

# ***Heterogeneidade de temperaturas em fornos de nitretação a plasma***

## ***Non-homogeneous temperature distribution in plasma nitriding furnace***

**Adão Felipe Oliveira Skonieski**

Eng<sup>o</sup> Metalúrgico, Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Av. Bento Gonçalves 9500, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil  
adao.skonieski@ufrgs.br

**Edison Silva Lima**

Prof. Msc. Eng.. Centro Universitário Metodista Ipa  
Rua Cel. Joaquim Pedro Salgado 80, CEP 90420-060, Porto Alegre, RS, Brasil  
edison.lima@metodistadosul.edu.br

**Thomas Hirsch**

Prof. Dr. Ing., Institut fuer Werkstofftechnik  
Rua Badgasteiner 3, Bremen, Alemanha  
hirsch@iwt-bremen.de

**Alexandre da Silva Rocha**

Prof. Dr. Eng., Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Av. Bento Gonçalves 9500, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil  
alexandre.rocha@ufrgs.br

---

### **Resumo**

Nitretação a plasma é um processo que tem sido mais fortemente estudado nos últimos 30 anos e suas vantagens técnicas, econômicas e ambientais sobre os processos convencionalmente utilizados já estão bem estabelecidas no meio científico. No entanto, problemas como falta de homogeneidade de temperatura e efeitos de borda nas peças assim como a instabilidade do plasma são fatores que impedem uma ainda maior aceitação desta tecnologia no mercado de tratamentos termoquímicos. O presente artigo faz parte de um trabalho que tem como objetivo avaliar as diferenças de temperaturas entre peças alocadas em posições distintas dentro de uma câmara de nitretação a plasma, e caracterizar as variações microestruturais resultantes. Observou-se que a diferença de temperaturas entre algumas peças ultrapassou a 20°C conduzindo a sensíveis discrepâncias no tamanho da camada branca e nas durezas da zona de difusão.

**Palavras-chave:** nitretação, plasma, temperatura.

### **Abstract**

Plasma Nitriding is a process that has been intensively studied in the last 30 years and presented technical, economical and environmental advantages over the conventional processes. However, non homogeneity of temperatures in the chamber, corner effects as well as electrical arc formation are factors affecting the dissemination of this process on the thermochemical treating industry in Brazil. This paper is part of a work that has as a main goal to evaluate temperature differences among the parts placed in different positions into a plasma nitriding chamber and, moreover, to characterize the resulting microstructures. It was detected temperature differences among some samples in the order of 20°C producing sensible discrepancies in the compound layer thickness, in the nitrogen diffusion and in the hardness profile.

**Key words:** nitriding, plasma, temperature.

---

## 1. Introdução

As técnicas de endurecimento superficial de peças e ferramentas são largamente empregadas na indústria por proporcionar ao material elevadas durezas superficiais ao mesmo tempo em que mantém um núcleo relativamente tenaz (Lampman, 1991; Davis, 2002; Krauss, 2005). Dentre os processos empregados, destaca-se a nitretação, que consiste na difusão do nitrogênio atômico na superfície do metal. O endurecimento ocorre pela formação de uma zona de difusão e de uma camada de compostos (camada branca). Na zona de difusão o endurecimento ocorre por solução sólida e principalmente pela formação de nitretos precipitados (distorção do reticulado do ferro). Acima da zona de difusão, na região mais externa das peças, dependendo dos parâmetros empregados na nitretação, pode ocorrer a formação da camada de compostos ou "camada branca" onde estão presentes as fases  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ) e/ou  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) (O'Brien e Goodman, 1991). Por se utilizar temperaturas relativamente baixas e não necessitar de uma posterior têmpera para que ocorra o aumento de dureza, este tratamento termoquímico é preferido quando se requer um mínimo de variações dimensionais nas peças (Knerr *et al.*, 1991).

