



CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DE TRATAMENTOS DUPLEX PARA UTILIZAÇÃO EM FERRAMENTAS DE CONFORMAÇÃO MECÂNICA¹

Guilherme Brandes Both²
 Alexandre da Silva Rocha³
 Thomas Hirsch⁴
 Giovanni Rocha dos Santos⁵

Resumo

O objetivo deste trabalho foi investigar as propriedades físicas e metalúrgicas de aços ferramenta com aplicação de tratamento duplex e os aspectos de interesse no seu uso como materiais de matrizes para operações de conformação de metais. O tratamento duplex desenvolvido consiste de um endurecimento superficial prévio por nitretação a plasma seguido por deposição de revestimentos por PAPVD. O estudo englobou os aços AISI H13 (ideal para forjamento a quente) e DIN X100CrMoV8-1-1 (ideal para forjamento a frio), sem e com nitretação a plasma prévia, sem revestimento ou revestidos com TiCN ou AlCrN. A caracterização dos materiais consistiu de análise de fases e medição de tensões residuais por difração de raios-x, determinação do perfil de composição química e espessura dos revestimentos por GDOES, perfis de microdureza dos materiais-base, ultramicrodureza para determinação da dureza e módulo de elasticidade dos revestimentos, levantamento da rugosidade superficial, avaliação da adesão dos revestimentos pelo método de indentação Rockwell, coeficiente de atrito e avaliação da resistência ao desgaste por ensaio pino-disco. Os resultados demonstraram quais as melhores condições dos aços para a deposição dos revestimentos e quais combinações de aço, tratamento superficial e revestimento possuem as características apropriadas para uso em ferramentas de conformação.

Palavras-chave: Tratamento duplex; Nitretação a plasma; TiCN; AlCrN.

CHARACTERIZATION AND EVALUATION OF DUPLEX TREATMENTS FOR USE IN METAL FORMING TOOLS

Abstract

The purpose of this work was investigating physical and metallurgical properties of tool steels with duplex treatment and the related features for their use as forming tools materials. The developed duplex treatment is a prior surface hardening by plasma nitriding followed by PAPVD coatings deposition. The study evolved the steels AISI H13 (common in hot forging) and DIN X100CrMoV8-1-1 (ideal for cold forging), with and without prior plasma nitriding, without coating or coated with TiCN or AlCrN. Materials characterization consisted of phase analysis and residual stresses measurement by x-ray diffraction, determination of chemical composition profile and coatings thickness by GDOES, microhardness profile of bulk materials, ultramicrohardness for hardness and elastic modulus measurement of coatings, surface roughness measurements, coatings adhesion evaluation by Rockwell indentation method, and friction coefficient and wear resistance evaluation by pin-on-disc test. The results showed which are the best conditions in the steels for coatings deposition and what combinations of steel, surface treatment and coating have the adequate features for use as metal forming tools.

Keywords: Duplex treatment; Plasma nitriding; TiCN; AlCrN.

¹ *Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.*

² *Mestrando do Laboratório de Transformação Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. guilherme.both@ufrgs.br*

³ *Prof. Dr. Eng. do PPGEM – UFRGS e pesquisador do Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) da Escola de Engenharia da UFRGS, Brasil. alexandre.rocha@ufrgs.br*

⁴ *Priv. Doz. Dr. Ing., IWT – Stiftung Institut fuer Werkstofftechnik – Bremen – Germany*

⁵ *Doutorando do Laboratório de Transformação Mecânica da UFRGS.*



1 INTRODUÇÃO

Este trabalho se propõe a avaliar superfícies projetadas para resistência ao desgaste, com foco na aplicação em matrizes e ferramentas de conformação. O desgaste de matrizes é um fenômeno tribológico que pode ser definido como a perda ou remoção progressiva de material da superfície atuante (gravura) da ferramenta. Pela mudança na topografia da matriz, o desgaste pode causar danos severos que levam a defeitos nos produtos e acabam provocando a falha da matriz.⁽¹⁾ Logo, desgaste e falhas de matrizes de forjamento não apenas reduzem a vida útil das ferramentas, como também podem resultar em produtos com condições superficiais intoleráveis. A crescente demanda da indústria por menores custos, maior produtividade e melhor qualidade estão entre as justificativas para que se busquem maneiras de incrementar a performance de matrizes.⁽²⁾ Desgaste e fadiga são os dois principais fatores limitantes da vida útil de matrizes de forjamento a frio.⁽³⁾ As falhas podem estar associadas à inadequação de variáveis como material, projeto e manufatura das matrizes, e aspectos da operação de forjamento.⁽⁴⁾

Tecnologicamente, a conformação de metais é um campo relativamente maduro, e a inovação é necessária para a continuidade do seu desenvolvimento.⁽⁵⁾ A mudança nos materiais empregados e em suas combinações é uma possibilidade de avanço. Porém, as mudanças em um material base são obviamente limitadas, e para muitos propósitos a mudança necessária das propriedades superficiais só podem ser atingidas com revestimentos de materiais completamente diferentes.⁽⁶⁾ Neste contexto, surgiram os tratamentos duplex: a aplicação seqüencial de duas ou mais tecnologias superficiais estabelecidas para a produção de um compósito, com propriedades inatingíveis quando da aplicação individual.⁽⁷⁾

O desempenho e vida útil de ferramentas com tratamento duplex dependem principalmente de propriedades mecânicas como dureza, magnitude de tensões residuais e a resistência adesiva do revestimento e substrato.⁽⁸⁾ O sucesso da aplicação do revestimento depende da combinação adequada das propriedades do substrato e revestimento. Há dois critérios que necessitam ser atendidos, a integridade do revestimento e a resistência ao desgaste. Há uma interdependência entre os requisitos primários e secundários do revestimento. Os primários são a adesão ao substrato, alta microdureza e ser quimicamente inerte. Os requisitos secundários são possuir uma estrutura cristalina refinada, tensões residuais compressivas, ausência de trincas e superfície com baixa rugosidade.⁽⁹⁾ Em um sistema duplex como o proposto por este artigo, o aço, como substrato, fornece a resistência mecânica e tenacidade; a nitretação a plasma colabora com a melhora na resistência à fadiga, na diminuição do gradiente de tensões e na capacidade de dar sustentação ao revestimento (*bearing capacity*) através do aumento na dureza, e o revestimento fornece a resistência ao desgaste e à corrosão.

