

INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO PRÉVIA EM AÇO M2 COM REVESTIMENTO DE TIN

G. B. Praxedes

M. S. Libório

E. O. de Almeida

S. M. Alves

T. H. C. Costa

Escola de Ciência e Tecnologia – UFRN, Campus Universitário, 59072-970

Natal-RN – Brasil.

glintonpraxedes@live.com

Resumo:

O contínuo avanço tecnológico exige que, cada vez mais, se procure materiais com melhores propriedades e conseqüentemente maior versatilidade de utilização. O aço rápido M2 é amplamente usado em aplicações industriais, e essa grande utilização justifica o interesse em pesquisas com a finalidade de obter-se melhoramento de suas propriedades. Filmes finos de nitreto de titânio têm sido um dos revestimentos mais aplicados neste metal, proporcionando modificações nas propriedades tribológicas e mecânicas, além de aumentar sua resistência ao desgaste. No presente trabalho, amostras de aço M2 foram submetidas à nitretação prévia com condições de tratamento diferentes: pressão, temperatura e tempo. Em seqüência, a deposição de filmes finos foi realizada pela técnica de processamento a plasma *magnetron Sputtering*, nesta etapa foram mantidas inalteradas, todas as condições de tratamento para avaliar a influência da nitretação a plasma nas propriedades finais do revestimento. A nitretação provocou mudanças superficiais nas amostras, decorrente dos diferentes parâmetros de tratamento (pressão, temperatura e tempo). As amostras nitretadas apresentaram durezas mais elevadas, coeficiente de atrito reduzido em função da espessura da camada nitretada e maior adesão do

revestimento de TiN em relação a amostra não nitretada. Para caracterização das amostras revestidas realizou-se ensaios de pino sobre disco, microdureza e microscopia eletrônica de varredura, avaliando a influência da camada nitretada na deposição de filmes de TiN e sua aplicação em filmes lubrificantes sólidos.

Palavras chaves: Nitretação a plasma, Magnetron sputtering, filmes finos, nitreto de titânio.

INTRODUÇÃO

A contínua evolução dos processos de fabricação tem aumentado à severidade das condições de trabalho de ferramentas de corte. Solicitações cada vez mais agressivas têm levado ferramentas como brocas, ao desgaste prematuro. A fim de contornar esses problemas, as indústrias têm investido nas pesquisas sobre aplicação de filmes finos para obter ótimos desempenhos superficiais, melhorando propriedades tribológicas como: Baixo atrito e alta resistência ao desgaste ⁽¹⁾.

Um dos aços mais comuns na aplicação de ferramenta de corte é o aço rápido M2, Aço-liga formador de carbonetos responsáveis por aumentar a resistência mecânica e diminuir a usinabilidade ⁽²⁾. Os problemas que comumente ocorrem associados a este aço são devido ao desgaste da aresta de corte, porém os revestimentos têm como finalidade diminuir a perda de material bem como melhorar a dureza superficial o que resulta em baixo coeficiente de atrito e extensão de sua vida útil ⁽³⁾. Estes resultados podem ser obtidos por nitreto de titânio (TiN) que tem sido amplamente utilizado como revestimento para este tipo de aço.

Nas últimas décadas, houve um grande aumento no número de tecnologias associadas à modificação de superfícies. As técnicas usadas para isso fazem cada vez mais uso de processos a plasma ⁽⁴⁾. Entre estas, uma das técnicas mais utilizadas para o tratamento superficial é a deposição física a vapor (*PVD*) por pulverização catódica (*magnetron sputtering*), no qual o gás ionizado colide com o alvo (titânio) localizado no catodo que tem suas partículas mais externas arrancadas

e direcionadas até a superfície do substrato ⁽⁵⁾. Este método atraiu o interesse das indústrias tornando-se muito difundido para a deposição de filmes de óxidos, nitretos e carbonetos ⁽⁶⁾.

