

CARBONITRETAÇÃO POR PLASMA DA LIGA Ti6Al4V SUBMETIDAS A PRÉ-TRATAMENTOS SUPERFICIAIS DE “SHOT PEENING” E JATEAMENTO

N.J. Comunello¹; T.R. da Rosa²; L.C. Fontana^{2*}

¹ EMBRAER S.A., 12227-901, São José dos Campos, SP

² Universidade do Estado de Santa Catarina, 89223-100, Joinville, SC

Recebido: 26 de julho, 2005; Revisado: 15 de março, 2007

Palavras-chave: carbonitretação, plasma, titânio, TiAlN.

RESUMO

Neste trabalho estuda-se o tratamento superficial de carbonitretação por plasma de amostras da liga Ti6Al4V com três diferentes topografias de superfície produzidas pelos processos de polimento, shot peening e jateamento. A carbonitretação é feita em plasma com atmosfera composta de N₂+Ar+C(g). A introdução, na atmosfera do plasma, do gás argônio e átomos de carbono, pulverizados de um alvo de grafite, permite a formação de camadas superficiais compostas por fases de carbonetos e carbonitretos de titânio, além de promover mudanças microestruturais na superfície das amostras. As amostras foram carbonitretadas em temperatura de 650°C, durante cinco horas, inicialmente em atmosfera de N₂/Ar (70%N₂ + 30%Ar). A geração do carbono gasoso, na atmosfera do plasma, foi feita pelo bombardeamento iônico de um alvo de grafite estrategicamente localizado no interior da câmara de descargas. Os resultados indicam que há formação de uma camada mais espessa de TiN e carbonitretos na amostra jateada, porém com uma topografia muito irregular. Na amostra que sofreu shot peening verifica-se que, embora tendo uma camada menor, a topografia apresenta-se mais regular, sendo observado o mesmo na amostra polida.

ABSTRACT

In this work, the influence of different types of superficial treatment such as polishing, shot peening and sand blasting of Ti6Al4V samples before plasma carbonitriding was studied. The introduction of Argon gas and sputtered carbon atoms from graphite target in the working plasma atmosphere [N₂-Ar-C(g)] can lead to creation of desired nitride, carbide and nitrocarbide phases on the surface and in the sub-surface regions of titanium alloy samples and can promote changes in the microstructure. That is why, samples were carbonitrided in N₂/Ar (70%N₂ + 30%Ar) plasma at temperature of 650°C, during five hours. The carbon C(g) atoms were generated in the graphite hollow cathode, where occurs sputtering of carbon atoms, during the ion nitriding processes. The results indicate that there is formation of a thicker layer of TiN and carbonitrides in the sand blasted sample, however with irregular topography. The shot

peened and polished samples have smoother surface, while the nitride and carbonitride layer is smaller.

1. INTRODUÇÃO

O Titânio e suas ligas possuem várias propriedades que as habilitam para serem usadas em muitas aplicações industriais. Algumas de suas vantagens são: excelente resistência à corrosão e à erosão, baixa densidade, a qual fornece uma elevada razão de E/m (módulo de elasticidade/massa), permitindo estruturas mais leves e mais fortes; capacidade de trabalho em altas temperaturas e, em alguns casos, propriedades criogênicas. Entretanto, elas têm algumas limitações que reduzem o seu espectro de aplicações, especialmente aquelas que requerem boas propriedades tribológicas (por exemplo, aplicações de engenharia como engrenagens e rolamentos). Este problema pode ser superado utilizando tecnologias de melhoramento superficial como diferentes tratamentos térmicos, revestimentos e tratamentos termoquímicos [1-5]. Em diferentes contribuições, já se demonstrou que o tratamento de nitretação pode aumentar a dureza superficial e/ou propriedades tribológicas [7-9]. No presente trabalho estuda-se a formação de uma camada de nitretos e carbonitretos através de um tratamento de carbonitretação iônica. Para tal, utilizou-se uma câmara de nitretação por plasma com catodo oco de grafite e, como gás de trabalho, o nitrogênio e o argônio. Muitos trabalhos usam o gás CH₄ para fazer carbonitretação por plasma [9,10], onde ocorre a dissociação dessa molécula liberando carbono hidrogênio para a atmosfera do plasma. Entretanto, o hidrogênio, quando aprisionado na microestrutura do Ti, torna este metal muito frágil. Para evitar a presença do hidrogênio na atmosfera nitretante, usou-se neste trabalho, um alvo de grafite do qual se produz pulverização de átomos de carbono por descarga de catodo oco, não sendo mais necessário o uso de CH₄.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram preparadas nove amostras divididas em três grupos com três diferentes tipos de acabamento superficial: Polimento, Shot Peening e Jateamento. As amostras foram inicialmente torneadas a partir de uma barra cilíndrica de Ti6Al4V (comercial) nas dimensões que aparecem na Figura 1, com tolerância de ± 0,05 mm.

