

DESENVOLVIMENTO DE CAMADA DÚPLEX OBTIDA POR NITRETAÇÃO LÍQUIDA E REVESTIMENTO TiN-PVD EM AÇO AISI H13¹

*Piter Alves Sousa²
Marcio Ferreira Hupalo³*

Resumo

No presente trabalho avaliou-se a possibilidade do desenvolvimento de camada duplex obtida a partir do processo termoquímico de nitretação realizada em banhos de sais e revestimento de nitreto de titânio, TiN-PVD, em um aço para trabalho a quente AISI H13. A nitretação em banho de sal foi realizada nas temperaturas de 540, 560 e 580°C, durante 2 horas, seguida da fase de difusão, realizada a 550°C durante 8 horas. A deposição de TiN-PVD foi realizada segundo ciclo padrão, utilizado para todas as condições de nitretação estudadas. A camada duplex obtida foi avaliada por meio de ensaio microabrasivo e de resistência ao deslocamento. Os resultados mostram que temperaturas de nitretação mais baixas resultam em maior homogeneidade microestrutural e menor presença de nitretos precipitados em contorno de grão. As amostras nitretadas a 540°C apresentaram os melhores resultados nos ensaios de deslocamento, com menor incidência de falhas do tipo “casca de ovo” para maiores cargas aplicadas.

Palavras-chave: AISI H13; Camada duplex; Nitretação em banhos de sais; PAPVD.

DEVELOPMENT OF DUPLEX COATINGS ON AISI H13 TOOL STEEL BY USING SALT BATH NITRIDING AND TiN-PVD

Abstract

The present work aimed in the development of duplex coatings on AISI H13 tool steel by using salt bath nitriding and TiN-PVD. Salt bath nitriding treatments were made in the temperatures of 540, 560 and 580°C, during 2 hours, followed by the diffusion process at 550°C during 8 hours. The deposition of TiN-PVD was carried out according a standard cycle, used for all the studied nitriding conditions. The duplex coatings were evaluated by microabrasive and load-bearing tests. Lower nitriding temperatures resulted in higher microstructural homogeneity and smaller amount of grain boundaries nitrides. The best load-bearing capacity was observed for the lowest nitriding temperature, which presented lesser incidence of “egg shell” type flaws for higher applied loads.

Key words: AISI H13; Duplex treatments; Salt bath nitriding; PAPVD.

¹ *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil*

² *Tecnólogo em Processos Metalúrgicos, Instituto Superior Tupy, Joinville, SC.*

³ *Doutor em engenharia de materiais, professor do Instituto Superior Tupy, Joinville, SC.*

1 INTRODUÇÃO

A aplicação de camada duplex como alternativa para aumento da resistência ao desgaste é uma tecnologia recente, desenvolvida a partir da necessidade de materiais que resistam em condições de trabalho extremamente severas. A vida útil e a produtividade são aumentadas, sendo as paradas para manutenção e troca de ferramentais reduzidos.

Os filmes com materiais de engenharia depositados pelo processo PVD, são inseridos sobre a camada nitretada com o intuito de melhorar o desempenho do ferramental. Atualmente o processo de desenvolvimento destas camadas é realizado por meio da nitretação iônica, associada ao revestimento PVD. Não existem estudos contra-indicando o uso da nitretação em banhos de sais como processo anterior ao revestimento, por alguma interferência na aderência do filme, como a ação do sal utilizado no processo de nitretação ou o grau de porosidade da camada obtida.

Neste trabalho serão apresentados os tratamentos de endurecimento superficial, onde se enquadram os processos que envolvem fenômenos de difusão, como a nitretação líquida e processos de deposição superficial, como revestimentos PVD, além da associação destes métodos como alternativa para tratamentos de superfície, na forma de camada duplex.