A Nitretação a Plasma ou Nitretação Iônica é um método que emprega tensões elevadas e uma atmosfera a baixa pressão (com pré-vácuo) para a formação do plasma. Diferentemente do convencional processo a gás o qual utiliza  $\text{NH}_3$  (amônia) para gerar o nitrogênio atômico, o plasma usa o gás  $\text{N}_2$  a pressões de 2 a 5 mBar. O gás  $\text{N}_2$  é ionizado devido a uma diferença de potencial elétrico entre ânodo (normalmente a carcaça da câmara) e cátodo (peças). Íons de nitrogênio são então acelerados contra as peças transmitindo momento linear e causando o aquecimento. Além da elevação de temperatura, o nitrogênio ionizado tem uma elevada atividade na superfície do ferro corroborando com as maiores taxas de difusão observadas, principalmente no início do processo.

Uma vantagem substancial do plasma com relação à nitretação gasosa é a possibilidade da execução da nitretação em temperaturas mais baixas. Enquanto na nitretação a gás é tecnicamente excluída a possibilidade de se nitretar abaixo de  $500^\circ\text{C}$ , no plasma é possível tratar as peças a partir de  $375^\circ\text{C}$  (Knerr *et al.*, 1991). Isto é de grande importância principalmente quando se deseja nitretar ferramentas e outras peças temperadas e revenidas, já que, altas temperaturas em longos períodos de tempo causam um indesejável revenimento e acabam por diminuir a dureza de núcleo a patamares indesejáveis. Temperaturas mais baixas também são benéficas para a tenacidade da zona de difusão de aços rápidos ABNT da série M, devido a menor precipitação de cementita nos contornos de grão durante o processo (Rocha, 2000).

Entretanto, como principal desvantagem do processo a plasma destacam-se os problemas de heterogeneidade de temperaturas em peças com geometria complexa ou mesmo em peças simples e similares mas que são alocadas em diferentes regiões do forno. Uma vez que o aquecimento das peças se dá pelo bombardeamento iônico sobre as peças (na região catódica do sistema) e não pelo aquecimento de resistências externas, existirá fundamentalmente uma diferença de temperaturas entre o conjunto peças/base e as paredes da câmara. Dessa forma, estabelece-se um gradiente de temperaturas no interior da câmara que irá interferir nas trocas térmicas sejam elas vinculadas a radiação ou a convecção, podendo

gerar diferenças significativas de temperatura. Este artigo faz parte de um trabalho mais amplo, cujo objetivo é avaliar o quão significativas poderiam ser essas trocas térmicas em termos dos resultados metalúrgicos do processo bem como tentar solucionar o problema. Outra significância deste trabalho é ressaltar os cuidados que se é preciso tomar quando se deseja caracterizar sensíveis propriedades metalúrgicas em peças nitretadas a plasma sob diversos parâmetros de processo.

## 2. Materiais e Métodos

Os experimentos foram realizados em uma câmara com capacidade de 280 litros (Figura 1) e por um conversor de plasma pulsado que gera uma diferença de potencial máxima de 1000 Volts entre o ânodo (a carcaça) e o cátodo (conjunto base/peças). Tendo em vista a extração de calor a partir da parede da câmara e, por conseguinte, as diferentes temperaturas geradas em peças colocadas em diferentes posições desta, realizaram-se experimentos acoplando-se termopares em 4 amostras de aço ABNT 4140 temperadas e revenidas a 460°C com dureza de 37 HRC. As peças foram posicionadas sobre uma base plana de aço carbono e separadas de 11 mm entre si, distribuindo-se ao longo do raio da câmara, conforme demonstra a Figura 1.