* fontana@joinville.udesc.br

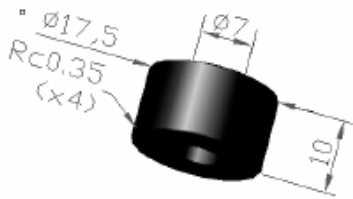


Figura 1 - Geometria das amostras: espessura da parede=5,25mm; Φ externo=17,50mm; Φ interno=7,00mm; Altura L= 10,00 mm; Arredondamento dos cantos Rc= 0,35 mm.

O passo seguinte foi retirar as marcas do torneamento com lixas de granulação entre 150 a 600. Após esta etapa as amostras foram polidas com pasta de micro-esferas de diamante de 6,0 μm . Dividiu-se então as amostras em três grupos: *Polidas*, *Jateadas* e *Shot Peening*.

As amostras *Polidas* foram preparadas com pasta de micro-esferas de diamante de 3,0 μm . As amostras *Jateadas* foram preparadas por jateamento convencional com micro-esferas de vidro nas seguintes condições: Pressão entre 4,0 e 5,5 atmosferas (60 a 80 psi); micro esferas de vidro tipo AD (105 a 210 μm de diâmetro); esfericidade 80%. As amostras tratadas com *Shot Peening* foram submetidas seis vezes ao processo em uma máquina da marca Blastibras: Shoot Peening modelo CMV nas seguintes condições: avanço: 3000 mm/min; passo: 12mm; pressão: 70 psi; vazão: 3,0 Kgf/min; esferas de aço S230 com diâmetro de 0,58 mm.

Antes da carbonitreção por plasma, as amostras são lavadas em percloroetileno sob ultrassom durante aproximadamente 15 minutos.

Na carbonitreção utilizou-se um porta-amostras que consiste de dois discos de grafite sobrepostos que atuam como fonte de átomos de carbono gerados pelo efeito de catodo oco [11]. A geração de C(g) é feita pela pulverização de carbono do alvo de grafite devido ao bombardeamento de íons formados no plasma de N_2/Ar , resultando em uma atmosfera que consiste de uma mistura $\text{N}_2/\text{Ar}/\text{C}(\text{g})$.

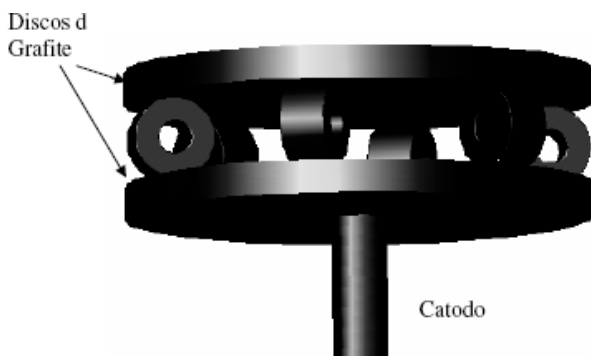


Figura 2 - Ilustração do porta-amostras tipo catodo oco.

