

# ESTUDO DA NITRETAÇÃO NA LIGA FERROSA CrSiV PARA MELHORAR A RESISTÊNCIA À FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA

João Carmo Vendramim <sup>(1)</sup>

Mario Osamu Hayakawa <sup>(2)</sup>

Jan Vatavuk <sup>(3)</sup>

Eduardo Jorge B.V. Barcelos <sup>(4)</sup>

Maria Clara Filippini Ierardi <sup>(5)</sup>

## Resumo

O presente trabalho mostra os resultados alcançados para incrementar a resistência à fadiga de um arame temperado e revenido, bitola 4,00mm, fabricado pela Aço Villares, marca VIL877V-ASI, com a superfície modificada pelo processo de nitretação e processo de jateamento de esferas de aço. O ensaio de flexão-rotativa também foi conduzido para o arame temperado e revenido e sem modificação de superfície. Os ensaios de fadiga por flexão-rotativa foram conduzidos em uma máquina denominada "Nakamura" e os resultados permitiram construir uma representação gráfica tipo "curva de Wholer, além da determinação do incremento na resistência à fadiga decorrente do tratamento termoquímico de nitretação e do processo de jateamento na superfície dos arames".

**Palavras-chave:** nitretação; fadiga; mola automotiva

## Study of Nitriding on CrSiV Steel to Improve the Bending Fatigue Resistance

### Abstract

The present work shows the results reached to increase the fatigue resistance of a hardening and tempering wire, gauge 4,00mm, manufactured by the Aços Villares, it marks VIL877V-ASI, with the surface modified by the nitriding process and shot-peening process of spheres of steel. The rehearsal of bending fatigue was also led for the hardening and tempering wire and without surface modification. The rehearsals of fatigue for bending fatigue were led in a denominated "Nakamura machine" and the results allowed to build a representation graphic type "curve of Wholer". The nitriding process as well as the shot-peening fatigue resistance improvement was measured and discussed.

**Key-words:** nitriding; fatigue; automotive springs

## 1. INTRODUÇÃO

Dentre as propriedades mecânicas dos materiais utilizados na fabricação de componentes, a resistência à fadiga recebe especial atenção, pois em geral, as peças são submetidas a carregamentos cíclicos ao longo de sua vida. Este é o caso, por exemplo, das molas de válvulas de motores de combustão interna, que se encontram diretamente associadas aos ciclos de combustão cuja frequência tem aumentado na medida em que os motores mais modernos atingem maiores rotações de funcionamento. Os aços com os quais são fabricados esses componentes têm evoluído em termos de limpeza — redução do nível de inclusões — o que possibilitou atingir seu

melhor desempenho em termos de fadiga/material. Resta, no entanto uma possibilidade de incremento adicional desta propriedade, realizando-se o tratamento termoquímico de nitretação, processo que consiste do enriquecimento superficial com nitrogênio da liga ferrosa utilizada na fabricação de molas e que, para este caso, deve ser conduzida em temperaturas inferiores à de revenimento.

A modificação da superfície do arame por adsorção e difusão de nitrogênio pode ser descrita como uma região superficial contendo duas camadas, uma, freqüentemente denominada

<sup>(1)</sup> Engenheiro Metalurgista, MSc - Engenharia e Qualidade da Combustol, SP

<sup>(2)</sup> Engenheiro Químico - Supervisor de Garantia da Qualidade - Aços Villares, Sorocaba, SP

<sup>(3)</sup> Prof.Dr.Dependente de Engenharia de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie.

<sup>(4)</sup> Engenheiro Metalurgista., MSc - Gerente Geral Arames Especiais - Aços Villares, Sorocaba.

<sup>(5)</sup> Profa.Dra.Dependente de Engenharia Materiais - FEM - Unicamp, SP

de “camada branca” composta, exclusivamente, por nitretos – epsilon e gama linha – ou apenas gama linha e, logo abaixo desta, uma camada denominada de “difusão”, constituída por uma matriz ferrosa incluindo nitrogênio em solução sólida e nitretos precipitados, contendo um teor médio de nitrogênio inferior para este elemento inferior ao da camada branca.

