

## INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DO PROCESSO DE NITRETAÇÃO A PLASMA EM GAIOLA CATÓDICA NA RESISTÊNCIA AO DESGASTE MICROABRASIVO DO TITÂNIO ASTM F 67, GRAU DE PUREZA 2

Edimar N. Monteiro<sup>1</sup>; Adonias R. Franco Jr<sup>2</sup>.  
emonteiro2603@gmail.com

1 Centro Universitário do Espírito Santo – UNESC

2 Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Espírito Santo – IFES

### RESUMO

*No presente trabalho foram realizados estudos para determinar os parâmetros de nitretação a plasma em gaiola catódica capazes de aprimorar a resistência ao desgaste microabrasivo do titânio comercialmente puro. Os experimentos foram conduzidos em diferentes temperaturas usando uma mistura de composição 80% H<sub>2</sub> e 20% N<sub>2</sub> com tempo de 3 h. Os ensaios de desgaste indicaram uma redução máxima de 13% do coeficiente de desgaste para o processo executado a 350 °C. Os ensaios de microdureza Vickers mostraram que os perfis de dureza estão intimamente relacionados com a resistência ao desgaste da camada nitretada. Não foram observadas alterações significativas na microestrutura.*

**Palavras-chave:** Nitretação a plasma; Titânio comercialmente puro; Desgaste microabrasivo.

### 1. INTRODUÇÃO

Dentre as propriedades apresentadas pelo titânio, sua excelente biocompatibilidade confere ao mesmo uma posição de relevante importância para o mercado científico e tecnológico, uma vez que o material é usado na fabricação de diversos dispositivos destinados a implantes biomédicos<sup>(1)</sup>.

O teor de titânio no metal comercialmente puro (Ti-Cp – ASTM F 67) depende de seu grau de pureza que varia do grau de pureza 1 (mais puro) ao grau de pureza 5, recebendo a denominação de liga Ti6Al4V<sup>(2)</sup>. Atualmente as ligas de titânio são os materiais metálicos mais atrativos para as aplicações biomédicas. Na medicina, tais ligas são utilizadas como dispositivos de implantes não permanentes, tais como os pinos usados em fixações de fraturas ósseas, sendo a liga Ti6Al4V (ASTM F 136) a principal delas. Entretanto, em implantes permanentes, a aplicação da mencionada

liga encontra restrições em virtude de uma possível contaminação decorrente do vanádio e do alumínio residuais<sup>(3)</sup>.

Por isso, o titânio comercialmente puro (Ti-Cp – ASTM F 67) é o material preferível para situações onde são requeridas reconstruções permanente de fraturas ósseas<sup>(3)</sup>. Embora o Ti-Cp ofereça melhor resistência a corrosão e tolerância óssea que os demais materiais metálicos, ele apresenta propriedades de desgaste desfavoráveis, o que restringiu sua utilização em determinadas aplicações, tais como aquelas onde é inevitável o contato direto metal contra metal como, por exemplo, na reconstrução de articulações<sup>(4)</sup>.

Em virtude da dificuldade de se desenvolver biomateriais que atendam as propriedades necessárias para uma determinada situação específica, podem ser usados substratos que apresentem as características mínimas exigidas e, através de tratamentos específicos, adequá-los às condições requeridas de uso<sup>(5)</sup>. Muitas técnicas envolvendo tratamentos físicos ou químicos, ou ainda, uma combinação de ambos, têm sido propostas para modificar as propriedades superficiais desses materiais<sup>(6)</sup>. Entre tais técnicas, a nitretação a plasma e suas variantes vêm sendo amplamente empregadas no tratamento superficial de biomateriais<sup>(5)</sup>. Sendo, tais procedimentos, eficazes para o endurecimento superficial do titânio e suas ligas<sup>(4)</sup>.

