

# INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO SUPERFICIAL DE *BALL MILLING* NA NITRETAÇÃO A PLASMA A BAIXA TEMPERATURA DE LIGAS FERROSAS

**Bolsista: Fernando Graniero Echeverrigaray - PIBIC/CNPq**

**Orientador: Prof. Dr. Israel J. R. Baumvol**

**Co-orientador: Prof. Dr. Carlos A. Figueroa**

A modificação da superfície por plasma de ligas ferrosas é uma área importante do processamento material que aponta melhorar as propriedades de superfície tais como a dureza, a resistência ao desgaste, a biocompatibilidade e a resistência de corrosão. Pré-tratamentos de superfície são usados geralmente antes da nitretação a plasma de ligas ferrosas. A modificação estrutural que ocorre durante estes pré-tratamentos modifica profundamente as propriedades da superfície do material. O tratamento superficial conhecido como *Surface Mechanical Attrition Treatment* (SMAT) é definido como um tratamento macroscópico e envolve processos tais como o *shot peening*, *sandblasting* e *ball milling*. Embora muitos estudos sejam dedicados à influência do *shot peening* ou *ball milling* na nitretação de ligas ferrosas, o assunto não é compreendido inteiramente. Daí a necessidade de fazer uma exploração inicial, visando a modificação estrutural das propriedades da superfície do material usado nas indústrias metal-mecânicas.

## Objetivo

Promover um estudo comparativo entre a nitretação a plasma do aço inoxidável de AISI 316 a baixas temperaturas (300 C) com e sem o pré-tratamento superficial de *ball milling*, focando sobre seus efeitos na modificação da superfície, na dureza e na morfologia e espessura da camada nitretada.

## Fundamentação Teórica

### Nitretação a Plasma

O plasma é constituído por um gás, parcialmente ionizado, contendo íons e elétrons em equilíbrio dinâmico, sendo que o sistema mantém a neutralidade globalmente. Os íons são acelerados na direção do material devido à aplicação de um campo elétrico negativo nas peças a serem tratadas. Após implantação, estes íons neutralizam-se e penetram por difusão térmica no corpo do material.

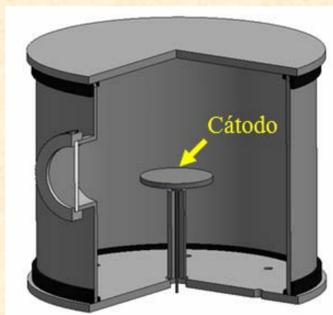


Figura 1 - Representação da câmara de vácuo utilizada para promover a nitretação a plasma.

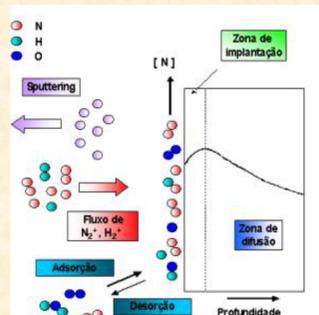
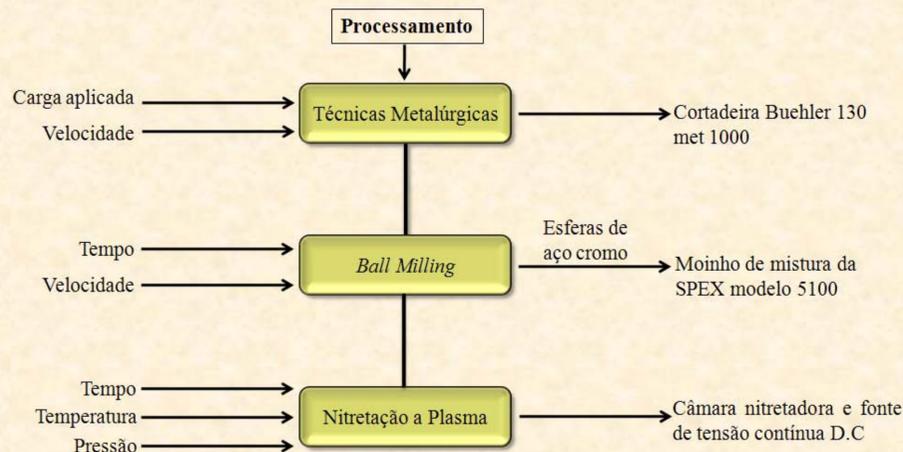


Figura 2 - Representação esquemática do processo de nitretação a plasma.