Na medida em que se aumenta o potencial de nitrogênio, oferecendo nitrogênio acima do limite de solubilidade do nitrogênio da matriz, o primeiro nitreto a se formar na camada branca é o nitreto denominado gama linha ( $\gamma'$ ) de estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) e composição  $Fe_4N$ , mantendo-se estável até o teor de 6,1% de N, não dissolvendo carbono. Acima de 6,1%, ocorre a formação do nitreto epsilon ( $\epsilon$ ) de estrutura hexagonal compacta e composição  $Fe_{2,3}N$ , com, ou não, substituição parcial do nitrogênio pelo carbono, caso presente na composição do meio nitretante, podendo dissolver até 9,0% de N.<sup>(1,2)</sup> Ao processo de nitretação atribui-se, em geral:<sup>(3)</sup>

- elevação da dureza superficial;
- aumento da resistência ao desgaste;
- aumento da resistência à corrosão; e
- elevação da resistência à fadiga de alto ciclo.

No presente trabalho se estuda o efeito da nitretação na resistência à fadiga de alto ciclo em uma liga ferrosa – mesma “corrida” – contendo os elementos químicos como Cromo, Silício e Vanádio, de composição química, conforme Tabela I. O ensaio empregado neste estudo é o de flexão rotativa conduzido em laboratório no equipamento denominado “Nakamura”. O resultado de resistência à fadiga para arame nitretado é comparado com o arame de superfície jateada por esferas de aço (“shot peened”) e arame sem qualquer modificação superficial.

A fadiga em alto ciclo (“high cycle fatigue”) é controlada por tensões cíclicas, tensões nominais inferiores ao limite de escoamento e com “vida” (número de ciclos até a fratura), por definição, superior a  $10^4$  ciclos.<sup>(4)</sup> A curva S (tensão) N (número de ciclos) resultante é uma curva da tensão em função do número de ciclos até a fratura e o Limite de Fadiga é o valor limite de tensão abaixo da qual, teoricamente, não ocorre à falha por fadiga.

Tabela I. Composição química do arame CrSiV, % em peso

C	Mn	Si	Cr	V	P	S	Cu
0,60-0,70	0,50-0,80	1,30-1,50	0,50-0,70	0,15-0,25	0,025mx	0,025mx	0,060mx

O limite de fadiga, assim como a vida em fadiga (número de ciclos até a fratura) são grandezas estatísticas e a ocorrência de falha é probabilística. A distribuição de tensões real devida ao carregamento de uma mola, por exemplo, é uma combinação de tensões residuais e daquelas impostas à seção resistente pela sollicitação mecânica, conforme ilustra a Figura I.<sup>(4)</sup> Quando a fratura tem início abaixo da superfície devido endurecimento desta pela nitretação, a carga de tensão é menor que a da superfície. A fratura por fadiga ocorre em três etapas distintas:<sup>(5,6)</sup>

- nucleação de uma trinca;
- propagação estável da trinca até um comprimento crítico; e
- fratura (separação) final do arame. Etapa que ocorre bruscamente.