Este trabalho buscou definir os parâmetros adequados do processo de nitretação a plasma em gaiola catódica com o objetivo de aprimorar a resistência ao desgaste microabrasivo do Ti-Cp ASTM F 67 de grau de pureza 2.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o processo de nitretação e caracterização das propriedades de interesse foram preparadas amostras de Ti-Cp grau 2 (ASTM F 67) quadradas com 15 mm de lado e 2,0 mm de espessura. Essas amostras foram lixadas e polidas com acabamento efetuado por polimento com alumina de granulometria 0,3 µm.

O processo de nitretação foi conduzido com mistura gasosa de composição 80% H<sub>2</sub> e 20% N<sub>2</sub> e fluxo de 400 cm<sup>3</sup>/min a uma pressão de 2,5 Torr. A gaiola utilizada como cátodo no tratamento é constituída do mesmo material das amostras em estudo, apresentando dimensões de 6,0 cm de diâmetro e 9,5 cm de altura, oferecendo um volume de confinamento de plasma de 425 cm<sup>3</sup>. Todas as amostras foram tratadas durante 3 h, usando para os experimentos temperaturas de 300, 350,

400 e 450 °C. As temperaturas de tratamento foram medidas com o termopar inserido dentro da gaiola catódica.

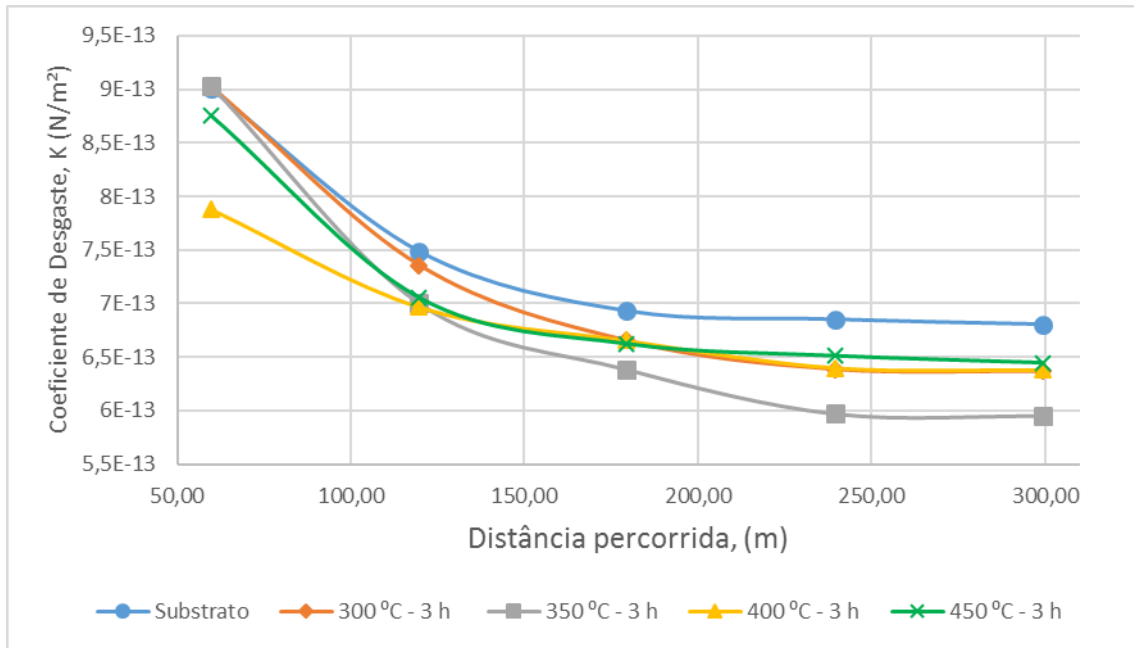
Os ensaios de desgaste foram realizados em um equipamento de microabrasão do tipo “esfera livre” (Calowear) e conduzidos utilizando-se uma esfera de aço AISI 52100 com diâmetro de 25,4 mm, rotação do eixo de 150 rpm, empregando como abrasivo lama de carbetto de silício (SiC) com granulometria de aproximadamente 5 µm e concentração de 75 g de SiC para 100 ml de água destilada.

