

AVALIAÇÃO COMPARATIVA DA NITRETAÇÃO DO AÇO AISI 1045 POR PLASMA DE DIFERENTES CONFIGURAÇÕES

Freitas, N.V.S^{1,2}; Morais, P.B.^{1,2}; Gomes, A.V.R¹; Vitoriano, J.O¹; Silva Júnior, M.Q¹; Alves Júnior, C^{1,2}

¹Universidade federal Rural do Semi-Árido

²Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Autor para correspondência: Nathalia Viviane de Sousa Freitas

E-mail: nathaliafreitas22@hotmail.com

RESUMO

A nitretação a plasma é utilizada para aumentar a dureza superficial e a resistência mecânica dos materiais. Este trabalho objetivou o tratamento de nitretação a plasma do aço AISI 1045, em três configurações: fonte de corrente contínua (DC) e fonte pulsada na configuração planar e utilizando a gaiola catódica, em potencial flutuante, para observar a influência da posição da amostra tratada. As peças foram tratadas em um reator de baixa pressão (2 mbar) a 45°C, durante 3 horas e com uma mistura gasosa de 80% nitrogênio (N₂) e 20% hidrogênio (H₂). Como resultado, foram obtidas micro dureza das amostras nas posições vertical: (744 HV_{0,01}), (855,28 HV_{0,01}), (335,28 HV_{0,01}) e horizontal: (710 HV_{0,01}), (1058,85 HV_{0,01}), (651 HV_{0,01}) nas configurações DC, pulsada e com gaiola catódica, respectivamente. Esses resultados mostram que a nitretação a plasma foi bastante eficaz no aumento da dureza.

Palavras-chave: nitretação, plasma, gaiola catódica, aço AISI 1045

INTRODUÇÃO

A nitretação a plasma é um avançado método de modificação de superfície, que aumenta a dureza superficial dos materiais, melhora o limite à fadiga e a resistência mecânica e à corrosão. O processo consiste em gerar uma descarga elétrica, através de uma diferença de potencial numa mistura gasosa, geralmente gases hidrogênio (H₂) e nitrogênio (N₂), sob baixa pressão. Os íons e espécies neutras ativas são formados e colidem sobre a superfície da amostra, resultando na formação de camadas de nitreto. Processos de nitretação a plasma típicos requerem potenciais de descarga de 300 a 600 V e pressões entre 100 e 1000 Pa,

resultando em taxas de ionização baixas em torno de 10^6 íons por molécula. Esse tratamento possui diversas vantagens sobre a nitretação gasosa, como menor consumo de energia, não emite poluente, e pode ser realizado em um menor tempo⁽¹⁾.

Porém, a nitretação a plasma pode promover não uniformidade da camada nitretada em peças com geometria complexa, principalmente em regiões que possuem pontas, quinas e arestas vivas. Como as amostras se encontram em alto potencial catódico, em que o plasma age diretamente elas, ocorrem distorções do campo elétrico em torno das suas bordas e arestas, afetando a distribuição e fluxo de íons dessas regiões, isso pode ocasionar o aparecimento do efeito cátodo oco, não uniformidade na temperatura e formação de arcos⁽¹⁾.

Para resolver esses problemas duas técnicas, concorrentes entre si, são utilizadas, a nitretação a plasma com fonte DC pulsada e a gaiola catódica. O processo com plasma gerado na fonte DC pulsada apresenta diversas vantagens, pois o sputtering por íons positivos se limita ao tempo de aplicação do pulso de tensão, evitando assim o aparecimento de arcos e superaquecimento das peças⁽³⁾. A gaiola catódica é uma nova técnica em que utiliza alguns princípios derivados da técnica de tela ativa (ASPN), em que as amostras ficam em um potencial flutuante⁽⁴⁾. Como o plasma age diretamente sobre a gaiola, e o plasma fica confinado nos seus furos gerando o efeito cátodo oco nos orifícios, e não sobre as peças, os efeitos indesejáveis da nitretação a plasma convencional são eliminados, e a temperatura na superfície da amostra é homogênea, já é aquecida por radiação⁽²⁾.

O presente trabalho tem como objetivo simular situações de tratamento do aço AISI 1045 em peças que se encontram com uma pequena área de contato, ou seja peças que tenham uma maior relação área superficial e volume (A/V), e compará-las com peças que tenham grande área de contato. Utilizando análises de micro dureza, difração de raios-x, microscopia óptica e eletrônica foi possível obter informações sobre o comportamento do material com essas duas diferentes configurações. Foram utilizadas as três técnicas de nitretação a plasma mencionadas: nitretação a plasma convencional, nitretação com fonte pulsada e utilizando a gaiola catódica.