## Procedimento Experimental

O material estudado foi o aço inoxidável de AISI 316 (wt.% de C: < 0.08, Si: < 0.5, P: 0.05, S: 0.03, manganês: 1.6, Mo: 2.1, Ni: 12.0, Cr: 17.0, e Fe: contrapeso). O processo de pré-tratamento de *ball milling* mecânico foi realizado usando um moinho do misturador SPEX, as amostras foram bombardeadas com trinta esferas de aço cromo com 0,15 cm de diâmetro cada em um tubo de ensaio cilíndrico de comprimento 2.1 cm x largura 1.1 cm de aço inoxidável no diâmetro, aceleradas com velocidades controladas.



As experiências da nitretação, foram executadas em uma câmara com 28 cm de diâmetro com fonte de tensão contínua D.C para a nitretação a plasma. O fluxo de N<sub>2</sub> foi ajustado, mantendo uma pressão de 3 mbar.

As amostras foram caracterizadas pela Difração de Raio X (Shimadzu XRD-6000), que teve o intuito de identificar as fases próximas a camada da superfície e pelas imagens do Microscópio Eletrônico de Varredura (Shimadzu SSX-550), que possibilitou uma medida direta da espessura da camada nitretada. Para as imagens de MEV, a seção transversal das camadas nitretadas foi revelada atacando as amostras na temperatura ambiente com solução de Marble (sulfato de cobre de 10 g em 100 ml do ácido clorídrico de 6 M).

A dureza foi caracterizada pelo Nanodurômetro (NanoTest-300) e foi obtida usando uma ponta de diamante de Berkovich nas profundidades que variam entre 50 e 1800 nanômetro.

Tabela 1 - Parâmetros usados no processo de nitretação a plasma.

Série	Amostra (SPMec)	P <sub>Base</sub> (mbar)	P <sub>TN</sub> * (mbar)	T <sub>r</sub> (°C)	T <sub>t</sub> (°C)	I (mA)	V (V)	Tempo** (min)
1	0h	-	-	-	-	-	-	-
	1h	-	-	-	-	-	-	-
	2h	-	-	-	-	-	-	-
	4h	-	-	-	-	-	-	-
2	0h	4,0 x 10 <sup>-2</sup>	3	18	300	125	-662	16
	1h	-	-	-	-	-	-	-
	2h	-	-	-	-	-	-	-
	4h	-	-	-	-	-	-	-

\* Pressão de trabalho do processo de nitretação.

\*\* Tempo necessário para a temperatura atingir 300 C por tratamento a plasma.

## Resultados e Discussões

Na Figura 3 foram analisados diversos testes padrões de DRX, as amostras pré-tratadas pelo atrito mecânico não nitretadas são observadas em (A). O atrito mecânico formou um novo pico em 44,5 graus, este foi identificado como a fase martensítica (α'). Certamente, a transformação da martensita pode ser atribuída às interseções iguais no regime plástico severo da deformação em consequência da baixa energia do aço inoxidável austenítico. Além disso, nota-se que os picos da difração estão claramente mais alargados devido ao pré-tratamento, indicando o refinamento de grão na camada superficial. Em (B) são observados os diferentes os comportamentos da fase martensítica. A fase da austenita expandida diminui, enquanto as fases ε-Fe<sub>2,3</sub>N e α-Fe(N) aumentam. Aqui, as fases nitretadas dependem fortemente do tempo do pré-tratamento de atrito mecânico.

