

DEPOSIÇÃO DE FILME METÁLICO EM AMOSTRAS DE VIDRO EM GAIOLA CATÓDICA

F.O. de Araújo^{1*}; R.R.M. de Sousa²; J.A.P. Costa³; C. Alves Jr.⁴

¹ UFRSA, Departamento de Ciências Exatas e Naturais, 59.625-900, Mossoró, RN

² CEFET-PI, Grupo de Pesquisa em Materiais e Metrologia, Departamento de Mecânica, 64.000-040, Teresina, PI

³ UERN, Departamento de Física, Campus Central, 59.633-010, Mossoró, RN

⁴ UFRN, LabPlasma, Departamento de Física, Campus Universitário, 59.072-970 Natal, RN

Recebido: 10 de julho, 2008; Revisado: 17 de setembro, 2008

Palavras-chave: Nitretação a plasma, gaiola catódica, catodo oco.

RESUMO

Camadas de nitretos de ferro foram depositadas sobre amostras de vidro em gaiola catódica sob condições variadas de pressão, temperatura, tempo de tratamento e razão da mistura N₂-H₂, com objetivo de analisar a influência da deposição nesta técnica de nitretação. Em todas as condições de trabalho foram depositadas uma camada de filme metálico, como evidenciado através das imagens de microscopia óptica e MEV e também pela análise dos difratogramas de raios-X, confirmando a eficiência desta técnica que utiliza o efeito de cátodo oco nos furos da gaiola para obter elevada taxa de deposição.

ABSTRACT

Layers of iron nitrides were deposited on samples of glass in cathodic cage technique under varying conditions of pressure, temperature, time of treatment and rate mixture of H₂-N₂, aiming to examine the influence of the deposition in this technique. In all working conditions was deposited a layer of metallic film, as evidenced by the images of optical microscopy and SEM, as well as X-ray diffratograms, confirming the efficiency of this technique, which use the hollow cathode the effect in all holes of the cage for obtain high rate of deposition.

1. INTRODUÇÃO

Este trabalho investigou a influência da deposição no mecanismo de tratamento de superfícies na técnica de nitretação em Gaiola Catódica. Esta técnica baseia-se na utilização do efeito de multi-cátodo oco, em que as amostras são posicionadas sobre um disco isolante de alumina e totalmente envolvidas por uma gaiola metálica, cujos furos atuam como cátodos ocos. Desta forma o plasma atua na gaiola e não na superfície das amostras eliminando assim os problemas inerentes a nitretação iônica convencional [1-4].

Este processo tem-se mostrado altamente eficiente na nitretação de aços, com elevadas taxas de crescimento de cama-

das, em função das pressões de trabalho de 250 Pa e 500 Pa, típicas da nitretação iônica.

Foram depositadas camadas de Fe_xN em substratos de vidro, nesta faixa de pressão, bem maiores que nos processos tradicionais de deposição, onde a pressão de trabalho é da ordem de 1 Pa [5,6].

2. MATERIAIS E MÉTODOS

O material para deposição em gaiola catódica utilizado neste estudo são amostras retangulares de vidro de 3 mm de espessura, com dimensões de 20 mm x 30 mm (comprimento x largura).

As amostras foram limpas com acetona, em banho de ultrassom, antes de serem colocadas na câmara de nitretação.

Na nitretação iônica em gaiola catódica utilizou-se o mesmo equipamento de nitretação convencional. A câmara de vácuo cilíndrica (fig. 1) com 300 mm de diâmetro e 400 mm de altura, confeccionada de aço inoxidável, foi adicionada um dispositivo denominado de gaiola catódica, confeccionada de aço inoxidável austenítico AISI 316, com 0,8 mm de espessura. A gaiola possui 112 mm de diâmetro, 25 mm de altura e furos de 8 mm de diâmetro uniformemente distribuídos com distância de 9,2 mm entre centros de furos adjacentes. A amostra é colocada sobre um disco isolante de alumina conforme representado na figura 1.

A fonte de tensão é contínua e possui voltagem e corrente máximas de 1500 V e 2 A, respectivamente e o fluxo de gases é controlado por meio de controladores de fluxo (MKS MFC1179A).