MATERIAIS E MÉTODOS

O tratamento foi realizado em um equipamento de nitretação a plasma convencional, que consiste em um reator de aço inoxidável com ~50 cm de altura e 32 cm de diâmetro, cujas paredes são aterradas e, portanto, o anodo do processo. O cátodo consiste em uma peça de aço inoxidável com 12 cm de diâmetro e 1,2 cm de altura. Foram utilizadas duas configurações, utilizando gaiola catódica (5 cm de diâmetro e 3,5 cm de altura e 9 furos na tampa de 7,6 mm), em que a amostra está em potencial flutuante isolado por alumina, e na configuração planar, utilizando fonte de corrente contínua. Uma fonte DC pulsada também foi utilizada e amostras na configuração planar. Para análise da influência da região de contato as amostras foram posicionadas de duas formas, na vertical e na horizontal, de acordo com a figura 1.

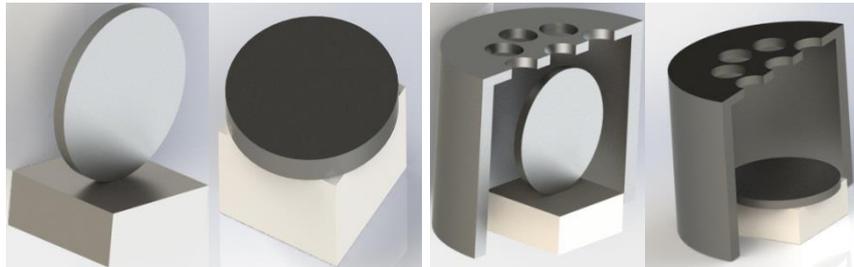


Figura 1. Disposição das amostras durante o tratamento de nitretação a plasma

Neste estudo foi utilizado o aço AISI 1045 que possui estrutura no estado recozido, com dimensões de 25,4 mm de diâmetro e 3 mm de espessura. As amostras passaram por procedimento metalográfico com lixas de granulometria 220, 400, 600 e 1500 e finalizadas com polimento em alumina 0,05 μ . Após, foram limpas em agitação ultrassônica em acetona durante 10 minutos.

As amostras foram nitretadas em atmosfera de 80% Nitrogênio (N₂) e 20% Hidrogênio (H₂). As condições de processo são mostradas na tabela 1. Antes do tratamento as amostras foram expostas a uma mistura gasosa de 50% de Argônio (Ar) e 50% de Hidrogênio a 250°C, durante 30 minutos a 0,6 mbar para limpeza da atmosfera. Após o tratamento, as amostras foram resfriadas na atmosfera nitretante em vácuo antes de sua retirada do reator.

Tabela 1 Parâmetros utilizados no processo de nitretação a plasma

Parâmetros	Fonte contínua planar	Fonte pulsada planar	Fonte contínua utilizando gaiola
Corrente (A)	0,36	0,42	0,43
Pressão (mbar)	2	2	2
Pulso (μ s)		On: 150 Off: 150	
Tempo (h)	3	3	3
Temperatura ($^{\circ}$ C)	450	450	450
Tensão (v)	700	828	680

Para caracterizar o material foi realizado ensaio de dureza com quinze medições no equipamento da marca Mitutoyo, modelo HR-300, com carga de 150Kgf; micro dureza com sete medições em diferentes regiões das amostras, no aparelho da marca Shimadzu, modelo HM com carga de 98,07 Mn-HV_{0,01}; a microscopia óptica foi feita em microscópio óptico Nikon Eclipse MA100, câmera acoplada Nikon Digital Seght DS. Para análise de microscopia eletrônica de varredura foi utilizado o equipamento da marca PHILLIPS modelo XL30, com amostras metalizadas com ouro. A Difração de raios-X no aparelho da empresa Shimadzu, modelo XRC-6000. Para análise da seção transversal foi utilizada a máquina de corte da marca Pantec, modelo DTQ, as amostras foram atacadas com Nital 3%.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A amostra padrão do aço AISI 1045 apresentou dureza de 251+/- σ HV 5,27 e micro dureza de 311 +/- σ 10,38 HV_{0,01}.