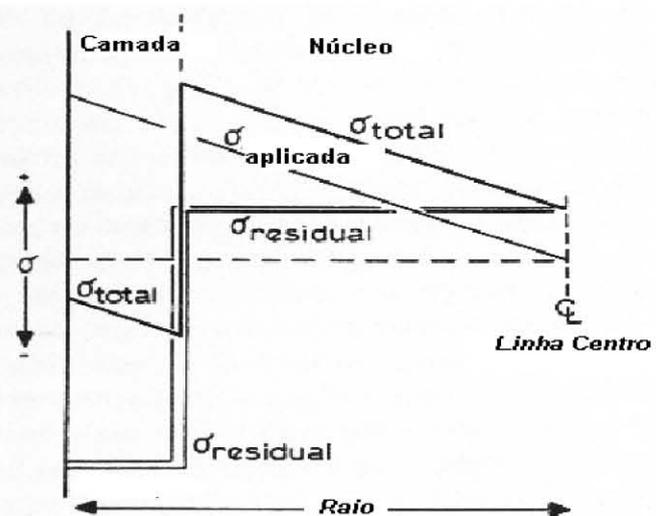


Figura I. Distribuição de tensões numa mola <sup>(4)</sup>

## 2. TÉCNICA EXPERIMENTAL

O arame da liga CrSiV utilizado neste trabalho é de fabricação Aços Villares, obtido por trefilação e operação final de acabamento (“shaving”) até a bitola final de 4,00mm. O arame trefilado ainda é submetido a um tratamento térmico em forno contínuo para se adequar às propriedades mecânicas, sendo a etapa do revenimento executada em banho de chumbo à temperatura de 450°C, aproximadamente.

A empresa Combustol executou a nitretação a gás, em forno tipo “poço” de dimensões 800 x 1500 mm, utilizando o processo Nitreg® que faz o controle automático do potencial de nitrogênio. A nitretação do arame foi conduzida em temperatura abaixo da temperatura de revenimento por um tempo suficiente

para produzir camadas nitretadas com difusão da ordem de 0,080 mm e camada de compostos, ou camada branca, inferior a 0,002 mm. A inspeção da microestrutura de têmpera e revenimento por microscopia óptica mostrou martensita revenida fina e sem variação da morfologia antes e após a execução da nitretação.

A Figura 2(7) é uma representação esquemática do equipamento utilizado para execução do ensaio de fadiga por flexão-rotativa – “Nakamura” – ensaio não normatizado, desenvolvido pela “Kobesteeel”, Japão, e adotado pelas principais empresas mundial de produção de fio de aço trefilado para o setor automotivo. O ensaio é realizado fixando-se uma ponta do arame (A) no mandril (C) do motor (M) e a outra ponta do arame é apenas apoiada (B). A carga utilizada para conduzir o ensaio é aplicada no meio do arame (⊕). O dispositivo “contagi” da máquina de teste “Nakamura” paralisa quando ocorre a fratura do arame, terceira etapa da fadiga, registrando a quantidade de ciclos do ensaio. No teste “Nakamura” os arames podem apresentar as seguintes situações de falha no final do ensaio: a) Não romper, significando vida infinita; b) Romper por fadiga; e c) Romper prematuramente, independente da carga devido defeitos como: impurezas (óxidos); acabamento superficial.

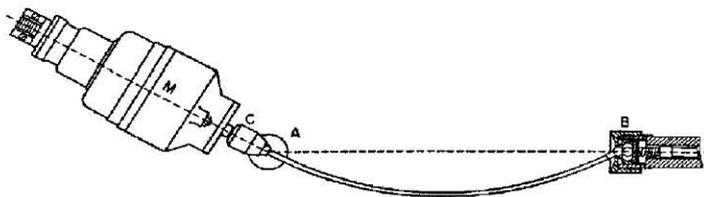


Figura 2. Representação esquemática do teste de fadiga por flexão-rotativa da máquina “Nakamura”(7)

Foram realizados cinco (5) ensaios para cada um dos três (3) níveis de carga cujos resultados permitiram a construção de uma representação gráfica tipo “Wholer”, ou seja, a curva S-N. Este estudo foi conduzido para três (3) condições diferentes de superfícies modificadas de arame, quais sejam:

- superfície nitretada pelo processo Nitreg® - tempo de 15 horas;
- superfície jateada (“shot peening”) com partículas esféricas duras de aço, diâmetro 0,60mm, dureza 640HV, pressão 5Bar, 20 minutos, (para gerar tensões residuais compressivas na superfície por deformação dos grãos); e
- superfície sem nitretação e sem “shot peening”.

Os ensaios de fadiga por flexão-rotativa na máquina “Nakamura” foram conduzidos em uma sala refrigerada, temperatura média de 20°C, reduzindo a influência da temperatura desenvolvida durante o ensaio.

