NITRETAÇÃO POR PLASMA NA CONFIGURAÇÃO ANODO-CATODO CONFINADA DE AMOSTRAS DE FERRO PURO SINTERIZADAS

Santos, M. A., Silva, H. R. T., Neivock, M. P., Muzart, J. L. R.

Departamento de Engenharia Mecânica - Centro Tecnológico; LabMat Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis / SC, Brasil - 88040-900 (*) tuca@floripa.com.br

Palavras-chave: nitretação, plasma, anodo.

RESUMO

Neste trabalho, são apresentados resultados comparativos da nitretação por plasma realizada nas configurações anodocatodo e catodo-anodo confinadas. Na configuração denominada anodo-catodo confinada, a amostra foi colocada no anodo da descarga, enquanto que na geometria catodo-anodo a nitretação foi realizada de forma convencional com a amostra colocada sobre um suporte conectado ao catodo. Amostras de ferro 1000B da Hoeganaes foram compactadas na pressão de 600 MPa e sinterizadas a 1150°C, durante 30 minutos em forno resistivo. A seguir, foram nitretadas em descarga luminescente anormal de mistura gasosa de 90% N₂ e 10% H₂ na pressão de 400 Pa e tempos de tratamento de 30, 60 e 120 minutos. A temperatura de tratamento foi mantida em 540°C. As amostras foram caracterizadas por microscopia ótica, difratometria de raios-X e microdureza. As características das camadas nitretadas obtidas nas duas configurações foram similares, mostrando que a nitretação realizada na geometria anodo-catodo confinada é tão eficiente quanto o processo convencional.

ABSTRACT

Comparative results of sintered samples plasma nitrided by using confined anode-cathode and cathode-anode configurations are presented. In the anode-cathode configuration, the samples were placed on a holder, which worked as the anode of the discharge, while in the cathode-anode geometry, nitriding was performed in a conventional way, with the sample onto the cathode. Samples of unalloyed iron 1000B of Hoeganas were pressed at 600 MPa and sintered for 30 minutes at 1150°C in a conventional resistive furnace. Nitriding was carried out in an abnormal glow discharge of gas mixture constituted of 90% N_2 + 10% H_2 at a pressure of 400 Pa. The treatment was performed for 30, 60 and 120 minutes at 540°C. The nitrated layers were characterized by using optical microscopy, X-ray diffractrometry and microhardness techniques. The characteristics of the nitrated layer obtained by using the two configurations were similar, which demonstrated that nitriding was successfully realized by using the confined anode-cathode geometry.

1. INTRODUÇÃO

A nitretação é um processo termoquímico que confere propriedades especiais à superfícies de aços, de grande importância para aplicações na metalurgia. Este tratamento envolve a difusão de nitrogênio para o interior do aço, em temperaturas entre 400 e 600°C. A nitretação pode ser realizada por diferentes processos: gasoso, líquido ou por plasma. O processo de nitretação, via plasma, vem ganhando aceitação na indústria por ser pouco ofensivo ao meio ambiente, com menor consumo de gás, bem como ser muito versátil em razão do fácil ajuste dos parâmetros da descarga elétrica [1]. A nitretação catódica é o processo mais usual de nitretação por plasma [2]. Nesta configuração, as peças a serem nitretadas constituem o catodo, conectado a uma tensão negativa da ordem de 500 V, e a parede da câmera aterrada constituindo o anodo da descarga. Neste caso, os íons positivos do nitrogênio, produzidos na região luminescente, são atraídos em direção as peças, chocando-se com a superfície, provocando o aquecimento e a difusão do nitrogênio.

Resultados apresentados por Benda et al. [3] mostraram que a nitretação anódica também pode ser realizada com sucesso. Neste caso as amostras a serem nitretadas constituem o anodo, envolvido por dois catodos. Também, neste trabalho, foi relatado que a superfície, além de nitretada, pode ser enriquecida com material pulverizado do catodo. Usando catodos de Mo, Cr, Ti ou V, esses elementos depositados resultaram na modificação da composição da superfície com aumento da microdureza na camada.