O plasma é formado na gaiola catódica, que funciona como cátodo (a parede da câmara é o ânodo) e não diretamente na superfície das amostras, que permanecem em potencial flutuante, posicionadas em uma superfície isolante.

As amostras foram tratadas durante 4 e 5 horas nas temperaturas de 300, 350, 400 e 450 °C, nas pressões de 250 e 500 Pa. A atmosfera nitretante foi constituída de uma mistura de 80% N₂ + 20% H₂, 50% N₂ + 50% H₂, 20% N₂ + 80% H₂, num fluxo total de 20 sccm.

A composição de fases e textura foram analisadas usando difração de raios-X (DRX). As análises descritas foram realizadas usando linhas Cu K α (comprimento de onda:

* odolberto@ufersa.edu.br

0.154 nm), operado em 40 KV em um instrumento DRX (Shimadzu, XRD-6000). A microscopia óptica (Olympus BX60M) foi usada para observar a morfologia da camada nitretada.

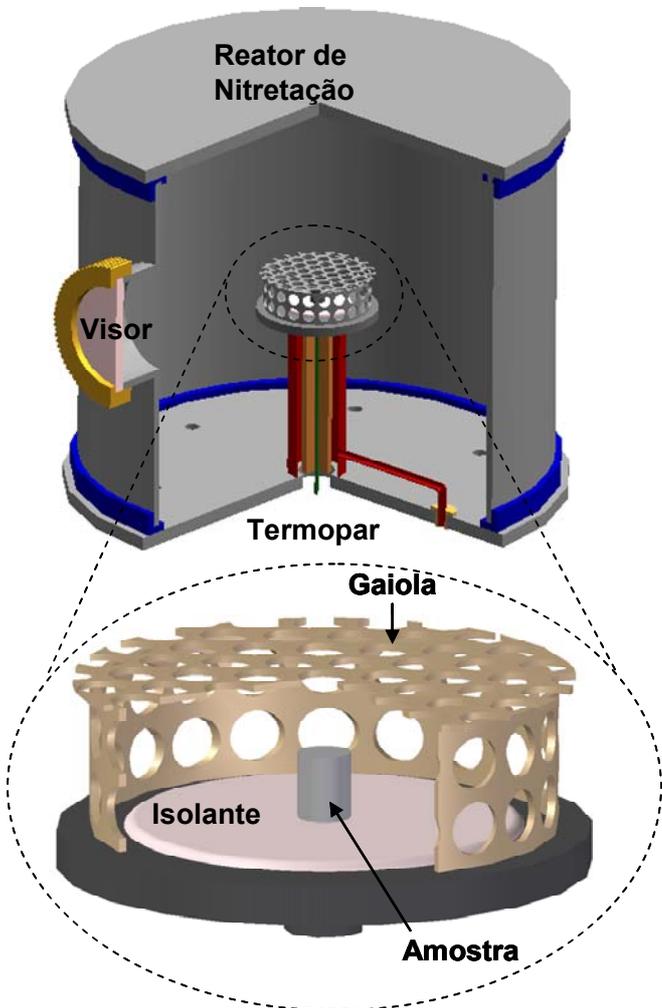


Figura 1 - Vista em corte do reator de nitretação iônica, com a adaptação da gaiola catódica.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As figuras 2(A) e 2(B) apresentam a micrografia, obtida por MEV(Phillips XL30 ESEM), da superfície do filme depositado em Gaiola Catódica sobre uma superfície de vidro, durante 4 horas na temperatura de 673 K. Observa-se a boa uniformidade do revestimento depositado sobre toda a superfície da amostras, sendo que a borda apresentada na figura 2(A) deve-se a estresse mecânico produzido durante o processo de obtenção do foco da imagem. As figuras 3 e 4 apresentam os difratogramas dos filmes depositados sobre as superfícies das amostras de vidro nas diferentes condições de temperatura, pressão, tempo e mistura nitretante utilizadas. Em todas as condições foi formado um filme constituído pelos nitretos de ferro γ' - Fe_4N e ϵ - Fe_3N . Como no vidro não ocorre o processo de difusão, podemos concluir que a camada resulta exclusivamente da de-

posição dos compostos obtidos por sputtering dos átomos de ferro das paredes dos furos da gaiola catódica e subsequente reação na atmosfera nitretante.