A carga, normal à amostra, foi mantida em aproximadamente 0,3 N. As crateras de desgaste foram medidas para a determinação do coeficiente de desgaste a cada 750 rotações do eixo, sendo efetuadas 5 medições para cada amostra (750, 1500, 2250, 3000 e 3750 rotações), até o desgaste entrar em regime permanente. A determinação dos coeficientes de desgaste, K, foram efetuados através da equação Archad, detalhada por FRANCO Jr.<sup>(7)</sup>, sendo os valores conclusivos apresentados como resultado da média aritmética dos coeficientes em regime permanente.

Os ensaios de microdureza Vickers foram efetuados, utilizando-se cargas de indentação de 50 mN, sendo, as medidas realizada do topo para o centro da amostra com espaçamentos de indentação de 100 µm. Esses ensaios foram repetidos por três vezes, de modo, que os resultados apresentados correspondem a médias aritméticas dessas medidas em cada ponto.

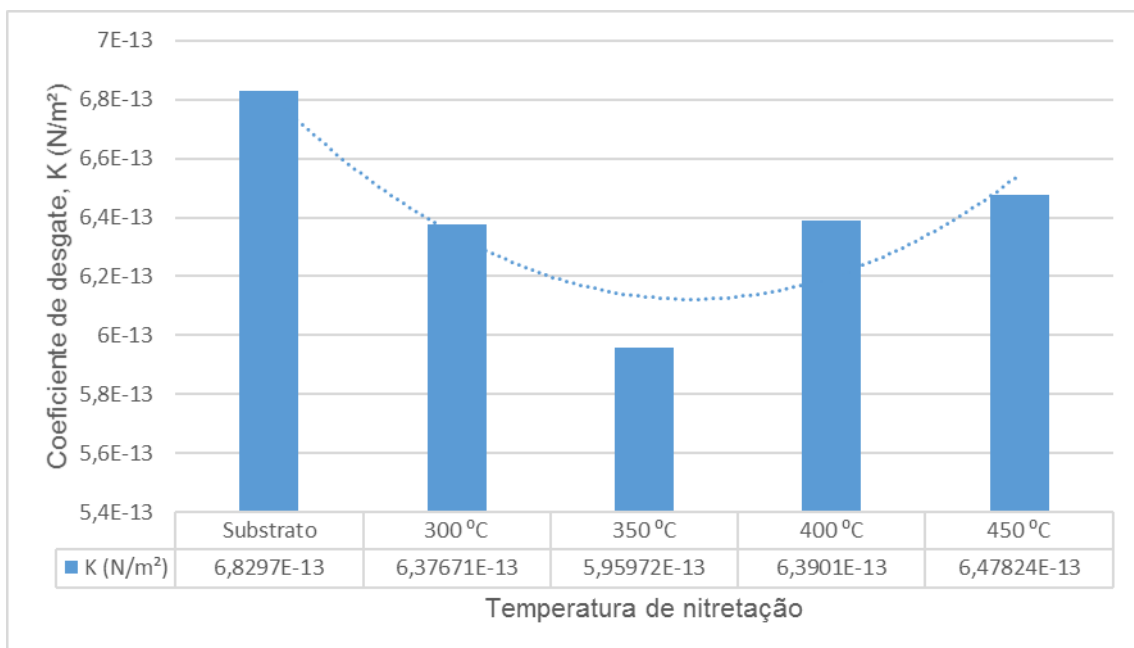
### **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

A Fig. 1 mostra o coeficientes de desgaste K (N/m<sup>2</sup>), em função da distância deslizada para as amostras nitretadas em todas as condições de nitretação. Observa-se que para todas as amostras ensaiadas, as taxas de desgaste alcançaram regimes estáveis em distâncias de deslizamento próximas a 240 m, sendo o coeficiente de desgaste, K, para cada condição, determinado a partir da média aritmética dos dois últimos pontos.



**Fig. 1:** Variação do coeficiente de desgaste K (N/m<sup>2</sup>) com a distância deslizada em todas as temperaturas de nitreção

A Fig. 2 compara os coeficientes de desgaste, K, dos corpos de prova tratados em diferentes temperaturas de nitreção. Observa-se que a temperatura de 350 °C oferece a melhor resistência ao desgaste em comparação com as demais condições citadas.

