

INFLUÊNCIA DA IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA DE NITROGÊNIO NAS PROPRIEDADES SUPERFICIAIS DO AÇO INOXIDÁVEL 304

G. da Silva^{1,2*}; M. Ueda²; J.O. Rossi²; C.B. Mello²

¹ Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA-CTA, 12228-900, São José dos Campos, SP, Brasil

² Laboratório Associado de Plasma, LAP-INPE, 12227-010, São José dos Campos, SP, Brasil

Recebido: 18 de setembro, 2006; Revisado: 09 de dezembro, 2006

Palavras-chave: plasma, implantação iônica, aço inoxidável ABNT 304.

RESUMO

O aço inoxidável 304 foi tratado por implantação iônica por imersão em plasma (3IP) de nitrogênio, em baixas energias (2,5 - 5 keV), para que suas propriedades superficiais fossem melhoradas. A análise das superfícies tratadas mostrou uma maior resistência à corrosão do material. Em relação às suas propriedades mecânicas e tribológicas, foi observado que, apesar de apresentar redução na dureza, o coeficiente de fricção foi reduzido e o desgaste por atrito das peças não apresentou alteração significativa depois do 3IP de nitrogênio. Estas novas propriedades podem implicar no aumento da vida útil de componentes feitos com este aço tratado, permitindo sua utilização em aplicações onde a maior resistência à corrosão e ao desgaste são necessárias.

ABSTRACT

Stainless steel AISI 304 was treated by nitrogen plasma immersion ion implantation (PIII), at low energies (2,5 - 5 keV), to improve its superficial properties. The analysis of the treated surfaces showed a higher corrosion resistance and also that although there was reduction in the values of hardness, the friction coefficient was reduced and the wear did not present significant change after nitrogen PIII. These news properties could imply an increase of life of the components manufactured with this treated steel, allowing its use in applications where the large corrosion and wear resistances were necessities.

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos (18-25 %Cr, 8-20 %Ni e baixo C) são amplamente utilizados na indústria por possuírem boas propriedades de manufatura. Estes materiais são empregados preferencialmente em aplicações que exigem resistência à corrosão e a altas temperaturas. Contudo estes aços apresentam desgaste apreciável quando são usados em peças componentes de máquinas que estão em contato direto, atritando-se umas contra as outras. Para contornar este tipo de problema podem ser realizados tratamentos superfi-

ciais, que promovam a formação de uma camada superficial que resista ao desgaste, principalmente quando o uso de lubrificantes é limitado devido à contaminação, sem que seja alterada a resistência à corrosão do material.

Para reduzir o efeito do desgaste do aço inoxidável ABNT 304, a técnica de processamento denominada implantação iônica por imersão em plasma (3IP ou IIIP) de nitrogênio foi usada. Este método de tratamento superficial de materiais tem sido utilizado desde meados da década de noventa com o objetivo de melhorar as propriedades das superfícies de peças com geometria complexa [1-5].

A técnica consiste basicamente em criar um plasma em uma câmara de vácuo com os íons que se quer implantar. Estes íons são acelerados em direção à peça através de uma diferença de potencial entre a peça e a câmara, via pulsador de alta tensão [6].

O 3IP de nitrogênio é um processo alternativo à nitretação convencional. Ele tem como principais vantagens: a possibilidade do tratamento tridimensional de peças já acabadas em um tempo reduzido, sem sofrer mudanças dimensionais significativas e sem a formação de filme. Como neste processo não existe uma interface definida entre a camada implantada e o substrato, a delaminação da superfície tratada pode ser evitada, além dele ser um processo limpo que não gera nenhum tipo de resíduo tóxico.

No presente trabalho foram realizados experimentos empregando baixa tensão, (2,5 à 5 kV) com pulsos curtos de 5 μ s de duração, em altas taxas de repetição, cerca de 5 kHz, para que a implantação dos íons de nitrogênio no material ocorresse de forma mais homogênea possível [7]. Além disto, quando este tipo de tratamento 3IP é realizado em alta temperatura, as superfícies do aço podem ser endurecidas devido à formação de novas fases, como a austenita expandida (γ_N). Esta nova espécie pode conferir à superfície melhores propriedades, devido ao nitrogênio presente em solução sólida intersticial naquele substrato após a implantação [8].