As técnicas atuais de limpeza do substrato para deposição do filme, os controles dos parâmetros de nitretação líquida e conseqüentemente da camada nitretada obtida, são aliados do desenvolvimento de uma camada duplex a partir da nitretação em banhos de sais. As etapas de limpeza para retirada dos resíduos de sal da nitretação e o controle da qualidade superficial anterior ao revestimento são pontos de extrema importância para um bom desempenho do revestimento.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Foi estudada a viabilidade do desenvolvimento de camadas duplex obtidas a partir do processo de nitretação em banho de sal fundido e revestimento com filme TiN, depositado pelo processo PVD. O aço selecionado para o experimento foi o AISI H13, temperado em forno a vácuo e revenido para faixa de dureza entre 44 HRC e 46 HRC. Conforme pesquisas realizadas por Yoshida⁽¹⁾ o melhor ciclo empregado nas etapas de revenimento deve ser realizado no mínimo três vezes, sempre em temperaturas superiores a 540°C.

A partir do aço AISI H13, fornecido em barra com diâmetro de 22,22 mm, temperado e revenido, foram retirados corpos de prova com 10 mm de espessura para realização do processo de nitretação em banho de sal e revestimento com filme TiN, depositado pelo processo PVD.

O tratamento termoquímico de nitretação foi realizado em três temperaturas diferentes, a 540°C, 560°C e 580°C, sendo o tempo de ciclo padronizado em 2 horas e o processo de difusão da camada branca em 8 horas, a 550°C. A variação das temperaturas de nitretação objetivou a análise da influência da velocidade de difusão do nitrogênio para o aço na aderência do filme TiN. Após o processo de nitretação, as amostras foram lixadas com lixa de granulometria 1200, para redução da rugosidade, onde estudos realizados por Yuhara,⁽²⁾ demonstram que excesso de rugosidade prejudica o desempenho da camada, pois esta pode quebrar nos picos, expondo o metal base.

Para o processo de revestimento PVD, foi adotado um ciclo padrão, realizado a 500°C. A temperatura deve ser inferior à utilizada nos processos de revenimento e

nitretação para que não ocorram mudanças microestruturais e queda de dureza. Foram adotadas etapas de limpeza anteriores ao revestimento, com desengraxantes e detergentes alcalinos assistidos por ultra-som, seguido de enxágües em água deionizada e secagem com gás inerte aquecido.

Os tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, de nitretação líquida e a deposição do filme foram realizados pela Bodycote Brasimet Processamento Térmico S/A – Unidade Joinville.

Para determinação da estrutura da camada duplex, foram adotadas técnicas de microscopia óptica convencional, realizadas na Sociedade Educacional de Santa Catarina – Sociesc.

A aderência do filme foi avaliada através do método de indentação estática Rockwell, utilizando um durômetro com penetrador de diamante cônico de 0,2 milímetros de raio. As cargas empregadas nos ensaios de indentações foram consideradas a partir de experimentos realizados por Franco Júnior⁽³⁾ sendo executados os ensaios com carga de 60, 100 e 150 kgf. A determinação da espessura de camada foi realizada através do ensaio de microabrasão, o qual utiliza uma esfera de aço envolta em um meio abrasivo que, em contato com o corpo de prova, forma uma calota de desgaste. Considerando um tempo padrão de 30 minutos de processo, que, segundo Franco Júnior,⁽³⁾ seria o tempo mínimo necessário para que a taxa de desgaste apresente tendência a ser constante; foram realizadas medições nos diâmetros internos e externos das calotas de desgaste para medição da espessura das camadas TiN revestidas.

A determinação do perfil de dureza da camada nitretada, a espessura de revestimento e a aderência do filme foram realizadas na Bodycote Brasimet Processamento Térmico S/A, unidade Joinville.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Dureza da Camada Nitretada

Após a realização dos processos de nitretação nas temperaturas de 540°C, 560°C e 580°C, seguido da deposição do filme TiN, foram realizadas medições de dureza superficial em escala de dureza Vickers, empregando como carga para o ensaio 200gf. A Tabela 1 apresenta os valores encontrados para cada temperatura de tratamento. Os valores de dureza listados na tabela correspondem à média de 10 indentações.