Para que a nitretação a plasma melhore o desempenho de ferramentas é necessária a escolha correta das variáveis de processo. Em aços onde não se atinge uma dureza próxima dos revestimentos na zona de difusão (aços carbono e baixa liga) a presença de uma camada branca densa e sem porosidades pode ser benéfica. Já para aços mais ligados (aços rápidos e ferramenta) onde se obtém alta dureza a camada branca pode ser prejudicial. Como a camada branca possui caráter frágil, ela pode sofrer fratura e prejudicar a adesão na interface⁽¹⁰⁾ e resultar em falha prematura do sistema⁽¹¹⁾. Considerando que diversos estudos indicam que a adesão pode ser prejudicada pela camada branca, sugerindo até mesmo a sua remoção mecânica anteriormente à deposição,⁽¹²⁾ foi estabelecida uma microestrutura alvo na

nitretação a plasma consistente de uma zona de difusão com perfil de dureza gradual, sem presença de fragilizantes como precipitação grosseira e em contorno de grão, e ausência de camada branca.

Os revestimentos utilizados são considerados como a geração seguinte aos revestimentos binários. O TiCN foi precedido pelo carbeto de titânio (TiC) e nitreto de titânio (TiN). Em comparação com estes dois compostos, o TiCN possui maior dureza, melhor resistência ao desgaste, menor coeficiente de atrito e alta adesão ao substrato onde ele é aplicado.⁽¹³⁾ Devido a propriedades como alta dureza, alto módulo de elasticidade, baixo atrito, boa resistência a corrosão, boa condutividade térmica, alta condutividade elétrica e alto ponto de fusão, possui aplicação em ferramentas de conformação, microeletrônica, tecnologia espacial e indústria aeronáutica.⁽¹⁴⁾ Já o AlCrN surgiu como a evolução dos revestimentos de CrN. As duas principais vantagens deste revestimento em relação a outros são a resistência ao desgaste, consequência da alta dureza mesmo em altas temperaturas, e a resistência a oxidação. Testes indicam que o uso em situações de corrosão agressiva, ferramentas de corte e rolamentos são promissoras.⁽¹⁵⁾ A aplicação em ferramentas de forjamento e estampagem é interessante por, além destas características, pela capacidade de redirecionar para fora o calor formado na interface entre ferramenta e peça em conformação.⁽¹⁶⁾

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Preparação de Amostras

Sempre tendo em vista a aplicação que se pretende para as superfícies estudadas, a caracterização e os ensaios de adesão e desgaste foram feitos de forma a avaliar aspectos de interesse para uso como ferramental de conformação de metais. As amostras foram confeccionadas abrangendo todas as combinações: aços sem tratamento, somente nitretados, somente com deposição de um dos revestimentos ou com tratamento duplex (nitretação a plasma seguida da deposição de revestimento).

Foram utilizados dois tipos de aço como substrato, o AISI H13, típico para trabalho a quente, e o DIN X100CrMoV8-1-1, utilizado para trabalho a frio. As amostras foram obtidas a partir do corte de barras cilíndricas, obtendo discos de 6 mm de altura por 25,4 mm de diâmetro, que foram então temperadas e revenidas, obtendo uma microestrutura de martensita revenida. O polimento foi feito até a superfície ter aparência espelhada.

Tabela 1. Composição química dos aços utilizados como substrato obtida por GDOES

| Aço | %C | %Cr | %Mn | %Si | %Mo | %V |
|--------------------|------|------|------|------|------|------|
| AISI H13 | 0,39 | 4,90 | 0,33 | 0,93 | 1,21 | 0,87 |
| DIN X100CrMoV8-1-1 | 1,11 | 8,44 | 0,36 | 0,90 | 1,59 | 1,55 |

2.2 Caracterização Física, Química e Metalúrgica

A alteração na microestrutura provocada pela nitretação a plasma foi observada com microscópio ótico em uma seção transversal das amostras e atacadas com nital 2% para revelar a microestrutura e as camadas nitretadas. Nesta mesma seção transversal foi traçado o perfil de microdureza a partir da superfície, com um microindentador do tipo Vickers e carga de 0,2 kg (2N). A modificação na

concentração de nitrogênio em função da distância da superfície da amostra foi medida com espectroscopia óptica incandescente (GDOES), e por esta técnica também se mediu a composição química e a espessura dos revestimentos. A espessura corresponde à distância da superfície onde a concentração é igual a 50% da concentração máxima. A aparência dos revestimentos foi registrada com MEV. A difração de raios-x foi empregada para análise de fases e determinação das tensões residuais. A análise de fases foi feita na superfície das amostras por difração na geometria Bragg-Brentano (θ - 2θ) com uso de radiação de cobre ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$). A mesma radiação foi utilizada para medição das tensões residuais superficiais, em dois métodos diferentes. Nas amostras sem revestimento empregou-se o método $\text{sen}^2\psi$ (Figura 2a), onde um plano específico é selecionado e a tensão residual é medida por uma geometria θ - 2θ convencional. No TiCN, devido à textura na estrutura cristalina, foi necessário empregar o método do baixo ângulo de incidência, ou *grazing incidence* (Figura 2b). Nesta geometria, o ângulo entre o feixe e a amostra é baixo (2θ) e é fixo, e a varredura é feita pelo movimento angular somente do detector. O método de *grazing incidence* varre todo o espectro de radiação e utiliza o deslocamento de vários picos, com diferentes orientações cristalográficas, das suas posições originais sem tensão para o cálculo da tensão residual.

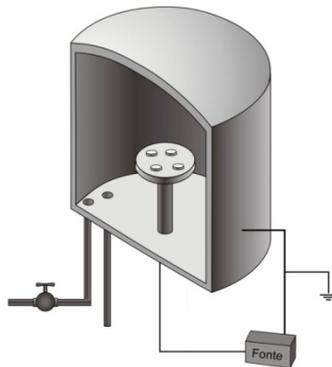


Figura 1. Desenho esquemático da câmara de nitretação a plasma.

