

INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO A PLASMA E DEPOSIÇÃO DE FILME Cr-Al-N NO TEMPO DE INCUBAÇÃO E PERÍODO DE EROSÃO DA CAVITAÇÃO DO AÇO ABNT 4140¹

Sandra Goulart-Santos²
Daniel Pereira Pinto³
Rafael Drumond Mancosu⁴
Cristina Godoy⁵

Resumo

Neste trabalho, a influência da nitretação a plasma e da deposição de filme Cr-Al-N na resistência à cavitação do aço ABNT 4140 foi investigada. Foram produzidas amostras nitretadas a plasma por 2 e 4 horas e recobertas com filme de Cr-Al-N de 1 e 2 μm . A caracterização foi realizada por DRX e MEV. Foram realizados testes de adesão Rockwell C e dureza instrumentada. Os testes de erosão cavitacional foram realizados de acordo com a norma ASTM G32-03. A taxa de erosão cavitacional e o tempo de incubação foram determinados através de análises estatísticas. A deposição do filme teve influência marcante no tempo de incubação, sendo que uma maior espessura resultou em um menor tempo. Já a nitretação a plasma foi mais efetiva na redução da taxa de cavitação no período de erosão. A aplicação conjunta de nitretação a plasma e recobrimento Cr-Al-N levou a redução do tempo de incubação e da taxa de erosão. Os sistemas modificados superficialmente apresentaram perda de massa até 11 vezes menor que o aço ABNT 4140.

Palavras-chave: Cavitação; Recobrimento Cr-Al-N; Nitretação a plasma.

INFLUENCE OF PLASMA NITRIDING AND Cr-Al-N COATING DEPOSITION ON INCUBATION TIME AND EROSION PERIOD IN THE AISI 4140 STEEL CAVITATION

Abstract

In this paper, the influence of plasma nitriding and Cr-Al-N coating deposition on the cavitation resistance of the AISI 4140 steel was investigated. 2 and 4 hours plasma nitriding samples were produced and coated with 1 and 2 μm Cr-Al-N coating. The characterization was carried out by XRD and SEM. Rockwell C adhesion test and instrumented hardness test were also performed. Cavitation erosion tests were carried out according to the ASTM G32-03 Standard. The cavitation erosion rate and incubation time were determined using statistics analysis. The coating deposition had a massive influence on the incubation time; in which a higher thickness resulted in a shorter time. The plasma nitriding was more effective on the reduction of cavitation rate in the erosion period. The application of plasma nitriding and Cr-Al-N coating in conjunction led to a decrease in the incubation time and erosion rate. The superficially modified systems presented mass loss up to 11 times lower than the AISI 4140 steel.

Key word: Cavitation, Cr-Al-N Coating, Plasma nitriding.

¹ *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Bolsista de Doutorado CNPq - CPGEM/UFMG*

³ *Bolsista de Iniciação Científica CNPq - DEMET/UFMG*

⁴ *Bolsista de Pós Doutorado FAPEMIG – DEMET/UFMG*

⁵ *Professora Adjunta do DEMET/UFMG*

1 INTRODUÇÃO

A erosão cavitacional é uma degradação mecânica causada pela cavitação em um meio líquido onde o carregamento mecânico é provocado pelo colapso de cavidades próximas a superfície. Os principais critérios usados na seleção de materiais para componentes sujeitos a erosão cavitacional são, normalmente, baseados em propriedades que garantam alta resistência mecânica, boa tenacidade e resiliência.⁽¹⁻³⁾

Atualmente, técnicas de engenharia de superfície, tais como, nitretação a plasma e deposição de recobrimentos duros por PAPVD são largamente aplicadas para melhoria da resistência ao desgaste de componentes de engenharia. Estudos realizados por Godoy et al.⁽³⁾ indicaram que o endurecimento superficial promovido pela nitretação a plasma e deposição de Cr-N por PAPVD, levou a uma melhoria na resistência a erosão cavitacional de um aço carbono ABNT 1045. Todos os sistemas tratados superficialmente apresentaram um desempenho significativamente melhor que o substrato de aço ABNT 1045 não modificado, sendo que o sistema dúplice apresentou as menores taxas de desgaste. Estes resultados indicaram que a combinação entre endurecimento superficial por nitretação a plasma e deposição de um filme tribológico por PAPVD é promissora em aplicações onde se exige alta resistência à erosão cavitacional.