A figura 2 (a) mostra a peça nitretada na condição de maior área de contato, utilizando fonte de corrente contínua (DC) na configuração planar e a micro dureza referente às regiões da borda e do centro. É possível observar na amostra a formação de um anel de erosão, que foi confirmado com as medições de micro dureza na região e por microscopia óptica na figura 2 (b), que evidencia a diferença de micro estrutura separadas pelo contorno do anel. A nitretação iônica envolve uma série de mecanismos, dentre eles o bombardeamento e o sputtering, que aumentam a taxa de erosão, e a difusão interna e externa, que melhoram a deposição. Esse

anel foi provavelmente formado pela alta concentração de íons nessa região, em que a taxa de erosão prevaleceu sobre a taxa de deposição⁽¹⁾.

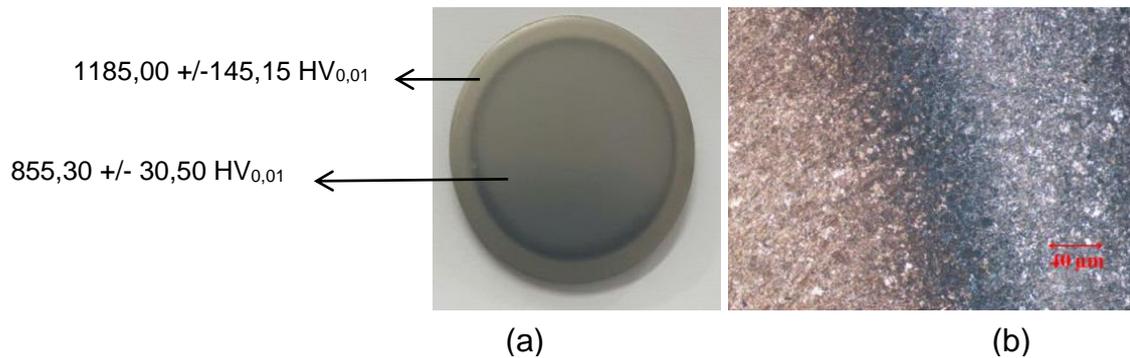


Figura 2. (a) Amostra nitretada com maior região de contato, utilizando fonte (DC). (b) Microscopia óptica da região do anel de erosão.

A figura 3 (a) apresenta a amostra nitretada na posição vertical, com uma menor área de contato, na configuração planar utilizando fonte DC e os resultados de micro dureza referente às regiões da borda, do centro e da região de contato com o cátodo. Foram obtidos valores menores de micro dureza comparados com os valores da peça nitretada com a área de contato maior nas mesmas condições. Isso provavelmente foi devido ao grau de pulverização catódica diferente. Esse grau de pulverização (sputtering) é diferente em diferentes posições ao longo da superfície da peça. O sputtering depende de três fatores principais: as espécies iônicas, a energia iônica e o ângulo de incidência. Na mesma condição de tratamento, os íons e sua energia são os mesmos independente da posição da amostra assim, os vários graus de sputtering em diferentes posições são principalmente devido ao ângulo de incidência dos íons⁽⁵⁾.

Outro fator provável é o superaquecimento de peças com maior relação área/volume (A/V), como é o caso da peça nitretada com menor área de contato. Como a densidade de potência na superfície da peça não é constante, ela depende da densidade de corrente que está diretamente ligada à geometria da peça. Como a temperatura de uma área da peça é uma relação entre a potência fornecida pelo bombardeamento de íons e a potência de dissipação, espera-se que em peças com essa posição de tratamento, haja um superaquecimento naquela área com maior razão área/volume⁽⁶⁾.

A figura 3 (b) mostra a microscopia óptica da região de contato com o cátodo. Observa-se que essa região foi danificada, isso ocorreu provavelmente a abertura

de micro arcos. Essa abertura é devido ao confinamento de plasma, que pode gerar a fusão do material, principalmente em tratamentos que utilizam fonte de corrente contínua (DC), como foi o caso desse tratamento⁽⁶⁾.