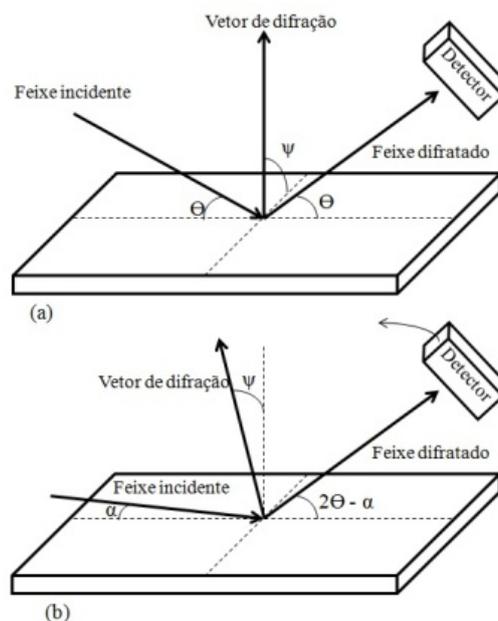


Figura 2. (a) geometria convencional Bragg-Brentano (b) geometria de baixo ângulo de incidência

A medição da ultramicro dureza nos revestimentos permite levantar duas propriedades do material: a própria dureza e o módulo de elasticidade. Isto por que a medição é feita com um indentador que tem a carga e a penetração monitorados. No momento do alívio da carga há recuperação elástica da superfície, e a inclinação da curva força pelo deslocamento neste instante corresponde à rigidez da superfície, utilizada para calcular o módulo de elasticidade. A carga máxima foi de 50 mN, para evitar que o substrato tenha influência na medida, o que ocorre se a penetração ultrapassar 10% da espessura do revestimento.⁽¹⁷⁾

2.3 Avaliação Tribológica

A topografia das superfícies foi avaliada com o um rugosímetro e os valores de rugosidade expressos nos parâmetros Ra e Rz. A adesão foi avaliada conforme a norma VDI 3198, através da comparação de uma indentação Rockwell A (60 kgf) feita na amostra com um padrão da norma. O padrão apresenta seis classes, e considera a adesão adequada para os padrões de formação de trincas de HF1 até HF4. Os padrões HF5 e HF6 são considerados impróprios para uso (Figura 3). Para avaliação da resistência ao desgaste e coeficiente de atrito foi utilizado um tribômetro do tipo pino-disco, conforme a norma ASTM G99 - 05(2010). O corpo de prova é um disco do material em teste; este disco realiza movimento rotatório em contato com o pino, que exerce carga sob a superfície e imprime nela uma trilha de desgaste (Figura 4). Durante o ensaio uma célula de carga mede a força no sentido horizontal no braço de apoio do pino, fornecendo o valor do coeficiente de atrito entre o pino e o disco. O resultado do ensaio é expresso como a taxa de desgaste k, que é dada pela equação (1), denominada equação de Archad⁽⁶⁾

$$k = \frac{\Delta V}{F_N \cdot L} \quad (1)$$

onde V é o volume desgastado em mm³, F_N é a força normal aplicada e L é a distância de deslizamento total do ensaio. Para calcular o volume desgastado a trilha foi medida com um perfilômetro. Como ponto de contato entre o corpo de prova e o pino foi utilizada uma esfera de alumina de 6 mm de diâmetro. Foram feitas duas trilhas de desgaste para cada condição de amostra: uma com diâmetro de 10 mm e distância total percorrida de 300 m e outra com 16 mm e 900 m. Em ambas utilizou-se a rotação máxima do equipamento de 400 RPM, o que equivale a uma velocidade linear de 0,21m/s para a trilha interna e 0,33m/s para a trilha externa. A carga aplicada no pino foi de 10N.

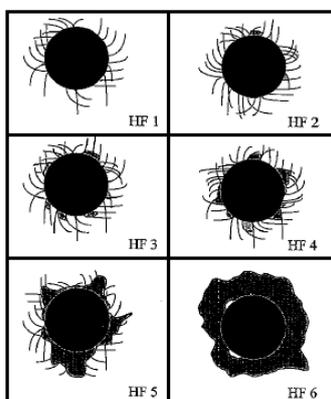


Figura 3. Padrão da norma VDI 3198.

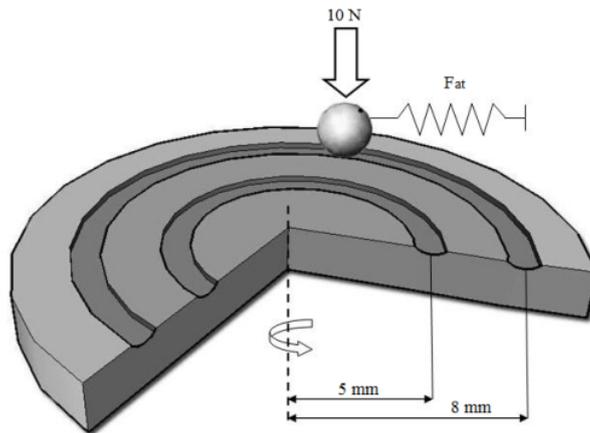


Figura 4. Desenho esquemático do ensaio de desgaste.

3 RESULTADOS

3.1 Microestrutura, Composição Química e Dureza dos Aços Nitretados

A meta de uma camada de difusão sem camada de compostos e com um perfil de alta dureza superficial que diminui gradualmente foi atingido. Há apenas zona de difusão, que é a região escura nas Figuras 5 e 6. A análise de fases confirmou que não há fase ϵ - Fe_{2-3}N , típica da camada branca, apenas γ' - Fe_4N . Como não se observou camada branca nas metalografias, estes nitretos podem ser precipitados na zona de difusão. A fração atômica de N na superfície, de no máximo 22% também está abaixo da composição da camada branca com formação completa. As curvas da Figura 10 também mostram que no DIN X100CrMoV8-1-1 a difusão do nitrogênio é restrita. Neste aço há uma alta quantidade de elementos que são fortes formadores de nitretos, como o cromo, o que resulta em uma dureza alta e em tensões residuais elevadas,⁽¹⁸⁾ porém o nitrogênio fica retido por estes elementos e a difusão é diminuída, restringindo a espessura da camada.

