



DEPOSIÇÃO DE FILMES COMPÓSITOS POR GAIOLA CATÓDICA EM AÇO AISI 4340.

João Freire de M. Neto¹, Luciano L. Fernandes¹, Maxwell S. Libório¹, Nialison L. Baracho¹, Rômulo R. M. De Souza², Rubens M. De Souza¹, Thercio H. Costa¹.

1 - Departamento de Engenharia de Mecânica, Universidade do Rio Grande do Norte, (UFRN), Rio Grande do Norte, CEP 59091-130, RN, nialison159@hotmail.com.

2 - Departamento de Engenharia de Mecânica, Universidade Federal do Piauí (UFPI), Piauí, PI.

RESUMO

Para a produção de componentes como virabrequins e perfuratrizes, o aço SAE 4340 é um material que possui alta resistência ao desgaste e à corrosão. No presente trabalho foi realizada deposição a plasma por gaiola catódica (CCPD) com o intuito de otimizar essas propriedades. Três amostras de aço SAE 4340 foram tratadas em temperaturas diferentes de 300°C, 350°C e 400°C, com deposição de filmes compósitos de dióxido de titânio (TiO₂), pentóxido de nióbio (Nb₂O₅) e grafite (C) em uma atmosfera de nitrogênio e hidrogênio. Foram realizadas análises para observar a variação da dureza, a resistência ao desgaste, a morfologia do filme depositado, pino sobre disco, e difração de raios X (DRX).

Palavras-chave: Aço SAE 4340, deposição a plasma, gaiola catódica.

INTRODUÇÃO

Atualmente, a busca por soluções técnicas em revestimento de superfícies de aços para melhorar suas aplicações tribológicas na indústria, requer o desenvolvimento de materiais multifuncionais que atendam esses requisitos. Filme fino do tipo multicamada para revestir superfícies vem sendo um atrativo estudo para muitos pesquisadores (1) (2) (3), e podendo ainda ser feito um processo mais eficaz com uma única camada composta.

Para Alves et al (2006), a técnica de nitretação por plasma em gaiola catódica, é derivada de nitretação do plasma de tela ativa (ASPN), onde sob uma gaiola as amostras são colocadas, permanecendo flutuantes potencialmente em um substrato isolante.(4)

De acordo com Gallo e Dong, (2009) e Naeem (2021), quando os bombardeios intensos de íons causam defeitos na superfície, as amostras não são submetidas a esses defeitos, sendo assim o plasma atua somente na parede da gaiola catódica. Essa técnica relaciona ao desprendimento dos átomos da gaiola e a deposição por meio da condutividade direcional da superfície das amostras, referindo-se a uma deposição a plasma em gaiola catódica.(5) (6)

Costa et al. (2021) utilizaram uma gaiola catódica fabricada em liga Hastelloy C-276 para a deposição de filmes em substratos de aço inoxidável AISI 304 e aço ferramenta AISI D6, os autores relataram um aumento da resistência dos aços à corrosão. Barbosa et al. (2019) depositaram com sucesso filmes de nitreto de titânio (TiN) através da técnica de deposição a plasma em gaiola catódica (CCPD) em amostras de aço ferramenta AISI D6 e relataram um aumento significativo na dureza superficial e resistência à corrosão. (6)

A CCPD modificado é uma técnica na qual é usada uma gaiola como suporte para cilindros de pós compósitos. O processo se dá de tal forma que um pó composto é inserido em pequenos cilindros distribuídos uniformemente formando uma superfície sobre um cilindro maior (gaiola), as partículas ionizadas bombardeiam as paredes internas dos pequenos cilindros pó compactado, onde o material se desprende e é então depositado sobre a superfície do substrato que se localiza no interior da gaiola (1).

A utilização de óxidos torna o processo com menor custo, uma vez que são de maior facilidade de obtenção. A utilização de uma atmosfera de hidrogênio favorece a redução dos óxidos, promovendo a deposição de suas formas metálicas.

Então, no presente estudo investigou-se as propriedades do Aço AISI 4340 antes e pós-tratamento, com a deposição de filmes de $\text{MoS}_2/\text{TiO}_2+\text{Nb}_2\text{O}_5+\text{C}$ por plasma.

