

## **APLICAÇÃO DE NITRETAÇÃO A PLASMA EM AÇO API 5L X70 LAMINADO A QUENTE**

**ANDRÉ SALES AGUIAR FURTADO<sup>1\*</sup>, RÔMULO RIBEIRO MAGALHÃES SOUSA<sup>2</sup>**  
**JOÃO RODRIGUES DE BARROS NETO<sup>3</sup>; PETTESON LINNIKER CARVALHO SERRA<sup>4</sup>; MARCELLINO YVIS**  
**REIS GUALTER<sup>5</sup>**

<sup>1</sup>Pós Graduando, Mestrado, PPGCM, UFPI, Teresina-PI, salesandre7@gmail.com;

<sup>2</sup> Dr. em Ciência e Engenharia dos Materiais, Prof. Titular CT, UFPI, Teresina-PI, romulorms@gmail.com;

<sup>3</sup>Msc. em Engenharia e Ciência dos Materiais, Prof. Titular CCN, UFPI, Teresina-PI, joaorbneto@gmail.com;

<sup>4</sup>Pós Graduando, Mestrado, PPGCM, UFPI, Teresina-PI, plinniker@gmail.com

<sup>5</sup> Graduando, DEM, UFPI, Teresina-PI, marcellinogualter26@gmail.com

Apresentado no

Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia – CONTECC'2017

8 a 11 de agosto de 2017 – Belém-PA, Brasil

**RESUMO:** Os aços API 5L X70 são largamente utilizados na confecção de dutos para transporte de fluidos por possuir boas propriedades mecânicas, facilidade de fabricação e baixo custo. Eles também são utilizados em aplicações submarinas como em perfuração de petróleo ou em meio corrosivo contendo H<sub>2</sub>S. A nitretação a plasma é uma técnica largamente utilizada para melhorar as propriedades tribológicas e mecânicas, portanto é necessário um estudo da influência de diversos parâmetros de nitretação, a fim de se obter um conjunto de propriedades desejáveis. Neste trabalho foi estudado a influência da temperatura de nitretação em amostras de aço API 5L X70 submetidos a diferentes rotas de laminação a quente. As amostras do aço em questão foram nitretadas nas temperaturas 450°C e 500°C, pressão de 2,5 Torr e atmosfera com 75% de H<sub>2</sub> e 25% N<sub>2</sub>, durante 4 horas. Os resultados obtidos mostraram que houve um significativo endurecimento superficial em relação ao material não nitretado. A espessura da camada de compostos e microdureza aumentaram com a elevação da temperatura. Houve também uma diferença de dureza entre as condições de laminação, sugerindo que a diferença na microestrutura do material com rota diferente de laminação a quente pode ter influenciado a difusão de nitrogênio.

**PALAVRAS-CHAVE:** Nitretação a plasma, laminação a quente, aço API 5L X70.

### **APPLICATION OF PLASMA NITRIDING OF API 5L X70 HOT ROLLED STEEL**

**ABSTRACT:** API 5L X70 steels are widely used in the manufacture of fluid transport ducts because they have good mechanical properties, easy manufacture and low cost. They are also used in underwater applications such as in oil drilling or corrosive environments containing H<sub>2</sub>S. Plasma nitriding is a technique widely used to improve the tribological and mechanical properties, so it is necessary to study the influence of several nitriding parameters in order to obtain a set of desirable properties. In this work the influence of nitriding temperature on API 5L X70 steel samples submitted to different hot rolling routes was studied. Samples of the steel in question were nitrided at temperatures 450 °C and 500 °C, pressure of 2.5 Torr and atmosphere with 75% H<sub>2</sub> and 25% N<sub>2</sub> for 4 hours. The results showed that there was a significant surface hardening in relation to the non-nitrided material. The thickness of the compound layer and microhardness increased with increasing temperature. There was also a difference in hardness between the rolling conditions, suggesting that the difference in microstructure of the material with a different hot rolling route may have influenced the diffusion of nitrogen.

**KEYWORDS:** Plasma nitriding, hot rolling, API 5L X70 steel.

## **INTRODUÇÃO**

A utilização de tubos para transporte de líquidos já era realizada desde os tempos antigos. Os chineses utilizavam bambus para transportar água, os egípcios e astecas utilizavam materiais cerâmicos e os gregos utilizavam tubulações feitas de chumbo (Francisco, 2009).