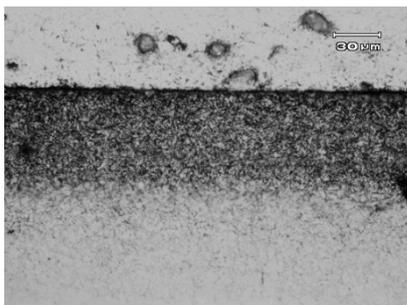


Figura 5. Metalografia do AISI H13 nitretado a plasma.

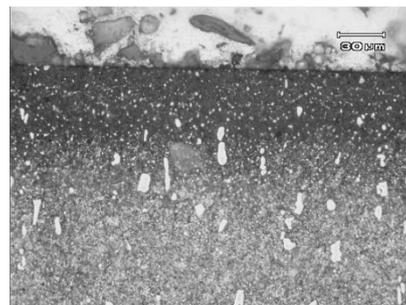


Figura 6. Metalografia do DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma.

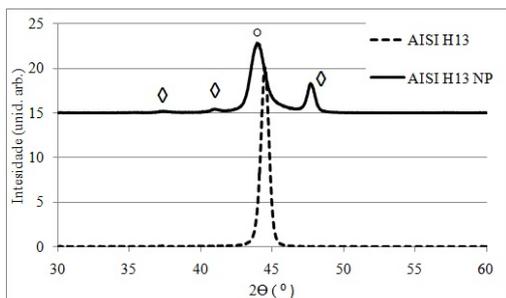


Figura 7. Análise de fases do AISI H13; ○ Fe- α , ◇ Fe₄N (γ').

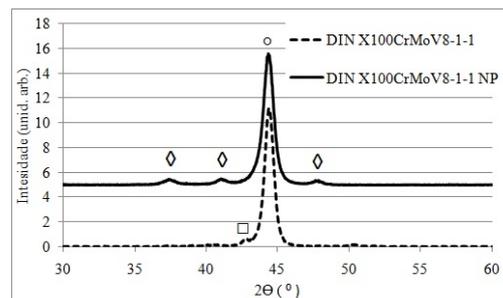


Figura 8. Análise de fases do DIN X100CrMoV8-1-1; ○ Fe- α , ◇ Fe₄N (γ'), □ Fe₃C.

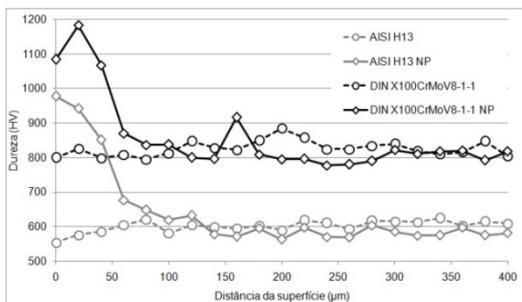


Figura 9. Perfis de microdureza.

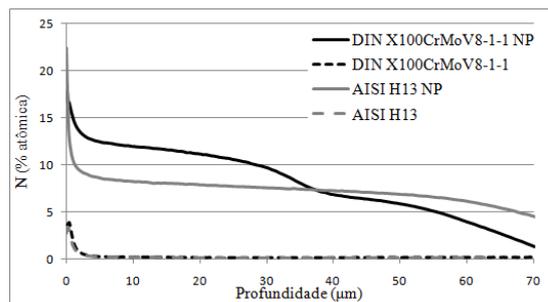


Figura 10. Perfis de concentração de nitrogênio.

3.4 Composição Química e Microestrutura dos Filmes de TiCN e AlCrN

O TiCN é formado por uma solução sólida de miscibilidade completa de TiC e TiN. A estrutura cúbica de face centrada dos dois nitretos possui parâmetros de rede muito próximos, por isso picos referentes a uma mesma orientação cristalográfica normalmente aparecem como um só na difração de raios-x. Na Figura 13 estes picos estão identificados como TiCN, embora correspondam ao TiC e TiN. A forte intensidade do pico [111] indica crescimento e orientação preferenciais do filme.

A faixa do ângulo 2θ com informações relevantes sobre o AlCrN fica entre 35° e 45° . Neste intervalo é possível identificar se estão presentes as fases cúbicas de face centrada do AlN e CrN ou se há presença da fase hexagonal compacta do AlN, que é fragilizante e prejudica o desempenho do revestimento.⁽¹⁹⁾ O pico da fase hexagonal compacta é o [200], que não foi observado.

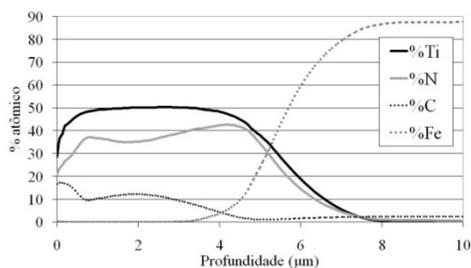


Figura 11. Perfil de concentração do TiCN em substrato de AISI H13.

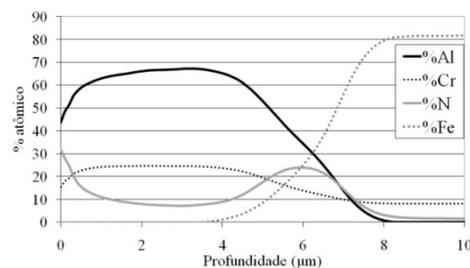


Figura 12. Perfil de concentração do AlCrN em substrato de DIN X100CrMoV8-1-1.

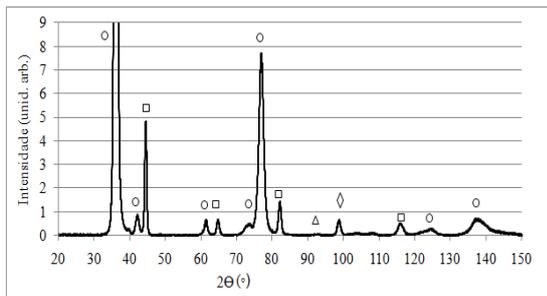


Figura 13. Análise de fases do TiCN; ○ AlCrN
 □ Fe- α (substrato) ◇ CrN.