O filme de MoS_2 é bastante usado como lubrificação sólida, devido à sua estrutura hexagonal com fraca força de Van de Waals entre os planos cristalinos adjacentes, fazendo com que aumente a resistência ao desgaste e melhore o desempenho mecânico da peça tratada.

No pó composto, o dióxido de titânio (TiO_2), tem se apresentado com relevância em inúmeras aplicações devido as suas propriedades como, baixa toxicidade, boa estabilidade química, apresenta grande atividade catalítica e alta eficiência na conversão fotoelétrica. Propriedades essas que estão relacionadas com as fases estruturais (Anatase, Rutilo e Broquita) e a quantidade encontrada na camada de óxido (FISCHER et al., 2017). Já o pentóxido de nióbio é termodinamicamente e quimicamente estável, possuindo excelentes propriedades ricas na variedade de polimorfos com diferentes configurações estruturais oriundas de grupos octaédricos do NbO_6 .

MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 DETALHES EXPERIMENTAIS

Três amostras foram nomeadas respectivamente em 300H32, 350H32, e 400H32 uma não tratada (NT). Em um sistema de alta tensão com parâmetros máximos de 1500 V e 2 A em uma

câmara de vácuo. Na Figura 1 podemos observar a representação esquemática do processo de deposição por gaiola catódica, na parte de cima da gaiola podemos ver que existem orifícios.

Neste local é fixado cilindros dos materiais que serão depositados, os cilindros são misturas de Bisulfeto de molibdenio e um pó composto por; Dióxido de titânio, Pentóxido de nióbio e grafite.

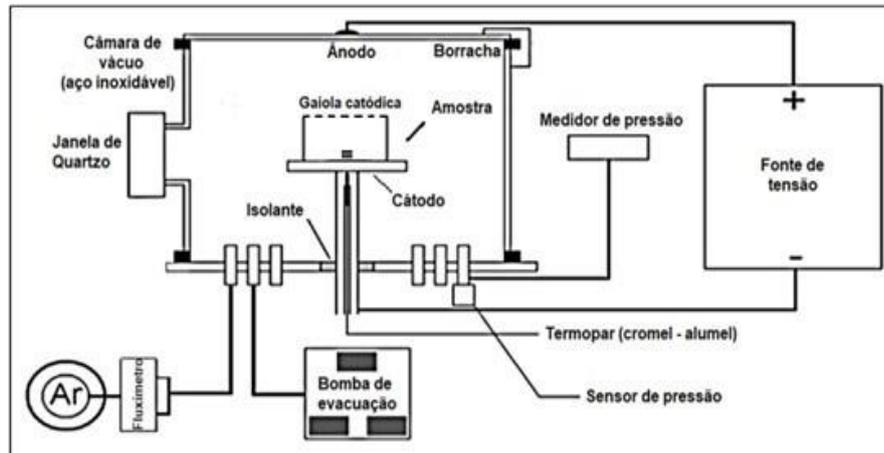


Figura 1- Esquema de representação da deposição por plasma com a técnica de gaiola catódica.

Foi realizado os tratamentos de cada amostra respectivamente à 0,21 A, 0,27 A, e 0,32 A, conforme tabela 1. Antes de cada tratamento as amostras foram submetidas a um pré-sputtering durante 30 min na temperatura de 300°C usando uma atmosfera de 50% de hidrogênio e 50% argônio a um fluxo de gás de 8 sccm para cada gás.

Tabela 1-Parâmetros de tratamento

Amostras	Temperatura °C	Tensão V	Corrente A
NT	-	-	-
300H32	300	720	0,21
350H32	350	800	0,27
400H32	400	801	0,32

Em sequência, cada amostra foi tratada durante o período de 4 horas, sendo os tratamentos realizados nas respectivas temperaturas de 300°C, 350°C e 400° para cada amostra distinta.

Após a deposição de MoS₂/TiO₂+Nb₂O₅+C as amostras foram deixadas para resfriar ao fluxo 8 scm de argônio dentro do reator ainda no vácuo por aproximadamente uma hora.

2.2 ANÁLISES

Realizou-se testes de microdureza para obtenção da dureza vickers, o período de endentação foi de 15s utilizando uma carga de 0,49 N na amostra não tratada e nas tratadas a

300°C, 350°C. E uma carga de 0,98 N na amostratratada a 400°C, pois nessa amostra com a carga de 0,49N não foi possível ver a endentação do teste.