Tabela 1. Dureza superficial após nitretação líquida.

Temperatura de Processo (°C)	Dureza Superficial (HV0,2)
540	1015 ± 18
560	1038 ± 18
580	1055 ± 18

3.2 Análise das Camadas Duplex

3.2.1 Dureza do revestimento

Após a realização do processo de revestimento TiN pelo processo PVD, foi realizada a medição de dureza superficial em escala de dureza Vickers, empregando carga de 25 gf, uma vez que as camadas produzidas permanecem com espessura entre 2 microns e 4 microns, sendo a utilização de cargas maiores inadequadas. A Tabela 2

apresenta os valores encontrados para cada temperatura de tratamento de nitretação. O valor de dureza citado na tabela corresponde à média de 10 indentações

Tabela 2. Dureza superficial após revestimento PVD TiN.

Temperatura de Processo Nitretação (°C)	Dureza Superficial (HV-0,025)
540	2.276 ± 18
560	2.178 ± 18
580	2.196 ± 18

3.2.2 Perfis de dureza das camadas nitretadas após revestimento PVD – TiN

A temperatura do processo de revestimento oscila em valores próximos a 500°C, sendo que não existem variações consideráveis durante a etapa de revestimento. A Figura 1 apresenta o perfil de dureza das camadas nitretadas nas três temperaturas diferentes de processo, revestidas com o filme TiN, para avaliar a interferência da temperatura do processo de revestimento PVD.

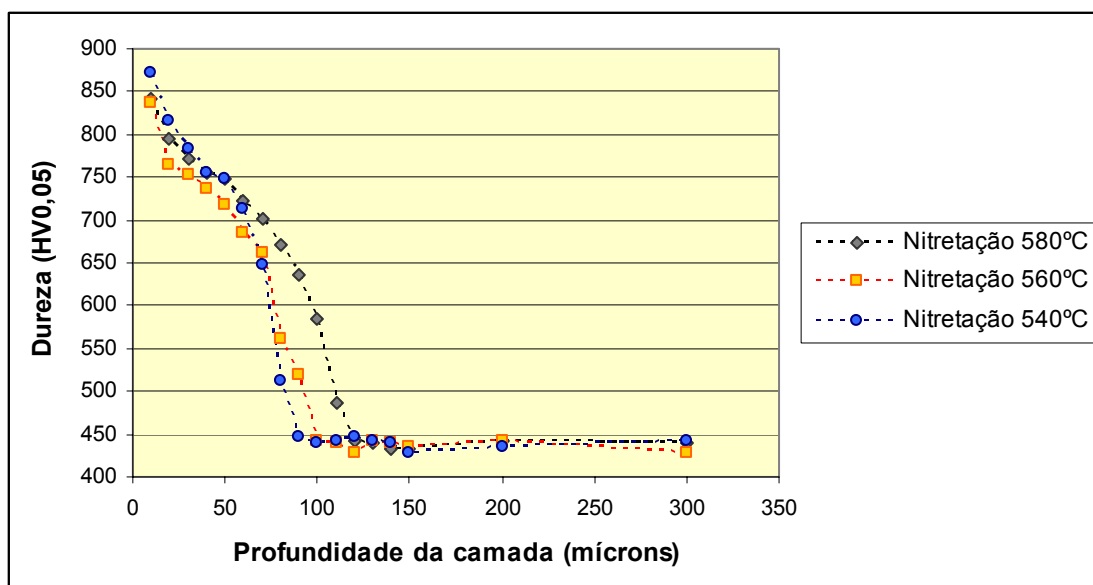


Figura 1. Perfis de dureza das camadas nitretadas a 540°C, 560°C e 580°C, ciclo de 2 horas, com etapa de difusão em 550°C, ciclo de 8 horas. Após processo de revestimento PVD – TiN.