Spain et al.⁽⁴⁾ observou que o recobrimento de nitreto de cromo e alumínio (Cr-Al-N) suportou cargas mais elevadas que outros recobrimentos (Cr-N, Ti-N, Ti-Al-N) nos ensaios de risco, isto é, a falha adesiva ocorreu posteriormente indicando uma maior resistência. De acordo com os autores, este resultado indica que o recobrimento Cr-Al-N tem uma maior habilidade de acomodar as deformações elásticas e plásticas do substrato, o que é uma característica importante quando se trata de resistência ao desgaste e cavitação.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência do tempo de nitretação a plasma e da espessura do recobrimento de Cr-Al-N no tempo de incubação e na taxa de erosão durante a cavitação de um de aço ABNT 4140.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O aço ABNT 4140 foi selecionado como substrato porque pode ser nitretado de forma a apresentar uma alta dureza superficial sem, no entanto, ter sua tenacidade prejudicada, o que o faz um material adequado para a confecção de componentes de máquinas.⁽⁵⁾ Os corpos de prova destinados aos ensaios de erosão cavitacional vibratória foram usinados de acordo com as especificações técnicas descritas na norma ASTM G32-03.⁽⁶⁾

Os sistemas foram concebidos de forma a possibilitar o estudo dos efeitos da profundidade de endurecimento, promovida pela nitretação a plasma, e da espessura do filme de Cr-Al-N, isoladamente e em conjunto. Foram produzidas amostras nitretadas a plasma por 2 horas e 4 horas e recobertas com filme de Cr-Al-N de espessura nominal de 1 μm e 2 μm . A Tabela 1 sumariza os sistemas de estudo.

Tabela 1: Sistemas de estudo produzidos.

Tempo de nitretação	Recobrimento Cr-Al-N		
	Sem filme (F0)	1µm (F1)	2µm (F2)
Não nitretado (N0)	N0F0	N0F1	N0F2
2 horas (N2)	N2F0	N2F1	N2F2
4 horas (N4)	N4F0	N4F1	N4F2

Para analisar a microestrutura dos sistemas, as amostras foram cortadas transversalmente, lixadas, polidas e atacadas com o reagente Nital 4%. As amostras atacadas foram metalizadas e observadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) JEOL JSM 6360LV. As fases cristalinas foram identificadas por difração de raios X (DRX) utilizando-se o equipamento Philips PW1710. Os parâmetros de varredura utilizados foram: radiação Cu-K α ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$), velocidade de 0,02°/segundo e ângulo (2θ) variando de 10,01° a 109,99°.

O teste comparativo de adesão Rockwell C proposto por Heinke et al.⁽⁷⁾ foi utilizado para verificar a adesão dos recobrimentos Cr-Al-N nos substratos (nitretados e não nitretado). Foi utilizado o equipamento Durômetro Zwick - Z 30 com força aplicada de 1471 N (150 kgf). A determinação de dureza superficial foi realizada através de ensaios de penetração instrumentada. Foi utilizado o penetrador Berkovich e força aplicada de 1N.

Antes dos testes de cavitação, a superfície dos sistemas foi caracterizada por perfilometria tridimensional. Foi utilizado o perfilômetro Hommel Tester T8000, da Hommelwerke, o tratamento de dados foi realizado no software MountainsMap 3.0. As condições de medição foram: área de varredura de 64 mm², espaçamento entre varreduras de 160 µm, velocidade de medição de 0,5 mm/s e filtro Lc = 0,8 mm. Foram gerados os parâmetros de rugosidade tridimensional Sa (rugosidade média) e Sq (desvio quadrático médio da superfície).

