

# INFLUÊNCIA DA PRÉ-NITRETAÇÃO A PLASMA SOBRE O COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DOS FILMES TIALN E ALCRN DEPOSITADOS EM AÇO RÁPIDO AISI M2<sup>1</sup>

Flávio Kieckow<sup>2,5</sup>

Carlos Fortis Kwietniewski<sup>3</sup>

Walter Fontana<sup>4</sup>

Telmo Roberto Strohaecker<sup>5</sup>

Marco Durlo Tier<sup>2</sup>

André João de Souza<sup>2</sup>

## Resumo

Neste trabalho foi investigado o comportamento mecânico do sistema dúplex. Os sistemas analisados foram compostos por substrato de aço rápido AISI M2 nitretado a plasma e revestimentos ternários de TiAlN e AlCrN. A nitretação a plasma foi conduzida de modo a se obter apenas a camada de difusão, sem a formação de compostos. Alguns parâmetros de nitretação foram variados com o objetivo de analisar o efeito das transformações metalúrgicas na zona de difusão sobre a adesão dos filmes e o efeito da capacidade de suportar carga do substrato nitretado sobre o desempenho tribológico dos sistemas dúplex citados quando em aplicações práticas. As transformações metalúrgicas das superfícies nitretadas foram analisadas por difração de raios-X. Ensaios de indentação Rockwell-C foram utilizados para avaliar a capacidade de sustentação de carga e a adesão dos sistemas dúplex. O comportamento tribológico foi avaliado através de ensaio de usinagem por torneamento a seco, onde foram analisados o desgaste e o fim da vida da ferramenta. Os resultados mostraram um aumento em até 350% no tempo de vida das ferramentas pré-nitretadas. As amostras com maior capacidade de sustentar carga tiveram o aparecimento do desgaste de cratera retardado em até 700%. As transformações metalúrgicas promovidas pela nitretação na superfície do substrato parecem exercer influência sobre a adesão e sobre o comportamento mecânico do filme duro. Os revestimentos utilizados apresentaram comportamentos bem distintos em relação ao tratamento superficial prévio.

**Palavras-chave:** Dúplex; Nitretação a plasma; AISI M2; Tribologia.

## INFLUENCE OF PLASMA PRENITRIDING ON THE TRIBOLOGIC BEHAVIOR OF TIALN AND ALCRN FILMS ON AISI M2 HIGH-SPEED STEEL

### Abstract

This work investigates the mechanical behavior of the duplex systems. The systems analyzed in this study were composed by TiAlN and AlCrN coatings on plasma-nitrided high-speed steel AISI M2. Bright plasma nitriding was conducted so as to obtain only a diffusion layer without compound layers. Some nitriding process parameters suffered variations aiming at analyzing the effect of metallurgic transformation on film adhesion in the diffusion zone as well as the load bearing capacity of the nitrided substrate on the tribologic performance in the practical applications of the systems referred to above. The metallurgic transformations of the nitrided surfaces were analyzed through X-ray diffraction. Rockwell-C adhesion tests were used to evaluate the duplex systems adhesion and load bearing capacity. Tribologic behavior was evaluated through the single-point turning tools made with the investigated systems, in which wear and tool-life testing were analyzed. Results indicated an increase of up to 350% in the tool-life of pre-nitrided tools. The samples with higher load-carrying capacity had the threshold crater wear delayed in up to 700%. Metallurgic transformation promoted in the substrate surface by nitriding seems to exert influence on adhesion and on the mechanical behavior of hard film. The coatings used in this research presented a highly different behavior in relation to previous superficial treatment.

**Key words:** Duplex; Plasma nitriding; AISI M2; Tribology.

<sup>1</sup> Contribuição técnica apresentada na 61ª Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro – RJ

<sup>2</sup> Departamento das Engenharias e Ciência da Computação, Universidade Regional Integrada, Santo Ângelo, Brasil.

<sup>3</sup> Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, Brasil.

<sup>4</sup> Centro Tecnológico, Unisinos, Brasil.

<sup>5</sup> Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica, Minas e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil.

## INTRODUÇÃO

A combinação da nitretação a plasma em substratos de aço seguido de um revestimento duro, chamado de tratamento dúplex, tem sido indicada por diversos autores devido ao melhor desempenho observado nesses sistemas quando aplicados a ferramentas de corte e conformação.<sup>(1-4)</sup> As investigações desses sistemas sugerem diferentes hipóteses para explicar ou justificar o melhor desempenho observado. Segundo Zlatanovic et al.,<sup>(1)</sup> em ferramentas de corte e matrizes de trabalho a quente, a pré-nitretação do substrato tem melhorado a adesão dos revestimentos duros e assim prolongado a vida desses componentes. Gredic et al.<sup>(5)</sup> sugerem que a resistência ao desgaste é predominantemente afetada pela adesão do filme ao invés da capacidade de sustentação de carga do substrato. Bell et al.<sup>(6,7)</sup> sustentam a hipótese de que o aumento de desempenho do dúplex é obtido a partir da alta resistência à fadiga e da alta capacidade de sustentação de carga das superfícies nitretadas. Também apóia esse pressuposto Shen-Chih Lee et al.<sup>(8)</sup>