Os arames, ensaiados e rompidos na máquina Nakamura, tiveram as suas superfícies de fratura examinadas em um microscópio eletrônico de varredura IBM, fabricante Jeol, modelo JxA-840<sup>a</sup>, do laboratório metalográfico da

Faculdade de Engenharia Mecânica da Unicamp. O objetivo da utilização desta técnica de inspeção é a observação dos micromecanismos de fratura desenvolvidos no ensaio de fadiga por flexão-rotativa.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 3 apresenta a fotomicrografia da seção transversal do arame destacando-se a presença da camada branca, espessura inferior a 0,002mm, e camada de difusão em torno de 0,080mm (medida por ensaio de microdureza Vickers, 200g).

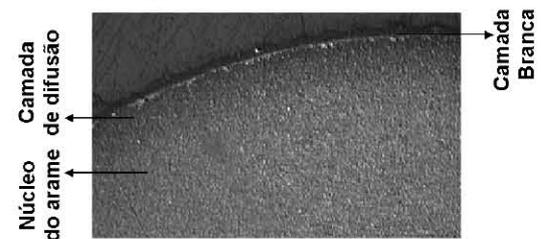


Figura 3. Micrografia da superfície nitretada do arame, sem camada branca. Aumento 50x; ataque Nital 3%.

A Tabela 2 apresenta a dispersão de dureza obtida no núcleo do arame antes e após a nitretação para cinco (5) amostras em cada condição e com três (3) impressões de dureza Rockwell, norma NBR 146.1,<sup>(9)</sup> e Vickers, norma NBR 188.1,<sup>(10)</sup> cada um. Apesar de a nitretação ser conduzida numa temperatura inferior à temperatura de revenimento, ainda se observa uma pequena redução da dureza de núcleo e superfície, podendo isso ser atribuído ao longo tempo do processo de nitretação.

Tabela 2. Dureza Rockwell C, carga de 150kgf; dureza Vickers, carga 10kgf

Tipo de Dureza	Sem nitretação	Com nitretação
HRC	51,7 – 53,0	50,5 – 49,1
HV	540 - 560	520 – 500

A vida infinita no teste Nakamura para o arame apenas na condição de temperado e revenido, sem modificação de superfície, é da ordem de 100 milhões de ciclos na carga limite de 700 N/mm<sup>2</sup>. Para essa mesma vida infinita, o arame com superfície modificada por “shot peening” apresentou carga limite de 880 N/mm<sup>2</sup> e o arame nitretado apresentou uma pequena elevação da carga limite para 900 N/mm<sup>2</sup>.

A Figura 4 mostra a representação gráfica tipo curva de Wholer construída a partir dos resultados obtidos nos ensaios Nakamura para o arame nas condições de superfícies descritas acima. Os pontos dessa curva representam valores médios obtidos para três (3) ensaios realizados para cada carga aplicada no arame durante o ensaio Nakamura.

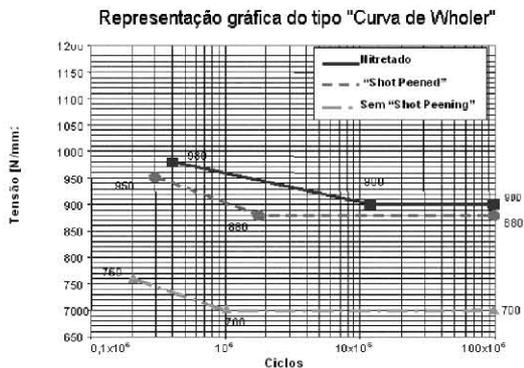


Figura 4. Representação gráfica do tipo "Curva de Wholer" do arame Cr-Si-V para os resultados dos testes "Nakamura"

As faces de fraturas com trincas nucleadas próxima à superfície são mostradas na Figura 5, sinalizando-se os respectivos estágios II e III da fadiga. A face de fratura "c" nessa figura mostra a trinca nucleada em uma microinclusão (vide seta) para a superfície do arame nitretado. Topograficamente, em geral, a superfície de fratura na região correspondente ao estágio II é mais lisa em relação a superfície do estágio III. O estágio III é de propagação rápida da trinca quando a fratura é frágil (da ordem de um terço da velocidade do som), contendo de forma freqüente marcas radiais bem definidas (fratura de mecanismo de propagação frágil).