A avaliação da resistência a erosão cavitação dos sistemas foi realizada seguindo a norma ASTM G-32-03.⁽⁶⁾ O equipamento utilizado foi o TELSONIC Power System SG-1000G, representação esquemática na Figura 1. Os ensaios foram realizados em água destilada, com frequência de 20 kHz, amplitude de 45µm e temperatura de 25±2 °C. Os ensaios foram interrompidos em intervalos regulares para a pesagem das amostras e registro da perda de massa em função do tempo de cavitação. O tempo total de teste foi de 1200 minutos, exceto para os sistemas N0F0 e N0F1 (600 minutos). As taxas de desgaste foram calculadas a partir das curvas de perda de massa acumulada em função do tempo de cavitação.

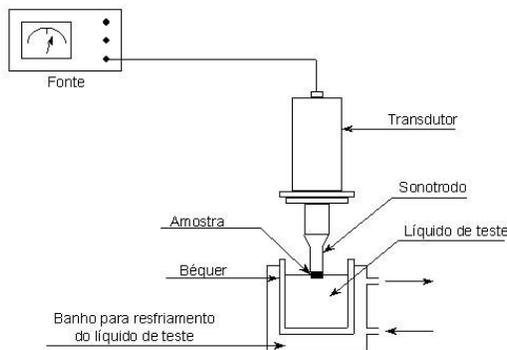


Figura 1: Desenho esquemático do equipamento usado no ensaio de cavitação vibratória

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A microestrutura dos sistemas é mostrada na Figura 2. O aço ABNT 4140 (N0F0) apresentou microestrutura composta de uma matriz ferrítica com carbonetos de ferro e elementos de liga dispersos. Observou-se que a deposição do filme de Cr-Al-N não levou a nenhuma modificação da microestrutura do aço do substrato. No entanto, o processo de nitretação a plasma modificou significativamente a microestrutura do aço. Observou-se a formação de uma camada de nitretos compacta (camada de compostos ou camada branca) na superfície e a formação de agulhas de nitretos abaixo desta camada. O aumento do tempo de nitretação levou a um aumento da espessura da camada de compostos e da profundidade alcançada pelas agulhas de nitretos.