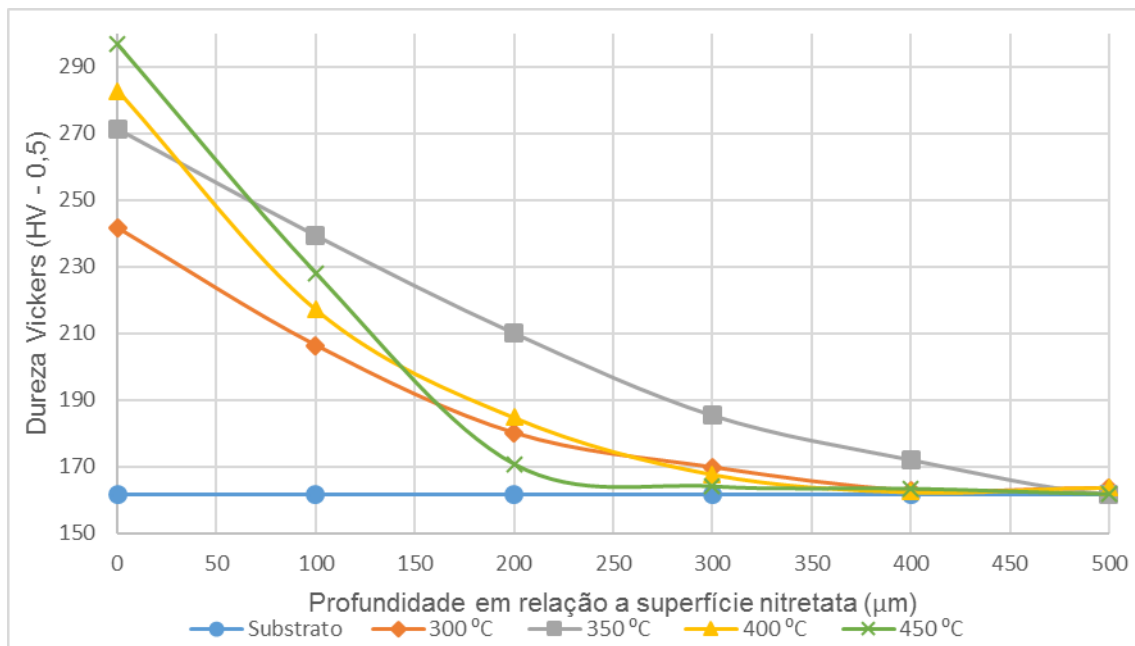


**Fig. 2:** Comparação dos coeficientes de desgaste do titânio nitretado em diferentes temperaturas.

Desses resultados, infere-se que a temperatura mais eficaz para aprimorar a resistência ao desgaste do titânio sob as condições de ensaio estabelecidas é a de 350 °C, a qual promoveu uma redução de aproximadamente 13% do coeficiente de desgaste, K, em relação ao material não nitretado.

Uma avaliação efetuada considerando-se a curva de tendência de ajuste polinomial (2º grau), aponta que, o aumento de temperatura de processo até 350 °C diminuiu o coeficiente de desgaste do material, sugerindo que, o aumento da temperatura até o limite de 350 °C melhora a resistência a desgaste do material. Na mesma figura observa-se que o coeficiente de desgaste tende a aumentar com o aumento da temperatura acima de 400 °C, mostrando que, aumentos na temperatura de processo acima de 400 °C resultam em diminuição na resistência ao desgaste do titânio.

Os perfis de dureza das amostras de titânio nitretadas nas condições citadas são apresentadas na Fig. 3. Apesar de o valor de dureza da camada nitretada na temperatura de 350 °C não ser o maior, o perfil de dureza da mesma é mais uniforme, alcançando maiores profundidades. Isso pode, de certa forma, ter contribuído para que este apresentasse o melhor desempenho nos ensaios de desgaste.