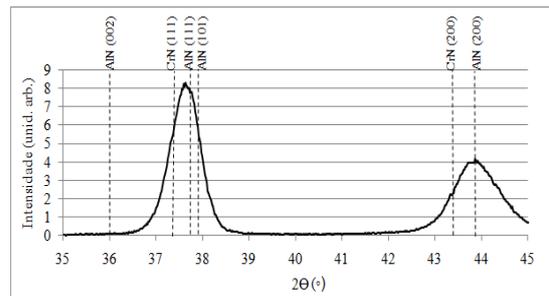


Figura 14. Análise de fases do AlCrN.

A observação das superfícies revelou a presença de porosidades no revestimento de TiCN. Estes poros surgem devido ao desprendimento de macropartículas de titânio. O relevo do AlCrN é distinto, com pequenas protuberâncias visíveis.

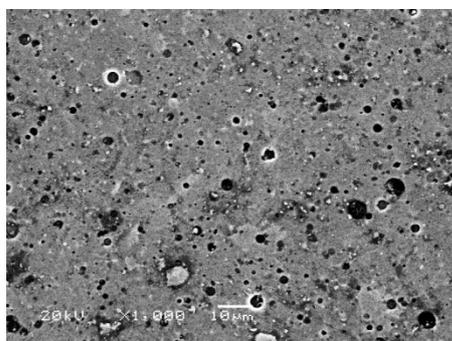


Figura 15. Superfície do filme de TiCN.

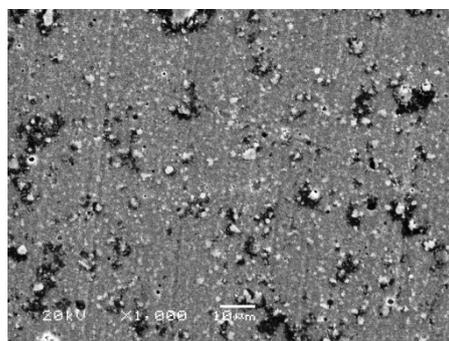


Figura 16. Superfície do filme de AlCrN.

3.3 Propriedades Obtidas na Caracterização

A Tabela 3 expõe os resultados da caracterização. As letras A, D e NP correspondem a AISI H13, DIN X100CrMoV8-1-1 e nitretação a plasma, respectivamente.

A nitretação a plasma provocou um aumento nas tensões residuais compressivas, na dureza e na rugosidade superficial dos dois aços. É interessante notar que um aumento de 5,71 vezes na tensão residual no AISI H13 foi acompanhado por um aumento na dureza de 61,4 %, e no DIN X100CrMoV8-1-1 a tensão residual 3,81 vezes maior foi seguida por um aumento de 39,4%. Esta proporcionalidade ocorre por que o aumento destas duas características é provocado pelo mesmo mecanismo, a distorção da rede cristalina pela inserção de nitrogênio. O aumento da rugosidade ocorre devido a uma alta taxa de *sputtering* da mistura rica em hidrogênio, o que desarranja e ejeta átomos da superfície.

Não há evidências que as propriedades do substrato tenham influenciado propriedades dos revestimentos. Neste sentido, a contribuição da nitretação a plasma é diminuir a diferença e gradiente de propriedades entre revestimento e substrato, o que permite um comportamento mais próximo na interface, melhor suporte mecânico e melhor adesão dos revestimentos.

Comparativamente, os dois grupos de revestimentos apresentaram valores próximos do módulo de elasticidade, de espessura e de rugosidade. Já as tensões residuais e a dureza são mais elevadas no grupo do TiCN.

Tabela 2. Dados experimentais

| Superfície | Módulo de elast. (GPa) | Dureza (HV) | Tensões residuais (MPa) | Espessura (μm) | Rugosidade(μm) | |
|----------------|------------------------|----------------|-------------------------|----------------|----------------|-------|
| | | | | | Ra | Rz |
| A | -- | 572,0 ± 15,6 | -164,2 ± 8,9 | -- | 0,016 | 0,150 |
| A + NP | -- | 923,3 ± 24,7 | -938,0 ± 78,4 | -- | 0,042 | 0,320 |
| D | -- | 813,0 ± 18,4 | -175,7 ± 17,5 | -- | 0,031 | 0,252 |
| D+ NP | -- | 1133,5 ± 70,0 | -671,1 ± 17,7 | -- | 0,075 | 0,609 |
| A + AlCrN | 337,7 ± 57,1 | 2705,8 ± 739,1 | -4760,0 ± 137,0 | 5,9 ± 0,9 | 0,140 | 1,190 |
| A + NP + AlCrN | 356,8 ± 63,4 | 2840,3 ± 725,2 | -4354,0 ± 208,0 | 5,9 ± 0,8 | 0,095 | 1,080 |
| D + AlCrN | 373,7 ± 64,6 | 3004,9 ± 777,4 | -4494,0 ± 218,0 | 6,0 ± 1,2 | 0,168 | 1,530 |
| D + NP + AlCrN | 384,3 ± 51,6 | 3061,0 ± 473,9 | -4836,0 ± 83,0 | 5,8 ± 1,1 | 0,105 | 1,260 |
| A + TiCN | 348,6 ± 48,4 | 3085,3 ± 589,7 | -5617,6 ± 31,2 | 5,6 ± 1,0 | 0,165 | 1,420 |
| A + NP + TiCN | 337,4 ± 28,2 | 3114,4 ± 505,8 | -5813,2 ± 36,4 | 5,1 ± 1,0 | 0,120 | 1,135 |
| D + TiCN | 348,4 ± 26,3 | 3196,3 ± 387,9 | -5415,5 ± 23,7 | 5,5 ± 1,0 | 0,188 | 1,693 |
| D + NP + TiCN | 353,3 ± 35,4 | 3048,1 ± 510,3 | -5776,9 ± 26,5 | 5,8 ± 0,9 | 0,132 | 1,056 |

3.4 Ensaios Tribológicos

Os testes de adesão demonstraram que a nitretação a plasma incrementou esta característica nos aços nitretados a plasma, quando da aplicação de força normal sobre a superfície. Nas amostras de TiCN sem nitretação prévia, observam-se trincas que interseccionam-se e que resultam em falha do revestimento - classificadas como padrão HF4, ainda dentro do aceitável. Na amostra de AlCrN no substrato de AISI H13, a falha é claramente visível, classificada como HF5. No DIN X100CrMoV8-1-1 não-nitretado, além do defeito mais visível (quadrante superior esquerdo da Figura 18 c), há uma grande quantidade de trincas, de extensão muito reduzida, o que dificulta até mesmo sua observação. Este modo de fratura não é visualmente semelhante às do padrão da norma; no entanto, ela foi classificada como de classe HF3, por apresentar uma falha claramente visível e falhas que, mesmo com dimensões reduzidas, se assemelham as desta classe. Os revestimentos nos substratos nitretados são classificados como HF1: as trincas existentes são em pequena quantidade, não se cruzam e não há indício de descolamento do revestimento.