As amostras são posicionadas entre estes discos de grafite, conforme a figura 2. Estas foram carbonitretadas em catodo oco de grafite a uma temperatura de 650°C (+/-10°C), durante cinco horas, com mistura gasosa de N_2+Ar (70% N_2 + 30% Ar); pressão do gás de trabalho 3,2 (+/- 0,6) $\times 10^2$ Pa e corrente da descarga 0,55 (+/- 0,05) A.

Para as análises de microestrutura as amostras foram cortadas, em uma seção perpendicular à superfície tratada, com disco diamantado, sob refrigeração. Após o embutimento em baquelite, cada amostra foi lixada (lixas grana. 400 e 600) e polida com alumina 1,0 μm e em pasta diamantada 1,0 μm . Em seguida foi feito um ataque com reagente composto pela mistura de 5% HNO_3 , 5% HF e água [6] durante 12 segundos.

As amostras carbonitretadas foram caracterizadas por medidas de microdureza Vickers, difratometria de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na figura 3 são mostradas micrografias da topografia superficial de amostras de Ti6Al4V antes da carbonitreção nas condições *polida*, *jateada* e com tratamento de *Shot Peening*. Na Figura 4 apresentam-se as micrografias de amostras Ti6Al4V após o tratamento de carbonitreção por plasma, realizado em temperatura de 650°C, durante cinco horas, em atmosfera de $\text{N}_2/\text{Ar}/\text{C}(\text{g})$. Observa-se que há a formação de uma camada de compostos mais espessa na amostra jateada, porém com uma topografia muito irregular. Na amostra com pré-tratamento de shot peening verifica-se que, embora tendo uma camada menos espessa (tabela 1), a topografia apresenta-se mais regular, sendo o mesmo observado na amostra polida.

Tabela 1 - Espessura das camadas de compostos.

Acabamento	Espessura (μm)	Desvio Padrão (μm)
Polida	0,74	0,11
Jateada	1,19	0,49
Shot Peening	0,73	0,18

Comparando-se as figuras 3 (a, b, c) com as figuras 4 (d, e, f), pode-se observar que o tratamento de carbonitreção altera a topografia superficial, como se pode notar nas medidas de rugosidade apresentadas na tabela 2.

Tabela 2 - Rugosidade superficial medida antes e depois da carbonitreção.

Acabamento	Ra (antes) [μm]	Ra (depois) [μm]	Incremento %
Polida	0,0594	0,0641	7,91
Jateada	0,7237	0,843	16,48
Shot Peening	1,1296	1,1348	0,46

Observa-se que o tratamento de carbonitreação por plasma gera um aumento na rugosidade superficial nas amostras polida e jateada enquanto que em amostras pré-tratadas via

shot peening praticamente não se observou alterações na rugosidade. Entretanto, nestas amostras, não foi mais possível observar as micro-trincas geradas no pré-tratamento.