Atualmente, a viabilidade econômica de tal empreendimento é criticamente dependente do balanço custo/rendimento/benefício. Uma das formas em que o custo de uma nova linha dutoviária pode ser reduzido é por meio do uso de aços de alta resistência mecânica. Tal abordagem oferece a possibilidade de redução de espessura do tubo e o aumento da pressão operacional, reduzindo consequentemente o custo de produção, transporte e instalação (Carvalho, 2009).

O tratamento de nitretação como técnica de modificação superficial com descarga luminescente é realizado com aquecimento do material até uma determinada temperatura termodinamicamente favorável à difusão de uma espécie química para o interior do metal base, formando compostos. Para que isso ocorra, o meio no qual a peça estará inserida deve ser rico em gases dos elementos químicos de interesse. Esses tratamentos termoquímicos podem ser aplicados em materiais como ferro fundido, aço carbono e aço ligado (Pang, 2013).

O material utilizado nesse trabalho é o aço API 5L X70 usado em sistemas dutoviários, a aplicação de nitretação a plasma em materiais utilizados na indústria de óleo e gás é interessante pois pode levar à uma maior durabilidade de peças de difícil substituição. Nessas aplicações os fluidos podem carregar partículas abrasivas que podem ocasionar o desgaste do duto e corrosão pela severidade do meio e sua composição. O tratamento na superfície interna do duto poderia ser utilizado para aumentar a resistência a abrasão e corrosão.

As características microestruturais da camada superficial criada no tratamento foram avaliadas por ensaios de microdureza Vickers e microscopia ótica afim de constatar sua uniformidade ao longo da superfície da amostra e dimensionar a espessura da camada de compostos do aço submetido a nitretação a plasma.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

Este trabalho utilizou um aço muito usado para transporte de petróleo e derivados, de classificação API 5L X70. O material em questão foi submetido a laminação a quente com posterior tratamento termoquímico de nitretação a plasma.

O processo de laminação consistiu em aquecimento das placas de aço em forno tipo mufla nas temperaturas de 1000 e 1100 °C, após o aquecimento elas foram laminadas no sentido longitudinal afim de diminuir a espessura e aumentar seu comprimento. Quando a espessura obtida não foi suficiente elas foram reaquecidas a 900 °C e relaminadas. A Tabela 1 apresenta as etapas de laminação.

Após a etapa de laminação as placas foram preparadas para o processo de laminação, elas foram cortadas em pequenas amostras de 15X15 mm utilizando uma cortadeira metalográfica, após o corte foi feita uma preparação da superfície que será nitretada. Essa preparação consistiu em lixamento com lixas d'água de granulometria 180, 360, 400, 600 e 1200 MESH, posteriormente foram polidas para adquirir um aspecto espelhado. Posteriormente foram colocadas em um béquer com acetona e inseridas em um equipamento ultrassom por 10 minutos.

O processo de nitretação a plasma aconteceu em um reator de fonte pulsada com tensão máxima de 800 V da marca SDS Plasma, as amostras foram submetidas a um pré-sputtering à 350 °C com atmosfera composta de 50% de hidrogênio e 50% de argônio, tensão de 800 V, pressão de 1,5 Torr, durante uma hora. A função do pré-sputtering é remover possíveis óxidos remanescentes das superfícies que poderiam comprometer de alguma forma o tratamento.

Após o pré-sputtering os parâmetros foram alterados para 75% de hidrogênio e 25% de nitrogênio, a temperatura foi elevada para 450 ou 500 °C, pressão de 2,5 Torr, condições mantidas durante 4 horas.

Tabela 1. Etapas do processo de laminação a quente

| N° da placa | Grau de deformação (%) | Temp. de Aquecimento (°C) | Temperatura antes do passe (°C) |          |          |          | Temp. Final |
|-------------|------------------------|---------------------------|---------------------------------|----------|----------|----------|-------------|
|             |                        |                           | 1° passe                        | 2° passe | 3° passe | 4° passe |             |
| 1           | 49,42                  | 1000                      | 863                             | 806      | 733      | -        | 689         |
| 2           | 68,96                  | 1100                      | 962                             | 893      | 794*     | 773*     | 729         |

Para uma melhor compreensão as amostras foram de acordo com o número da placa e temperatura de nitretação:

- P1-450: amostra da placa 1 submetida a temperatura de nitretação de 450 °C.
- P1-500: amostra da placa 1 submetida a temperatura de nitretação de 500 °C.
- P2-450: amostra da placa 2 submetida a temperatura de nitretação de 450 °C.
- P2-500: amostra da placa 2 submetida a temperatura de nitretação de 500 °C.