O coeficiente de atrito dos aços foi levemente menor nas amostras nitretadas do que nas não nitretadas. A aparência das trilhas de desgaste revela que o mecanismo principal de dano à superfície é abrasivo, e nas amostras não-nitretadas os riscos e marcas são mais extensos e em maior quantidade. Nas amostras revestidas com AlCrN, o coeficiente de atrito é semelhante aos aços. O comportamento mais interessante foi o de TiCN: com exceção de uma amostra, as demais tiveram uma queda brusca no coeficiente de atrito após um período de *run-in* (desgaste inicial). No ensaio de 300 metros o coeficiente em queda não chegou a um valor estável, por isso não estão na tabela. A aparência das trilhas de desgaste do TiCN é de uma superfície polida, limpa e sem imperfeições, o que justifica o baixo coeficiente de atrito. No AlCrN as trilhas possuem uma aparência bastante grosseira, com marcas acentuadas de desgaste e acúmulo de *debris* (partículas de desgaste) próximas às bordas, o que explica o maior coeficiente de atrito, ausência de *run-in* e maior taxa de desgaste.

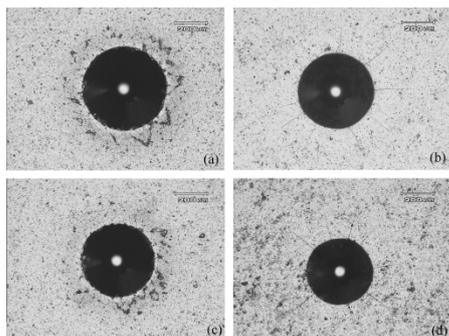


Figura 17. Testes de adesão do TiCN em diferentes substratos (a) AISI H13 (b) AISI H13 nitretado a plasma (c) DIN X100CrMoV8-1-1 (d) DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma.

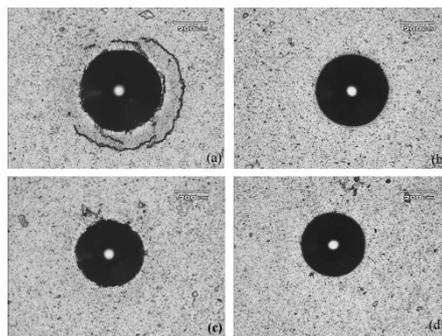


Figura 18. Testes de adesão do AlCrN em diferentes substratos (a) AISI H13 (b) AISI H13 nitretado a plasma (c) DIN X100CrMoV8-1-1 (d) DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma.

Tabela 3. Taxas de desgaste e coeficientes de atrito

| Aço | Superfície | $k_{900m} \left(\frac{mm^3}{N.m} \right)$ | Desgaste | $k_{300m} \left(\frac{mm^3}{N.m} \right)$ | Desgaste | μ_{at900m} | μ_{at300m} |
|----------------------|---------------|--|----------|--|----------|----------------|----------------|
| DIN X100 CrMoV 8-1-1 | S/ tratamento | $9,75 \cdot 10^{-6}$ | 100,0% | $8,22 \cdot 10^{-6}$ | 100,0% | 0,80 | 0,78 |
| | NP | $2,55 \cdot 10^{-6}$ | 26,1% | $1,69 \cdot 10^{-6}$ | 20,6% | 0,66 | 0,73 |
| | NP + AlCrN | $5,99 \cdot 10^{-7}$ | 6,1% | $6,39 \cdot 10^{-7}$ | 7,8% | 0,69 | 0,66 |
| | AlCrN | $5,23 \cdot 10^{-7}$ | 5,4% | $5,09 \cdot 10^{-7}$ | 6,2% | 0,72 | 0,67 |
| | NP + TiCN | $4,40 \cdot 10^{-7}$ | 4,5% | $4,03 \cdot 10^{-7}$ | 4,9% | 0,74 | 0,72 |
| | TiCN | $4,07 \cdot 10^{-7}$ | 4,2% | $2,49 \cdot 10^{-7}$ | 3,0% | 0,14 | -- |
| AISI H13 | S/ tratamento | $9,10 \cdot 10^{-6}$ | 100,0% | $9,45 \cdot 10^{-6}$ | 100,0% | 0,64 | 0,70 |
| | NP | $1,91 \cdot 10^{-6}$ | 21,1% | $1,71 \cdot 10^{-6}$ | 18,1% | 0,59 | 0,66 |
| | NP + AlCrN | $6,51 \cdot 10^{-7}$ | 7,2% | $8,48 \cdot 10^{-7}$ | 9,0% | 0,66 | 0,70 |
| | AlCrN | $4,35 \cdot 10^{-7}$ | 4,8% | $3,77 \cdot 10^{-7}$ | 4,0% | 0,59 | 0,72 |
| | NP + TiCN | $3,65 \cdot 10^{-7}$ | 4,0% | $2,98 \cdot 10^{-7}$ | 3,2% | 0,15 | -- |
| | TiCN | $2,59 \cdot 10^{-7}$ | 2,9% | $2,38 \cdot 10^{-7}$ | 2,5% | 0,14 | -- |

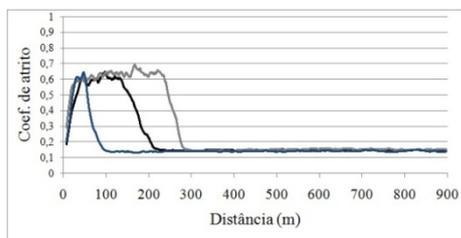


Figura 19. Coeficiente de atrito do TiCN nos substratos de: • AISI H13; • AISI H13 nitretado a plasma; • DIN X100CrMoV8-1-1.