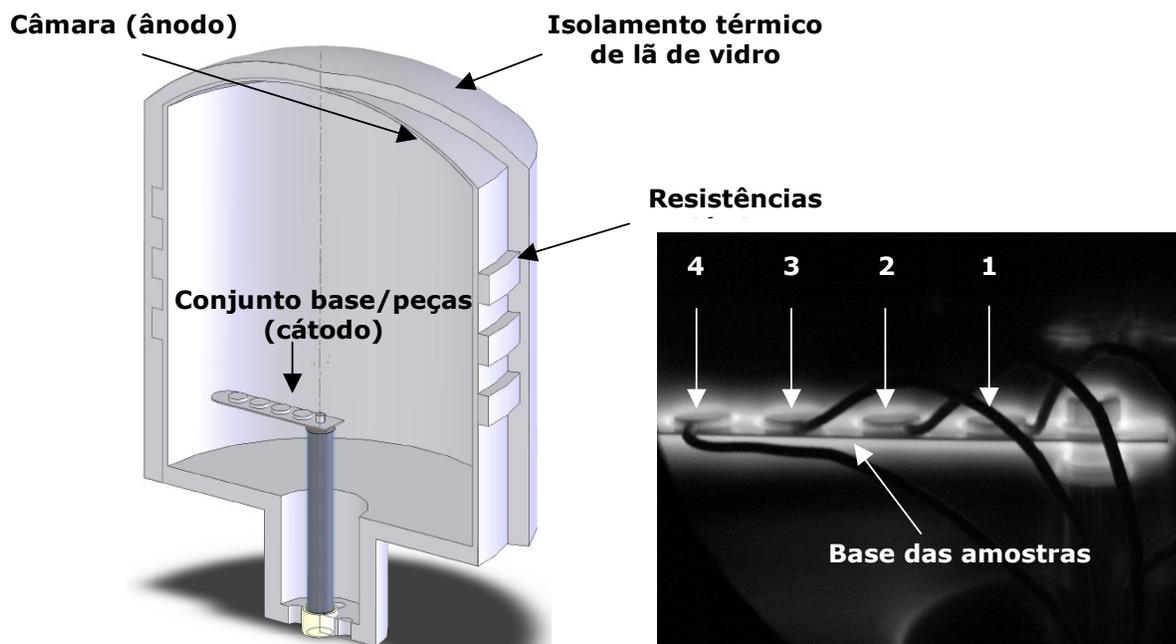


Figura 1:(a) Desenho esquemático da câmara de nitretação (esquerda),(b) foto do posicionamento das amostras no forno (direita).

Antes de executar o processo de nitretação a plasma, todas as amostras eram lixadas e polidas, garantindo dessa forma uma emissividade uniforme. Outros procedimentos antes da nitretação foram os usuais de limpeza em acetona para remover oleosidades.

A nitretação foi executada a uma temperatura referencial de 550°C durante 6h, tomando-se a amostra 1 (veja Figura 1b) como peça de referência para controlar os 550°C. Esta temperatura foi selecionada pelo fato de que Nolan *et al.* (2006) demonstra que temperaturas entre as faixas de 540° e 580° proporcionam grande amplitude de variação microestrutural na nitretação. Adicionalmente a fim de monitorar a temperatura das peças individualmente e detectar eventuais diferenças dependentes dos parâmetros de processo, foram medidas as temperaturas de cada uma das amostras através de termopares inseridos nas mesmas.

Após processo de nitretação, foi realizada uma análise metalográfica e testes de microdurezas na seção transversal da zona de difusão nas duas peças que apresentaram maior variação de temperatura entre si no decorrer do experimento. Para a confirmação das diferenças encontradas, foram realizadas análises quantitativas de composição química ao longo da profundidade da camada nitretada por meio de GDOS (*Glow Discharge Optical Emission Spectrometry*).

### 3. Resultados e Discussão

Analisando-se o monitoramento das temperaturas durante a nitretação, foi possível observar uma significativa variação de temperatura entre as amostras 1 e 4 (em média 25°C) como pode ser visto na Figura 2. As oscilações de temperatura observadas para todas as amostras na Figura 2 são devido ao controle de tensão do plasma, percebe-se que as oscilações ocorrem de forma muito similar para todas as amostras. No entanto, a diferença de temperaturas entre amostras mantém-se constante para o período monitorado de nitretação.