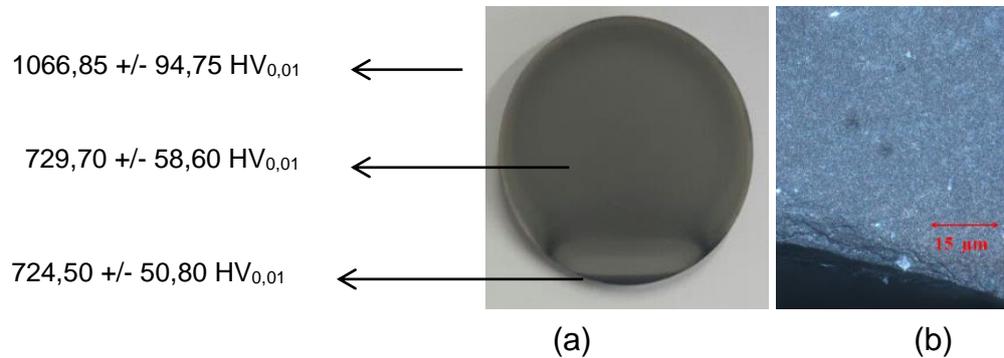


Figura 3. (a) Amostra nitretada com menor região de contato e micro dureza (b) Microscopia óptica da região de contato com o cátodo.

A figura 4 (a) apresenta a amostra nitretada com maior região de contato utilizando fonte pulsada e a micro dureza na região da borda e do centro. É possível observar macroscopicamente que o anel de erosão ficou menos evidenciado, isso pode ser comprovado tanto com as medições de micro dureza, que foram mais homogêneas como pela microscopia óptica apresentada na figura 2 (b), em que o anel está dissolvido e não foi tão acentuado quanto na amostra nitretada com fonte de corrente contínua. Isso mostra que a nitretação a plasma utilizando fonte pulsada é eficiente para diminuir o efeito de borda e aparecimento de anel de erosão, pois apresenta uma melhor distribuição de temperatura na peça.

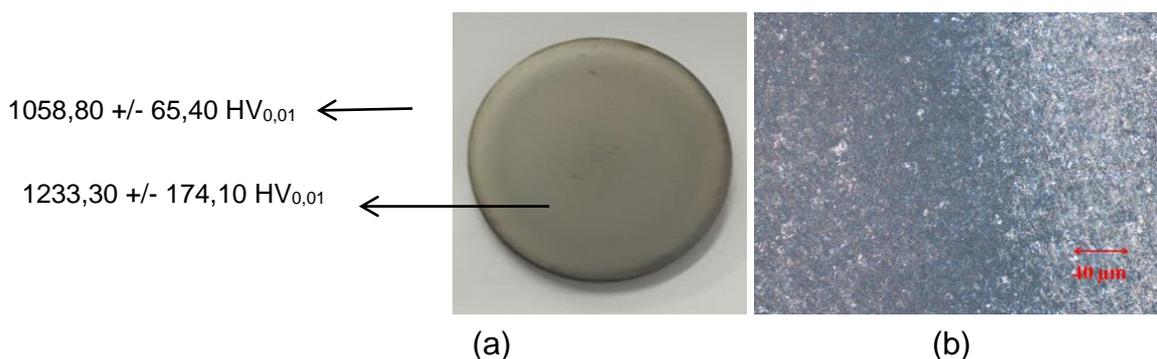


Figura 4. (a) Amostra nitretada com maior região de contato utilizando fonte pulsada (b) Microscopia óptica da região do anel de erosão.

A figura 5 (a) apresenta a amostra nitretada com a menor região de contato com o cátodo, utilizando fonte pulsada e sua micro dureza nas regiões da borda, do centro e mais próxima do cátodo. Assim como a amostra nitretada com a maior

região de contato, as medições de micro dureza se mostraram mais homogêneas, especialmente comparadas com a amostra tratada na mesma posição utilizando fonte (DC), que teve um aumento significativo de micro dureza na região da borda. Portanto, mesmo na amostra com essa disposição geométrica, o efeito de borda foi menos acentuado utilizando fonte pulsada. A figura 5 (b) apresenta a região de contato com o cátodo. Assim como aconteceu com a fonte (DC), possíveis micro arcos foram abertos nessa região, causando defeitos. Porém, o efeito de fusão e deformação foi menor.