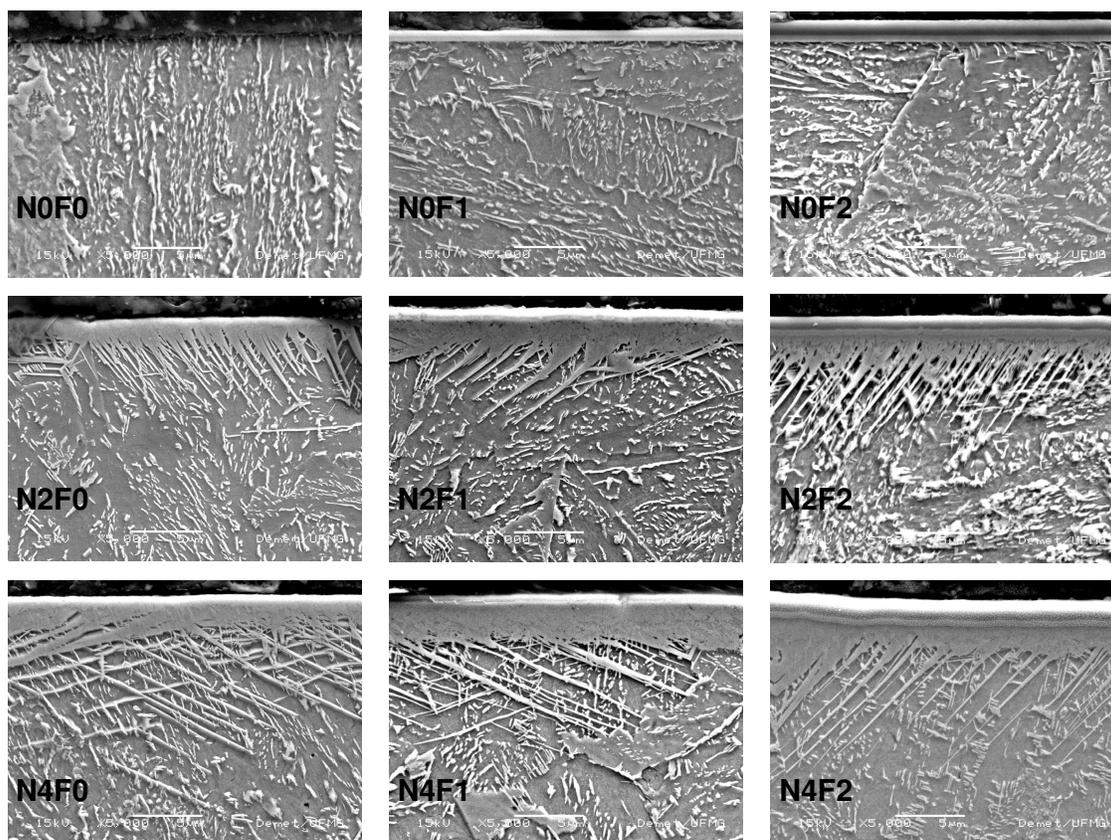


Figura 2: Microestrutura transversal dos sistemas.

A Tabela 2 resume as fases cristalinas encontradas para cada sistema estudado. A fase α -Fe que está associada ao aço do substrato e foi identificada em todos os sistemas, pois a profundidade de penetração dos raios X é maior que a espessura da camada de modificada. Não foram identificadas fases relativas aos carbonetos presentes no aço ABNT 4140, uma vez que sua concentração é inferior ao limite de detecção da técnica de DRX. As fases identificadas para a camada nitretada foram nitretos de ferro ϵ -Fe₂₋₃N e γ -Fe₄N. Os diferentes tempos de nitretação não resultaram em fases cristalinas diferentes, isto é, os nitretos formados foram os mesmos para os dois tempos de tratamento. Segundo Corengia et al.,⁽⁹⁾ a presença de duas fases de nitretos de ferro acontece para tempos de nitretação

menores que 15 horas. As fases identificadas para os recobrimentos F1 e F2 foram α -Cr e γ -(Cr,Al)N. A fase α -Cr é relativa a intercâmara de cromo formada no início da deposição do filme. Observou-se que a deposição de um recobrimento mais espesso não implicou na formação de novas fases cristalinas, indicando que os filmes F1 e F2 são estruturalmente semelhantes.

Tabela 2: Fases cristalinas encontradas nos sistemas.

Sistemas	Fases		
	Aço ABNT 4140	Camada Nitretada	Filme Cr-Al-N
N0F0	α -Fe	—	—
N0F1	α -Fe	—	α -Cr e γ -(Cr,Al)N
N0F2	α -Fe	—	α -Cr e γ -(Cr,Al)N
N2F0	α -Fe	ϵ -Fe ₂₋₃ N e γ' -Fe ₄ N	—
N2F1	α -Fe	ϵ -Fe ₂₋₃ N e γ' -Fe ₄ N	α -Cr e γ -(Cr,Al)N
N2F2	α -Fe	ϵ -Fe ₂₋₃ N e γ' -Fe ₄ N	α -Cr e γ -(Cr,Al)N
N4F0	α -Fe	ϵ -Fe ₂₋₃ N e γ' -Fe ₄ N	—
N4F1	α -Fe	ϵ -Fe ₂₋₃ N e γ' -Fe ₄ N	α -Cr e γ -(Cr,Al)N
N4F2	α -Fe	ϵ -Fe ₂₋₃ N e γ' -Fe ₄ N	α -Cr e γ -(Cr,Al)N

Os resultados do teste de adesão Rockwell C indicaram boa adesão dos revestimentos de Cr-Al-N aos substratos, pois foram observadas poucas trincas e pequenas regiões de delaminação. A exceção foi o sistema N0F2 que apresentou uma grande área de delaminação, provavelmente devido a uma maior tensão residual resultante do processo de deposição (Figura 3).