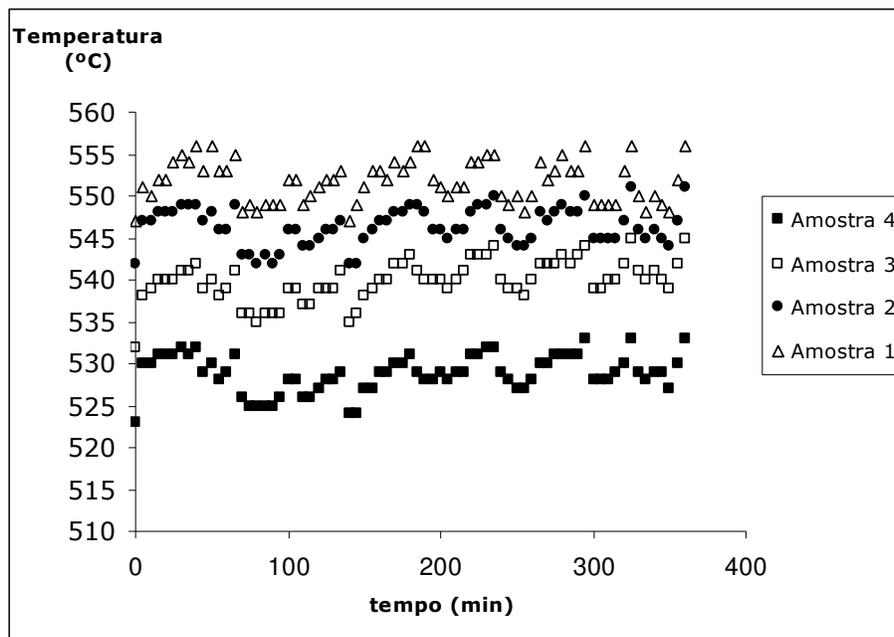
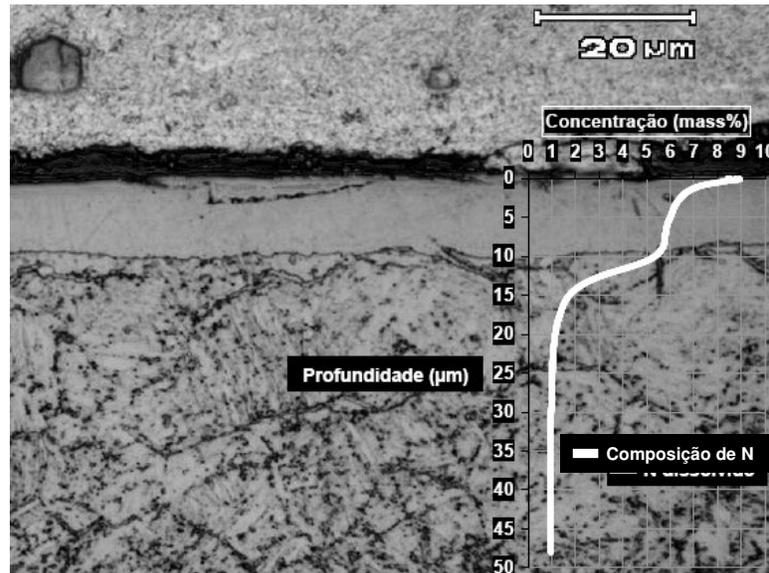


Figura 2: Temperatura das amostras ao longo do tempo de nitretação.

As análises metalográficas realizadas nas amostras 4 e 1 indicam uma sensível diferença em termos

de tamanho da camada branca. Observa-se na Figura 3 que a camada de compostos da peça que teve a temperatura mais baixa (amostra 4 / 550°C) teve uma espessura maior (cerca de 2 a 3  $\mu\text{m}$ ) com relação a peça que teve a temperatura mais elevada (amostra 1 / 525) apresentada na Figura 4. Esta diferença pôde ser confirmada através das análises de GDOS (gráficos sobrepostos em escala) que mostrou maiores concentrações de nitrogênio em regiões mais profundas para a amostra 1 configurando assim, a formação de uma maior camada de compostos para esta peça.



Figuras 3: Metalografia da seção transversal da camada nitretada da amostra 4 (aumento de 1000X). Gráfico da análise de GDOS sobreposto em escala.