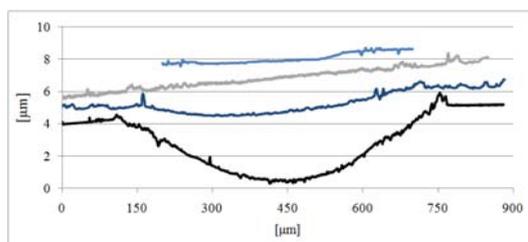


Figura 20. Magnitude do desgaste • AISI H13 • AISI H13 NP • AlCrN; • TiCN.

Considerando a taxa de desgaste como a medida da resistência ao desgaste, houve um incremento nesta característica em todos os tipos de tratamento e revestimento. Nos resultados sobre a alteração das características dos aços com a nitretação a plasma, viu-se que o AISI H13 teve um aumento maior na dureza e nas tensões residuais; como a resistência ao desgaste é influenciada por estes dois fatores, isto se refletiu nos resultados do ensaio pino-disco. Da mesma forma, a dureza e tensões residuais compressivas muito mais altas nos revestimentos resultam em uma taxa de desgaste muito menor. Os resultados estão na Tabela 3; a divisão foi feita para permitir uma melhor comparação entre as diferentes condições de um mesmo material base. Para se ter uma idéia de quanto melhorou a resistência ao desgaste, o valor da taxa de desgaste k do aço sem tratamento foi tomado como 100%; a porcentagem das demais taxas equivale à relação delas com este valor.

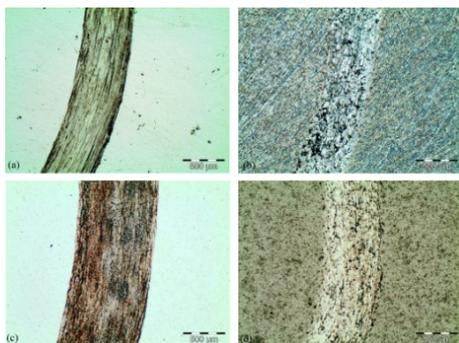


Figura 21. Trilhas de desgaste dos aços (a) AISI H13 (b) AISI H13 nitretado a plasma (c) DIN X100CrMoV8-1-1 (d) DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma.

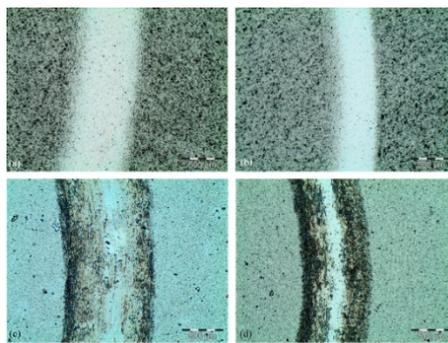


Figura 22. Trilhas de desgaste dos revestimentos (a) TiCN em DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma (b) TiCN em AISI H13 nitretado a plasma (c) AlCrN em DIN X100CrMoV8-1-1 (d) AlCrN em AISI H13 nitretado a plasma.

Um ponto crítico na avaliação das superfícies foi uma falha que ocorreu nos revestimentos de AlCrN em substratos nitretados a plasma. As falhas aconteceram nas trilhas externas (ensaio de 900 metros) e foi mais pronunciada no AISI H13 nitretado a plasma. Embora o perfil de desgaste não tenha sido medido nestas regiões de falha, a liberação de partículas duras do revestimento e do substrato pode colaborar para um incremento no desgaste, por atuarem como abrasivos. O motivo pelo qual ocorreu falha do revestimento não foi esclarecido.

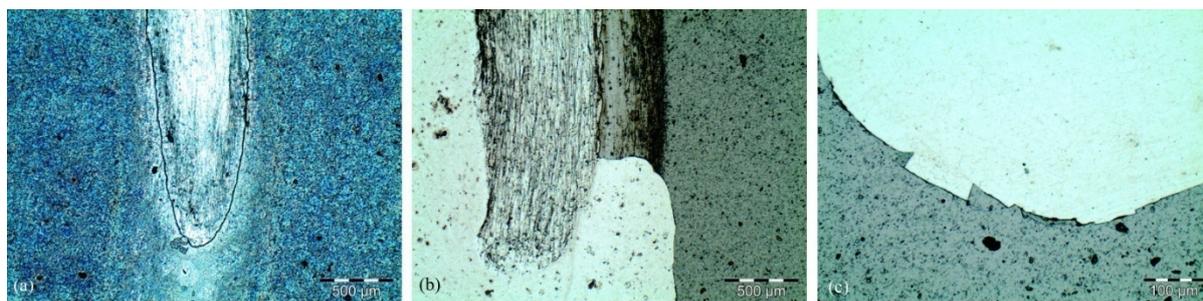


Figura 23. Falhas nos revestimentos de AlCrN (a) exposição parcial do substrato e trincamento do filme depositado em DIN X100CrMoV8-1-1 nitretado a plasma (b) exposição total do substrato e destacamento do revestimento em AISI H13 nitretado a plasma (c) detalhe de área onde o revestimento foi destacado.

4 CONCLUSÕES

As variáveis do processo de nitretação a plasma escolhidas foram capazes de atingir a microestrutura e propriedades esperadas: zona de difusão sem camada branca, alta dureza na superfície com queda gradual afastando-se dela e aumento nas tensões residuais compressivas. O perfil de concentração de nitrogênio nos dois aços é diferente devido às suas diferentes composições químicas. O tratamento foi eficiente em reduzir a taxa de desgaste em um fator de 4 a 5 vezes.

As propriedades e características dos revestimentos justificam seu uso como revestimentos protetores: ambos possuem alta dureza, altas tensões residuais compressivas e alto módulo de elasticidade. O desgaste nas amostras revestidas foi de apenas 2,5% a 7,1% quando comparadas às amostras sem tratamento.

A rugosidade dos substratos não foi acompanhada pelos filmes depositados sobre eles. Os filmes apresentaram rugosidades mais elevadas e não se observou uma



rugosidade mais alta em substratos nitretados, como nas amostras não-revestidas, o que sugere que a rugosidade do filme se sobrepõe a da superfície.