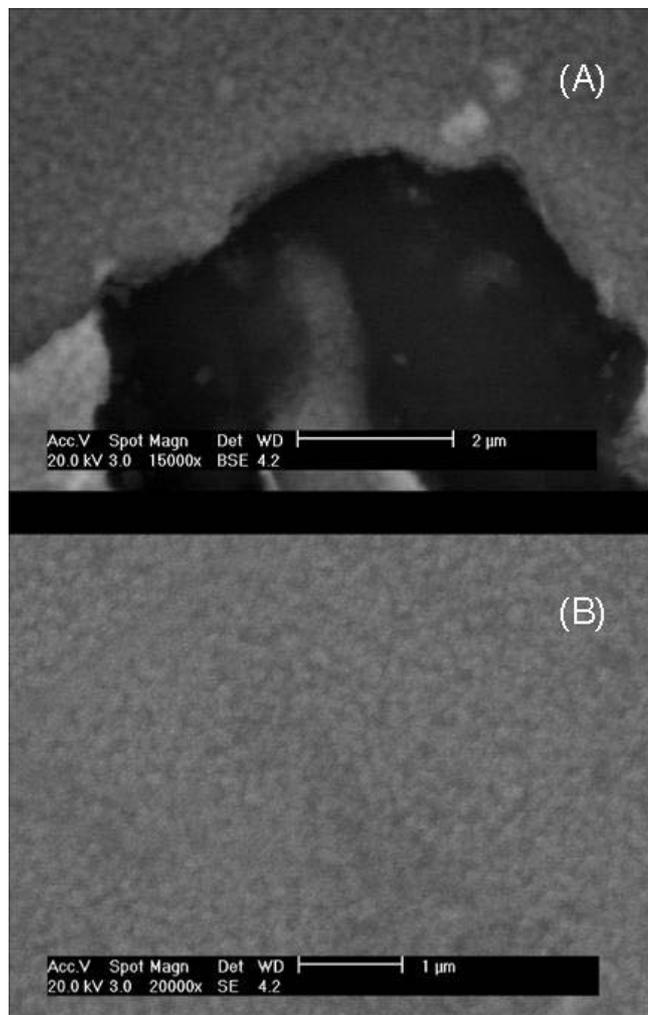


Figura 2 – Imagens da camada depositada sobre uma lâmina de vidro nitretada na pressão de 250 Pa a 400 °C durante 4 horas, obtidas através da microscopia eletrônica de varredura.

Com o intuito de avaliar o efeito do isolante sobre a taxa de deposição, também foram depositados filmes em amostras de vidro posicionadas dentro da gaiola, mas fora do isolante, sob as mesmas condições de tratamento. Nesta configuração a amostra está sobre o cátodo, uma vez que toda a gaiola está polarizada. A figura 5 apresenta imagens de perfil, obtidas através de MEV, de filmes depositados nesta condição (A) e com substrato de vidro dentro da gaiola e posicionada sobre o disco isolante de alumina (B), que é a condição padrão de tratamento. Observou-se que, quando o substrato de vidro foi posicionado sobre o disco isolante, a espessura do filme foi menor (11 μm , em média) quando comparado com o substrato posicionado diretamente sobre o porta amostras(20 μm , em média), ou seja, sem a presença do disco isolante. Isto deve-se ao fato de termos uma maior área de cátodo exposto ao bombardeamento iônico.

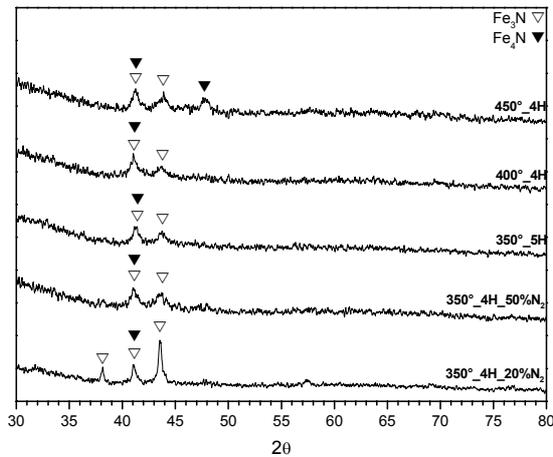


Figura 3 – Difratoograma de raios-X com geometria Bragg-Brentano das lâminas de vidro tratadas em gaiola catódica em diferentes condições de tratamento (250 Pa).