Usando uma configuração similar, Santos et al. [4] mostraram a viabilidade da limpeza e nitretação de metais na configuração anodo-catodo confinada. A amostra foi colocada sobre uma placa aterrada, localizada no interior de um catodo retangular. Neste trabalho, é mostrado que a nitretação pode ser processada sem a ocorrência do bombardeamento de íons de alta energia cinética, corroborando os resultados apresentados por Tibbets [5]. O aquecimento das amostras foi obtido por radiação, sendo a eficiência dos tratamentos de limpeza e nitretação foi atribuída à existência das espécies reativas produzidas na descarga elétrica. Nesta configuração, as prováveis espécies responsáveis pela nitretação são os átomos ou moléculas excitadas de nitrogênio com energia livre adequada para formar nitretos e com tempo de vida suficiente para atingir a superfície da amostra colocada no anodo.

Neste trabalho, são apresentados resultados da caracterização de camadas nitretadas obtidas na configuração anodocatodo confinada. Os resultados são comparados com as características de camadas nitretadas obtidas na configuração convencional com a amostra colocada no catodo.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Amostras de Fe-puro 1000B da Hoeganaes foram compactadas a frio em uma matriz uniaxial de dupla ação na pressão de 600 MPa, usando 0,6% de estearato de zinco como lubrificante. A sinterização foi realizada em um forno resistivo convencional a 1150°C em atmosfera de hidrogênio pré-purificado, durante 30 minutos.

As amostras, de forma cilíndrica com 10 mm de altura e 10 mm de diâmetro, foram nitretadas por plasma em uma descarga luminescente de mistura gasosa contendo 90% de nitrogênio e 10% de hidrogênio. O tratamento foi realizado a 540°C na pressão de 400 Pa (3 Torr) em fluxo de $3.3 \ 10^{-6} \ m^3.s^{-1}$ (200 sccm).

As configurações utilizadas são apresentadas na Figura 1. Um dos eletrodos foi construído em forma retangular, de 50 mm de comprimento e 20 mm de altura e largura. O outro eletrodo, constituído de uma placa de 10 mm de largura e 2 mm espessura foi colocado no interior do primeiro. Ambos os eletrodos foram confeccionados em aço AISI 1020 e eletricamente isolados.



Figura 1. Geometria dos eletrodos: configuração 1 - anodo-catodo confinado e configuração 2 - catodo-anodo confinado.

A amostra foi colocada sobre o eletrodo interno, juntamente com uma amostra de referência de mesmas dimensões, onde foi acoplado um termopar chromel-alumel (tipo K) usado para medir a temperatura. Na configuração anodo-catodo confinada (configuração 1) o suporte da amostra foi aterrado e o eletrodo externo conectado à tensão negativa da fonte de tensão pulsada. Nesta condição, a amostra colocada no anodo da descarga luminescente, foi aquecida por radiação térmica e bombardeada por íons de baixa energia e elétrons, como discutido por Chapman [6]. Em razão da geometria confinada, as espécies reativas geradas no plasma estão em contato com a superfície da amostra.

Na configuração catodo-anodo confinada (configuração 2) o suporte da amostra foi conectado à tensão negativa da fonte, funcionando então como catodo. Nesta geometria, o aquecimento da amostra é obtido pelo bombardeamento direto dos íons e moléculas ou átomos neutros com elevada energia cinética. Como na configuração 1, as espécies reativas estão em contato com a amostra. A título ilustrativo, são apresentadas, na Figura 2, fotos das configurações anodo-catodo e catodo-anodo confinadas, evidenciando que as espécies reativas geradas na região luminescente interagem com a superfície da amostra.





(b)

Fig. 2. Ilustração da descarga elétrica: (a) anodo-catodo confinado e (b) catodo-anodo confinado.

A caracterização microestrutural das amostras foi realizada usando-se um difratômetro de raios-X (X'Pert), um microscópio ótico (Carl Zeiss-Jena Neophot 30) e um microdurômetro (Shimadzu 2000).

3. RESULTADOS

Micrografias óticas de amostras nitretadas durante 30, 60 e 120 minutos, nas configurações anodo-catodo e catodoanodo confinadas, são apresentadas nas Figura 3 e 4 respectivamente. Pode-se observar que com o aumento do tempo de tratamento ocorre um aumento da espessura da camada composta, com valor aproximado de 6 μ m no tempo de 30 minutos, crescendo até 10 μ m em 120 minutos. Também com o aumento do tempo de tratamento, é observada uma melhoria na homogeneidade da camada composta.