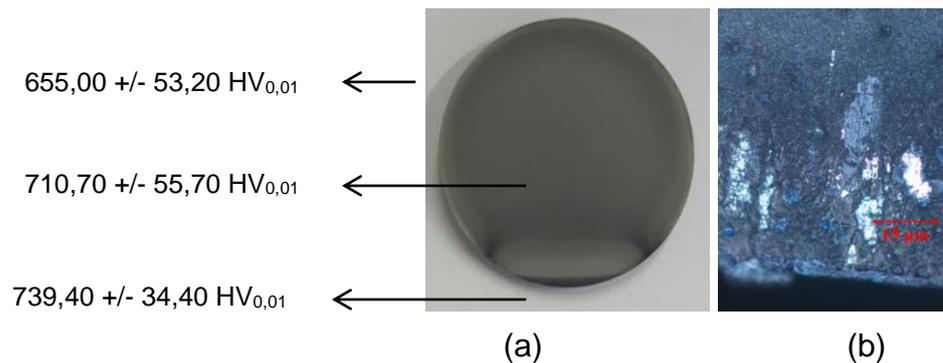


Figura 5. (a) Amostra nitretada com menor região de contato utilizando fonte pulsada. (b) microscopia óptica da região de contato com o cátodo.

A figura 6 (a) apresenta a amostra nitretada com maior região de contato, utilizando gaiola catódica e a micro dureza da região central, já que com a utilização da gaiola não foi observado o efeito de borda. A figura 6 (b) apresenta a microscopia óptica da borda.

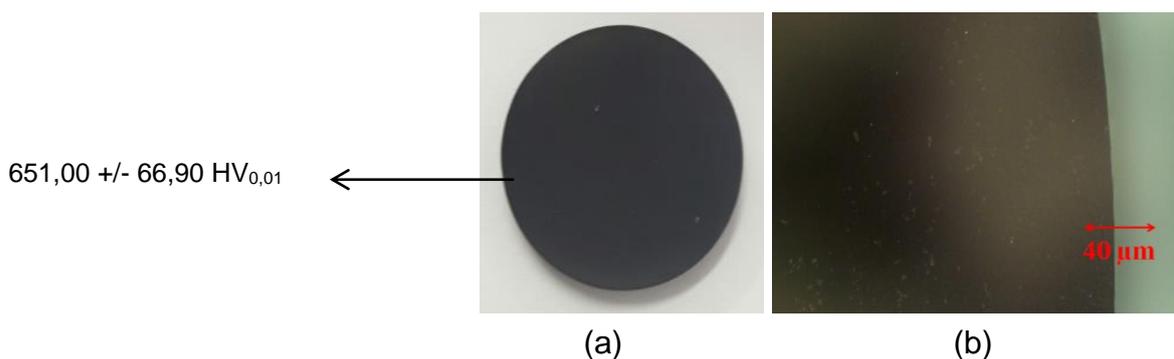


Figura 7. (a) Amostra nitretada com maior área de contato utilizando gaiola catódica (b) Microscopia óptica da região da borda.

A figura 7 (a) apresenta a amostra nitretada com menor região de contato utilizando a gaiola catódica e a micro dureza. Assim como a amostra nitretada com

maior região de contato utilizando gaiola catódica, a amostra não apresentou anéis de erosão ou efeito de borda. Sua região de contato foi a melhor preservada, não apresentando defeitos ou fusão do material. Isso deve ao fato que a amostra fica em potencial flutuante, em que o plasma age sobre a gaiola e não diretamente sobre a peça, impossibilitando assim os efeitos indesejados presentes na configuração planar⁽²⁾. Porém, os valores de micro dureza dos dois tratamentos com gaiola não foram tão altos quanto das amostras com plasma pulsado, principalmente a amostra nitretada com menor região de contato, que praticamente não aumentou comparado com a amostra sem tratamento.

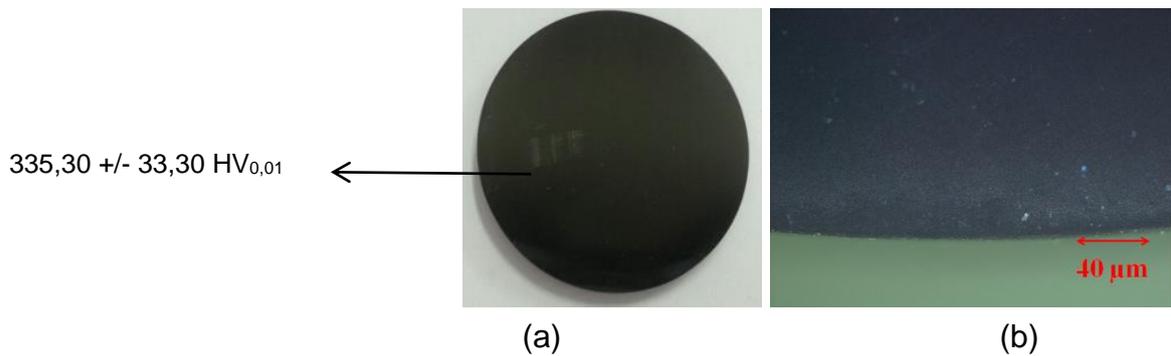


Figura 7. (a) Amostra tratada com gaiola catódica com menor região de contato (b) Microscopia óptica da região de contato.