O ensaio de desgaste foi feito pelo processo de pino sobre disco com os seguintes parâmetros: 50 N, 20 min, diâmetro da pista de desgaste 10 mm, diâmetro do pino 3 mm e 60 RPM.

E por fim, foi realizado a difração de raios X (DRX), para determinar as fases encontradas na superfície.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. MICRODUREZA

Na figura 2, observa-se a dureza variando conforme a temperatura de tratamento, onde a média de valores são encontrados em vickers (HV).

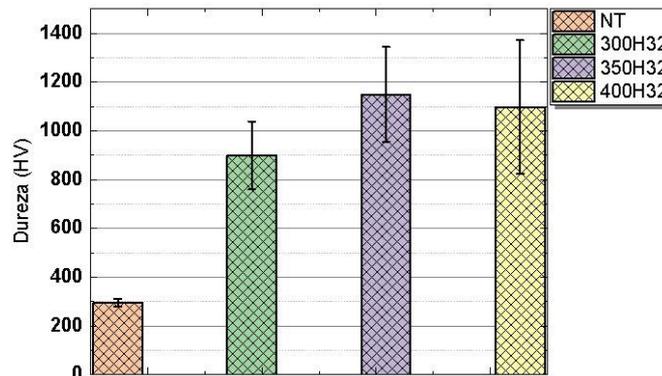


Figura 2-Microdureza Vickers

Houve um maior ganho de dureza para a amostra 350H32, obtendo uma dureza até três vezes maior que a amostra não tratada, e para a amostra 400H32 apresentou-se um maior desvio padrão, indicando uma má uniformidade da deposição para temperatura mais altas.

3.2 . DESGASTE

Nos ensaios de pino sobre disco, a amostra e o pino sofrem desgaste, segue as diferenças (em grama) da perda de massa de cada amostra, figura 3.

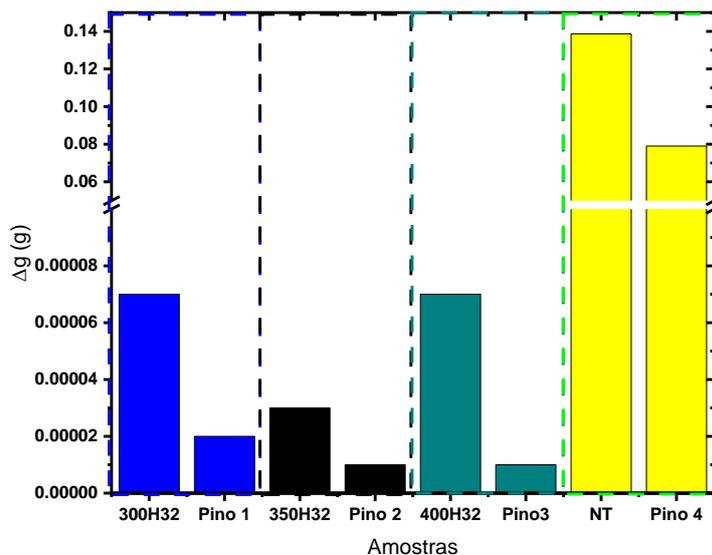


Figura 3 - perda de massa das amostras submetidas a ensaio tribológico

Para as amostras tratadas, a perda de massa foi insignificante, já a não tratada se retirou uma quantia considerável, indicando que o processo teve eficiência e que houve aumento na resistência ao desgaste.

3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

O DRX mostra a deposição do Dióxido de Titânio, o Bissulfeto de Molibdênio, e Carbeto de Molibdênio.