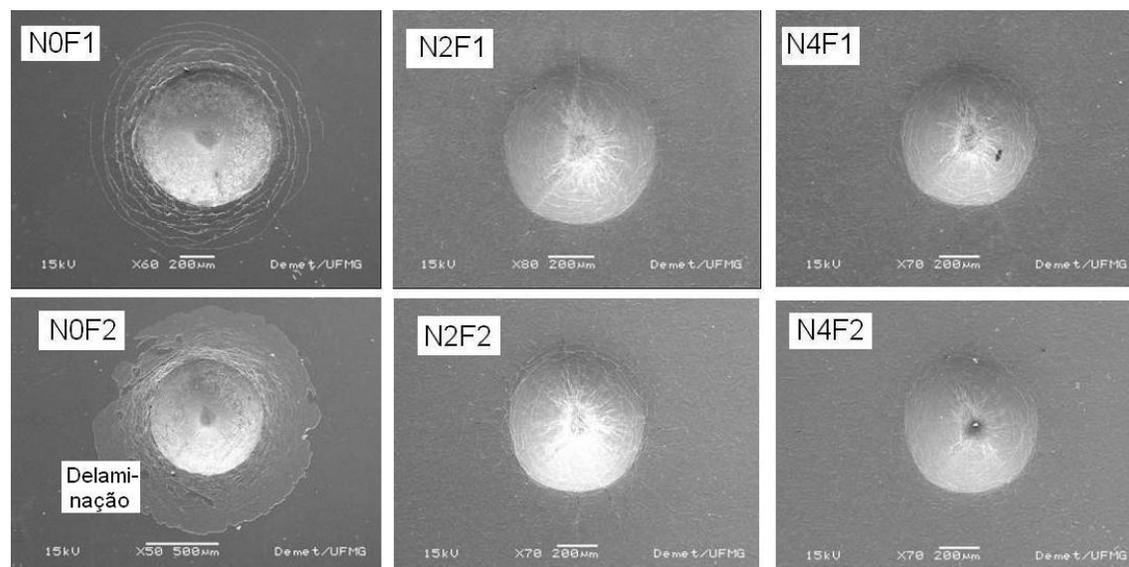


Figura 3: Imagens de MEV do teste de adesão Rockwell C dos sistemas recobertos com Cr-Al-N.

A Figura 4 apresenta os valores de dureza instrumentada medida com penetrador Berkovich e carga de 1N. A carga utilizada possibilitou a obtenção de um valor de dureza que incorpora a dureza do filme e do substrato simultaneamente. A dureza de topo pode ser aumentada com a nitretação a plasma do aço e/ou com a deposição de um filme. No entanto, um ganho de dureza maior é obtido com aplicação sucessiva dessas técnicas. Observou-se que para esta força aplicada os sistemas nitretados N2F0 e N4F0 apresentaram durezas similares, provavelmente, devido ao fato de que na profundidade de penetração alcançada (~2,5 μ m) as

microestruturas dos sistemas serem semelhantes, i.e. , camada de compostos. Para os sistemas recobertos (N0F1 e N0F2), os valores de dureza ficaram mais próximos da dureza do aço não modificado, o incremento no valor da dureza se deve a alta dureza do recobrimento, no entanto, como se tem um substrato macio a contribuição da dureza do aço no valor final da dureza do sistema é maior para a profundidade de penetração alcançada (3 μm - 3,5 μm). Os sistemas duplex (N2F1, N2F2, N4F1 e N4F2) apresentaram os maiores valores de dureza, devido ao efeito combinado da alta dureza do filme e do substrato nitretado. No entanto, entre os sistemas duplex observou-se que a espessura do filme teve maior influência no valor final da dureza de topo do que o tempo de nitretação.