**Fig. 3:** Perfis de dureza traçados com medidas de dureza Vickers tomadas da camada superior (topo) para o centro geométrico da amostra.

Observa-se, também, para a referida condição um aumento mais suave do perfil de dureza (menor inclinação da curva) em relação as amostras nitretadas a temperaturas mais elevadas. Isso por ter aumentado a aderência da camada dura superficial tornando-a menos frágil. Entretanto, uma discussão mais detalhada em relação a esse aspecto deve ser melhor fundamentada com base em outras ferramentas de caracterização.

Observa-se também que as amostras nitretadas a 300 °C e 350 °C apresentam perfis de dureza bem parecidos (curvas com inclinações próximas), o que evidencia que nessas condições a camada nitretada forma-se de modo mais uniforme. Acima de 4000 °C as curvas de dureza apresentam-se de forma mais íngremes (maiores coeficientes de inclinação), indicando que essas camadas superficiais são mais duras, mais “finas” e mais frágeis.

#### 4 CONCLUSÕES

Na nitretação do titânio metálico, pode-se concluir que:

- O menor coeficiente de desgaste é alcançado para temperatura de processo equivalente a 350 °C;
- A nitretação conduzida a temperaturas inferiores a 350 °C resulta em perfis de dureza mais suaves, promovendo a formação de uma camada endurecida mais integra;
- O uso de temperaturas de nitretação superiores a 350 °C resulta em perfis de dureza mais íngremes, proporcionando a formação camadas superficiais mais duras, porém de menor profundidade, e ainda, mais frágeis;
- Para temperaturas de nitretação inferiores a 350 °C o aumento da temperatura promoveu a redução do coeficiente de desgaste.

#### REFERÊNCIAS

- 1 CHENG, H. C.; et al. Effect of plasma energy on enhancing biocompatibility and hemocompatibility of diamond-like carbon film with various titanium concentrations. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 477, n. 1-2, p. 931–935, 2009.

- 2 OLDANI, C.; DOMINGUEZ, A. Titanium as a Biomaterial for Implants. *Intechopen*, p. 149– 162, 2012.
- 3 ELIAS, C. N.; et al. Biomedical Applications of Titanium and its Alloys. *Journal of the Minerals, metals, and Materials Society*, , n. March, p. 46–49, 2008.
- 4 CLEM, W. C.; et al. Mesenchymal stem cell adhesion and spreading on microwave plasma-nitrided titanium alloy. *Journal of Biomedical Materials Research - Part A*, v. 76, n. 2, p. 279–287, 2006.
- 5 CHU, P; et. al. Plasma-surface modification of biomaterials. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, v. 36, n. 5-6, p. 143–206, 2002.
- 6 PINTO, S.; et al. Poly(dimethyl siloxane) surface modification by low pressure plasma to improve its characteristics towards biomedical applications. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, v. 81, n. 1, p. 20–26, 2010.
- 7 FRANCO Jr, A. R. **Obtenção de Revestimentos Duplex por Nitretação a Plasma e PVD-TiN em Aços Ferramenta AISI D2 e AISI H13**. 2003, 196p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.

## **TEMPERATURE INFLUENCE IN PLASMA NITRIDING PROCESS WITH CATHODIC CAGE ON MICROABRASIVE WEAR RESISTANCE OF TITANIUM ASTM F 67, GRADE 2**

### ABSTRACT

*In the present work were performed studies in order to determine parameters of plasma nitriding process with cathodic cage that are able to enhanced microabrasive wear resistance of commercially pure titanium. The experiments were performed in different temperatures taking-up one mixture with 80% H<sub>2</sub> e 20% N<sub>2</sub> of composition and constant process time of 3 h. The wear tests showed one maximum decrease of 13% in the wear coefficient for the process conducted at 350 °C. The tests of Vickers microhardness showed that behavior of the hardness profiles curves are within associated with the microabrasive resistance of the nitride layer.*

**Key-words:** Plasma nitriding; Commercially pure titanium; Microabrasive wear.