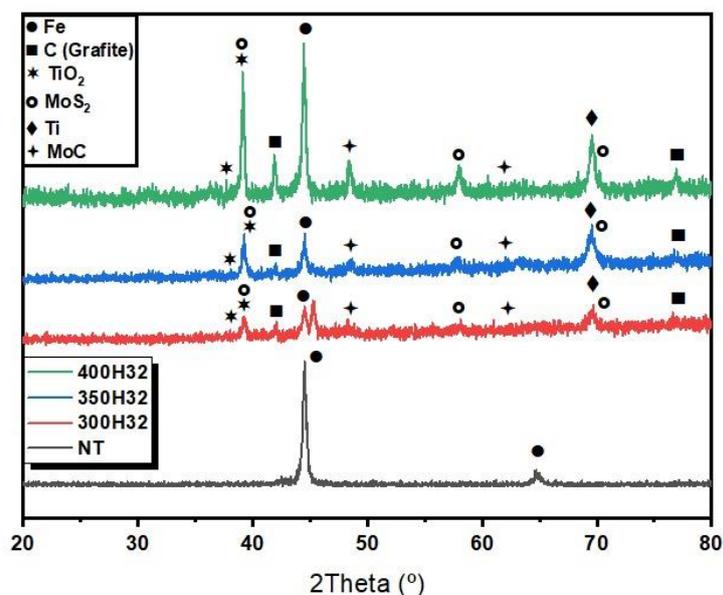


Figura 3 -Diagrama DRX

A presença do Carbeto de Molibdênio pode ser justificada pelo fato do tratamento decorrer em uma atmosfera rica em hidrogênio, o que possibilita a união do molibdênio ao carbono.

CONCLUSÕES

Os resultados de microdureza vickers apresentaram valores mais elevados em todos os tratamentos quando comparados com a amostra não tratada, principalmente para amostra 350H32.

Para o desgaste, observou-se que as amostras tratadas tiveram bons desempenhos de acordo com suas receptivas durezas, tendo uma considerável quantidade de massa desbastada na amostra não tratada, se comparada às outras.

As fases encontradas foram: Dióxido de Titânio, o Bissulfeto de Molibdênio, e Carbetto de Molibdênio.

Conclui-se com base nas análises realizadas que as amostras tratadas, apresentaram aumento significativo da dureza, assim como na resistência ao desgaste.

REFERÊNCIAS

1. de Sousa RRM, Sato PS, Viana BC, Alves Jr C, Nishimoto A, Nascente PAP. Cathodic cage plasma deposition of TiN and TiO₂ thin films on silicon substrates. *J Vac Sci Technol A Vacuum, Surfaces, Film.* 2015;33(4):41502.
2. Pinedo CE, Monteiro WA. Tratamento térmico e de nitretação sob plasma do aço inoxidável martensítico AISI 420. *Tecnol em Metal Mater e Mineração.* 2013;8(2):86–90.
3. Machuno LGB, Lima AB, Buso RR, Abdanur RMF, Rangel EC, Gelamo RV. Desenvolvimento e avaliação de uma fonte DC de alta tensão para utilização em sistema de deposição de filmes finos por pulverização catódica. *Matéria (Rio Janeiro).* 2016;21:492–500.
4. Alves Jr C, De Araújo FO, Ribeiro KJB, Da Costa JAP, Sousa RRM de, De Sousa RS. Use of cathodic cage in plasma nitriding. *Surf Coatings Technol.* 2006;201(6):2450–4.
5. Gallo SC, Dong H. On the fundamental mechanisms of active screen plasma nitriding. *Vacuum.* 2009;84(2):321–5.
6. Costa E da S, Sousa RRM de, Monção RM, Libório MS, Costa TH de C. Nitretação e deposição por plasma em ferramentas de aços AISI M2 e D2 utilizadas na conformação e estampagem de pregos: um estudo de viabilidade. *Matéria (Rio Janeiro).* 2021;26.

DEPOSITION OF COMPOSITE FILMS BY CATHODIC CAGE IN AISI 4340 STEEL.

ABSTRACT

For the production of components such as crankshafts and drills, SAE 4340 steel is a material that has high resistance to wear and corrosion. In the present work, cathodic cage plasma deposition (CCPD) was carried out in order to optimize these properties. Three samples of SAE 4340 steel were treated at different temperatures of 300°C, 350°C and 400°C, with deposition of composite films of titanium dioxide (TiO₂), niobium pentoxide (Nb₂O₅) and graphite (C) in an atmosphere of nitrogen and hydrogen. Analyzes were performed to observe the variation in hardness, wear resistance, deposited film morphology, pin on disk, and X-ray diffraction (XRD).

Keywords: SAE 4340 steel, plasma deposition, cathodic cage.