Para temperaturas menores de nitretação, segundo estudos realizados por Santos⁴ a taxa de difusão de nitrogênio é considerada baixa, produzindo camadas com espessuras menores. Em temperaturas muito elevadas, superiores a 600°C, também há a diminuição da espessura da camada, porém, devido o decréscimo do potencial de nitrogênio.

O perfil de dureza da camada nitretada a 540°C apresentou queda significativa de dureza em 60 microns de profundidade, sendo que para as temperaturas de 560°C e 580°C essa queda significativa dos valores de dureza ocorreu em 70 microns e 110 microns, respectivamente. Essa diferença ocorre em função da temperatura empregada no processo, uma vez que os tempos foram mantidos para todos os ciclos, onde há a aceleração das reações de formação de nitretos e de penetração da camada nitretada.

3.2.3 Microestruturas das camadas duplex

As Figuras 2, 3 e 4 apresentam, respectivamente, as microestruturas das camadas duplex obtidas a partir dos processos de nitretação líquida a 540°C, 560°C e 580°C.



Figura 2. Estrutura da camada duplex obtida a partir da nitretação a 540°C por 2 horas, com etapa de difusão a 550°C por 8 horas. Aumento: 1000X. Ataque: Nital 4%.

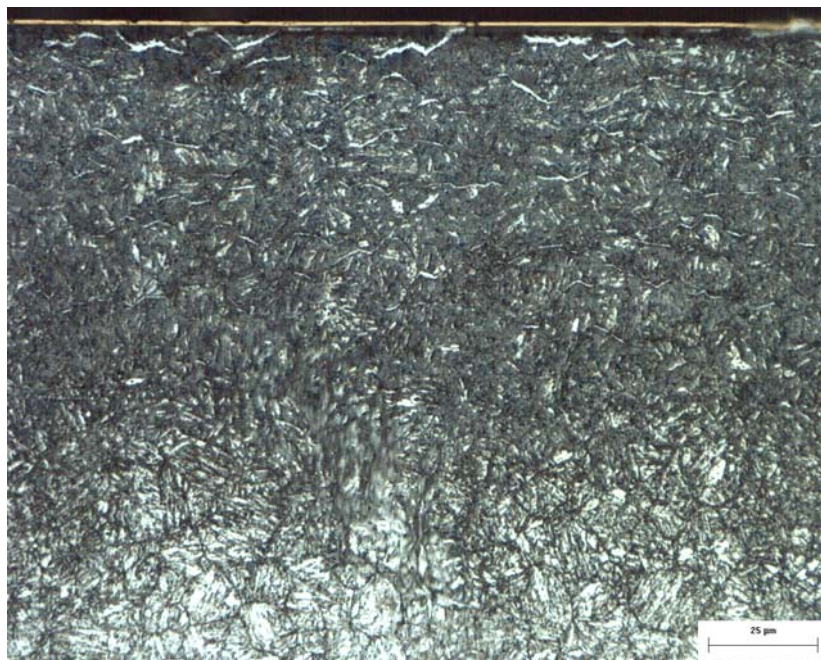


Figura 3. Estrutura da camada duplex obtida a partir da nitretação a 560°C por 2 horas, com etapa de difusão a 550°C por 8 horas. Aumento: 1000X. Ataque: Nital 4%.