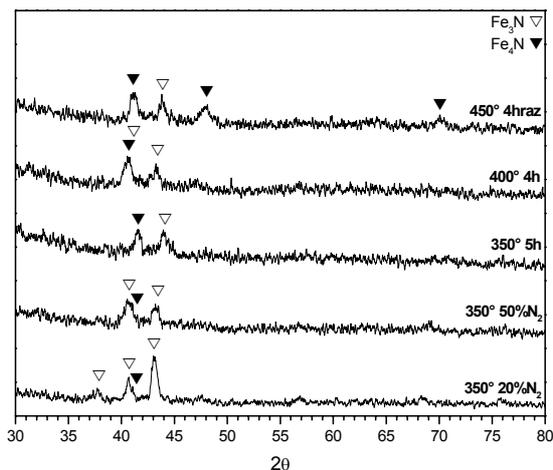


Figura 4 – Difratoogramas de raios-X em incidência rasante das camadas nas lâminas de vidro depositadas em gaiola catódica em várias condições de tratamento(250 Pa).

No entanto, sabe-se que para amostras metálicas, a eliminação do efeito de bordas, que é uma característica dos processos utilizando Gaiola Catódica[1,2,4,7-10], só ocorre quando a amostra é nitretada em potencial flutuante, isto é, posicionada sobre o disco isolante, em virtude da deposição recobrir toda a superfície interna da base da gaiola.

A análise da composição química das amostras tratadas nestas duas condições(figura 6) confirma que os filmes depositados sobre lâminas fora do isolante apresentam menores percentuais de ferro, nitrogênio e cromo quando comparados com os depositados nas amostras nitretadas sobre o disco isolante de alumina, fazendo com que a espessura seja maior quando a amostra está fora do isolante.

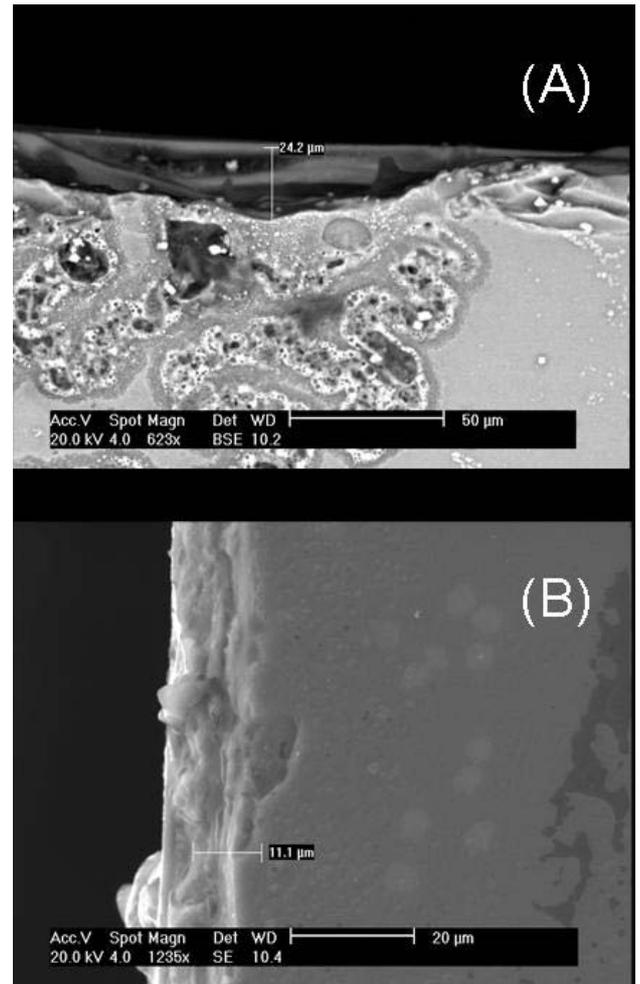


Figura 5 – Imagens da camada sobre uma lâmina de vidro depositada a 500 Pa fora do isolante(A) e sobre o isolante(B), obtidas através da microscopia eletrônica de varredura(MEV).