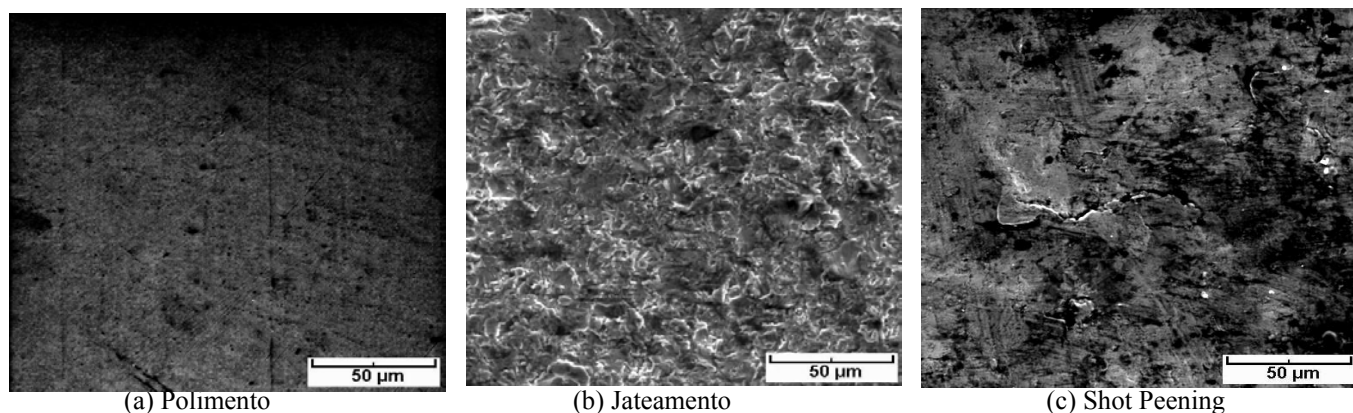


Figura 3 - Micrografias da topografia de amostras de Ti6Al4V antes da carbonitreação (MEV). É possível observar a variação na rugosidade superficial e a presença de microtrincas na amostra que foi submetida ao tratamento de Shot Peening.