O TiCN é formado por uma solução sólida de TiC e TiN. No AlCrN a fase fragilizante hexagonal do AlN não estava presente.

Apesar do teste de indentação Rockwell indicar que a nitretação prévia aumenta a adesão, o tratamento não foi benéfico nas amostras depositadas com AlCrN – pelo contrário, foram as duas únicas amostras com falha no revestimento. Não ficou claro por que isto ocorreu, mas isto demonstra que os testes devem ser interpretados com critério: o teste de adesão com uma carga pontual não foi adequado para prever o comportamento da superfície com uma carga sob contato deslizante.

Os revestimentos de TiCN apresentaram o melhor desempenho geral nos testes de desgaste: isso era esperado pela maior dureza e tensões residuais compressivas. O revestimento não apresentou nenhum tipo de falha no ensaio de desgaste.

Como resultado final, é apontada como a melhor combinação de materiais deste estudo um substrato de aço nitretado a plasma com a deposição de TiCN. O revestimento de TiCN apresentou as melhores propriedades, com os valores mais elevados de dureza e tensões residuais compressivas, coeficiente de atrito muito baixo após desgaste inicial e excelente desempenho nos ensaios de desgaste. A recomendação do substrato nitretado visa garantir o suporte do filme e um menor gradiente de tensões residuais e dureza entre revestimento e substrato. Não será apontado um aço específico como o melhor resultado por que ambos se revelaram satisfatórios, e a escolha de um deles deve ser feita tendo em vista a aplicação e esforços reais de uma ferramenta específica.

Agradecimentos

Os autores agradecem às equipes do Laboratório de Transformação Mecânica, Laboratório de Espectroscopia Mössbauer, Laboratório de Metalurgia Física e Laboratório de Pesquisa em Corrosão, da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, e do Institut für Werkstofftechnik, da Universität Bremen, pela colaboração e cedência de equipamentos e estrutura. Agradecemos também ao CnPQ pelo financiamento do projeto.

REFERÊNCIAS

- 1 KCHAOU, M., ELLEUCH, R., DESPLANQUES, Y., BOIDIN, X., DEGALLAIX, G. Failure mechanisms of H13 die on relation to the forging process - A case study of brass gas valves. *Engineering Failure Analysis*, v. 17, p. 403-415, 2010.
- 2 LESKOVSEK, V., PODGORNIK, B., JENKO, M. A. PACVD duplex coating for hot-forging applications. *Wear*, v. 269, p.466-472, 2009.
- 3 GEIGER, M., FALK, B. Prediction of service life and failure probability of cold forging tools. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, v. 50, p. 173-176, 2001.
- 4 EBARA, R., TAKEDA, K., ISHIBASHI, Y., OGURA, A., KONDO, Y., HAMAYA, S. Microfractography in failure analysis of cold forging dies. *Engineering Failure Analysis*, v. 16, p. 1968-1976, 2009.
- 5 QIN, Y. Forming tool design innovation and intelligent tool structure/system concepts. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, v. 46, p. 1253-1260, 2006.
- 6 HUTCHINGS, I. M. *Tribology - Friction and Wear of Engineering Materials*. Edward Arnold, 1992.
- 7 BELL, T., DONG, H., SUN, Y. Realising the potential of duplex surface engineering. *Tribology International*, v. 31, p. 127-137, 1998



- 8 LUGSCHEIDER, E., BARIMANI, C., LAKE, M. Investigation of mechanical properties of Ti(C,N) and TiN thin films deposited on cutting tools. *Surface Engineering: Science and Technology*, v. 1, p. 405-413, 1999.
- 9 BULL, S. J., BHAT, D. G., STAIA, M. H. Properties and performance of commercial TiCN coatings. Part 2: tribological performance. *Surface and Coatings Technology*, v. 163-164, p. 507-514, 2003.
- 10 ZUKERMAN, I., RAVEH, A., LANDAU, Y., WEISS, R., SCHNEK, R., SHNEOR, Y., KALMAN, H., KLEMBERG-SAPHIEHA, J. E., MARTINU, L. Tribological properties of duplex treated TiN/TiCN coatings on plasma nitrided PH15-5 steel. *Surface & Coatings Technology*, v. 201, p. 6171-6175, 2007.
- 11 MA, S., XU, K., JIE, W. Plasma nitrided and TiCN coated AISI H13 steel by pulsed dc PECVD and its application for hot working dies. *Surface & Coatings Technology*, v. 191, p. 201-205, 2005.
- 12 HE, Y., APACHITEI, I., ZHOU, J., WALSTOCK, T., DUSZCZYK, J. Effect of prior plasma nitriding applied to a hot-work tool steel on the scratch-resistant properties of PACVD TiBN and TiCN coatings. *Surface & Coatings Technology*, v. 201, p. 2534-2539, 2006.
- 13 FANG, T. H., JIAN, S.-R., CHUU, D.-S. Nanomechanical properties of TiC, TiN and TiCN thin films using scanning probe microscopy and nanoindentation. *Applied Surface Science*, v. 228, pp. 365-372, 2004
- 14 MO, J. L., ZU, M. H. Sliding tribological behavior of AlCrN coating. *Tribology International*, v. 41, p. 1161-1168, 2008
- 15 ENDRINO, J. L., FOX-RABINOVICH, G., REITER, A., VELDHUIS, S. V., GALINDO, R. E. Oxidation tuning in AlCrN coatings. *Surface Coatings Technology*, v. 201, pp. 4505-4511, 2007.
- 16 SENNA, L. F., ACHETE, C. A., HIRSCH, T., FREIRE JR., F. L. (1997). Structural, chemical, mechanical and corrosion resistance characterization of TiCN coatings prepared by magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology*, 94-95, pp. 390-397.
- 17 TOTTEN, G. *Handbook of Residual Stress and Deformation*: ASM International, 2002.
- 18 REITER, A. E., DERFLINGER, V. H., HANSELMANN, B., BACHMANN, T., SARTORY, B. Investigation of the properties of Al_{1-x}Cr_xN coatings prepared by cathodic arc evaporation. *Surface & Coatings Technology*, v. 200, p. 2114-2122, 2005.