Nos últimos anos, em determinados revestimentos, alguns trabalhos têm apontado limitações causadas pela baixa aderência, fragilidade dentre outros fatores, causando a perda das propriedades superficiais das ferramentas ^(1,7). Para minimizar estes efeitos, um tratamento duplex ou processos híbridos utilizando a combinação de duas ou mais técnicas de deposição podem contornar os frequentes problemas apresentados por estes filmes. Portanto, este trabalho se propôs a avaliar a influência da nitretação prévia de amostras de aço M2 revestidas por TiN com *Magnetron Sputtering*, através da análise do perfil de dureza, da tenacidade à fratura, coeficiente de atrito, desgaste abrasivo e aderência, ambos em função dos parâmetros de processo (Pressão, temperatura, tempo, corrente, tensão, fluxo e mistura gasosa).

MATERIAS E MÉTODOS

Uma haste previamente temperada de aço M2 foi usada para a fabricação de 10 amostras cilíndricas com 15mm de diâmetro e 3mm de altura. A têmpera realizada pelo fabricante produz um gradiente de dureza ao longo do comprimento da haste, isso faz com que cada amostra tenha um valor de dureza diferente como mostrado na figura 1.

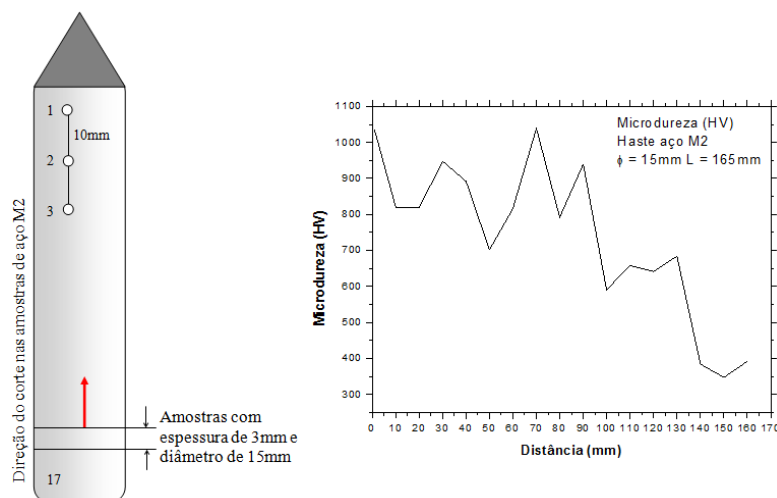


Figura 1: Variação da dureza das amostras de aço M2 causada pela têmpera na haste.

As amostras passaram por um processo de preparação com lixas de 220 a 2000 de granulometria e, em seguida, foram polidas com solução química (60% de H₂O₂ e 40% de sílica).

No ensaio de dureza foi usado um microdurômetro de modelo HVS 1000^A digital acoplado a um microscópio óptico. O equipamento foi configurado para a carga de 100g e ciclo de indentação de 15s. Depois de nitretadas e revestidas com TiN, as amostras foram avaliadas quanto a tenacidade a fratura no mesmo microdurômetro, neste caso foram utilizadas as cargas de 1000 e 2000g. O ensaio de pino-sobre-disco foi realizado com intervalo de tempo de 20min e rotação de 180 RPM para medir os diferentes coeficientes de atrito em função das mudanças nos parâmetros de processo. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi usada para observar as espessuras das camadas nitretadas e revestidas além do desgaste da esfera sobre o filme de TiN causado pelo ensaio de pino-sobre-disco.

A nitretação prévia foi realizada em oito amostras de aço M2, nos quais os seus parâmetros foram modificados durante o processo. Dentre os parâmetros da nitretação, apenas a mistura (20%N₂+80%H₂) e o fluxo de 10sccm permaneceram inalterados, porém, a pressão, temperatura, tempo, corrente e tensão foram responsáveis pelas mudanças superficiais das amostras. A tabela 1 apresenta as diferentes condições de tratamentos utilizados no presente trabalho.

Tabela 1: Parâmetros para nitretação a plasma.