Na figura 7 são mostrados imagens ópticas da superfície do filme de nitretos depositado sobre uma lâmina de vidro cuja metade foi coberta com uma máscara de material isolante. Na figura 7 (A) destaca-se a interface entre a parte exposta à deposição e a não exposta(totalmente opaca). A figura 7 (B) mostra a mesma imagem em 3D, obtida por meio da intensidade/distância focal, o que confirma a existência de um degrau, confirmando a deposição de uma camada de nitretos.

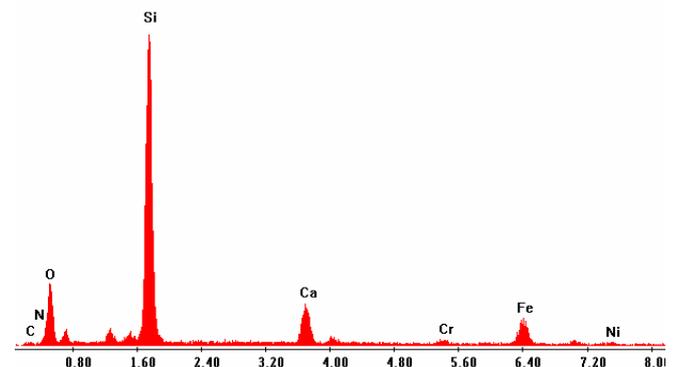


Figura 6 A – Análise química da amostra nitretada a 250 Pa dentro da gaiola e fora do isolante.

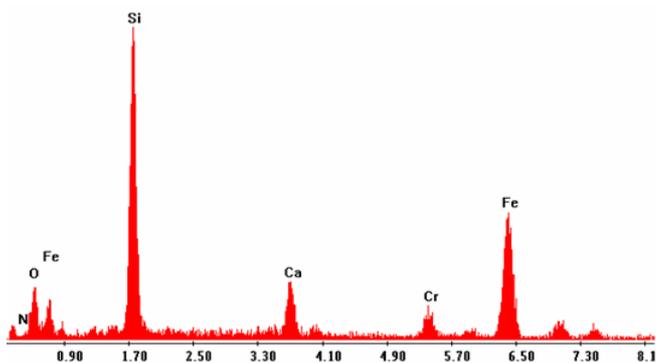


Figura 6 B – Análise química da amostra nitretada a 250 Pa dentro da gaiola sobre o isolante.

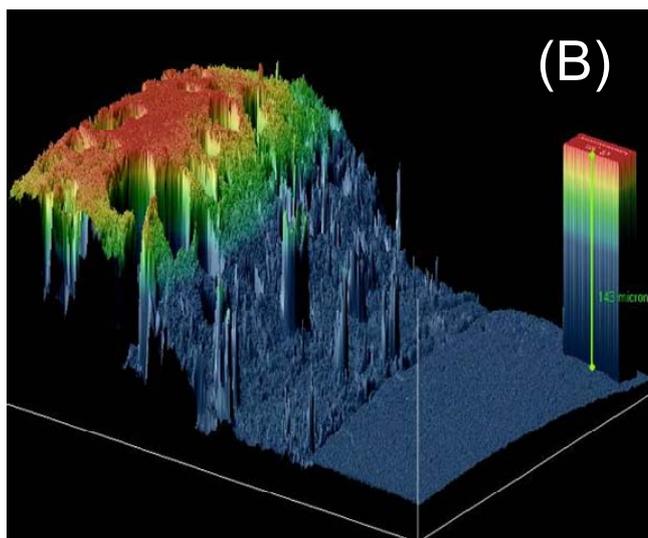
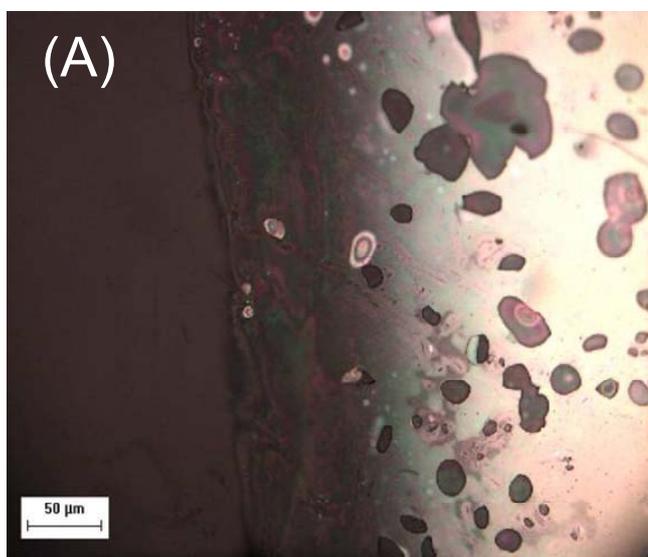


