

Processo acelerado de nitretação a plasma em aços pela modificação estrutural inicial da superfície do material mediante bombardeamento com Xenônio, Fernando Alvarez, Érika Ochoa e Carlos Alejandro Figueroa, Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI), **04.07.05, às 11:58 horas, protocolo nº PI0502670-9**

Relatório Técnico

Autores: Fernando Alvarez, Érika A. Ochoa, e Carlos Alejandro Figuero, Contacto: Alvarez@ifi.unicamp.br

Fone: 55 19 3788 5372

1. INTRODUÇÃO:

A nitretação é um procedimento usado para o tratamento e modificação de superfícies metálicas, aumentando sua dureza, resistência à corrosão, fadiga, desgaste e diminuindo o atrito pela incorporação de átomos de nitrogênio na estrutura do material. Dados experimentais mostram que a dureza é basicamente proporcional ao conteúdo de nitrogênio.

3. ESTADO DA TÉCNICA.

A nitretação a plasma é realizada a temperaturas relativamente baixas (~550 °C) e representa uma nova alternativa aos processos convencionais que usam gás ou banho de sais fundidos, geralmente tóxicos. A técnica de plasma é limpa, segura e relativamente simples de usar, sendo cada vez mais comum em aplicações industriais envolvendo nitretação de aços inoxidáveis, aços carbono, ligas, materiais sinterizados, podendo, inclusive, ser combinada com carburização, oxidação, e à formação de filmes finos tais como nitreto de titânio. Algumas das principais aplicações são: nitretação de ferramentas de corte, peças sinteterizadas, eixos, matrizes e estampas. Algumas das vantagens do processo são:

- Incremento de vida útil das peças tratadas;
- Mínima alteração dimensional das peças;
- Boa penetração do plasma em complicadas geometrias permitindo nitretação uniforme;
- Bom controle da uniformidade da espessura e qualidade da camada nitretada;
- Redução de uso de gases;
- Processo reproduzível;
- Redução do custo de manufatura, eliminando operações de retífica e usinagem para correção de deformações estruturais;

- Eliminação da agressão ambiental uma vez que o processo de nitretação com plasma trabalha com gás H₂ e N₂, eliminando o uso de gases corrosivos, poluentes e de difícil manuseio;
- Economia de energia elétrica.

Uma vez que a técnica é um processo de difusão termoquímica apresenta o problema de empregar tempos longos para obter nitrogênio (e, portanto dureza) a profundidades razoáveis do material. O hidrogênio é usado devido à necessidade de reduzir o oxigênio residual. Os compostos formados pelo oxigênio atuam como barreira à penetração do nitrogênio.¹ Recentemente, o uso de Deutério foi apontado como um possível substituto do hidrogênio.^{2, 3}

4. DESCRIÇÃO DO INVENTO

O processo inventado baseia-se no uso do elemento **Xenônio** como projéteis. Os íons de Xenônio são acelerados e lançados contra a peça metálica (implantação) a energias baixas (50-150 eV). O exemplo apresentado aqui se refere ao tratamento de implantação de nitrogênio por feixe iônico do aço AISI 4140, mas é aplicável a outros tipos de ligas metálicas e outros processos de nitretação a plasma, como plasma pulsado. A tabela I mostra parâmetros típicos utilizados nos nossos experimentos. O emprego de Xenônio modifica a superfície do metal e produz dois efeitos. Primeiro, uma diminuição do tamanho dos grãos (vide Figure 1), e segundo, o estresse do (vide Fig. 2) material, fenômenos que aumentam a difusividade do nitrogênio durante o processo. Isto se traduz na penetração do nitrogênio profundamente em tempos muito menores. (vide Figura 3). O significativo aumento da dureza fica evidente na figura, onde nas mesmas condições de processamento, a amostra pré-tratada apresenta um perfil de dureza muito diferenciado, com maior dureza a igual profundidade. A causa deste fenômeno, como salientado acima, se fundamenta no aumento notável da difusividade do nitrogênio. Como referencia, imaginemos uma linha horizontal a 8 GPa, cortando as curvas de dureza a profundidades cuja razão é ~3. Usando a lei parabólica de difusão, o tempo necessário para obter a dureza de referencia, é nove (9) vezes menor na amostra previamente tratada com Xenônio. A quantidade de nitrogênio aumenta na superfície devido ao refinamento dos grãos do material e ao estresse criado pelo Xenônio, átomo tendo um radio muito maior que o radio dos interstícios da matriz do aço (vide Figure 4).

5. FUNCIONAMENTO DO INVENTO

O processo inventado utiliza um plasma de nitrogênio após de um bombardeamento com Xenônio para refinar os grãos (Figura 1) e estressar sua estrutura. O uso de hidrogênio continua jogando o mesmo papel que na nitretação

¹ *Effect of Hydrogen and Oxygen on Stainless Steel Nitriding*, C. A. Figueroa, D. Wisnivesky, and F. Alvarez, *J. Applied Physics*, 92, p764-770 (2002).

² *Processo de Modificação de superfícies metálicas por plasma de nitrogênio e deutério*, Fernando Alvarez e Carlos Alejandro Figueroa, Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI), 16-10-03, as 10:27 hs, Protocolo nº 5.030.