A camada superficial foi observada através de microscopia ótica, as amostras nitretadas foram cortadas a 5mm da borda, embutidas em baquelite, lixadas com lixas d'água de granulometria 180, 360, 400, 600 e 1200 MESH seguido de polimento mecânico com pasta de diamante com granulometria de 3 µm. Posteriormente foram imersas em álcool, secagem com secador comum, realizado ataque químico com Nital 4% (4% de ácido nítrico + 96% de álcool etílico), novamente imersas em álcool e por último, novamente secas com um secador comum. As imagens das microestruturas e camadas de compostos foram obtidas com um aumento de 800 vezes.

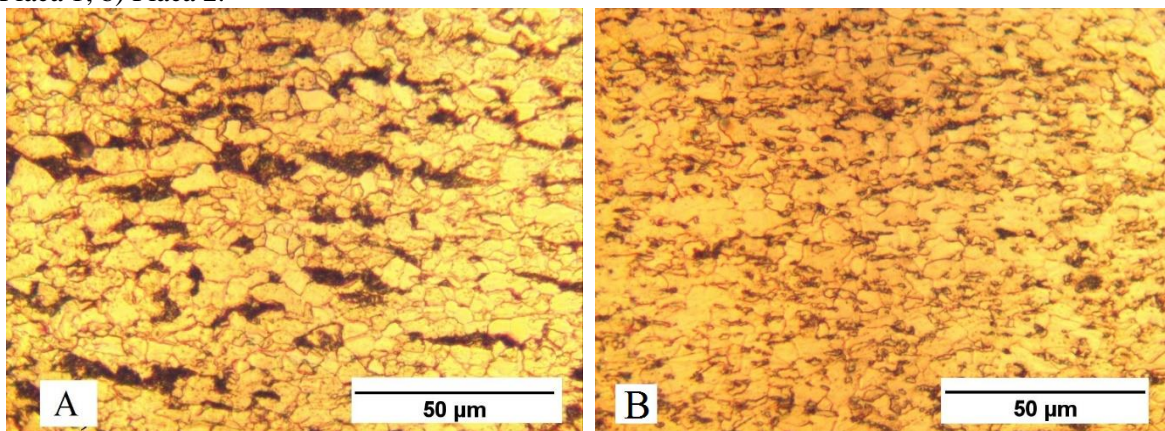
Afim de atestar o endurecimento superficial das amostras foram feitos ensaios de microdureza em um microdurômetro com escala Vickers, esse equipamento permite a realização de ensaios com cargas 10 e 1000 gf com tempo de aplicação entre 5 e 60 segundos.

Para esse trabalho, foram feitas 7 (sete) endentações com distâncias entre elas de 50 µm na superfície tratada no sentido da borda para o centro das amostras, a carga utilizada foi de 50 gf e tempo de aplicação de 15 segundos. O valor de dureza foi feito tomando a média aritmética das medidas realizadas.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 1- a,b mostram as microestruturas do material após a laminação a quente, elas apresentam estrutura semelhante a ferrita e perlita, a literatura também cita essas microestruturas como característica dos aço API. Pode-se perceber a diferença no tamanho de grão para as duas condições de laminação, essa diferença se deve a diferença de temperatura e grau de deformação durante a laminação a quente.

Figura 1. Microestrutura do material após laminação. Aumento de 800 vezes, ataque Nital 4% - a) Placa 1; b) Placa 2.



As figuras 2 – a, b, c e d apresentam as micrografias das amostras após a realização de nitretação a plasma com aumento de 800 vezes.

A figura 2 permite a visualização da formação da zona de compostos pertencente à camada nitretada em todas as condições de laminação e em ambas as temperaturas de nitretação, 450 e 500 °C, pode-se observar na figura 2 e da tabela 2 que a camada de compostos é apresentada com uma maior espessura nas amostras nitretadas em 500 °C (P1-500 e P2-500), a temperatura de tratamento superior favorece a formação e crescimento dos cristais da camada superficial, conferindo maior espessura da mesma.