Parâmetros da nitretação	Amostras							
	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8
Pressão: (P) mbar	1	2	1	2	1	2	2	1
Temperatura: (T) °C	400	400	450	450	400	400	450	450
Tempo: (t) hora	1	1	1	1	3	3	3	3
Corrente: (A) mA	140	201	150	200	130	170	200	150
Tensão: V	965	616	1099	715	950	653	702	1111

*As amostras A9 e A10 não foram nitretadas.

Os filmes finos foram depositados utilizando um equipamento de magnetron sputtering reativo com pressões parciais controladas por um analisador de massa (QMG) da marca MKS, de 200 amu. Os alvos de Titânio (Ti) usados na deposição apresentavam pureza de 99,995%, com 54mm de diâmetro e 4mm de espessura. Os gases usados na deposição foram Nitrogênio (N₂) e Argônio (Ar), ambos com pureza de 99,999%. Filmes de TiN com 600nm de espessura foram depositados à uma taxa de 20nm/min nos discos de aço M2. Antes da deposição foi feito um pré-*sputtering* de 10min, apenas com Ar, para remover as impurezas do alvo de titânio. Em seguida, foi depositada uma camada intermediária de Ti com 20nm para melhorar a adesão entre o substrato e o filme nitretado ⁽⁸⁾. Logo depois, o nitrogênio foi inserido na câmara por 30min para a formação da camada de TiN. Este procedimento para deposição foi padrão para todas as amostras, a fim de avaliar apenas a influência da nitretação.

Tabela 2: Parâmetros de deposição por *magnetron sputtering*.

Parâmetros	Aço M2 nitretado
Pressão de base (mbar)	$1,5 \cdot 10^{-6}$
Pressão de Argônio (mbar)	$3 \cdot 10^{-4}$
Pressão de Nitrogênio (mbar)	$0,3 \cdot 10^{-4}$
Pressão total	$3,3 \cdot 10^{-4}$
Temperatura de deposição (C°)	230
Substrato	Aço nitretado M2
Potência DC (W)	200
Corrente (A)	0,574
Tensão (V)	342
Pré- Sputtering	10 minutos com Ar
Espessura (nm)	600
Taxa (nm/min)	20
Tempo de deposição	30 minutos

RESULTADOS E DISCUSSÕES

O ensaio de microdureza mediu a variação da dureza superficial causada pela nitretação e deposição em relação às amostras antes dos tratamentos. Observou-se em todas as amostras, um aumento significativo da dureza na camada nitretada (tabela 3). Já a dureza no filme de TiN apresentou aproximadamente a mesma medida em todas as amostras (aproximadamente 1400HV), porém na amostra A10 não foi observado aumento de dureza, pois não houve deposição de filme sobre essa. A figura 2a mostra um perfil de dureza da região mais interna (substrato) até a borda mais externa da camada nitretada. A diminuição da impressão causada pela ponta piramidal do penetrador Vickers a uma carga constante (100g) traduz-se no aumento da dureza produzida pela nitretação a plasma.

Tabela 3: Dureza e análise da fratura das amostras de aço M2 que Nitretadas e Revestidas com TiN.

Dureza	Amostras									
	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10
HV do aço M2	906	932	1224	1227	1070	1355	1521	880		
HV da Superfície Nitretada	1167	1228	1237	1560	1545		1510	1268	943	
HV do TiN	1400	1228	1400	1400	1400	1400	1400	1400	1400	846
Tenacidade à fratura (carga de 1kg e 2kg)										
Trincou: (Não/Sim)	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Sim

Com o mesmo equipamento foi realizado o ensaio de tenacidade à fratura. Neste ensaio, apenas a amostra sem nitretação prévia apresentou trincas em sua superfície como está apresentado pela figura 2b.