Estudos experimentais de corte em metal com ferramentas de aço rápido revestida com filme de TiN têm mostrado que a principal causa do fim de vida das ferramentas não está associada ao desgaste progressivo do revestimento, mas sim a falhas coesivas e principalmente falhas adesivas na interface revestimento-substrato, próximas ao gume da ferramenta e à superfície de saída do cavaco.<sup>(9)</sup> O estudo dos esforços e solicitações mecânicas no gume das ferramentas de corte tem revelado altas pressões de contato, na ordem de 1500 MPa,<sup>(10)</sup> e altas tensões de cisalhamento superficiais e sub-superficiais nos revestimentos devido as forças adesivas e de fricção do material de trabalho na superfície de saída da ferramenta.<sup>(3,11)</sup>

Esses estudos indicam que em aplicações dessa natureza, devido a tensões normais e cisalhantes atuantes no sistema, é requerida do tratamento dúplex, respectivamente, boa sustentação de carga do substrato e boa adesão do revestimento ao substrato. Isso posto, é objetivo desse trabalho investigar o efeito das transformações metalúrgicas na camada nitretada sobre a adesão de revestimentos duros e o efeito da capacidade de suportar carga do substrato nitretado sobre o desempenho tribológico de sistemas dúplex.

## EXPERIMENTAL

Insertos de aço rápido AISI M2 (0.94% C, 3.84% Cr, 4.75% Mo, 0.78% Co, 1.98% V, 6.51% W e 80% Fe), formato triangular com 20,3 mm de aresta, 90°, com raio de ponta de 0,8 mm, foram preparados por corte em eletroerosão a fio a partir de chapa plana de 5,1 mm de espessura. Os insertos foram tratados termicamente por têmpera a 1200 °C e submetidos a dois ciclos de revenimento de 2 horas a 550 °C, de modo a se obter dureza de 850 HV. A preparação da superfície dos insertos para a nitretação consistiu de lixamento e polimento até rugosidade  $R_a < 0,1 \mu\text{m}$ , limpeza e desengraxe com vibração ultrassônica em acetona e sputtering de 30 minutos em atmosfera de hidrogênio e argônio (150 °C, 1 mbar). A nitretação a plasma foi realizada em mistura gasosa de 5% de  $\text{N}_2$  em balanço com  $\text{H}_2$  (para inibir a formação de camada de compostos) e 4 mbar de pressão.<sup>(12,13)</sup> A temperatura e o tempo de nitretação foram os parâmetros utilizados para variar a espessura da camada de difusão e possíveis transformações metalúrgicas superficiais. Foram nitretadas amostras em 400 e 450 °C durante tempos que variaram de 15 a 180 minutos.

A microestrutura e a espessura da camada nitretada foram analisadas por metalografia óptica. As transformações metalúrgicas superficiais foram analisadas por difração de raios-X, radiação Cu-K $\alpha$ . Também foi medida a dureza superficial através de microdureza Vickers.

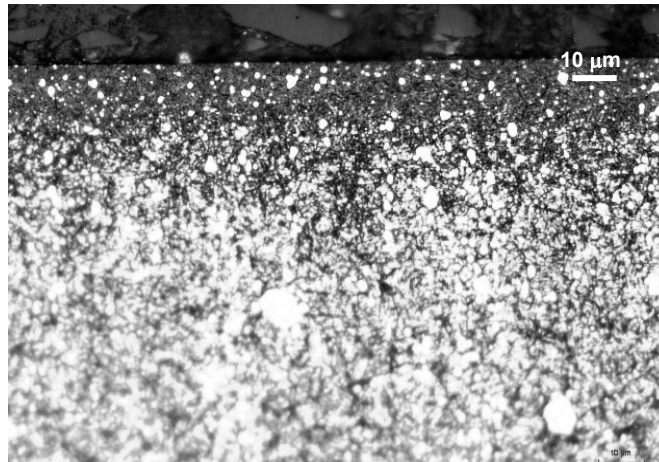
Os filmes de TiAlN e AlCrN foram depositados pela Balzers, segundo os parâmetros comerciais, através do processo arco catódico.

Para avaliar a adesão dos filmes foram realizados testes de adesão Rockwell-C. Este método consiste em aplicar a indentação padrão Rockwell-C (penetrador cônico de 120° com ponta de diamante de 0,2 mm de raio e carga de 1471 N) sobre o filme/substrato e avaliar o dano causado ao revestimento na região adjacente ao contorno da indentação. A avaliação da adesão é qualitativa e é realizada através de microscopia óptica. O dano visualizado é comparado com figuras padrão de resistência a adesão, conhecidas como padrões de adesão HF.<sup>(14,15)</sup> As classes HF1-HF4 indicam adesão suficiente e as classes HF5 e HF6 insuficiente. Foram realizadas três indentações por amostra. A dureza das superfícies nitretadas também foi medida por indentação Vickers HV<sub>0,1</sub>.