De acordo com a tabela 2, pode-se perceber uma pequena diferença na espessura de camada nas amostras de placas diferentes mas com mesma temperatura de tratamento (ex: P1-450 e P2-450), essa diferença pode estar relacionada com a diferença na microestrutura das placas.

Figura 2. Micrografias da seção transversal das amostras nitretadas com aumento de 800 vezes, reagente nital 4% - a) P1-450; b) P1-500; c) P2-450; d) P2-500.

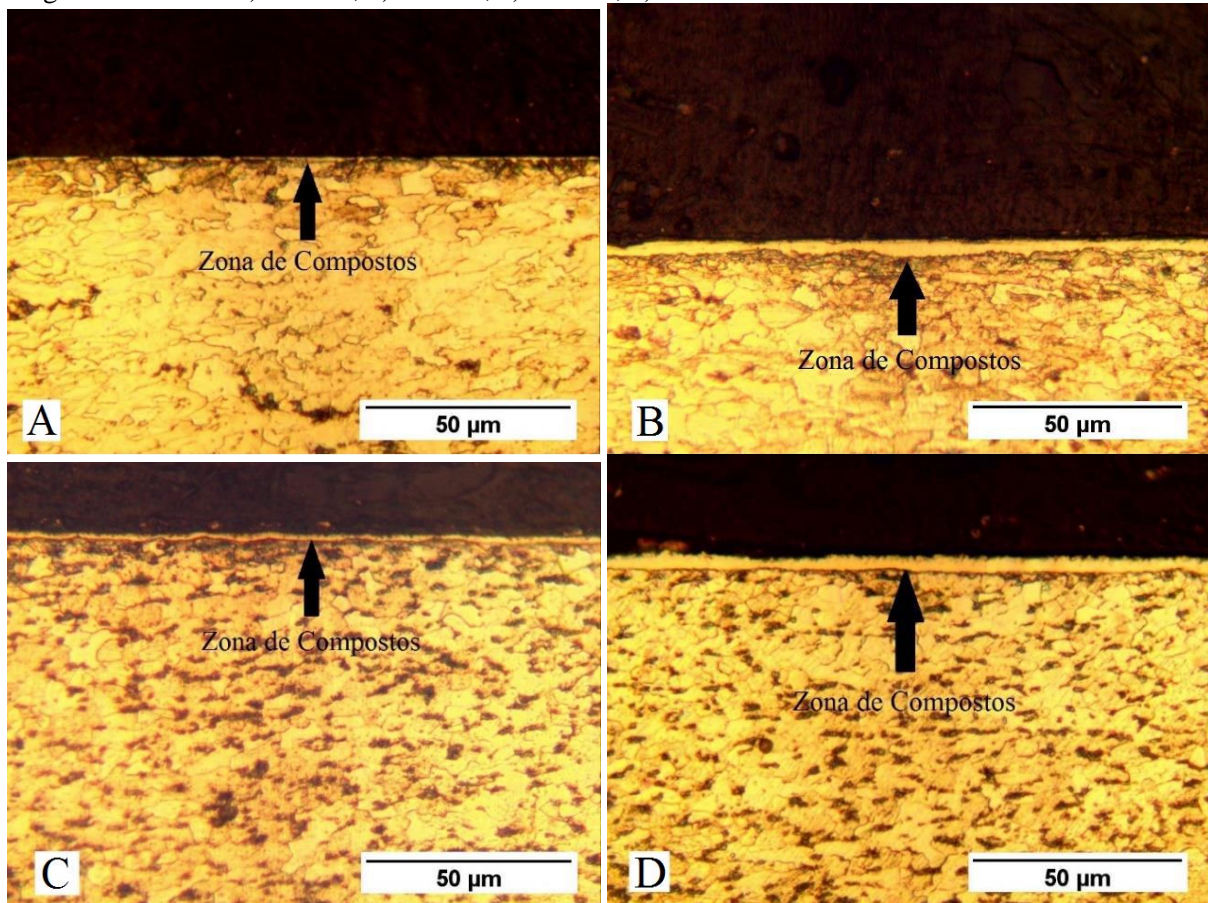


Tabela 2. Valores médios de espessura de camada de compostos observada nas amostras nitretadas.

|                     | Placa 1   | Placa 3  |
|---------------------|-----------|----------|
| Nitretação a 450 °C | 0,6698 μm | 1,421 μm |
| Nitretação a 500 °C | 2,805 μm  | 3,250 μm |

A Tabela 3 apresenta os valores médios de microdureza obtidos da superfície das amostras sem tratamento e após os tratamentos de nitretação a plasma. Os resultados apresentados na Tabela 3 mostram que houve um aumento considerável da microdureza superficial em todos os tratamentos. Este aumento de dureza pode estar relacionado com a alta concentração de nitrogênio na rede cristalina do ferro- $\alpha$  que proporciona uma maior distorção do reticulando dificultando o movimento de discordâncias (Cesconetto et al., 2012).