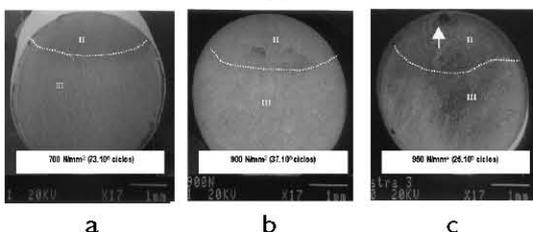


Figura 5. Micrografias das faces de fratura obtidas por microscopia eletrônica de varredura. a) sem modificação de superfície; b) superfície com "shot-peening"; e c) superfície nitretada. As áreas II e III correspondem aos estágios II e III da fadiga

A Figura 6 mostra detalhe da área de nucleação de trinca na microinclusão da face de fratura "c" que na análise por EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva) mostrou a presença dos

elementos, em átomos %, de Silício (1,44%), Cálcio (5,30%); Manganês (2,98%); Ferro (89,89%); Titânio (0,30%). As trincas, no caso da Figura 5c e no detalhe da Figura 6a, são nucleadas adesivamente à falha da interface *inclusão-matriz*, formando uma frente de propagação radial de trinca sob uma distribuição decrescente de tensão de tração.<sup>(10)</sup> Esse tipo de falha deixa uma marca típica na face de fratura denominada como "olho de peixe".

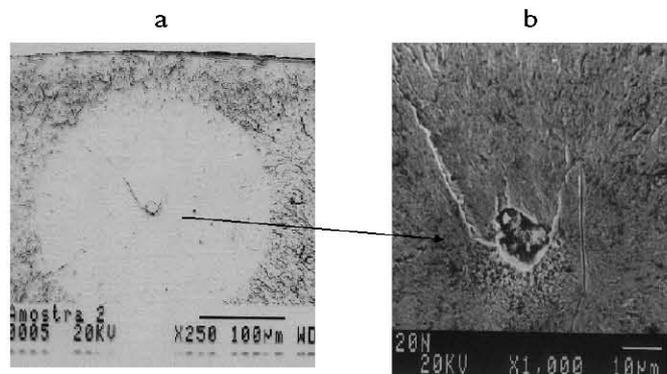


Figura 6. Micrografia obtida no MEV da face de fratura do arame nitretado; a) Área do "olho de peixe" (propagação radial lenta da trinca a partir da inclusão); b) Detalhe da inclusão.

A rugosidade do arame foi examinada e os valores, em "Rz" – conforme norma ISO 4287, o parâmetro Rz corresponde a média entre os cinco maiores picos e vales, dentro de um comprimento de superfície medido –, passaram de algo em torno de 2,0µm, na condição de temperado e revenido, para 3,0 µm após a aplicação do processo de nitretação. Vale, no entanto observar que mesmo ocorrendo esse aumento na rugosidade, a resistência à fadiga de alto ciclo foi incrementada após a realização do tratamento termoquímico. Deve-se considerar que o aumento de rugosidade de forma isolada se constituiria em uma razão para a diminuição da resistência à fadiga, porém sua combinação com a camada nitretada, neste estudo, mostrou não influenciar os resultados do ensaio de fadiga. Esse comportamento pode sugerir que a superfície não tenha participação com a nucleação de trincas de fadiga quando se aplica o processo de nitretação. Não se examinou a rugosidade do arame com a superfície modificada pelo "shot peening".

Os resultados encontrados neste estudo confirmam observações anteriores de que a nitretação é um importante mecanismo para melhorar a propriedade de resistência a fadiga de alto ciclo em aços.<sup>(11)</sup> Neste trabalho, a nitretação do arame de liga CrSiV, processo Nitreg®, executado numa temperatura inferior a de revenimento, mostrou resultados ligeiramente melhores que a condição do arame com superfície modificada por "shot peening", sinalizando a necessidade de mais ensaios para confirmar esta tendência. As vantagens de se aplicar um (jateamento) ou outro processo (nitretação) devem ser objeto de outros estudos.