Depois dos tratamentos 3IP de nitrogênio, foi feito o estudo da influência da implantação nas propriedades superficiais do aço inoxidável ABNT304, através da caracterização das amostras utilizando-se as técnicas de difração de raios X, microindentação, teste "ball on disc" e polarização potenciodinâmica anódica.

* graziela@ita.br

2. PARTE EXPERIMENTAL

As amostras de aço ABNT 304 usinadas em forma de discos de 15 mm de diâmetro e 3mm de espessura, foram lixadas com lixas de granulometria 600 e 1200, e posteriormente polidas com pasta de diamante de 1 μ m.

Inicialmente as amostras foram limpas através de "sputtering" com plasma de argônio, para a remoção da camada de óxido das superfícies, de modo que o processo de implantação dos íons nitrogênio fosse favorecido. Esta limpeza foi feita durante 15 minutos com íons argônio a 5 keV.

Foram então feitos três experimentos de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio cujas condições experimentais são apresentadas na Tabela A.

Tabela A – Condições experimentais do 3IP

Tratamento	Tensão (kV)	Temperatura (°C)	Tempo (min)
1	5	420	60
2	5	690	60
3	2,5	540	60

Para a verificação das novas espécies formadas depois do tratamento, foram feitas difrações de raio-X, variando 2 θ de 30 a 90° no difratômetro PHILIPS PW1830 generator.

Nos ensaios de tribologia foi utilizada carga de 2 N no sistema "ball on disc", com esfera de carvão de tungstênio (WC) de 3 mm de diâmetro, velocidade linear de 10 cm/s e umidade relativa do ar de 60%.

A dureza foi avaliada através da microindentação variando a carga aplicada de 25 a 500 gf no microdurômetro FUTURETECH, modelo FM. Onde também foi medida a largura do canal formado depois dos testes de tribologia, para a avaliação do desgaste através do cálculo do volume de material perdido.

Para a resistência à corrosão deste aço foi utilizada a polarização potenciodinâmica anódica em uma célula eletrolítica de três eletrodos: eletrodo de trabalho (amostra), eletrodo de referência de prata/cloreto de prata (Ag/AgCl) e contra eletrodo de platina, imersos em solução 3,5 %pp de NaCl com pH 6, em meio aerado sem agitação e em temperatura ambiente. As varreduras foram feitas numa faixa de potencial que variou de -500 mV até 500 mV, em uma velocidade de 0,33 mV/s. A aquisição destes dados foi feita através do potenciostato MICROQUIMICA modelo MQPG-01.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A análise das superfícies através da difração de raios-X da Fig. 1 mostrou após o 3IP, a formação da ferrita (Fe α) e não da austenita expandida (γ_N), como era esperado. O que tornou o aço mais dúctil, provocando uma diminuição nos valores de dureza deste material. Na Fig. 2. pode ser observado que a maior redução nos valores de dureza ocorreu depois do tratamento realizado com a energia mais baixa (2,5 keV). Isto pode ter ocorrido porque mesmo os tratamentos tendo sido realizados em alta temperatura, a dose retida de nitrogênio foi baixa, ou seja, a quantidade de nitrogênio im-

plantada não foi suficiente para que a fase γ_N fosse formada na superfície do aço tratado.

Mas nos testes tribológicos foi observado que depois dos tratamentos, todas as amostras tiveram redução no coeficiente de atrito (Fig. 3), sendo que o melhor resultado obtido foi na implantação de íons nitrogênio com energia de 5 keV a 420 °C.