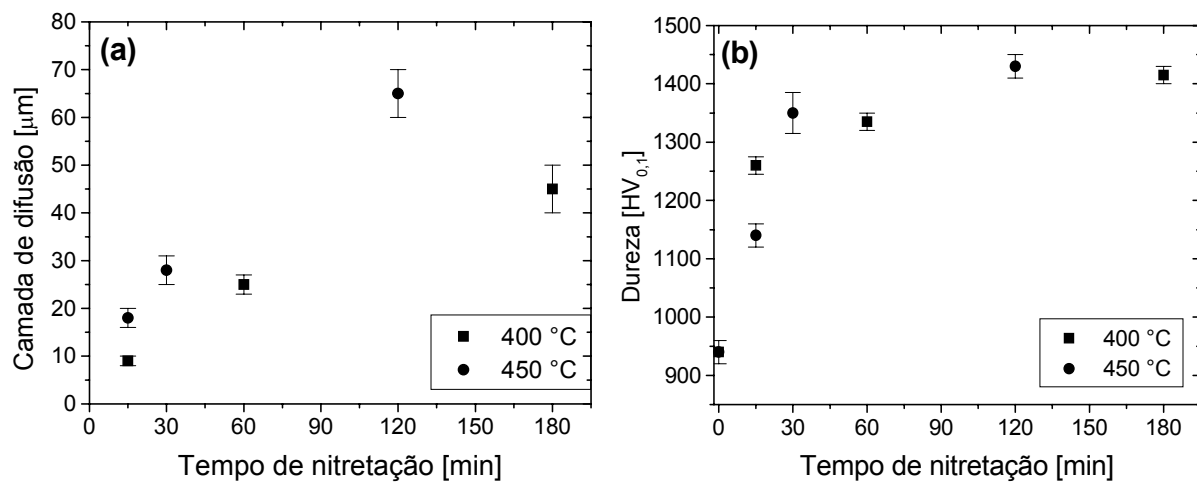
O comportamento tribológico dos filmes foi avaliado através de ensaio de usinagem pelo processo de torneamento a seco, onde foram analisados o desgaste e o fim de vida dos insertos. Os ensaios foram realizados de acordo com a Norma ISO 3685,<sup>(16)</sup> embora não estejam previstos ensaios de ferramentas revestidas. Como critérios de fim de vida do gume foram adotados o desgaste de cratera KB  $\geq$  1,2 mm e a distância frontal da cratera ao gume de corte KF  $\leq$  0,02. A quebra da ferramenta ou a excessiva trepidação (antes de atingir o valor mínimo de KF) também foram utilizadas como critérios de fim de vida. Os insertos foram utilizados com ângulo de saída de cavaco de seis graus negativo (-6°) para se obter maiores tensões normais e de cisalhamento no gume de corte. Com esse procedimento, as tensões normais, em média, ficaram na faixa dos 2700 MPa, bem superior aos valores de 1500 MPa mencionados por Trent.<sup>(10)</sup> Os parâmetros de usinagem como velocidade, avanço e profundidade de corte foram determinados através de pré-testes e ficaram dentro dos limites estabelecidos pela norma.<sup>(16)</sup> Os seus valores são os seguintes: Vc = 55 m/min, Ap = 2 mm e Fn = 0,205 mm/rot. Foram ensaiados em média três gumes para cada condição de tempo e temperatura de nitretação e os resultados indicam os valores médios medidos. A dispersão dos resultados, embora não indicada, ficou abaixo dos 10%. A referência para os resultados obtidos foram testes realizados em insertos somente revestidos com os filmes de AlCrN e TiAlN.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Em análise por microscopia óptica, as amostras nitretadas nas condições especificadas não apresentaram formação de camada de compostos, tipicamente visualizada na micrografia, quando existente, por uma camada branca na superfície (Figura 1). As espessuras da camada de difusão para as diferentes condições de nitretação, bem como as respectivas microdurezas superficiais, encontram-se apresentadas na Figura 2. Os resultados de microdureza representam a média e a dispersão de 4 indentações por ponto medido.



**Figura 1.** Micrografia do aço AISI M2 nitretado a plasma (450 °C por 30 minutos).

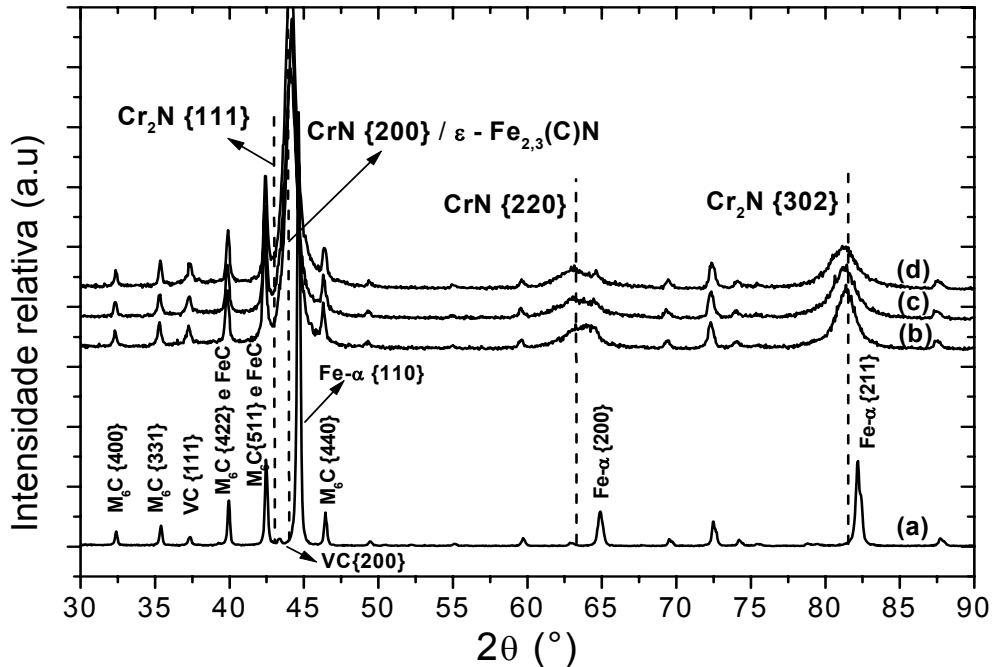


**Figura 2.** Influência dos parâmetros do processo de nitretação sobre a espessura da camada de difusão (a) e sobre a dureza superficial (b) das amostras.