Os valores elevados de micro dureza nas amostras nitretadas com plasma pulsado são justificados pela espessa camada branca apresentada na microscopia eletrônica de varredura (figuras 7 e 8). Essa camada é muito importante em peças aplicadas em elementos de máquinas expostas ao desgaste e à corrosão, em que suas propriedades devem ser estudadas para os esforços aplicados. Esse comportamento pode ser explicado devido a temperatura do processo, em temperaturas mais elevadas (acima de 330°C), o número de reações entre a superfície do aço nitretado e os íons de nitrogênio aumentam, aumentando, conseqüentemente, a espessura da camada^(7,8). Esse efeito também está relacionado com a população de íons presente no plasma. Sabe-se que a densidade do plasma, pelo efeito de um campo elétrico sobre dois eletrodos gasosos, aumenta quando a corrente sobe. Como conseqüência, quando a nitretação aumenta a densidade de corrente, a disponibilidade de íons de nitrogênio na superfície da

amostra será maior, e portanto, mais átomos de nitrogênio serão incorporados na superfície da amostra⁽⁹⁾.

A figura 7 (a) e (b) mostra a camada nitreda através da microscopia eletrônica de varredura das amostras nitretadas utilizando fonte DC e pulsada das amostras nitretadas com menor região de contato e maior região de contato, respectivamente.

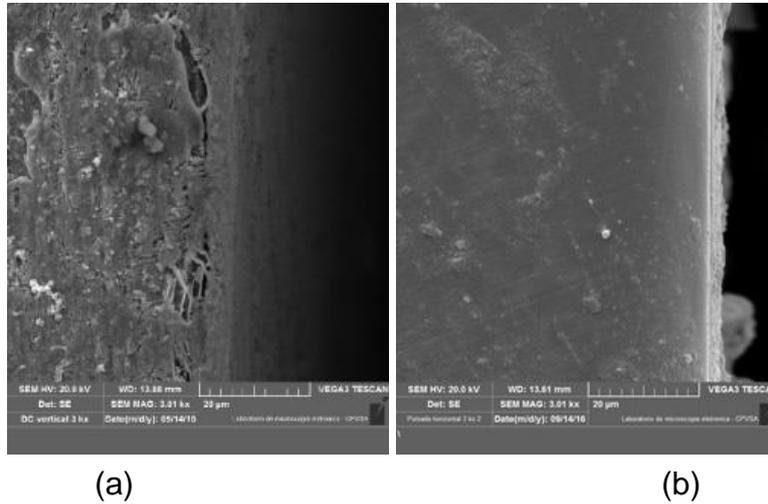


Figura 7. (a) Microscopia da camada nitretada da amostra tratada com menor região de contato utilizando fonte DC. (b) Camada branca formada na amostra nitreda com menor região de contato utilizando fonte pulsada.

A figura 8 (a) e (b) apresenta a microscopia eletrônica das camada nitretadas das amostras com maior região de contato tratadas com fonte DC e pulsada, respectivamente.

