

INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE DEPOSIÇÃO POR MAGNETRON SPUTTERING NAS PROPRIEDADES DO AL 7075-T6 E NAS CARACTERÍSTICAS DOS FILMES FINOS DE NITRETO DE TITÂNIO

Jânio Pablo Câmara de Almeida, janiopablomec@gmail.com¹

Thercio Henrique de Carvalho Costa, thercioc@ct.ufrn.br¹

Kaciê Karoline de Araújo Trindade, kacietrindade@gmail.com¹

¹Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Campus Universitário, CEP:59078-970, Natal/RN, Brasil,

Resumo: O desempenho dos elementos mecânicos das máquinas interfere na produtividade de diversas indústrias. A ineficiência do maquinário pelo alto consumo de energia e baixo rendimento pode estar relacionada à robustez e/ou ao desgaste dos elementos mecânicos. A maioria das ligas de alumínio apresentam baixa dureza, o que impossibilita sua aplicação em sistemas que exijam elementos de máquinas com superfície dura, por exemplo, engrenagens. Nesse sentido, o método por deposição de nitreto de titânio em liga de alumínio apresenta-se como uma boa alternativa para endurecer superficialmente esse material. Este trabalho busca entender a influência dos parâmetros de deposição por magnetron sputtering nas propriedades da liga de Al 7075-T6 e nas características do filme fino de nitreto de titânio. Para isso, foi avaliada a sensibilidade dessa liga de alumínio e do filme depositado à corrente aplicada no tratamento e ao tempo de deposição. Além disso, analisou-se a dureza do material, a composição química dele e o grau de deposição do filme de TiN a partir de ensaios de dureza Vickers, DRX, FRX e micrografia das amostras nitretadas utilizando microscópio eletrônico de varredura. Com base nas análises microscópicas foi possível visualizar que não houve difusão entre o material depositado e o material base, ademais, houve influência da espessura do filme fino em função do tempo de deposição. O DRX mostrou a presença de nitreto de titânio sobre o substrato da amostra e o ensaio de dureza Vickers mostrou a sensibilidade da dureza do filme fino ao tempo de tratamento.

Palavras-chave: nitretação, Al 7075 T6, magnetron sputter, nitreto de titânio.

1. INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio vêm ampliando cada vez mais a sua participação entre os materiais metálicos oferecido no mercado. O emprego generalizado dessas ligas se deve as propriedades inerentes do material aliado a uma ampla variedade de propriedades conseguidas nas diversas ligas e tratamentos [1,2]. Apesar de algumas ligas de alumínio apresentarem uma boa resistência a esforços mecânicos, determinadas aplicações exigem o endurecimento superficial das peças para auxiliar na redução do desgaste. O método por deposição de nitreto de titânio [3] em alumínio, apresenta-se como uma boa alternativa para endurecer superficialmente esse material, uma vez que a maioria das ligas de alumínio apresentam baixa dureza, o que impossibilita sua aplicação em sistemas que exijam elementos de máquinas com elevada dureza superficial. Tendo um material suficientemente resistente a esforços mecânicos e a corrosão, mais leve que o aço e com dureza aceitável às condições de aplicações críticas [4,5]; é possível adequar as diversas necessidades industriais, garantindo uma maior durabilidade dos equipamentos e obtendo maior eficiência no funcionamento dos seus sistemas. O Al 7075-T6 com filme fino de nitreto de titânio, apresenta-se como boa alternativa a aplicações que exijam uma elevada dureza superficial, unida a uma alta resistência mecânica e a corrosão. Além disso, a relação peso-resistência do alumínio supera a das ligas de aço.

Portanto, o presente trabalho busca entender a influência dos parâmetros de deposição por magnetron sputtering nas propriedades do Al 7075-T6 e nas características do filme fino de nitreto de titânio.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A metodologia utilizada para a elaboração dos experimentos é mostrada na figura 1.a. Inicialmente, amostras de liga de Al 7075 T6 com 5 mm de espessura e 19 mm de diâmetro foram cortadas e embutidas em resina acrílica, permanecendo por 20 minutos em solução para que o endurecimento da resina fosse obtido (figura 1.b). O embutimento

das amostras foi realizado para facilitar o manuseio das peças durante o processo de lixamento e polimento que antecederam à nitretação a plasma. No processo de lixamento utilizou-se lixas com as seguintes granulações: 120, 320, 400, 600 e 1200. Tal processo permitiu a redução das irregularidades superficiais das amostras. Para o polimento, foi utilizada solução de alumina em suspensão com granulometria média de $0,3\ \mu\text{m}$ como agente abrasivo. Após o polimento, as amostras foram retiradas da resina acrílica e levadas para limpeza em banho ultrassônico. Essa limpeza tem por objetivo retirar impurezas da superfície a ser nitretada para que haja uma maior adesão do filme de nitreto de titânio no substrato da amostra. A manutenção da temperatura do Al 7075-T6 em elevadas temperaturas, alteram o seu tratamento térmico [4,5]. Logo, o tratamento por magnetron sputtering foi a alternativa mais viável para depositar o nitreto de titânio, devido a baixa temperatura do tratamento. As amostras, polidas e limpas foram colocadas dentro do reator magnetron sputtering, desenvolvido no LABPLASMA/UFRN, cujos componentes são mostrados na figura 2. Após gerado o vácuo, realizou-se o processo de limpeza com o gás Argônio (gás inerte), utilizando fluxo de $5\ \text{cm}^3/\text{min}$ durante 20 minutos. Em seguida, formou-se uma atmosfera de gás Argônio (Ar) e Nitrogênio (N_2), criando o ambiente nitretante (figura 1.c). Na tabela 1 observa-se as condições de tratamento adotadas para a deposição do nitreto de titânio nas amostras. Devido problemas para confinar o plasma, a composição da atmosfera das amostras 1 e 2 foram diferentes da amostra 3.