Observa-se que os valores de dureza não apresentaram variações muito significativas para espessuras de camada de difusão maiores que aproximadamente 25  $\mu\text{m}$ . Já para camadas mais finas, os valores de dureza decaíram um pouco. Esse fato é atribuído à influência da carga aplicada na indentação sobre a espessura da camada de difusão ou camada endurecida. Segundo Berg<sup>(17)</sup> e Rocha,<sup>(18)</sup> a espessura do revestimento deve ser pelo menos 15 vezes maior que a profundidade de penetração da indentação para que o valor medido expresse a dureza da camada e não um misto da camada-substrato. Essa relação torna mais evidente que a presença de nitretos de cromo CrN e Cr<sub>2</sub>N na camada nitretada confere maior dureza que a presença de Fe<sub>4</sub>N, pois apesar de ser mais fina apresentou maior valor de dureza (Figuras 3 e 4)..

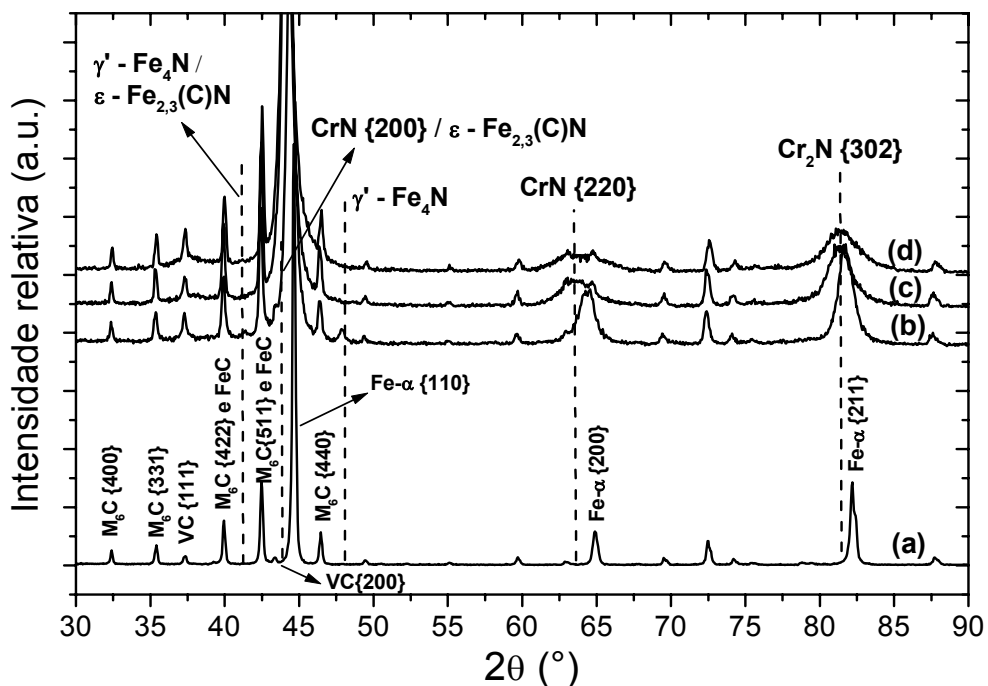
As Figuras 3 e 4 mostram os resultados da análise por difração de raios-X das amostras nitretadas a plasma. Os difratogramas mostram que a temperatura de nitretação exerce forte influência no tipo de compostos que se formará na superfície das amostras e que em função do tempo de nitretação (processos difusivos promovido pelo nitrogênio) as transformações de fases podem sofrer modificações. Para o substrato analisado e para as condições de nitretação adotadas, a formação

de nitretos de cromo está bem caracterizada. No entanto, para tempos curtos de nitretação (15 min.) e temperaturas de 450 °C, a formação do nitreto de ferro,  $\text{Fe}_4\text{N}$ , ocorre preferencialmente à formação dos nitretos de cromo  $\text{CrN}$  e  $\text{Cr}_2\text{N}$ , dando consistência ao resultado anterior (Figura 2). A presença de outros nitretos de ferro não é clara nos difratogramas.