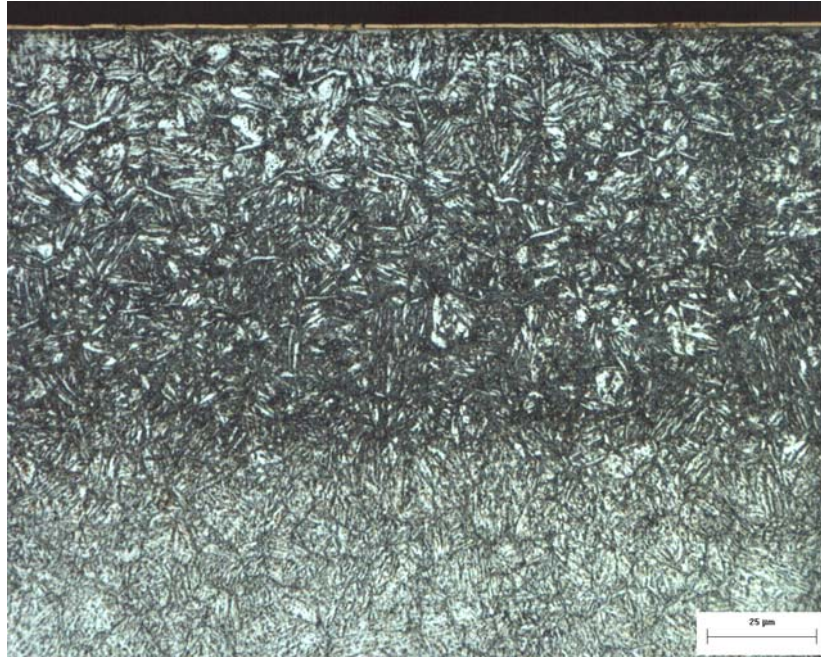


Figura 4. Estrutura da camada duplex obtida a partir da nitretação a 580°C por 2 horas, com etapa de difusão a 550°C por 8 horas. Aumento: 1000X. Ataque: Nital 4%.

O aumento da temperatura de nitretação resultou em maior incidência de nitretos CrN precipitados em contorno de grão na camada difundida, por aumentar a taxa de difusão do nitrogênio para o substrato. O processo de difusão posterior ao tratamento de nitretação líquida possibilitou a difusão da camada de compostos.

3.2.4 Espessura dos revestimentos

Para determinação da espessura do revestimento, empregou-se a técnica de ensaio por microabrasão, onde há a formação de uma calota, podendo ser possível a determinação da espessura da camada. O tempo empregado no ensaio foi de 30 minutos. As calotas formadas no ensaio são apresentadas nas Figuras 5a a 5c.

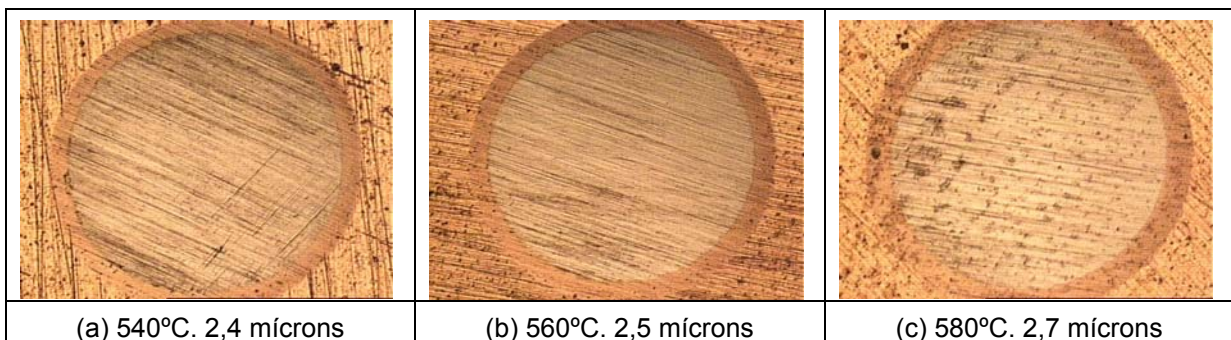


Figura 5. Calotas formadas por ensaio de microabrasão e respectivas espessuras de revestimento.

As amostras apresentaram espessura de camada dentro da especificada para o processo de revestimento, entre 2 e 7 microns. Estes valores de espessura são intrínsecos do processo por ter sido adotado um ciclo padrão de revestimento.

A calota de ensaio apresenta três zonas distintas, sendo a primeira zona externa a parte revestida que não entrou em contato com a esfera empregada no ensaio; a zona intermediária, onde há a interface entre revestimento e substrato, utilizada para medição da espessura do revestimento através dos diâmetros da internos e externos

da impressão; a zona interna, onde encontra-se o substrato sobre o qual o revestimento é depositado.