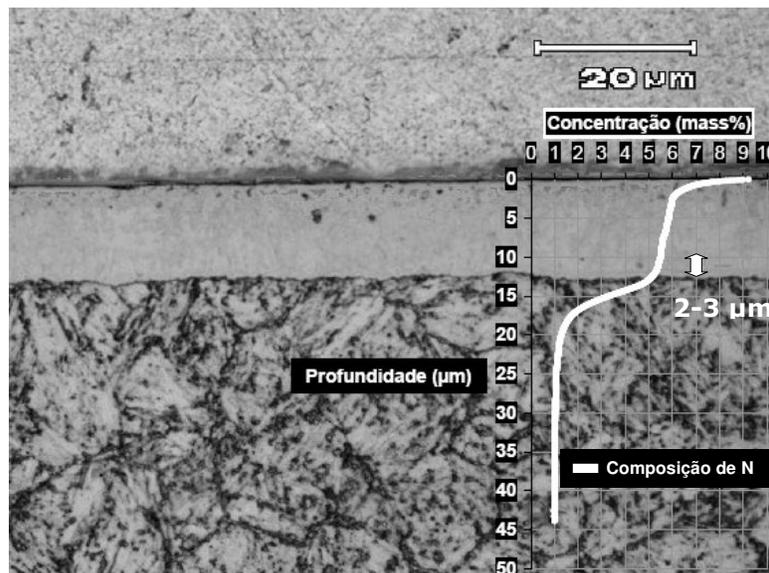


Figura 4: Metalografia da seção transversal da camada nitretada da amostra 1 (aumento de 1000X). Gráfico da análise de GDOS sobreposto em escala.

As medições dos perfis de microdurezas na seção transversal também mostraram discrepâncias entre as amostras nitretadas em diferentes regiões do forno. A Figura 5 mostra como foram realizadas as identificações nas amostras 1 e 4, de tal modo que não ocorressem interferências entre uma medida e outra,

sendo possível medir microdurezas em posições distantes de 20  $\mu\text{m}$  entre si a partir de 50  $\mu\text{m}$  de profundidade. Estes resultados são apresentados na forma de curvas na Figura 6. Os resultados mostram que a peça nitretada na posição 4 e, por conseguinte, em uma temperatura mais baixa (amostra 4), apresentou uma zona de difusão significativamente mais dura que a que foi nitretada na posição 1 (referência a 550°C - amostra 1). Isso pode ser explicado pelo fato de que ocorreu uma maior perda de dureza por revenimento da fase martensita na amostra 1, já que a temperatura de revenimento para estas amostras foi de 460°C.

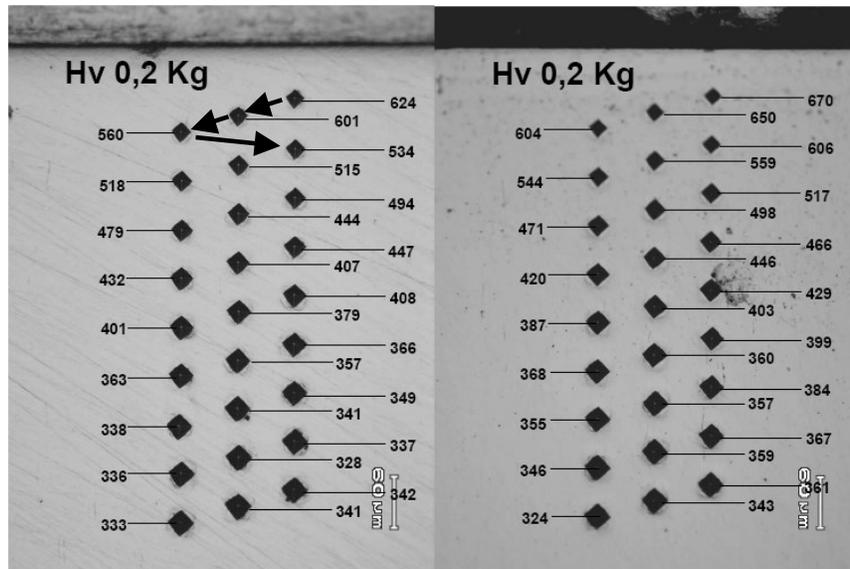


Figura 5: Identações de microdureza. (a) amostra 1 (esquerda) e (b) amostra 4 (direita).