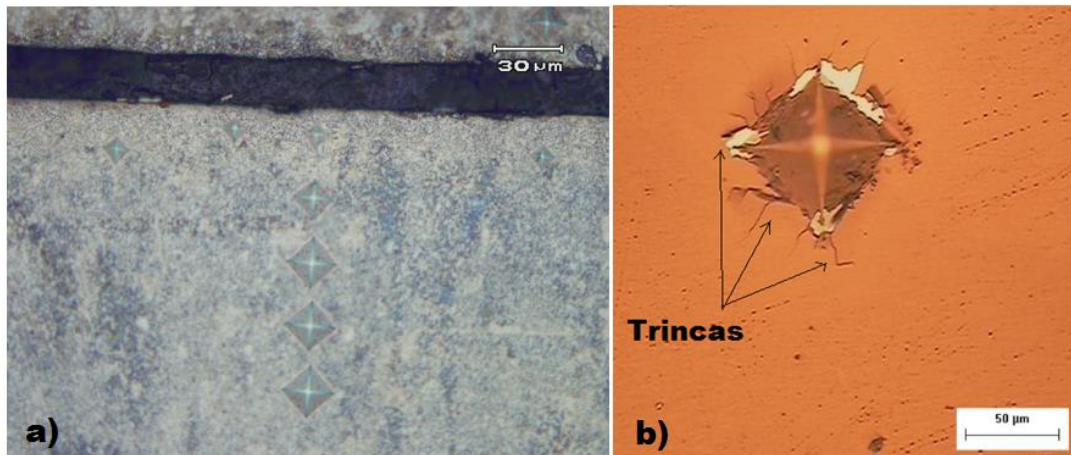


Figura 2: a) imagem da impressão causada por penetrador Vickers na camada nitretada, b) Trincas no filme de TiN: Amostra não nitretada.

O ensaio de pino sobre disco mediu o coeficiente de atrito máximo ($\mu_{\text{máx}}$) das amostras nitretadas e revestidas. Os resultados mostraram uma dependência em relação a espessura da camada nitretada. A tabela 4 apresenta os valores de $\mu_{\text{máx}}$ e da espessura da camada nitretada (h_n), já a figura 3 mostra duas imagens obtidas por MEV, das pistas de desgaste causadas pelo ensaio tribológico. Nestas imagens nota-se um menor desgaste adesivo na amostra com maior espessura de camada nitretada e conseqüentemente, menor atrito. Não foi medido o atrito com a amostra A6, pois esta saiu da posição durante o ensaio.

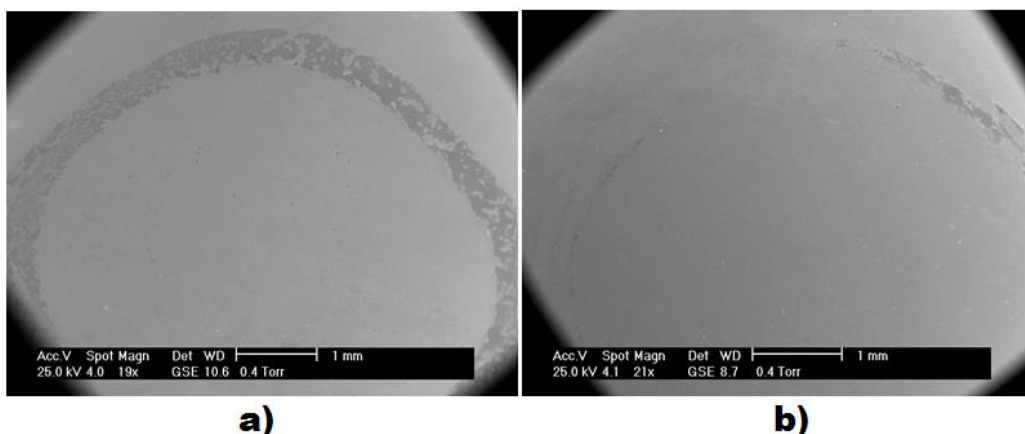


Figura 3: pista de desgaste da (a) amostra A1 (1mbar, 400°C, 1h) e da amostra A7 (2mbar, 450°C, 3h).

Tabela 4: Resultado dos ensaios de pino sobre disco e sua relação com a espessura da camada nitretada.