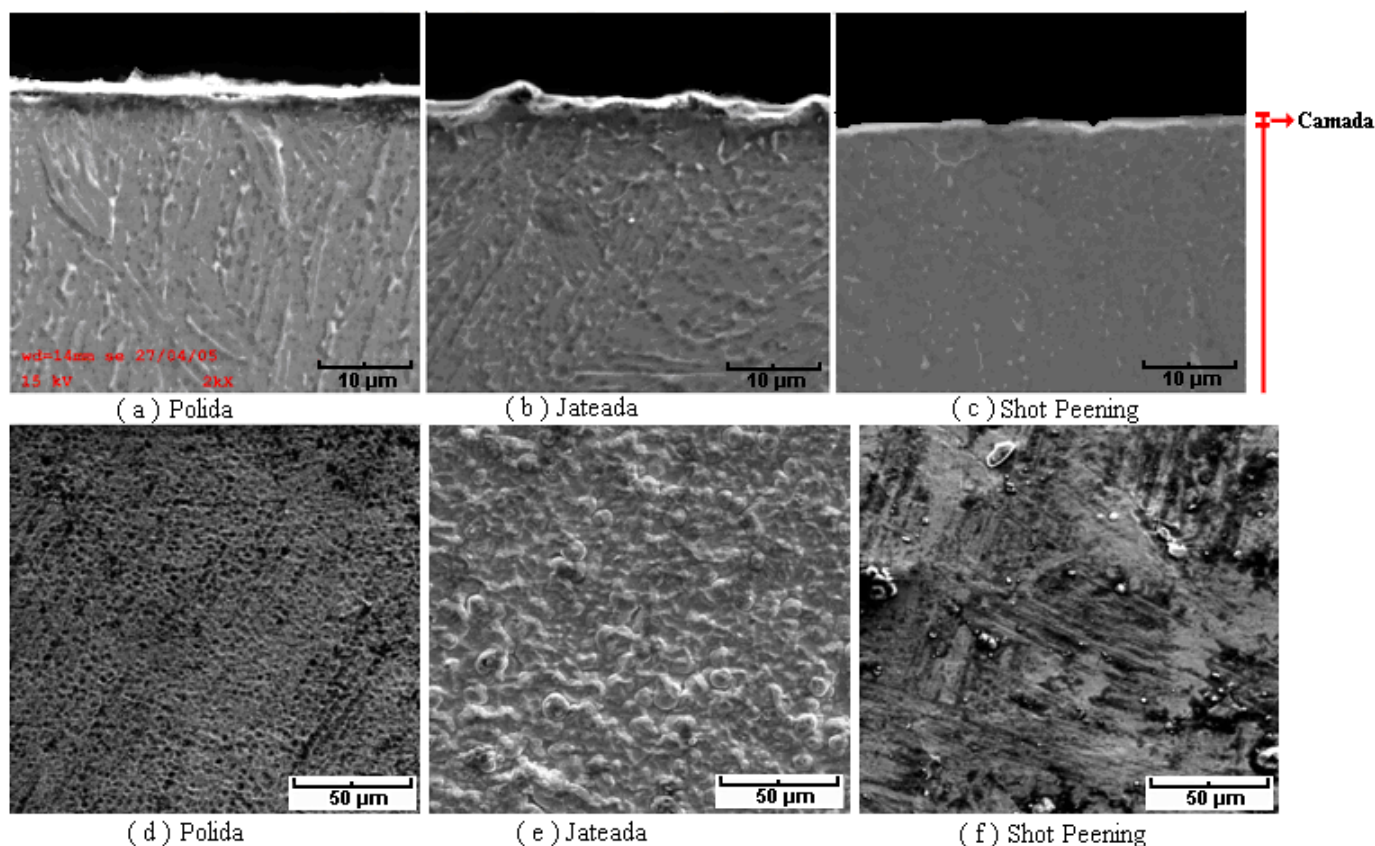


Figura 4 - Micrografias de amostras de Ti6Al4V carbonitretadas em plasma de $N_2/Ar/C(g)$ a $650^\circ C$. Apresentam-se as seções transversais de amostras polidas, jateadas e com shot peening (a, b, c) após a carbonitreação. Nas micrografias d, e, f, apresenta-se a topografia da superfície destas amostras.

Na figura 5 apresentam-se os perfis de microdureza das amostras carbonitretadas com pré-tratamentos de polimento, jateamento e shot peening, cujas micrografias são mostradas nas figuras 4 (a, b, c). Observa-se que, próximo à superfície, obtém-se medidas de microdureza entre 700 HV e 850HV.

Os maiores valores de microdureza nesta região são de amostras polidas (850 HV), fato este que pode ser atribuído à maior espessura da camada de carbonitretos. Pode-se notar, também, que não houve mudança significativa no valor da dureza de amostras que sofreram shot peening. Uma possí-

vel explicação é que o processo shot peening induz ao aumento de dureza por encruamento superficial. Como o processo de carbonitretação foi realizado a 650°C pode ter ocorrido a recristalização da região encruada, o que diminui a dureza. Porém a formação da camada carbonitreçada pode ter elevado a microdureza nesta região para valores um pouco acima dos observados na superfície encruada. Verificou-se que, pelo fato das amostras terem sido tratadas em temperatura relativamente baixa (650°C), o valor da microdureza cai rapidamente para o valor de dureza do substrato, devido à pequena espessura das camadas de carbonitreto, conforme verificado na tabela 1. Na figura 5-b pode-se observar que os valores de microdureza na região próxima à superfície, de amostras sem carbonitretação, também são maiores que na região interna do substrato. Esse fato é atribuído ao endurecimento por encruamento da superfície devido aos pré-tratamentos de polimento, jateamento e shot peening. Na figura 6 apresentam-se os difratogramas de raios X das a-

mostras tratadas nas condições descritas acima. Observa-se a formação das fases TiN, Ti₂N e traços de carbonitreto TiC_xN_y (com x variando de 0,3 a 0,7 e y variando de 0,12 a 0,7) além de picos correspondentes ao próprio substrato, que aparecem devido à pequena espessura das camadas de compostos. É importante salientar que não aparece nenhum traço de óxido nos difratogramas de raios X das amostras tratadas. Isso indica que os átomos de carbono estão atuando de forma eficiente como redutores de óxidos durante o processo de carbonitretação. Este resultado é muito importante pois é fundamental a eliminação de óxidos da superfície da amostra para possibilitar a carbonitretação do titânio e suas ligas. Embora o tratamento a plasma seja feito em ambiente previamente evacuado até pressões da ordem de 10⁻¹Pa (10⁻³ torr), o próprio gás residual na câmara de descargas, que contém O₂ e H₂O, é suficiente para oxidar a superfície da peça e impedir a formação da camada de carbonitreto.