Para um novo estudo, os resultados obtidos sugerem que a combinação desses processos ("shot-peening" + nitretação; e "shot-peening" + nitretação + "shot-peening") poderiam melhorar ainda mais a resistência à fadiga por flexão rotativa do arame no ensaio Nakamura.

#### 4. CONCLUSÃO

Pode-se, assim, concluir que para o ciclo de nitretação utilizado, o arame de liga de aço CrSiV mostrou maior carga limite – tensão – para a vida infinita, no teste de fadiga “Nakamura”, quando comparado ao arame sem nitretação e ao arame com “shot peening”.

Um outro importante aspecto mostrado neste estudo é uma carga limite de fadiga ligeiramente superior à da condição de arame modificado apenas por “shot peening”. Esse resultado coloca uma discussão sobre a conveniência técnica e econômica da realização da nitretação. Estudos recentes mostram que a superfície modificada apenas por “shot peening” sofre uma degradação,<sup>(11)</sup> ou melhor, redução da tensão de compressão em função da temperatura em trabalho pouco acima da ambiente, situação típica para as molas de válvulas dos motores a compressão. Na nitretação esse inconveniente não existiria, pois a tensão de compressão é obtida por difusão atômica de nitrogênio formando nitretos e nitrogênio dissolvido na matriz ferrítica.\* Entretanto, observa-se em escala industrial a utilização combinada da nitretação e “shot-peening” para maximizar a elevação da resistência a fadiga.

Este breve estudo também mostrou que a temperatura de nitretação a ser utilizada tem fundamental importância, pois mesmo se utilizando uma temperatura inferior à de revenimento, neste caso, ainda ocorreu pequena redução da dureza de núcleo. Para se manter a dureza de núcleo com a mesma dureza obtida no estágio de revenimento seria necessária a utilização de uma temperatura de nitretação mais baixa que a utilizada no presente trabalho.

Para este estudo, a camada nitretada total obtida com profundidade média de 0,080mm e camada branca com espessura inferior a 0,002m sinalizou a elevação da resistência a fadiga por flexão-rotativa.

---

\* Jan Vatauvuk - Comunicação pessoal

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BLOEM, L; VENDRAMIM, JC; VATAVUK, J. Estudo comparativo entre os processos de nitrocarbonetação em banho de sal e por plasma para aplicação em êmbolos. In: CONGRESSO SAE-BRASIL, 2000. Paper series 2000-01-3175 P.
2. JACK, D.H.; JACK, K.H. Invited review: carbides and nitrides in steel. **Materials Science and Engineering**, v.11, p.1-27, 1973.
3. LILIENTAL, W.K; MALDZINSKI, L.; MORAWSKI, D.C.; TYMOWSKI, G.J. **Potential-controlled gas nitriding applied to gears**. Montreal: Nitrex Metal, 2001. p.1-2. (Technical publication, code TP/PPR/Nshv001- 2001).
4. JACK, D.H; WINNIK, S. Effect of process variables on the fatigue resistance of nitrided steels. In: HEAT TREATMENT, 79., 1979, Birmingham, p.169-177.
5. AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Atlas of fatigue curve**. Metals Park, OH: 1986.
6. KAYASU, Y.; YANASE, M; NAKANO, O.; IZAWA, Y.; ONADA, M. Development of high fatigue strength spring steel. **Wire Journal International**, Guilford, p.88-91, may 1996.
7. FORREST, P.G. **Fatigue of metals**. Oxford: Oxford Editor, 1970. p.192-193
8. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR146-1**: Materiais metálicos – Dureza Rockwell: parte I. Rio de Janeiro, 1988.
9. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 188-1**: Materiais metálicos – Dureza Vickers: parte I. Rio de Janeiro, 1999.
10. CRUZ, P; ODEN, M.; ERICSON, T. Influence of plasma nitriding on fatigue strength and fracture of a B-Mn steel. **Materials Science and Engineering**, v. A242, p.181-194, 1998.
11. GENEL, K.; DEMIRKOL, M.; ÇAPA, M. Effects of ion nitriding on fatigue behavior of AISI 4140 steel. **Materials Science & Engineering A**, v.279, n.1-2, p. 207-216, Feb. 2000