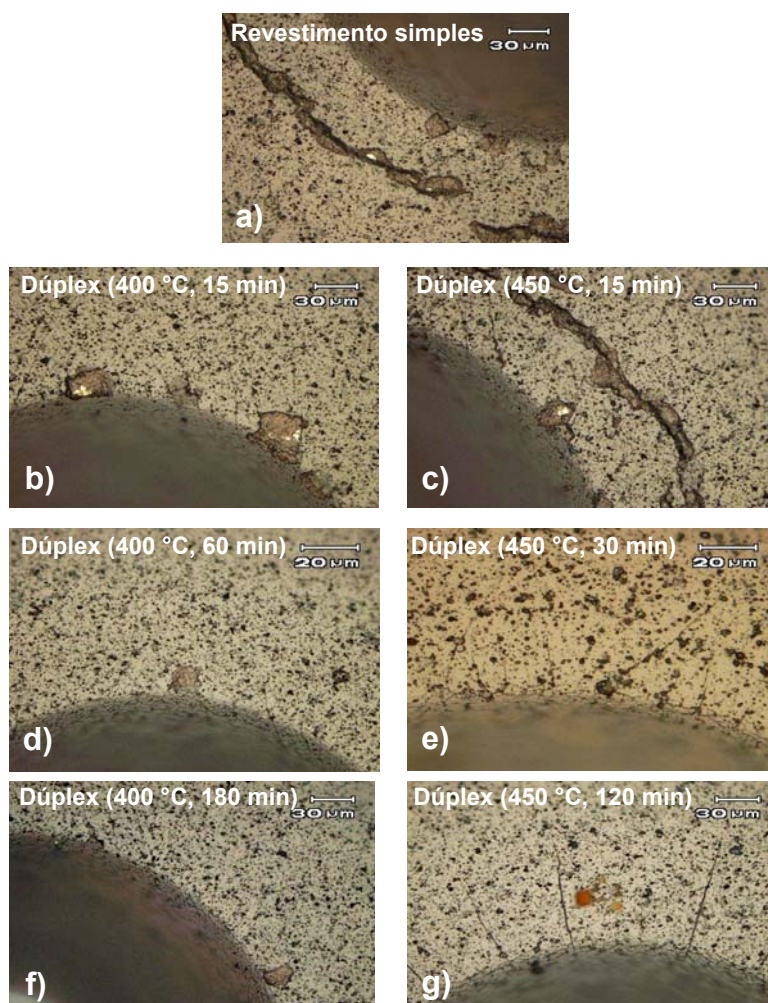


**Figura 3.** Difratogramas das amostras: (a) Substrato HSS M2; (b) Nitretado 400°C, 15 min; (c) Nitretado 400°C, 60 min; (d) Nitretado 400°C, 180 min.

Os resultados do teste de adesão Rockwell-C nos sistemas dúplex com  $\text{TiAlN}$  e  $\text{AlCrN}$ , comparando-se as diferentes condições de pré-nitretação, encontram-se nas Figuras 5 e 6, respectivamente.

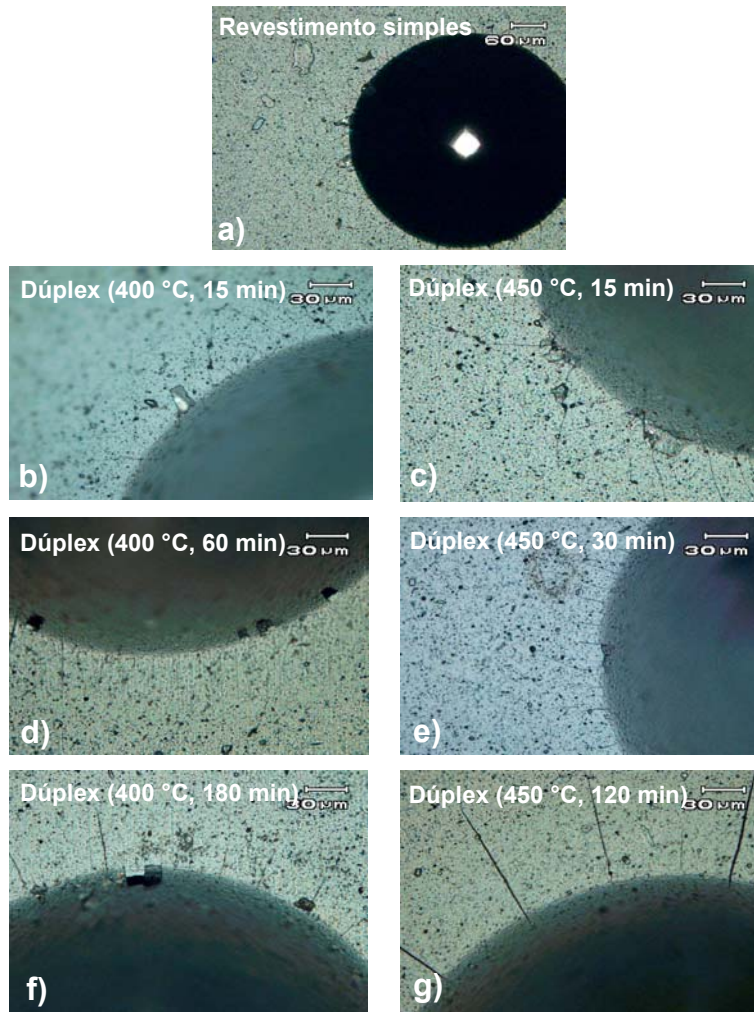


**Figura 4.** Difratogramas das amostras: (a) Substrato HSS M2; (b) Nitretado 450 °C, 15 min; (c) Nitretado 450 °C, 30 min; (d) Nitretado 450 °C, 120 min.