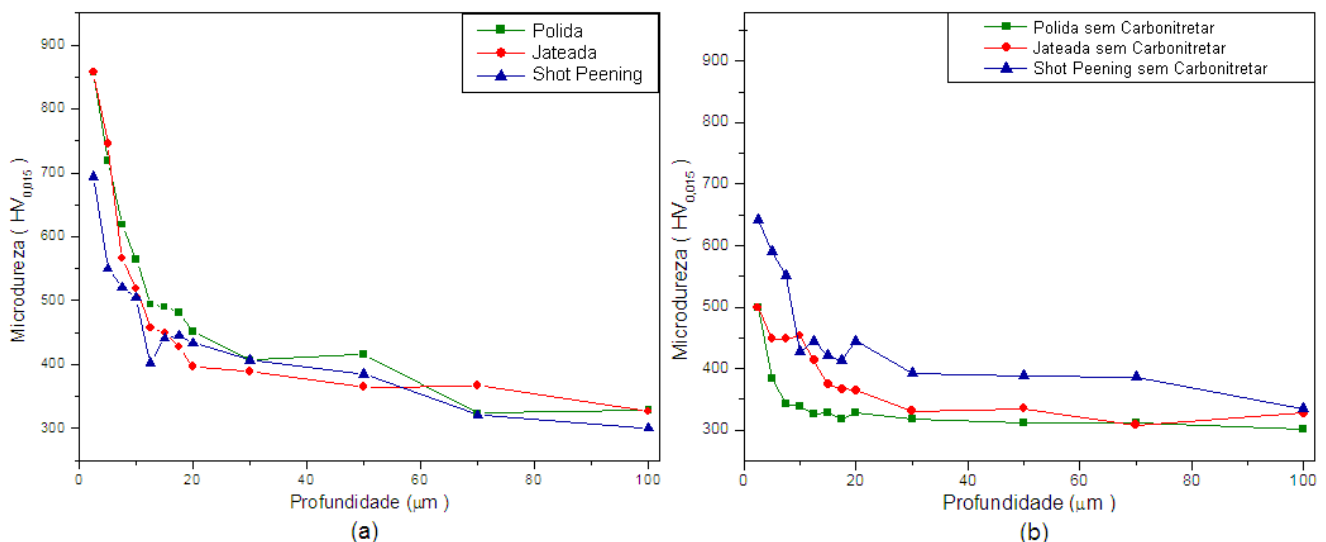


Figura 5 - (a) Perfis de microdureza de amostras Ti6Al4V carbonitreçadas por plasma a 650°C, durante cinco horas, em plasma de N₂/Ar/C(g); (b) Perfis de microdureza de amostras Ti6Al4V antes do tratamento de carbonitretação.

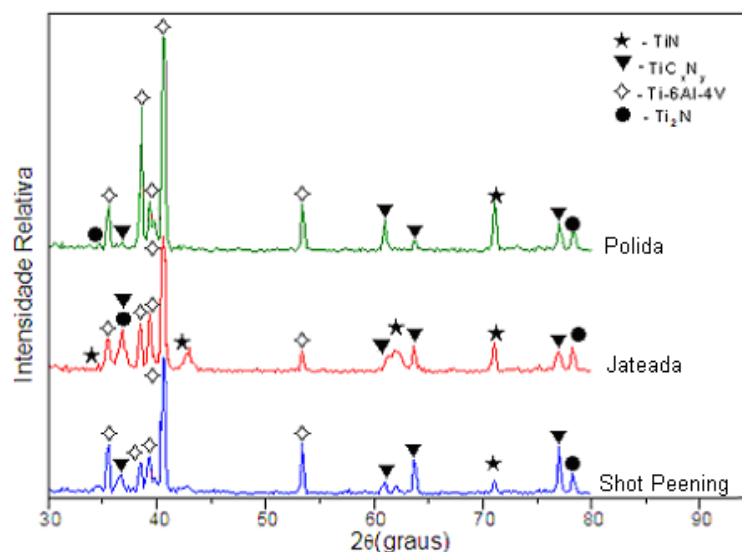


Figura 6 - Difratogramas de raios x de amostras de Ti6Al4V carbonitreçadas por plasma, com pré tratamentos de polimento, shot peening e jateamento. Observa-se a formação de fases de nitretos e de carbonitreto de titânio.