Tabela 3. Valores médios de microdureza obtidos nas amostras com e sem tratamento.

| Estado da Amostra   | Placa 1   | Placa 2   | Placa 3   |
|---------------------|-----------|-----------|-----------|
| Sem Tratamento      | 217,14 HV | 188,98 HV | 168,49 HV |
| Nitretação a 450 °C | 599,22 HV | 553,22 HV | 651,63 HV |
| Nitretação a 500 °C | 706,43 HV | 667,82 HV | 768,82 HV |

De acordo com a Tabela 3, o aumento da temperatura de tratamento de 450 °C para 500 °C provocou um aumento de microdureza para todas as amostras. De acordo com Tier e colaboradores (2002), isso acontece porque o aumento da temperatura faz com que a quantidade e tamanho dos precipitados aumentem, elevando a dureza.

A Tabela 3 também mostra que nos tratamentos de nitretação a plasma para uma temperatura constante, os valores de microdureza são diferentes para cada condição de laminação. Isso pode ter acontecido devido a diferença da microestrutura das amostras em diferentes condições de laminação. Elas apresentam tamanho de grãos ferríticos diferentes e consequente áreas de contorno de grãos diferentes, sabe-se que os contornos de grão são centros ativos durante a nitretação, há uma difusão maior através destes. Portanto, as amostras que possuem maior área de contorno de grãos, possivelmente possuirão maior camada nitretada e maior dureza.

## CONCLUSÕES

O presente trabalho mostrou a eficácia dos processos de nitretação a plasma convencional e com gaiola catódica no aumento da dureza superficial de aço API 5L X70, através dos resultados de microdureza e microscopia ótica da superfície nitretada foi possível perceber um aumento de dureza e espessura da camada de compostos quando a temperatura de tratamento aumenta.

Foi observada uma variação de dureza nas amostras de diferentes condições de laminação quando comparados em uma mesma temperatura de nitretação, indicando que o refino do grão no processo de laminação, observado através de um microscópio ótico, induz uma maior área de contorno de grão, o que facilita a difusão durante a nitretação, e aumenta a dureza da superfície nitretada.

## REFERÊNCIAS

- Alves JR., Clodomiro. Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações. 2001.
- American Petroleum Institute, Washington, DC. API SPECIFICATION 5L; Specification for Line Pipe, 4.ed., Março, 2004.
- Carvalho, Maurício de. Determinação experimental da tenacidade à fratura termicamente afetada de junta de aço API 5L X80. 2009, 113 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Universidade de São Paulo. São Paulo, 2009.
- Cesconetto, M. da C. R. L.; FRANCO JR, A. R.; VIEIRA, E. A. Influência da Nitretação a Plasma na Resistência ao Desgaste Microabrasivo do Aço API 5L X-70. II Workshop de Ciência e Tecnologia em Engenharia Metalúrgica e de Materiais do PROPEMM – IEFS, Vitória, 2012.
- Francisco, J. C. Avaliação da tenacidade à fratura do aço API 5L X70 utilizado na fabricação de dutos transportadores de gás de petróleo. 2009, 192 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade de São Paulo. São Carlos, 2009.
- Pang, G. X.; LI, Z. L.; Chen, Z. Y. Research on ion nitriding temperature effect on wear resistance of Cr12MoV steel. Physics Procedia, 2013; 50: 120–123.
- Sousa, R. R. M. Nitretação iônica sem efeito de borda: desenvolvimento e avaliação de uma nova técnica, 2006, p.73. Dissertação de mestrado, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. UFRN – Natal, 2006.
- Tier, M.A; Santos, A. V.; Kuhnen, C.A; Strohaecker, T.R; Krausen, J.C. A study of grain boundary precipitation during plasma nitriding of steel. Surface Modification Technology, v. 5, n.8, 225-231, 2002.