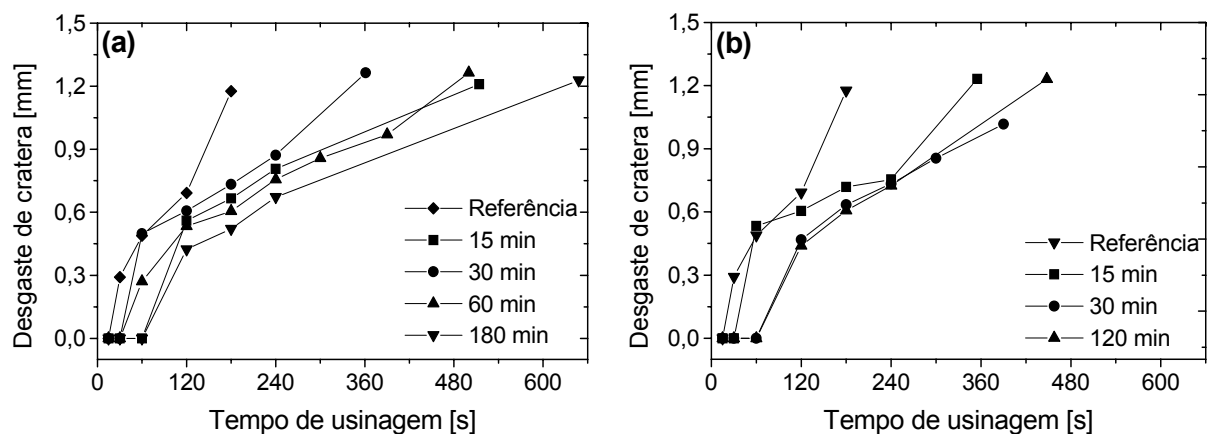
**Figura 5.** Indentações Rockwell-C das amostras revestidas com TiAlN.

O comparativo entre os revestimentos indica que o filme de TiAlN parece ser mais sensível a fratura do filme devido as trincas de Hertz<sup>(19)</sup> quando ocorre a cedência do substrato por deformação plástica (Figura 5a). Quanto ao efeito da nitretação do substrato na sustentação de carga do filme, as figuras indicam que as falhas adesivas e coesivas do filme diminuem na medida em que a espessura da camada de difusão aumenta. Segundo Franco Júnior,<sup>(18)</sup> esse comportamento do sistema é resultado de uma maior aproximação entre a recuperação elástica do substrato e a recuperação elástica do revestimento duro depositado. Porém, observa-se que em camadas de difusão mais espessas que 40 μm (Figuras 5g, 6f e 6g) tende a predominar o modo de falha por trincas radiais à indentação. O filme de AlCrN parece ser mais sensível a esse tipo de falha. Analisando os dúplex TiN/aço AISI D2 e TiN/aço AISI H13, Franco Júnior<sup>(20)</sup> mostrou que a recuperação elástica do substrato não aumenta linearmente com a espessura da camada nitretada (camada de difusão), mas apresenta um pico para uma determinada espessura de camada que depende da dureza do substrato. Para substrato duro, tempo curto de nitretação (pequena espessura de camada) é suficiente para se obter melhor índice de recuperação elástica e boa capacidade de suportar carga. As Figuras 5 e 6 confirmam essa afirmativa. As Figuras 5c e 6c, confirmam que a formação de Fe<sub>4</sub>N na camada de difusão diminuiu a sua dureza (Figuras 2b e 4b) e comprometeu a sua capacidade de sustentação de carga. Por outro lado, a formação de nitretos de cromo no substrato nitretado favoreceu a dureza e a sustentação de carga.

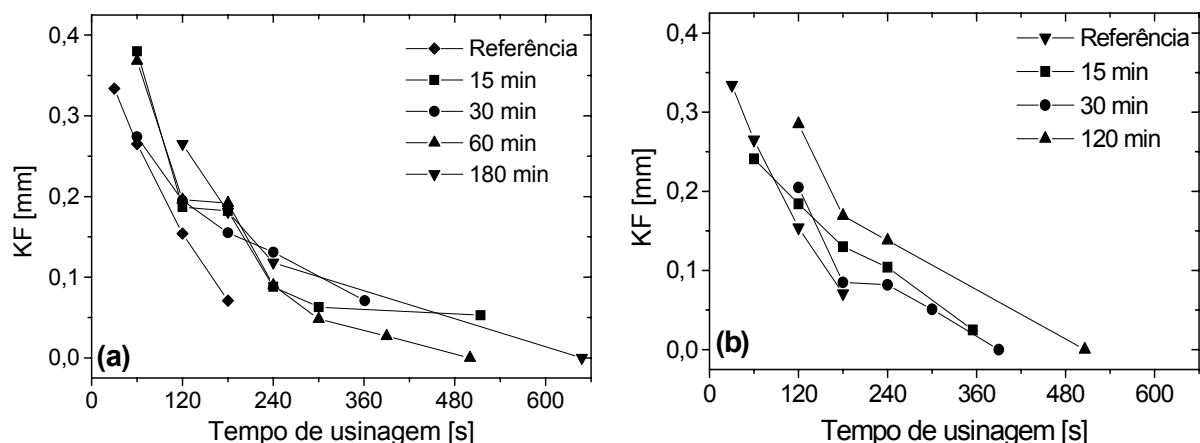


**Figura 6.** Indentações Rockwell-C das amostras revestidas com AlCrN.

Os resultados obtidos nos ensaios de usinagem para o dúplex com AlCrN estão apresentados na forma gráfica nas Figuras 7 e 8.