3.2.5 Análise de deslocamento

A seqüência de figuras a seguir apresenta o comportamento do revestimento TiN após as indentações realizadas nas amostras nitretadas a 540°C, 560°C e 580°C, respectivamente. O método de análise de deslocamento foi realizado através do ensaio estático de indentação com penetrador de diamante, com cargas entre 60kgf e 150kgf.

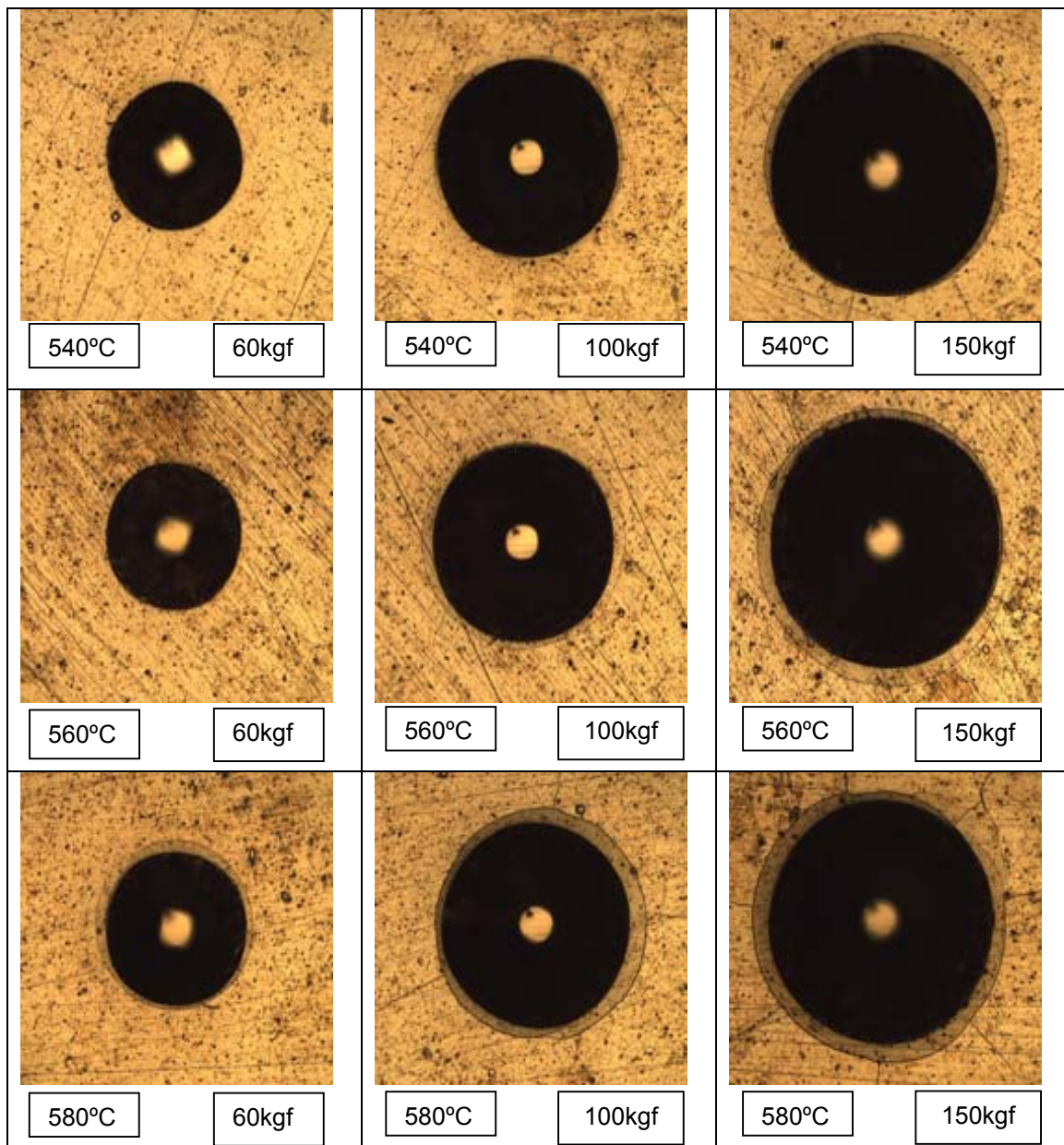


Figura 6. Resultados dos ensaios de deslocamento para as temperaturas de nitretação de 540, 560 e 580°C. Cargas de 60, 100 e 150 kgf.

Nos ensaios com amostras nitretadas a 560°C e 580°C, foram identificadas falhas na camada TiN ocorridas em cargas superiores a 100 kgf. Segundo Franco Júnior,⁽³⁾ as falhas se iniciam nas regiões de interface do perímetro da indentação com o revestimento, em forma de trincas radiais formadas no descarregamento. A

presença de nitretos precipitados na camada nitretada difundida formam pontos frágeis, contribuindo para a formação de pontos com concentração de tensões que levam à falha do revestimento.

Anterior à falha causada pelo descarregamento da carga, há a ocorrência de bordas formadas ao redor da indentação, as quais são acentuadas com o aumento do carregamento. Na interface da camada TiN com o substrato há esforços de cisalhamento, enquanto na sua superfície predominam os esforços de dobramento.

4 CONCLUSÕES

- 1) Após a realização das análises, conclui-se que a melhor temperatura para o processo de nitretação em banhos de sais foi a de 540°C por duas horas, onde não houve a formação de nitretos precipitados em contorno de grão após a etapa de difusão a 550°C por 8 horas. A presença de nitretos precipitados causa fragilidade na camada nitretada que, para aplicações em moldes de injeção de alumínio, podem contribuir para o surgimento de falhas, como por exemplo, trincas térmicas;