		Amostras									
Pino sobre disco	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
$\mu_{\text{máx}}$	0,767	0,727	0,573	0,62	0,573	Saiu da posição	0,665	0,587	0,639	0,541	
$h_{\text{nitretada}}$	29,67	19,47	66,44	63,32	56,39	31,78	63,49	65,18			

CONCLUSÕES

Com base nos dados obtidos neste trabalho por meio dos ensaios tribológicos e das observações feitas em microscópio óptico e eletrônico de varredura, pode-se perceber a influência da camada nitretada nas amostras de aço M2 revestidas com TiN. As camadas nitretadas com maior espessuras apresentaram menor coeficiente de atrito e conseqüentemente menor desgaste adesivo. A amostra não nitretada também apresentou trincas no revestimento de TiN, o que caracteriza baixa tenacidade, ou alta fragilidade em condições de carregamento. Isso faz com que ferramentas como brocas, fabricadas com este material possua maior resistência mecânica, maior capacidade de usinar outro material, além de uma maior vida útil.

REFERÊNCIA

- (1) KWIETNIEWSKI, C.; FONTANA, W.; MORAES, C.; ROCHA, A. DA S.; HIRSCH, T.; REGULY, A. Nitrided layer embrittlement due to edge effect on duplex treated AISI M2 high-speed steel. Surface & coatings technology. 2003.
- (2) FERRARESI, D. Fundamentos da Usinagem dos Materiais. UFRG. Editora Edgard Blucher LTDA. 1969.

- (3) MOHAMMADZADEH, R; AKBARI, A; DROUET, M. Microstructure and wear proprieties of AISI M2 tool steel on RF plasma nitriding at different N₂-H₂ gas compositions. Surface & coatings technology. V. 258, p. 566-573, 2014.
- (4) ALVES JUNIOR. C. Nitretação a plasma: Fundamentos e Aplicações. Brasil: UFRN, 2001.
- (5) LIBÓRIO, M. S. Metodologia numperico-experimental para avaliação da espessura de filmes de nitreto de titânio obtidos por processamento a plasma. Tese (doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte.
- (6) TENTARDINE, E. K.; BLANDO, E.; HUBLER, R. TiN structural modifications induced by bias voltage in a new dynamic controlled magnetron sputtering apparatus. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. 2001.
- (7) F. RICHTER, H. KUPFER, H. GIEGENGACK, G. SCHAARSCHMIDT, F. SCHOLZE, F. ELSTNER AND G. HECHT. Fundamental mechanisms of titanium nitride formation by d.c. magnetron sputtering.V. 55-55,part 1,16 November 1992, Pages 338-342.
- (8) A. AKBARI A, R. MOHAMMADZADEH A, C. TEMPLIER B, J.P. RIVIEREA. AKBARI A, R. MOHAMMADZADEH A, C. TEMPLIER B, J.P. RIVIERE. Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high speed steel. v 204. P. 414-420 (2010).

INFLUENCE OF PRELIMINARY NITRIDING STEEL M2 WITH TIN COATING

Abstract:

The continuous technological advance requires that, more and more, look to materials with improved properties and thus greater versatility of use. The M2 high speed steel is widely used in industrial applications, and this great use justifies the interest in research in order to obtain improvement of their properties. Thin films of titanium nitride coatings have been one of the most applied in this metal, providing changes in tribological and mechanical properties, and increase its resistance to wear. In this study, M2 steel samples were subjected to prior nitriding treatment with different conditions: pressure, temperature and time. In sequence, the thin film deposition is

performed by plasma processing magnetron sputtering technique, at this stage were kept unchanged all treatment conditions to evaluate the influence of plasma nitriding the final properties of the coating. The nitriding surface caused changes in the samples due to the different treatment parameters (pressure, temperature and time). The nitrided samples showed higher hardness, low friction coefficient depending on the thickness of the nitrided layer and greater adherence of TiN coating on non-nitrided sample. For characterization of the coated samples was carried pin on disc testing, hardness, scanning electron microscopy, assessing the influence of the nitrided layer on deposition of TiN films and its application in solid lubricant films.

Key-words: Plasma nitriding, Magnetron sputtering, thin films, titanium nitride.