**Figura 7.** Desgaste de cratera (KB) dos insertos com AlCrN: (a) nitretados a 400 °C e b) nitretados a 450 °C.



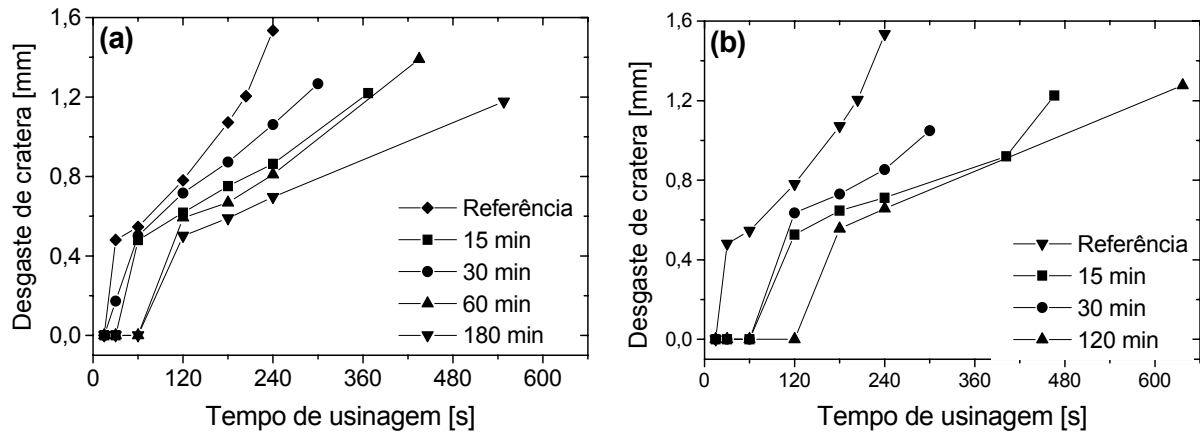
**Figura 8.** Evolução da distância frontal da cratera (KF) no desgaste dos inserts com AlCrN: (a) nitretados a 400 °C e b) nitretados a 450 °C.

Analisando o desgaste de cratera do dúplex AlCrN (Figura 7(a)) percebe-se que a pré-nitretação do substrato exerce forte influência no comportamento do sistema dúplex, retardando o início do desgaste, diminuindo a sua taxa e aumentando a vida da ferramenta (em até 200%) comparado com o substrato não nitretado. No entanto, a taxa de desgaste das amostras nitretadas, dada pela inclinação das curvas de desgaste, mostra-se semelhante. Os resultados tendem a indicar que quanto maior a espessura da camada de difusão maior é o tempo necessário para iniciar o desgaste do gume, aumentando assim o tempo de vida da ferramenta. A exceção é a amostra nitretada durante apenas 15 minutos. Nesse caso em particular, o início do desgaste foi retardado tanto quanto o inserto nitretado durante 180 minutos, e, embora tenha atingido o desgaste de cratera pré-determinado em um tempo um pouco menor (520s comparado com 650s), a Figura 8(a) mostra que o critério  $KF \leq 0,02$  não foi atingido. A figura 2 também mostra que, embora a camada de difusão dessa amostra tenha sido mais fina, a dureza superficial foi bem significativa. Esse resultado comprova a teoria de que uma pré-nitretação curta, no caso de substratos duros, é eficiente quanto a sustentação de carga do substrato e quanto a adesão do revestimento duro. As Figuras 7 e 8 também mostram que para o revestimento de AlCrN a nitretação realizada à 400 °C confere melhor desempenho ao sistema dúplex. A amostra com 15 minutos de nitretação das Figuras 7 e 9 (b) também mostram que o nitreto de ferro  $Fe_4N$  modifica o comportamento tribológico do sistema dúplex, tendendo a diminuir a sua taxa de desgaste, apesar de apresentar menor dureza e menor sustentação de carga (Figuras 2b, 5 e 6c, respectivamente) do que os nitretos de cromo.

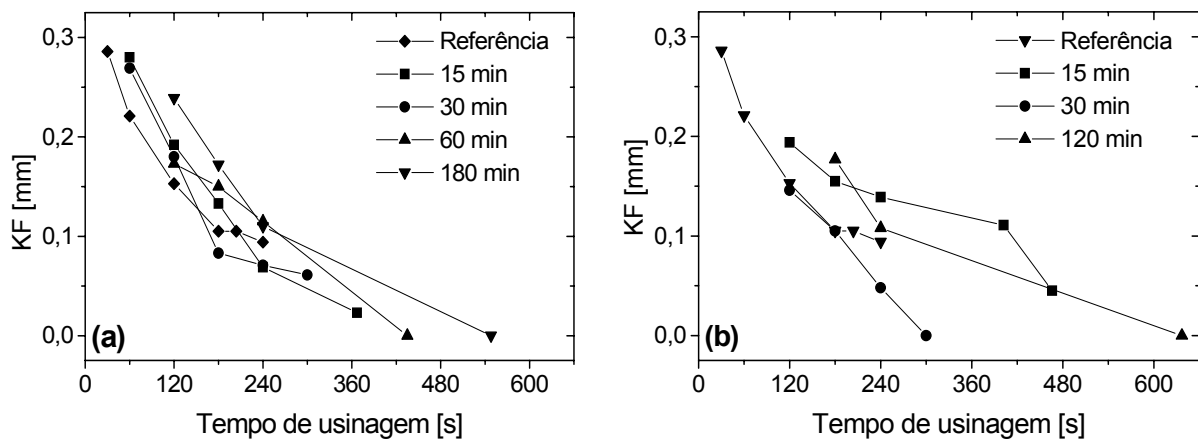
As Figuras 9 e 10 mostram os resultados obtidos no ensaio de usinagem dos inserts dúplex como TiAlN. Para esse sistema a pré-nitretação também retarda o desgaste inicial do inserto e aumenta a vida da ferramenta. O aumento na vida do inserto é semelhante ao dúplex com AlCrN. Porém, diferentemente do revestimento de AlCrN, o dúplex com TiAlN indica melhor desempenho em nitretações conduzidas a 450 °C. Nessa temperatura (Figura 9(b)) o início do desgaste é retardado em até 700%. Possivelmente o melhor desempenho está associado à espessura de camada de difusão. Observando a Figura 9(a), percebe-se que na medida em que a espessura da camada de difusão aumenta a taxa de desgaste parece diminuir. Isso considerando a camada de difusão com a presença de precipitados de nitretos de cromo. De forma paradoxal, a presença do nitreto de ferro no substrato também conferiu a esse dúplex um bom desempenho e uma baixa taxa de desgaste (Figura