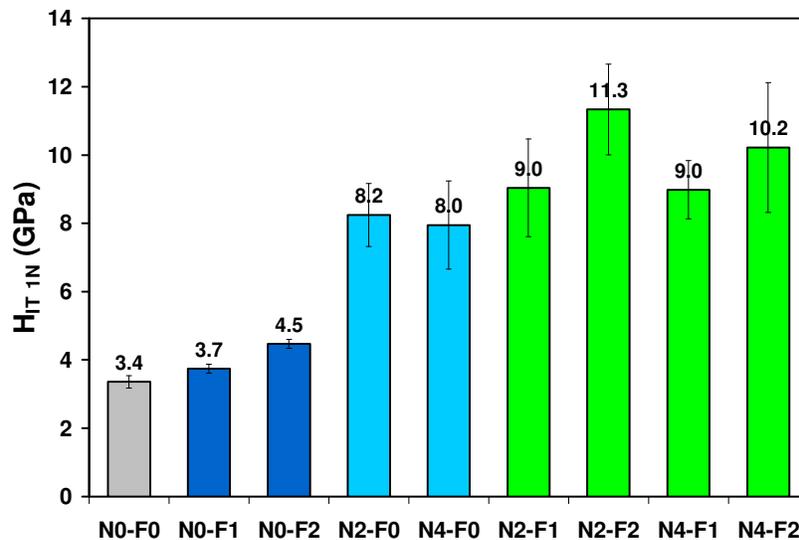


Figura 4: Dureza instrumentada medida com penetrador Berkovich.

A Figura 5 mostra os valores dos parâmetros perfilométricos Sa e Sq para os sistemas. Observou-se que a deposição do filme de Cr-Al-N não alterou de forma significativa a rugosidade superficial dos sistemas, confirmando o fato de que recobrimentos depositados por PAPVD tendem a manter a textura superficial do substrato em que são depositados. Já o processo de nitretação a plasma alterou significativamente a rugosidade superficial dos sistemas, levando a um aumento dos valores dos parâmetros Sa e Sq. Quanto maior o tempo de nitretação maior foi o aumento da rugosidade da superfície. No caso de cavitação, a resistência à erosão depende das características da superfície, quanto mais lisa a superfície inicial, menos sítios nucleadores de erosão estão presentes.⁽⁸⁾ Assim sendo, devido ao fator rugosidade, espera-se um menor tempo de incubação nos sistemas nitretados.

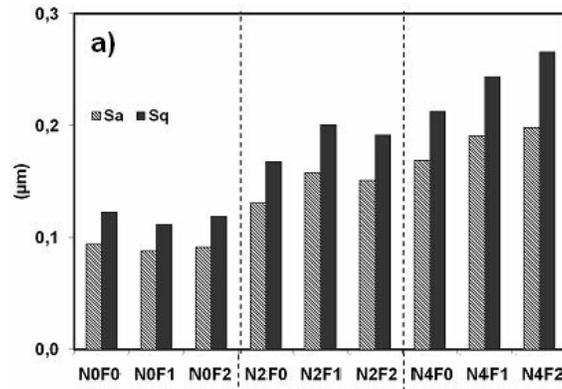


Figura 5: Parâmetros Sa e Sq de rugosidade dos sistemas.

A Figura 6 apresenta o gráfico de perda de massa acumulada (PMA) por tempo de cavitação para todos os sistemas. As maiores perdas de massa foram observadas nos sistemas com substrato de aço não nitretado (N0F0, N0F1 e N0F2). Os sistemas tratados por nitretação a plasma apresentaram uma perda de massa bem inferior a dos sistemas não nitretados. Na análise das curvas o tempo de incubação, isto é, o período onde a perda de massa é nula ou desprezível foi considerado com sendo o tempo necessário para uma perda de massa de 0,40 mg, e as taxas de erosão foram calculadas a partir da inclinação das curvas. Os tempos de incubação e as taxas de erosão estão mostrados na Tabela 3.