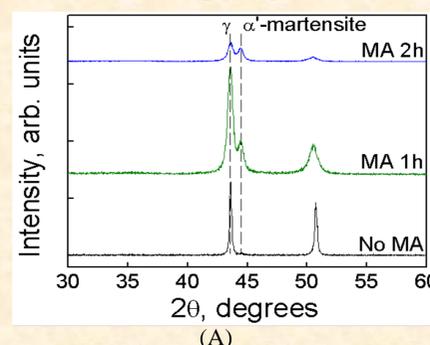


Figura 3 - Testes padrões de DRX em amostras pré-tratadas pelo atrito mecânico em tempos diferentes (A) não nitretadas e (B) nitretadas.

Na Figura 4, pode-se observar em (A) que a espessura foi medida diretamente pelas imagens de MEV e (B) o gráfico mostra que ao aumentarmos o tempo do pré-tratamento, a espessura da camada nitretada diminuiu. Este fenômeno pode estar associado à oxidação da superfície do aço durante o atrito mecânico, conduzindo uma menor difusão de N<sub>2</sub> na superfície da liga.

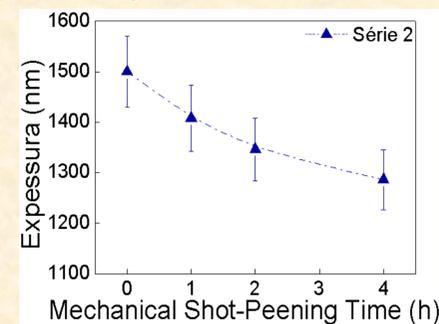
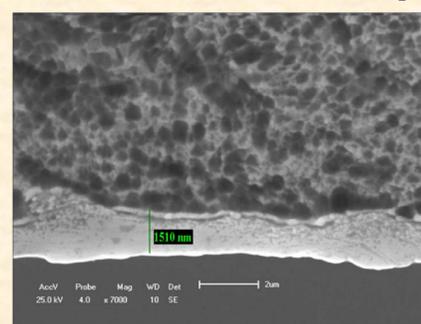


Figura 4 - (A) Imagem do Microscópio Eletrônico de Varredura e (B) influência do tempo de pré-tratamento na espessura de camada nitretada.

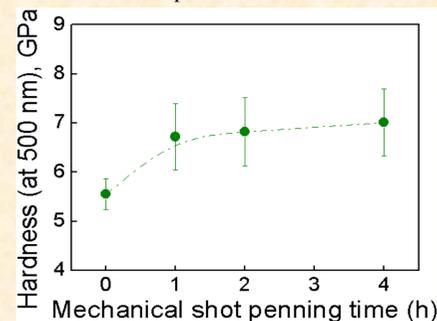


Figura 5 - Influência do tempo de pré-tratamento na dureza superficial do AISI 316.

## Conclusões

Os resultados comprovam o benefício da nitretação a plasma mesmo a baixa temperatura no AISI 316, através destes concluímos que o tempo do pré-tratamento de atrito mecânico influenciou diretamente na espessura e nas fases da camada nitretada. As amostras que sofreram o SMAT tiveram menor difusão do nitrogênio quando comparadas as amostras sem pré-tratamento, isto devido à oxidação da superfície. O aumento da dureza com a queda da espessura se deve a um efeito de estresse compressivo incorporado pelo bombardeamento das esferas de aço cromo.

## Referências Bibliográficas

- [1] Y.T. Pei, D. Galvan, J.Th.M. De Hosson, A. Cavaleiro, Surf. Coat. Technol. 198, 44 (2005).
- [2] G. Abrasonis, J. P. Rivière, Templier C, Muzard S, L. Pranevičius, Surf. Coat. Technol. 196, 279 (2005).
- [3] K. Lu, J. Lu, J. Mater. Sci. Technol. 15, 193 (1999).
- [4] E. A. Ochoa, C. A. Figueroa, T. Czerwicz, F. Alvarez, Appl. Phys. Lett. 88, 254109 (2006).
- [5] C. A. Figueroa, D. Wisnivesky, P. Hammer, R.G. Lacerda, R. Droppa Jr., F.C. Marques, F. Alvarez, Surf. Coat. Technol. 146-147, 405 (2001).

Contato E-mail: fgecheve@gmail.com  
 LESTT: (54) 32182100 Ramal 2019