9 e 10(b)), apesar da menor dureza e menor espessura de camada de difusão. Vale ressaltar que o ensaio desse inserto não atingiu o fim de vida por KF. Segundo Millic et al.,<sup>(21)</sup> a presença de nitreto de ferro  $Fe_4N$  no substrato possibilita a transição complexa Fe-N-Ti e produz ligações mais fortes entre filmes de TiN e o substrato, melhorando a adesão.



**Figura 9.** Desgaste de cratera dos insertos com TiAlN: (a) nitretados a 400 °C e (b) nitretados a 450 °C.



**Figura 10.** Evolução da distância frontal da cratera (KF) no desgaste dos insertos com TiAlN: (a) nitretados a 400 °C e (b) nitretados a 450 °C.

## CONCLUSÕES

Neste estudo sobre a influência da pré-nitretação a plasma em substrato de aço AISI M2 sobre o comportamento tribológico dos filmes TiAlN e AlCrN, os resultados comprovam que a nitretação a plasma melhora o desempenho tribológico do filme duro depositado. O melhor desempenho pode ser atribuído ao aumento da recuperação elástica e da capacidade de sustentação de carga do substrato devido a precipitação de nitretos de cromo e de ferro na zona de difusão do nitrogênio. Ficou claro que para substratos duros uma pequena camada de difusão na nitretação é suficiente para promover ganhos significativos de desempenho. Os resultados indicam que o tipo de nitreto precipitado na camada de difusão exerce influência na adesão e no comportamento tribológico do filme depositado. Para pequenas camadas, o filme TiAlN mostrou bom desempenho na presença de  $Fe_4N$ , já o filme AlCrN apresentou melhor desempenho diante de nitretos de cromo.

## REFERÊNCIAS

- 1 Zlatanovic, M. **Surface and Coatings Technology**, 48 (1991) 19-24.
- 2 Höck, K.; Spies, H-J.; Larisch, B.; Leonhardt, G.; Bücken, B.; **Surface and Coatings Technology**, 88 (1996) 44-49.
- 3 Yilbas, B.S. e Nizam, S.M. **Materials Processing Technology**, 105 (2000) 352-358.
- 4 Navinsek, B. Panjan, P., Gorenjak, F. **Surf. Coat. Technol.**, 137 (2001) 255-264.
- 5 Gredic, T.; Zlatanovic, M.; Popovic, N.; Bagdavov, Z. **Thin Solid Films**, 228 (1993) 261-266.
- 6 Bell, T e Sun Y. **Surface Engineering**, 6, n.2 (1990) 133-139.
- 7 Bell, T.; Dong, H.; Sun, Y. **Tribology International**, 31, n.1-3 (1998) 127-137.
- 8 Lee, S-C.; Ho, W-Y.; Pao, W-L. **Surface and Coatings Technology**, 73 (1995) 34-38.
- 9 Knotek O.; Löffler; Kramer G.; **Surf. Coat. Technol.** 62 (1993) 669-673.
- 10 Trent, E.M. e Wring P.K., **Metal Cutting**, 4<sup>th</sup> ed. Butterworth-Heinemann, 2000.
- 11 Arnell R. D., **Surface and Coatings Technology**, 43/44 (1990) 574-687.
- 12 Tier, M.D. **Tese de Doutorado**, 138 p, UFRGS, Porto Alegre, RS, 1998.
- 13 Kwietniewski C., Fontana W., Moraes C., Rocha A.S., Hirsch T., Reguly A. **Surf. Coat. Technol.** 179 (2004) 27.
- 14 Heinke W.; Leyland A.; Matthews A.; Berg G.; Friedrich C.; Broszeit E.; **Thin Solid Films**, 270 (1995) 431-438.
- 15 H. Jehn, G. Reiners and N. Siegel (Eds.), **DIN Fachbericht 39. Charakterisierung diinner Schichren**, Beuth Verlag, Berlin, 1993.
- 16 International Standard, **ISO 3685**, 1993.
- 17 S. Berg, S.W. Kim, V. Grajewski and E. Fromm, **Materials Science and Engineering**, A139 (1991) 345-351.
- 18 Rocha, A. S. **Tese de Doutorado**, 182 p. UFRGS, Porto Alegre, RS, 2000.
- 19 Souza R.M., Sinatura A., Mustoe G.G.W., Moore J.J., **Wear**, 251 (2001) 1337.
- 20 Franco Jr., A.R. **Tese de Doutorado**, 178 p, USP, São Paulo, SP, 2003.
- 21 Milic, M.; Milosavljevic, M.; Bibic, N.; Popovic, N.; Bogdanov, Z. **Thin Solid Films**, 163 (1988) 309-316.