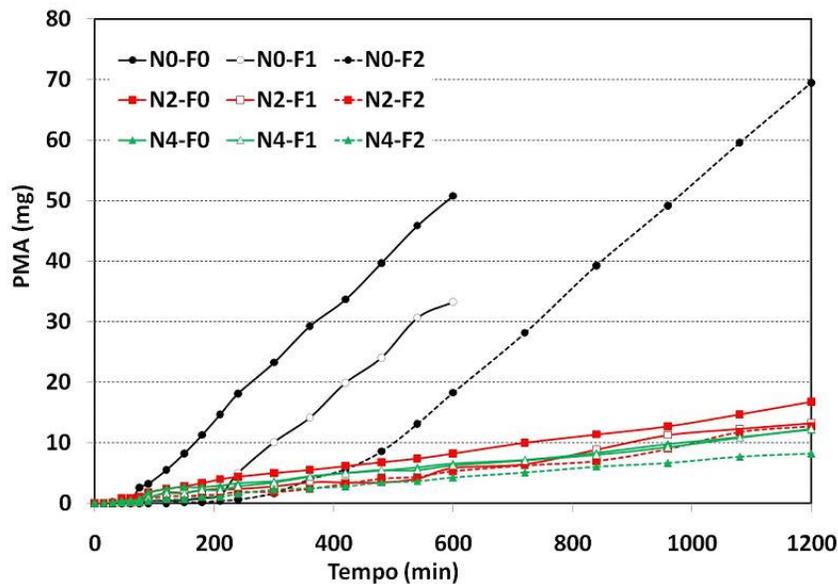


Figura 6: Perda de massa acumulada por tempo de cavitação para todos os sistemas estudados.

Tabela 3: Tempo de incubação e taxa de erosão.

<i>Sistemas</i>	<i>Tempo de incubação (min)</i>	<i>Taxa de erosão (mg/min)</i>
N0F0	60	0,094
N0F1	90	0,081
N0F2	210	0,081
N2F0	50	0,013
N2F1	80	0,013
N2F2	35	0,015
N4F0	45	0,009
N4F1	60	0,009
N4F2	90	0,007

Com relação ao tempo de incubação, observou-se que a deposição do filme de Cr-Al-N promoveu um aumento no tempo de incubação dos sistemas recobertos N0F1 e N0F2, sendo que quanto maior a espessura do filme maior foi o aumento no tempo de incubação. Comparando os sistemas N0F0, N2F0 e N4F0, foi observado que a nitretação a plasma diminuiu o tempo de incubação, sendo que quanto maior o tempo de nitretação menor foi o tempo de incubação. O menor tempo de incubação para os sistemas nitretados pode ser atribuído a maior rugosidade superficial desses sistemas em relação ao aço ABNT 4140 polido. A maior rugosidade superficial favoreceu a nucleação e o colapso das bolhas/cavidades formadas durante o teste de erosão cavitacional e, conseqüentemente, aumentou a taxa de desgaste. Para os sistemas duplex foi observada uma tendência semelhante com a deposição do filme aumentado o tempo de incubação para o mesmo tipo de substrato. No entanto, o sistema N2F2 apresentou tempo de incubação de apenas 35 minutos, inferior ao do sistema N0F0, este fato deve-se, provavelmente, a delaminação do recobrimento F2 durante o teste que provocou uma perda de massa mais rápida.

Com relação à taxa de erosão, a deposição do filme de Cr-Al-N teve uma pequena influência na taxa de erosão após o tempo de incubação, observou-se apenas uma ligeira diminuição no valor da taxa de desgaste independentemente da espessura do filme. A nitretação a plasma influenciou significativamente a taxa de erosão, a presença de camada nitretada diminui a taxa de desgaste por cavitação, quanto maior o tempo de nitretação menor foi a taxa de erosão. Para os sistemas duplex observou-se a diminuição da taxa de erosão com o aumento da espessura do filme e do tempo de nitretação, sendo que o sistema N4F2 apresentou a menor taxa de erosão dentre todos os sistemas.

Para o tempo de 600 minutos de cavitação, a perda de massa dos sistemas recobertos N0F1 e N0F2 foi, respectivamente, 1,5 vezes e 2,8 vezes menor que a do aço não modificado (N0F0). A baixa adesão do filme de Cr-Al-N observada no sistema N0F2 (Figura 3) aparentemente não influenciou o desempenho deste sistema frente à erosão cavitacional. Para os sistemas nitretados N2F0 e N4F0 a perda de massa neste tempo foi, em média, de 6-7 vezes menor que a do aço não modificado. Para os sistemas duplex a perda de massa foi de 8 vezes a 11 vezes menor que a do aço ABNT 4140. Observou-se um efeito combinado dos ganhos proporcionados pela deposição do filme e pela nitretação a plasma. O melhor desempenho frente à erosão cavitacional foi do sistema N4F2.