Através dos espectros de difratometria de raio X pode-se observar ainda que, na amostra com pré-tratamento de shot peening, a intensidade do pico da fase TiC_xN_y é maior que nas amostras polidas e jateadas, ou seja, esta fase é favorecida em detrimento da fase TiN, que apresenta o menor pico dentre as amostras testadas. Este resultado é importante pois mostra que o pré-tratamento da superfície pode mudar a cinética de formação das fases cristalinas das camadas de compostos, durante a carbonitreção.

CONCLUSÕES

As principais conclusões obtidas a partir deste estudo são:

- A amostra jateada tem maior espessura de camada formada que a amostra polida e com pré-tratamento.
- O processo de Shot Peening produz maior rugosidade na superfície das amostras de Ti6Al4V, em comparação ao processo de jateamento. Observa-se uma maior dureza superficial nessas amostras, o que pode ser atribuído ao maior grau de encruamento devido a esse pré-tratamento.
- Todas as amostras apresentam simultaneamente a formação de camadas compostas das fases TiN, Ti_2N e TiC_xN_y após o tratamento de carbonitreção por plasma em atmosfera de $N_2/Ar/C(g)$. Entretanto o pré-tratamento pode favorecer a formação de uma fase em detrimento de outras. Amostras que foram submetidas a um pré-tratamento de shot peening favorecem a formação da fase TiC_xN_y em detrimento da fase TiN.
- A microdureza da liga Ti6Al4V carbonitretado, em temperatura de 650°C, pode atingir valores da ordem

de 850HV na superfície e decresce gradativamente até o valor do substrato (300HV).

- Não foi observado nenhum pico de óxido nos difratogramas de raio X, o que evidencia a importante função do carbono como redutor de óxidos durante o processo de carbonitreção por plasma.

REFERÊNCIAS

1. ZHECHEVA, A.; SHA, W.; MALINOV, S.; LONG, A., *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 2192-2207.
2. LI, G.; XIA, L.F., *Thin Solid Films* 396 (2001) 16-22.
3. Fouquet, V.; PICHON, L.; DROUET, M.; STRABONI, A., *Applied Surface Science* 221 (2004) 248-258.
4. LI, Y.; QU, L.; WANG, F., *Corrosion Science* 45 (2003) 1367-1381.
5. FANG, T.; JIAN, S.; CHUU, D., *Applied Surface Science* 228 (2004) 365-372.
6. COPLIN, J.F., *Designing with Titanium*, Proceedings of the international conference organised by the Metals Technology Committee of The Institute of Metals in collaboration with Deutsche Gesellschaft für Metallkunde and the Société Française de Metallurgie and held at the University of Bristol on 7 - 9 JULY 1986 (edited by P. H. Morton), London, England, 1986, p.11.
7. BERBERICH, F.; MATZ, W.; KREISSIG, U.; RICHTER, E.; SCHELL, N.; MÖLLER, W., *Applied Surface Science* 179 (2001) 13-19.
8. CLARKE, I.C.; MCKELLOP, H.A.; MCGUIRE, P.; OKUDA, R.; SARMIENTO, A. *Titanium in Surgical Implants*, ASTM STP 766, 1983.
9. CHEN, K.C.; JAUNG, G.J., *Thin Solids Films* 303 (1997) 226-231.
10. EDENHOFER, B.; GRAFEN, W.; MULLER-ZILLER, J., *Surface and Coatings Technology* 142-144 (2001) 225-234.
11. SUGAWARA, M., ASAMI, T., *Surface and Coatings Technology* 74-75 (1995) 355-357.