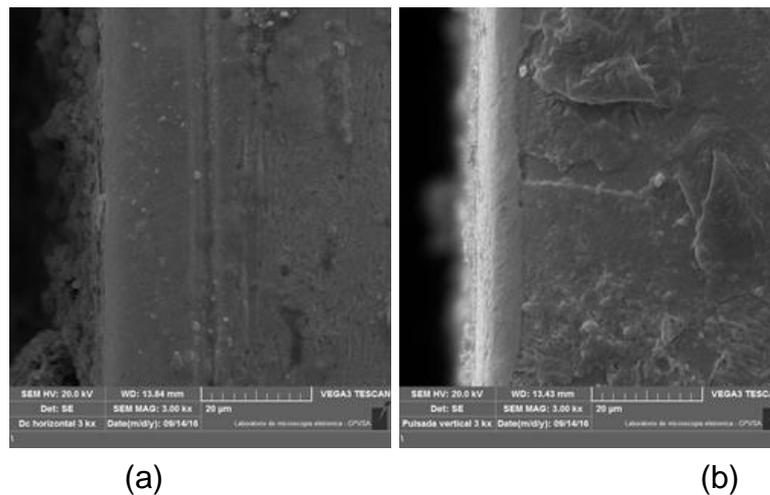
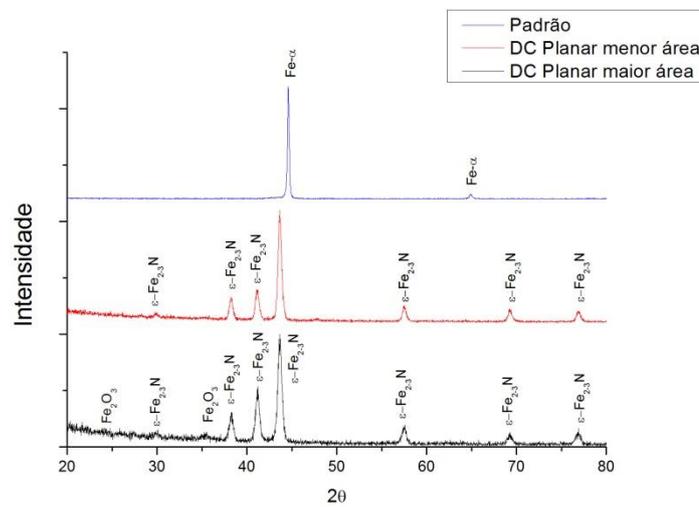
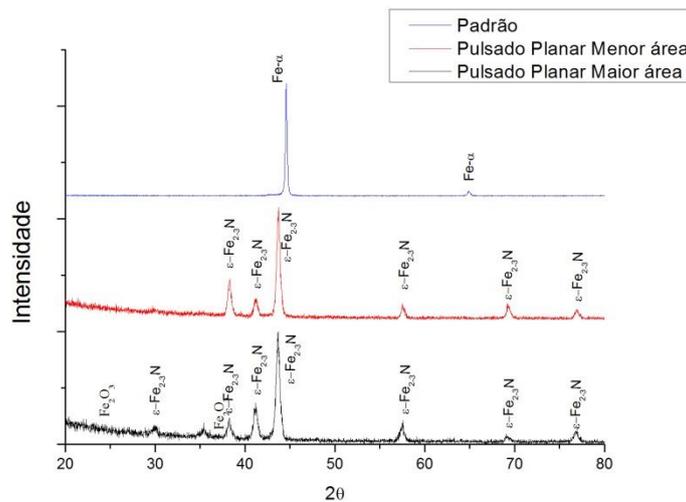


Figura 8. (a) Microscopia da camada nitretada da amostra tratada com maior região de contato utilizando fonte DC. (b) Camada branca formada na amostra nitreda com maior região de contato utilizando fonte pulsada.

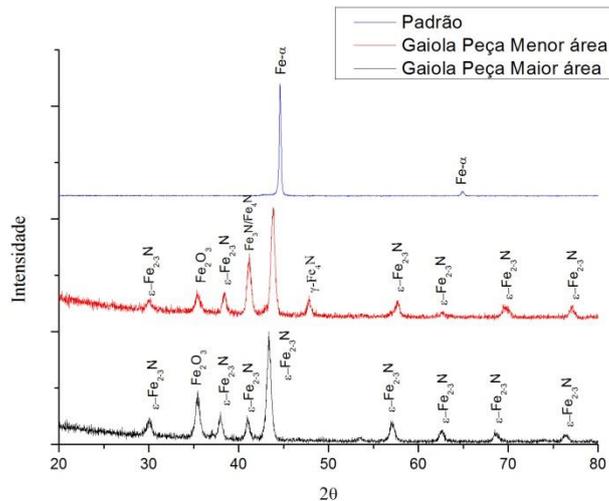
A figura 9 (a), (b) e (c) apresenta os resultados da análise de difração de raios X nos tratamentos com fonte de corrente contínua (DC), fonte pulsada e utilizando gaiola catódica, respectivamente. A análise mostrou que o aço sem tratamento apresenta a fase ferrita α (Fe- α). Para as amostras tratadas na configuração planar com fonte (DC) e pulsada, nessas condições de tratamento, foi induzida a formação da fase ϵ -Fe₂₋₃N, que surge devido a acumulação de nitrogênio na superfície pelo baixo coeficiente de difusão na camada composta. O surgimento de picos da fase ϵ -Fe₂₋₃N também é devido a alta concentração de nitrogênio no tratamento (80%), em que a fase γ -Fe₄N transforma-se em ϵ -Fe₂₋₃N^(7,10).