(a)





(b)











(c)

Figura 3. Micrografias óticas das amostras nitretadas na configuração 1 durante: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

Figura 4. Micrografias óticas das amostras nitretadas na configuração 2, durante: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

Na camada de difusão é evidenciada a presença de agulhas de nitretos em maior quantidade com o aumento do tempo de nitretação. Estas características são observadas tanto no tratamento em configuração catodo como anodo.

Difratometria de raios-x nas duas configurações estudadas

A caracterização das fases por difratometria de raios-X das amostras nitretada durante 120 minutos, nas configurações anodo-catodo e catodo-anodo confinadas são apresentadas na Figura 5.



Figura 5. Difratogramas de raios-X de amostras nitretadas por 120 min nas configurações: (a) anodo-catodo e (b) catodo-anodo.

Microdureza das amostras tratadas a 540 °C

São apresentados na Figura 6 os perfis de microdureza das amostras nitretadas durante 30, 60 e 120 min. na configuração anodo-catodo e catodo-anodo confinada.



Figura 6. Perfis de microdurezas de amostras nitretadas nas configurações 1 e 2 durante: (a) 30 minutos, (b) 60 minutos e (c) 120 minutos.

É observado que os perfis de microdureza são iguais para às amostras nitretadas tanto na configuração anodo como catodo. Ainda, como esperado, com o aumento do tempo de tratamento, o aumento na formação de agulhas de nitretos observados nas Figuras 3 e 4, resulta em um acréscimo da microdureza na camada de difusão.

A nitretação realizada na configuração anodo-catodo confinada mostra em todos os aspectos estudados similaridades em relação às amostras tratadas na configuração catodoanodo. Esta observação mostra que a nitretação na configuração anodo é tão eficiente quanto o processo convencional. Este efeito é atribuído à configuração confinada, onde as espécies reativas tais como N, NH_X (X= 1, 2, 3) e as moléculas de nitrogênio excitadas responsáveis pela nitretação [7], têm tempo de vida suficiente para alcançar a superfície da amostra. As características das camadas nitretadas na configuração anodo corroboram os resultados apresentados por Benda et al. [3] e Tibbets [5]. O processo de nitretação por plasma na configuração anodo-catodo confinada é especialmente interessante para realizar tratamento de peças com geometria complexa. Desta forma, o efeito de catodo oco não acontece, evitando uma distribuição não homogênea da temperatura [8], que resultaria em camadas não uniformes além de aumentar os riscos de ocorrência de arco durante o processo.

4. CONCLUSÃO

Os resultados apresentados mostram que é possível realizar a nitretação na configuração anodo-catodo confinado obtendo-se espessura de camada composta de aproximadamente 10 μ m e espessura de camada de difusão maior que 100 μ m. As características das camadas nitretadas, usando tanto as configurações anodo-catodo como catodo-anodo confinadas, foram iguais. A vantagem da configuração anodo consiste na ausência do bombardeamento iônico, que em componentes de geometria complexa pode produzir o efeito de catodo oco, com superaquecimento localizado e, conseqüentemente, formação de uma camada nitretada não homogênea.

5. AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi financiado com recursos da Finep/MCT (PRONEX), CAPES e CNPq pelo suporte financeiro e pelas bolsas de Iniciação Científica e de Doutorado.

6. REFERÊNCIAS

- 1. T. Bell, Y. Sun, A. Suhadi, Vacuum, 59 (1) (2000) 14-23.
- I. Ben, T. Sun, A. Sunach, Vacuum, 37 (1) (2000) 14-23.
 J. Mussil, J. Vlcek, M. Ruzicka, Vaccum, 59 (2000) 940-951.
- 3. M. Benda, J. Vlcek, J. Mussil, Vaccum, 46 (1) (1995) 43-47.
- 4. M. A. Santos, H. R. T. Silva, J. L. R. Muzart, A. M. Maliska, In:
- Third International Latin American Conference on Powder Technology; Proceedings, (2001) 561-566.
- 5. G. G. Tibbetts, J. Appl. Phy. 45(11) (1974) 5072-5073.
- 6. B. Chapman, *Glow Discharge Processes*, John Wiley & Sons, (1980) p. 380.
- A. Ricard, H. Malvos, H. Michel. Rev. Bras. Apl. Vác.11 (1) (1992) 33-38.
- S. F. Brunatto, I. Kühn, J. L. R. Muzart, Materials Research, 4 (4) (2001) 245-250.