Figura 7 – (A) Micrografia óptica de vidro depositado a 250 Pa, durante 4 horas a 400 °C sem o isolante de alumina, apresentando em (B) o perfil tridimensional do filme depositado.

4. CONCLUSÕES

Todas as amostras nitretadas nas diferentes condições de tratamento, de tempo, pressão e atmosfera nitretante, apresentaram um filme metálico espesso constituído pelas fases γ' – Fe_4N e ϵ – Fe_3N . A deposição dos compostos foi comprovada pela confirmação da deposição em amostras de vidro, onde não ocorre o processo de difusão.

Este fato confirma que a técnica de nitretação em Gaiola Católica, baseada no controle do efeito de cátodo oco nos furos da gaiola, consiste em um processo híbrido de deposição e difusão. Este processo possibilita a deposição de filmes relativamente espessos em pressões elevadas, como 500 Pa, o que seria totalmente impossível de acontecer nas técnicas conhecidas de deposição de filmes finos, tornando-a uma alternativa para a obtenção destes revestimentos, uma vez que necessita-se de uma estrutura relativamente simples de tratamento, típica dos reatores de nitretação a plasma.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho recebeu apoio da FAPEPI e do fundo setorial de Infra-Estrutura (CT-INFRA) por intermédio do MCT/CNPq.

REFERÊNCIAS

1. ALVES JR., C.; ARAÚJO, F.O.; RIBEIRO, K.J.B.; COSTA, J.A.P.; SOUSA, R.R.M.; de SOUSA, R.S., *Surface and Coatings Technology* 201 (2006) 2450.
2. SOUSA, R.R.M.; ARAUJO, F.O.; RIBEIRO, K.J.B.; MENDES, M.W.D.; COSTA, J.A.P.; ALVES JR., C., *Materials Science and Engineering A* 465 (2007) 223.
3. ARAÚJO, F.O. *Desenvolvimento e caracterização de dispositivos para deposição de filmes finos por descarga em cátodo oco*. Tese de Doutorado (2006). UFRN, Natal (RN).
4. SOUSA, R.R.M.; ARAUJO, F.O.; RIBEIRO, K.J.B.; DUMELow, T.; COSTA, J.A.P.; ALVES JR., C., *Surface Engineering* 24 (2008) 52.
5. LI, C.X.; GEORGES J.; LI, X.Y., *Surface Engineering* 18 (2002) 453.
6. ARAUJO, F.O.; ALMEIDA, E.O.; ALVES JR.; C.; COSTA, J.A.P.; DUMELow, T., *Surface and Coatings Technology* 201 (2006) 2990.
7. SOUSA, R.R.M. *Nitretação em plasma com gaiola catódica: Investigação do mecanismo e estudo comparativo com a nitretação em plasma de tensão contínua*. Tese de Doutorado (2007). UFRN, Natal (RN).
8. RIBEIRO, K.J.B.; SOUSA, R.R.M.; ARAÚJO, F.O.; BRITO, R.A.; BARBOSA, J.C.P.; ALVES JR, C., *Materials Science and Engineering A* 479 (2008) 142.
9. SOUSA, R.R.M.; ARAÚJO, F.O.; BARBOSA, J.C.P.; RIBEIRO, K.J.B.; COSTA, J.A.P.; ALVES JR, C., *Materials Science and Engineering A* 487 (2008) 124.
10. SOUSA, R.R.M.; ARAÚJO, F.O.; RIBEIRO, K.J.B.; COSTA, J.A.P.; SOUSA, R.S.; ALVES JR., C., *Surface Engineering* 24 (2008) 313