- 2) O processo de revestimento realizado a 500°C dissolveu parte dos nitretos ainda precipitados nos contornos de grão na camada nitretada após o processo de difusão, melhorando o desempenho da camada no teste de deslocamento;
- 3) O revestimento apresentou melhor desempenho quanto ao teste de deslocamento para a camada nitretada desenvolvida a 540°C, por não haver excesso de nitretos precipitados, existindo assim maior homogeneidade microestrutural e, conseqüentemente, melhor aderência da camada;
- 4) Sendo assim, conclui-se que a obtenção de camadas duplex a partir da nitretação líquida, associada ao revestimento TiN depositado pelo processo PVD é viável considerando à aderência da camada, desde que o processo de nitretação apresente parâmetros controlados e que a etapa de difusão da camada de compostos seja realizada até eliminação dos nitretos precipitados em contorno de grão.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Bodycote Brasimet Processamento Térmico S/A pelo incentivo e colaboração no desenvolvimento deste trabalho. À Brasimet Revestimentos PVD Indústria S/A pela colaboração na deposição do filme TiN. Ao Centro Metalúrgico Bodycote Brasimet por toda colaboração nos experimentos realizados.

REFERÊNCIAS

- 1 YUHARA, Daniel A. **Matrizes, moldes e ferramentas com aplicação de revestimentos PVD**. São Paulo: Informativo Técnico Brasimet Durotin, 2004.
- 2 FRANCO, Adonias Ribeiro Júnior. **Obtenção de Revestimentos duplex por nitretação a plasma e PVD TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13**. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2003.
- 3 SANTOS, Carlos Eduardo Zoldan dos. **Simulação termodinâmica dos processos de nitretação, nitrocarburização e carbonitretação gasosas**. Porto Alegre: UFRS, 2003.
- 4 YOSHIDA, Shun. **Comparativo de processos de tratamentos térmicos de moldes e ferramentas**. São Paulo: Brasimet Comércio e Indústria SA, 2004.