³ *Surface hardness increasing of iron alloys by nitrogen-deuterium ion implanting*, C. A. Figueroa and F. Alvarez, *J. of Applied Phys.*, 96, 1(2004).

tradicional, mas para observar exclusivamente o papel do Xe no processo, temos feito a demonstração em alto vácuo (10^{-4} mbar) assim evitando o problema do oxigênio. O plasma pode ser gerado por diversos métodos, tais como descarga luminescente, plasma pulsado, feixe de íons o plasma contínuo. A temperatura do substrato pode ser adequada ao tipo do aço, aproveitando o fato que a difusividade do nitrogênio é consideravelmente aumentada devido ao processo de bombardeamento com íons de baixa energia (tabela 1). O uso do Xe é fundamental devido a ser um elemento relativamente pesado.

6. VANTAGENS

A fig. 3 mostra a dureza em função da profundidade para amostras previamente tratadas com Xenônio e sem tratar e logo nitretadas. O incremento da dureza no material tratado com Xenônio mostra claramente o melhoramento do processo de difusão, aumentando a quantidade de nitrogênio no material e conseqüentemente suas propriedades mecânicas. As continuações podem resumir-se as vantagens do invento:

- Redução considerável dos tempos de nitretação e o temperatura de tratamento.
- Redução de uso de gases,
- Economia de energia elétrica,
- Viabilização do processo de nitretação a plasma em outros tipos de ligas metálicas (Alumínio, por exemplo).

Densidade de corrente, mA.cm-2 de (Nitrogênio)	0,28
Densidade de corrente, mA.cm-2 de (Xenônio)	0.28
Temperatura substrato, °C	380
Tempo de tratamento, hr (Xenônio)	0,5
Tempo de tratamento, hr (Nitrogenio)	0,2

Tabela I. Parâmetros ilustrativos utilizados nas experiências de nitretação por feixe iônico para demonstrar o processo inventado.

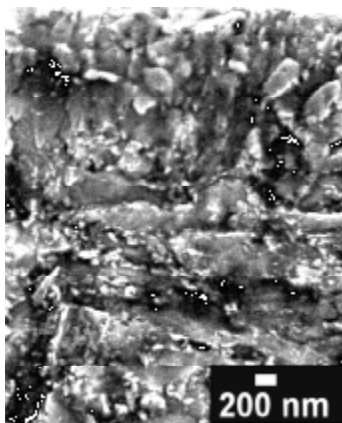


Figure 1. Micrografia obtida por microscopia de varredura mostrando o tamanho dos grãos após do bombardeamento na parte superficial do material com íons de Xenônio.

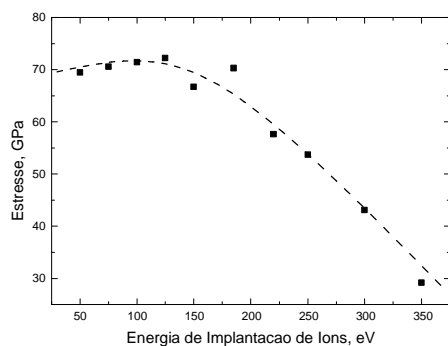


Fig. 2. Estresse criado pela implantação de Xenônio em função da energia dos íons.

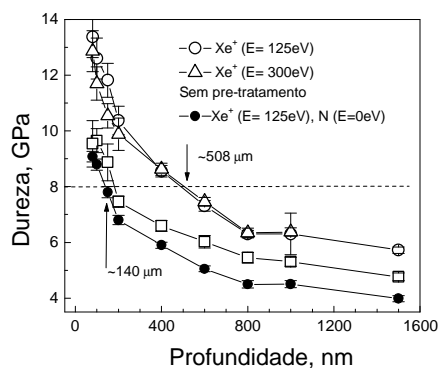


Figure 3. Perfil de dureza. Pontos pretos: dureza de uma amostra simplesmente bombardeada com íons de Xenônio. Quadradinhos: amostra nitretada sem bombardeamento prévio do substrato. Triângulos e círculos abertos: amostras nitretadas com bombardeamento prévio do substrato. A energia usada para bombardear o substrato esta indicada.

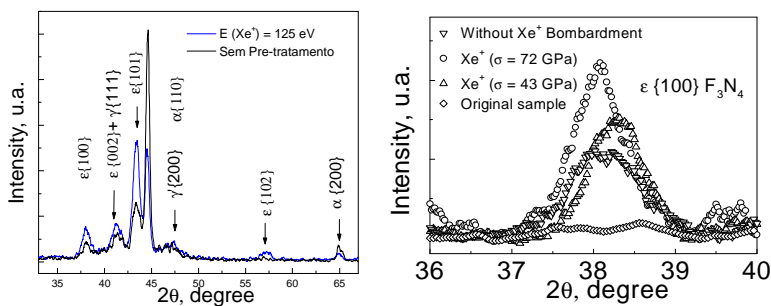


Figure 4. Esquerda: difractograma em ângulo rasante de materiais nitretados, com pré-tratamento e sem pré-tratamento. Direita: detalhe do pico associado a fase Fe_3N_4 , para distintas energias de bombardeamento prévio a nitretacao. O aumento da fase Fe_3N_4 e devido ao efeito do bombardeamento.