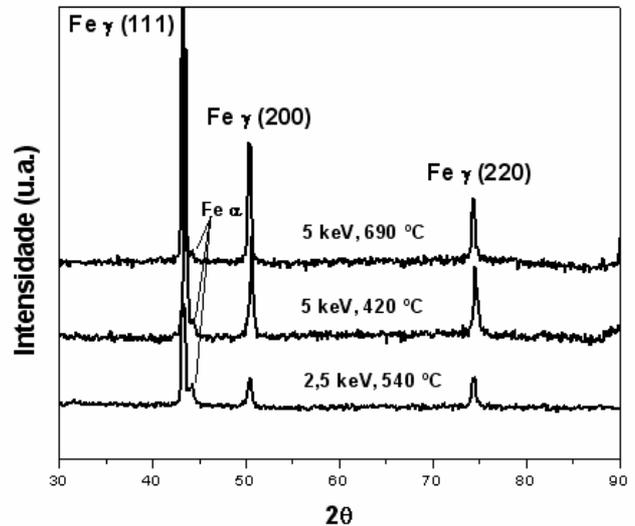


Figura 1 – Difratogramas das amostras tratadas.

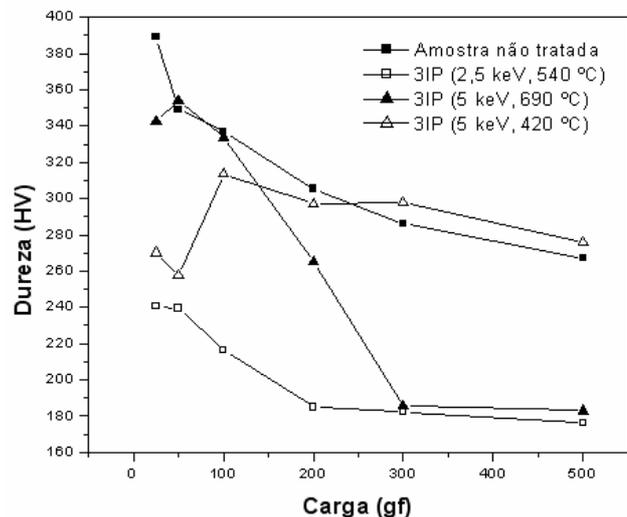


Figura 2 – Microindentação das amostras tratadas.

Neste caso o coeficiente de atrito que era 0,80 antes do tratamento passou para 0,22 depois deste, o que é conveniente por se tratar de um dos fatores relevantes que levam à diminuição da vida útil de peças de aplicações industriais. E como pode ser visto na Tabela B, as amostras tratadas em 5 keV apresentaram não só os menores coeficientes de fricção mas também menor desgaste por atrito.

Após o 3IP, o aço de um modo geral se tornou mais resistente à corrosão, como pode ser visto nas curvas de polari-

zação da Fig. 4. Quando o aço foi tratado com energia mais baixa (2,5 keV) a densidade de corrente de corrosão anódica foi reduzida de $2,5 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ para $2,5 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$. O potencial de ruptura do filme passivo foi mantido no mesmo patamar (228 mV) e uma região passiva foi observada como na amostra antes deste tratamento. Esta região onde o material se tornou menos susceptível à corrosão está compreendida em uma faixa de potenciais que vai de -103 mV até 228 mV. A amostra tratada em 5 keV, 420 °C também apresentou redução de cerca de dez vezes nos valores da densidade da corrente de corrosão quando comparada à amostra não implantada.

Tabela B – Desgaste das amostras antes e depois dos tratamentos.

Amostra	Volume perdido (mm^3)
Padrão	258,9
Tratada 2,5 keV, 540 °C	277,2
Tratada 5 keV, 420 °C	215,2
Tratada 5 keV, 690 °C	229,2

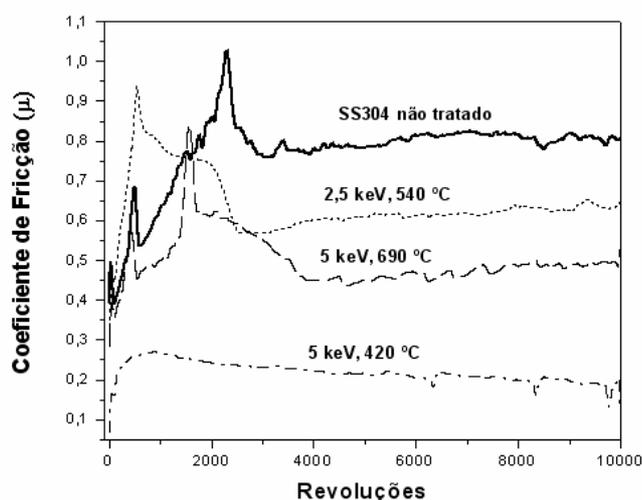


Figura 3 – Comparação entre os coeficientes de fricção.