Neste trabalho, a deposição do filme de Cr-Al-N mostrou-se eficaz no aumento do tempo de incubação, enquanto a nitretação a plasma se mostrou mais

efetiva na diminuição da taxa de desgaste. Quanto maior a espessura do filme maior foi o incremento no tempo de incubação e quanto maior o tempo de nitretação maior foi a diminuição da taxa de erosão, para as espessuras e tempos estudados. Do ponto de vista tecnológico, o processo de nitretação a plasma se mostrou mais interessante para promover uma melhoria na resistência à cavitação do aço ABNT 4140, uma vez que diminuiu a taxa de erosão do aço ABNT 4140 em pelo menos 6 vezes.

4 CONCLUSÕES

- Os processos de deposição de filme Cr-Al-N por PAPVD e nitretação a plasma, isoladamente ou em conjunto, foram efetivos no aumento da resistência a cavitação do aço ABNT 4140.
- A deposição de filme teve maior influência no aumento do tempo de incubação, sendo que o filme de maior espessura apresentou maior tempo de incubação.
- A nitretação a plasma teve maior influência na diminuição da taxa de desgaste, sendo que quanto maior a espessura da camada nitretada menor foi a taxa de desgaste.
- A aplicação de técnicas de engenharia de superfície promoveu uma redução de até 11 vezes na perda de massa dos sistemas, para o tempo de 600 minutos, em comparação com o aço ABNT 4140.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer a Fundação de Amparo a Pesquisa de Minas Gerais (FAPEMIG) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 HEYMANN, F. J. Liquid impingement erosion; Friction, Lubrification and Wear Technology, **ASM Handbook**, v. 18, p. 221-232, 1992.
- 2 HANSSON, C. M.; HANSSON, I. L. H. Cavitation erosion; Friction, Lubrification and Wear Technology, **ASM Handbook**, v. 18, p. 214-220, 1992.
- 3 GODOY, C.; MANCOSU, R. D.; LIMA, M. M.; BRANDÃO, D.; HOUSDEN, J.; AVELAR-BATISTA, J. C. Influence of plasma nitriding and PAPVD Cr1-xNx coating on the cavitation erosion resistance of na AISI 1045 steel. **Surface and Coating Technology**, v. 200, p. 5370-5378, 2006.
- 4 SPAIN, E.; AVELAR-BATISTA, J. C.; LETCH, M.; HOUSDEN, J.; LERGA, B. Characterization and application of Cr-Al-N coatings. **Surface and Coating Technology**, v. 200, p.1842-1848, 2005.
- 5 PODGORNİK, B.; VIZINTIN, J.; WÄNSTRAND, O.; LARSSON, M.; HOGMARK, S.; RONKAINEN, H.; HOLMBERG, K. Tribological properties of plasma nitrided and hard coated AISI 4140 steel. **Wear**, v. 249, p. 254-259, 2001.
- 6 ASTM G 32-03, Standard Method of Vibratory Cavitation Erosion Test. 1985, p.116-121.
- 7 HEINKE, W.; LEYLAND, A.; MATTHEWS, A.; BERG, G.; FRIEDRICH, C.; BROSZEIT, E. Evaluation of PVD Nitride Coatings, Using Impact, Scratch and Rockwell-C Adhesion Tests. **Thin Solid Films**, v.270, p.431-438, 1995.

- 8 MANCOSU, R. D. Recobrimento tribológico Cr-N e nitretação a plasma para a melhoria da resistência a erosão cavitacional de um aço carbono ABNT 1045: Uma abordagem topográfica. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2005, 305 p. (Tese de doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas)
- 9 CORENGIA, P.; YBARRA, G.; MOINA, C.; CABO, A.; BROITMAN, E. Microstructural and Topographical Studies of DC-pulsed Plasma Nitrided AISI 4140 Low-Alloy Steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 200, p. 2391-2397, 2005.