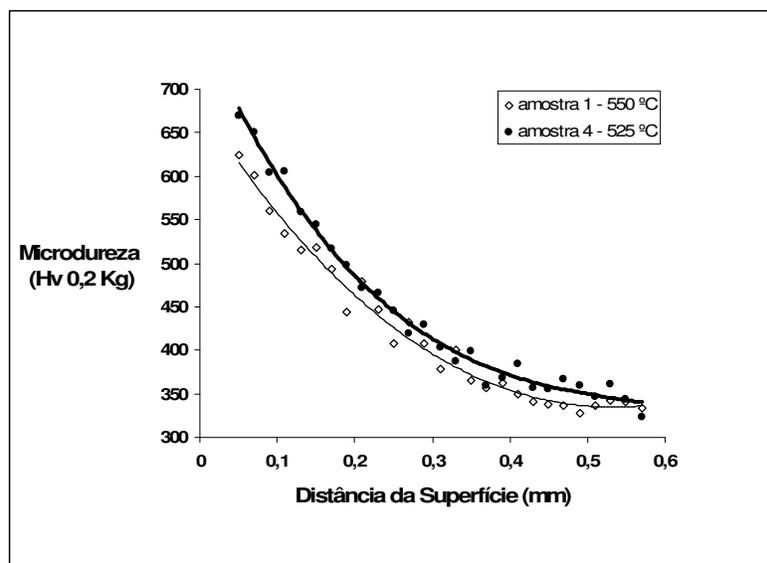


Figura 6: Diferenças no perfil de microdurezas das amostras 1 e 4.

## 4. Conclusão

Apesar de todas as vantagens agregadas a nitretação a plasma tanto no que se refere a viabilidade econômica como em termos de qualidade do produto final, este estudo mostra que algumas discrepâncias inerentes a esse processo devem ser levadas em consideração para que a confiabilidade da corrida seja satisfatória. As diferenças de temperatura entre peças idênticas dispostas em diferentes regiões do forno devido à extração térmica a partir da carcaça, conduziram a sensíveis variações nas propriedades microestruturais das peças.

Para que se obtenham menores discrepâncias de temperaturas, é indicado que o arranjo das peças no interior do forno seja simétrico ou que se use algum tipo de aquecimento auxiliar para minimizar esse efeito.

## Referências

- DAVIS, J.R. 2002. *Surface Hardening of Steels: understanding the basics*. Materials Park, ASM Internacional, 351 p.
- KNERR, C. H.; ROSE, T.C. e FILKOWSKI, J. H. 1991. Gas Nitriding. *In: ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE (eds.), ASM Handbook: Heat Treating*. Utah, International Library Service, vol. 4, p. 387-409.
- KRAUSS, G. 2005. *Steels: Processing, Structure and Performance*. Materials Park, ASM Internacional, 427 p.
- LAMPMAN, S. 1991. Introduction to Surface Hardening os Steels. *In: ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE (eds.), ASM Handbook: Heat Treating*. Utah, International Library Service, vol. 4, p. 259-267.
- NOLAN, D.; LESKOVSEK, V. e JENKO, M. 2006. Estimation of fracture toughness of nitride compound layers on tool steel by application of Vickers indentation method. *Surface and Coating Technology*, **201**(1-2):182-188.
- O'BRIEN, J. M. e GOODMAN, D. 1991. Plasma (Ion) Nitriding. *In: ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE (eds.), ASM Handbook: Heat Treating*. Utah, International Library Service, vol. 4, p. 420-424.
- ROCHA, A. da S. 2000. *Influência do Estado Superficial Prévio Na Nitretação a Plasma no Aço M2*. Porto Alegre, RS. Tese de Doutorado. UFRGS, 165 p.

Submissão: 25/03/2008  
Aceite: 26/04/2008