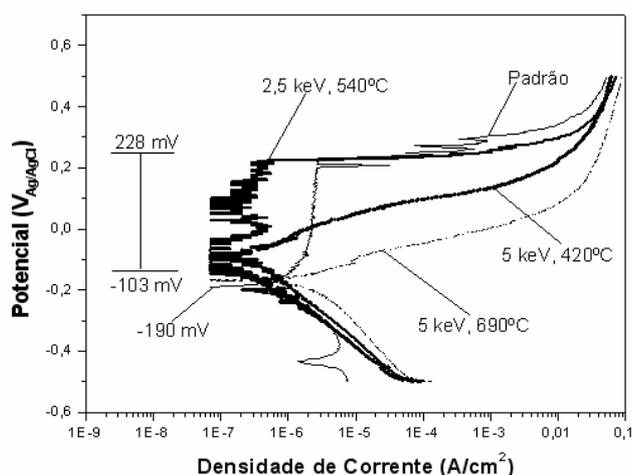


Figura 4 – Curvas de polarização do aço inoxidável 304 antes e depois do 3IP.

Este melhor desempenho do material frente ao processo corrosivo pode ser atribuído à modificação da estrutura destas superfícies provocada pela passagem dos íons durante o processo de implantação. Como o vácuo não é perfeito este efeito pode ser devido também a formação de uma maior quantidade de óxido na superfície tratada, o que ocasionou um maior desgaste da peça e a menor redução no coeficiente de fricção do aço tratado com energia mais baixa (2,5 keV).

4. CONCLUSÃO

A técnica de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio empregando baixas energias, realizada para melhorar as propriedades superficiais do SS304 se mostrou eficiente por promover o aumento na resistência à corrosão. Mesmo com a redução no valor da dureza, houve também melhoria nas propriedades tribológicas deste aço. Os melhores resultados foram obtidos no tratamento realizado em 5 keV na temperatura de 420 °C, pois depois dele foi observada uma combinação da maior resistência ao desgaste e à corrosão que era o objetivo deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos à CAPES pelas bolsas de pós-graduação e também ao apoio recebido da FAPESP e do MCT.

REFERÊNCIAS

1. TIAN, X.B.; ZENG, Z.M.; ZHANG, T.; TANG, B.Y.; CHU, P.K., *Thin Solid Films* 366 (2000) 150-154.
2. KOSTOV, K.G.; UEDA, M.; LEPIENSKY, M.; SOARES JR, P.C.; GOMES, G.F.; SILVA, M.M.; REUTHER, H., *Surface & Coatings Technology* 186 (2004) 204-208.
3. TIAN, X.; CHU, P.K., *J. Vac. Sci. Technol. A* 19 (2001) 1008-1012.
4. WALTER, K.C.; DODD, R.A.; CONRAD, J.R., *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B* 106 (1995) 522-526.
5. RICHTER, E.; GÜNZEL, R.; PARASACANDOLA, S.; TELBIZOVA, T.; KRUIZE, O.; MÖLLER, W., *Surface & Coatings Technology* 128-129 (2000) 21-27.
6. ANDERS, A.; PELLETIER, J., *IEEE Transactions on Plasma Science (Special Issue on Ion Sources)* 33 (2005).
7. ROSSI, J.O.; BARROSO, J.J.; UEDA, M.; SILVA, G., *IEEE Transactions on Plasma Science* 34 (2006) 5.
8. CHANG, G.S.; SON, J.H.; KIM, S.H.; CHAE, K.H.; WANG, C.N.; MENTHE, E.; RIE, K.T.; LEE, Y.P., *Surface & Coatings Technology* 112 (1999) 291-294.