of plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, **201**(14):6380-6386. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.12.005>
- HUTCHINGS, I.M. 1992. *Tribology: Friction and wear of engineering materials*. Boca Raton, Butterworth-Heinemann Ltd., 284 p.
- KCHAOU, M.; ELLEUCH, R.; DESPLANQUES, Y.; BOIDIN, X.; DEGALLAIX, G. 2010. Failure mechanisms of H13 die on relation to the forging process - A case study of brass gas valves. *Engineering Failure Analysis*, **17**(2):403-415. <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfailanal.2009.08.015>
- LEE, I.; PARK, I. 2007. Microstructures and mechanical properties of surface-hardened layer produced on SKD 61 steel by plasma radical nitriding. *Materials Science and Engineering*, **449-451**:890-893. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.412>
- LEITE, M.V.; FIGUEROA, C.A.; CORUJEIRA, S.G.; ROVANI, A.C.; BASSO, R.L.O.; MEI, P.R.; BAUMVOL, I.J.R.; SINATORA, A. 2010. Wear mechanisms and microstructure of pulsed plasma nitrided AISI H13 tool steel. *Wear*, **269**(5-6):466-472. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2010.04.037>
- LESKOVSEK, V.; PODGORNIK, B.; JENKO, M. 2009. A PACVD duplex coating for hot-forging applications. *Wear*, **266**(3-4):453-460. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2008.04.016>
- MA, S.; XU, K.; JIE, W. 2005. Plasma nitrided and TiCN coated AISI H13 steel by pulsed dc PECVD and its application for hot-working dies. *Surface and Coatings Technology*, **191**(2-3):201-205. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2004.03.048>
- NAKATA, K.; YAMAUCHI, W.; AKAMATSU, K.; USHIO, M. 2003. Plasma nitriding behavior of low carbon binary alloy steels. *Surface and Coatings Technology*, **174-175**:1206-1210. [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(03\)00459-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00459-6)
- NOLAN, D.; LESKOVSEK, V.; JENKO, M. 2006. Estimation of fracture toughness of nitride compound layers on tool steel by application of the Vickers indentation method. *Surface and Coating Technology*, **201**(1-2):182-188. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.11.077>
- PASCHKE, H.; WEBER, M.; KAESTNER, P.; BRAUER, G. 2010. Influence of different plasma nitriding treatments on the wear and crack behavior of forging tools evaluated by Rockwell indentation and scratch tests. *Surface and Coatings Technology*, **205**(5):1465-1469. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.07.053>
- PODGORNIK, B.; VIZINTIN, J.; LESKOVSEK, V. 1998. Tribological properties of plasma and pulse plasma nitrided AISI 4140 steel. *Surface and Coatings Technology*, **108-109**(10):454-460. [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(98\)00571-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(98)00571-4)
- SINGH, G.P.; ALPHONSA, J.P.; BARHAI, K.; RAYJADA P.A.; RAOLE P.M.; MUKHERJEE, S. 2006. Effect of surface roughness on the properties of the layer formed on AISI 304 stainless steel after plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, **200**(20-21):5807-5811. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.08.149>

- TOTTEN, G. 2002. *Handbook of Residual Stress and Deformation*. Materials Park, ASM International, 499 p.
- VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE. 2001. *VDI 3824 - Inspection planning of hard coatings*. [s.l.], VDI-Richtlinien, 16 p.

Submissão: 14/12/2010
Aceite: 29/12/2010