(a)



(b)



(c)

Figura 9. Análise de DRX das amostras (a) nitretadas com fonte (DC) (b) nitretadas com fonte pulsada e (c) nitretadas utilizando gaiola catódica.

CONCLUSÕES

Com este trabalho, foi possível avaliar como a posição da amostra e a configuração de fonte de tratamento influencia na nitretação a plasma, obtendo maior micro dureza nas amostras nitretadas na posição horizontal, destacando a amostra tratada com fonte pulsada que apresentou aumentos bastante satisfatórios. Foi possível também obter maior uniformidade de camada e um menor aparecimento de anéis de erosão utilizando fonte pulsada.

REFERÊNCIAS

- 1 ALVES JR., C.; SILVA, E.f. da; MARTINELLI, A.e. Effect of workpiece geometry on the uniformity of nitrided layers. **Surface And Coatings Technology**, v. 139, n. 1, p.1-5, 2001.
- 2 ALVES, C.; ARAÚJO, F.O. de; RIBEIRO, K.J.B; COSRA, J.A.P. da; SOUSA, R.R.M. de. Use of cathodic cage in plasma nitriding. **Surface And Coatings Technology**, v. 201, n. 6, p.2450-2454, 2006.
- 3 KIM, Yong M.; HAN, Jeon G.. Spectroscopic study for pulsed DC plasma nitriding of narrow deep holes. **Surface And Coatings Technology**, [s.l.], v. 171, n. 1-3, p.205-210, jul. 2003.

4 ZHAO, C; LI, C.X; DONG.H; BELL.T. Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism. **Surface And Coatings Technology**,[s.l.], v. 201, n. 6, p.2320-2325, dez. 2006.

5 ZENG, Zhaoming et al. Plasma immersion ion implantation of industrial gears. **Surface And Coatings Technology**, [s.l.], v. 186, n. 1-2, p.260-264, ago. 2004.

6 ALVES JR., C. **Nitreção a plasma: fundamentos e aplicações**. Natal: UFRN, 2001.

7 ĐURIĀIć, Ź.; KUNOSIć, A.; TRIFUNOVIć, J.. Influence of process parameters in pulse plasma nitriding of plain carbon steel. **Surface Engineering**, v. 22, n. 2, p.147-152, abr. 2006.

8 ZAGONEL, L.f. et al. Influence of the process temperature on the steel microstructure and hardening in pulsed plasma nitriding. **Surface And Coatings Technology**, v. 201, n. 1-2, p.452-457, set. 2006.

9 DÍAZ-GUILLÉN, J.c. et al. Surface Properties of Fe₄N Compounds Layer on AISI 4340 Steel Modified by Pulsed Plasma Nitriding. **Journal Of Materials Science & Technology**, v. 29, n. 3, p.287-290, mar. 2013.

10 RASTKAR, A. R.; KIANI,A.; ALVAND,F.; SHOKRI,B.;AMIRZADEH,M. Effect of Pulsed Plasma Nitriding on Mechanical and Tribological Performance of Ck45 Steel. **Journal Of Nanoscience And Nanotechnology**, v. 11, n. 6, p.5365-5373, 2011.

ABSTRACT

The plasma nitriding is used to increase the surface hardness and mechanical strength of the materials. This work aimed at the treatment of nitriding of AISI 1045 steel plasma, in three configurations: direct current source (DC) and pulsed source in planar configuration and using cathodic cage, floating potential, to observe the influence of the treated sample position. The pieces were treated in a low pressure reactor (2 mbar) at 45 ° C for 3 hours with a gas mixture of 80% nitrogen (N₂) and 20% hydrogen (H₂). As a result, micro hardness of the samples were obtained in the vertical position: (744 HV 0.01) (855.28 HV 0.01) (335.28 HV 0.01) and horizontal: (710 HV 0.01), (1058, 85 HV 0.01) (651 HV0,01) in the DC settings, and pulsed cathodic cage, respectively. These results show that plasma nitriding was quite effective in increasing the hardness.

Keywords: nitriding, plasma, cathode cage, steel AISI 1045