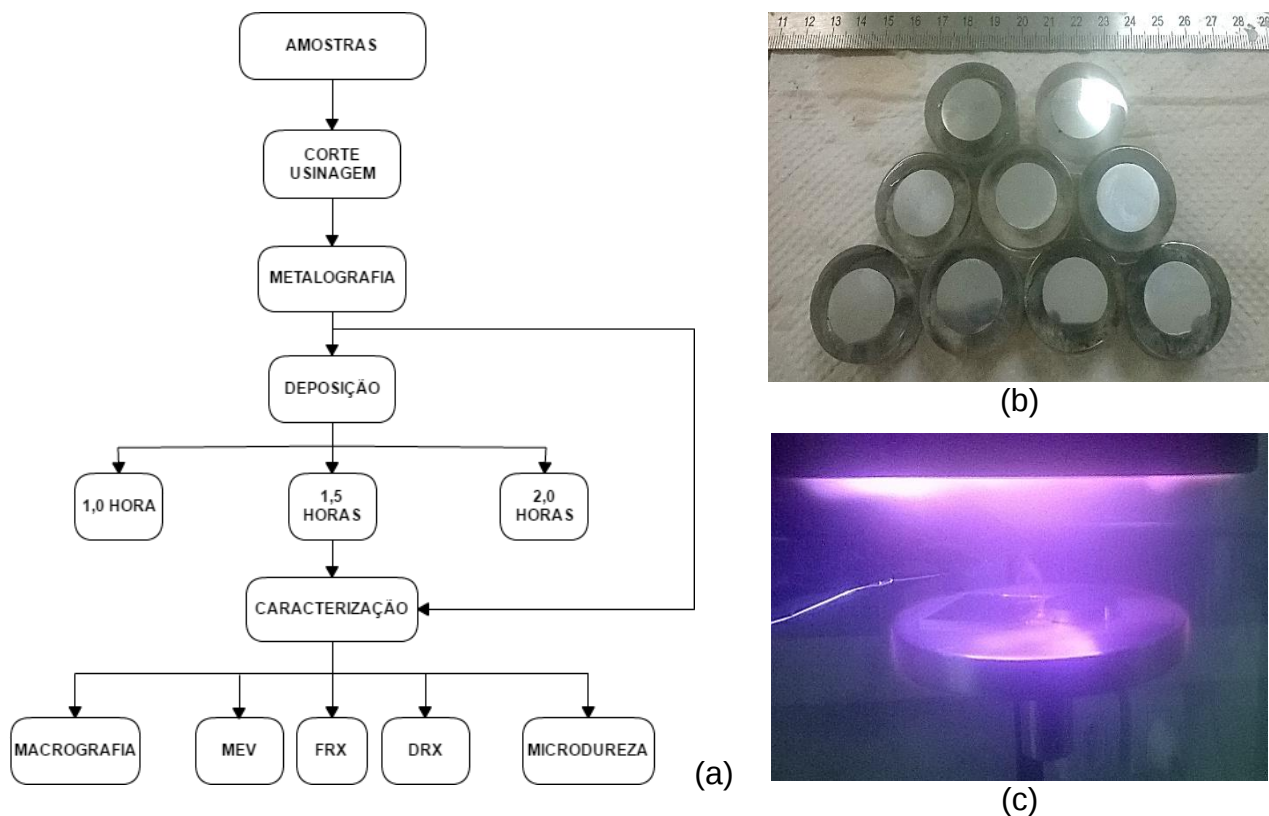


Figura 1: Procedimento experimental. (a) fluxograma da metodologia, (b) amostras de Al 7075 T6 e (c) tratamento por deposição em Magnetron sputtering.

Tabela 1: Condições do tratamento

<i>Amostra</i>	<i>Tempo de deposição</i>	<i>Corrente (A)</i>	<i>Fluxo Argônio</i>	<i>Fluxo de Nitrogênio</i>
1	1 h	0,4	$5\ \text{cm}^3/\text{min}$	$10\ \text{cm}^3/\text{min}$
2	1h 30 min	0,4	$5\ \text{cm}^3/\text{min}$	$10\ \text{cm}^3/\text{min}$
3	2 h	0,4	$5\ \text{cm}^3/\text{min}$	$5\ \text{cm}^3/\text{min}$

Após o tratamento de deposição, as amostras foram submetidas a ensaios de microdureza Vickers utilizando durômetro (Panambram HVS1000A). A caracterização da composição química do filme depositado foi determinada pela técnica de difração de raio X (DRX) utilizando o difratômetro de raios X de alta resolução (Bruker, D2 Phaser). Além disso, foi utilizada a Espectroscopia de Fluorescência de raios-X (FRX) na determinação da composição química. Para melhor visualização da camada nitretada, foi necessário o uso do microscópio eletrônico de varredura (MEV), uma vez que ele possibilita a identificação de difusão do material depositado no substrato da amostra.

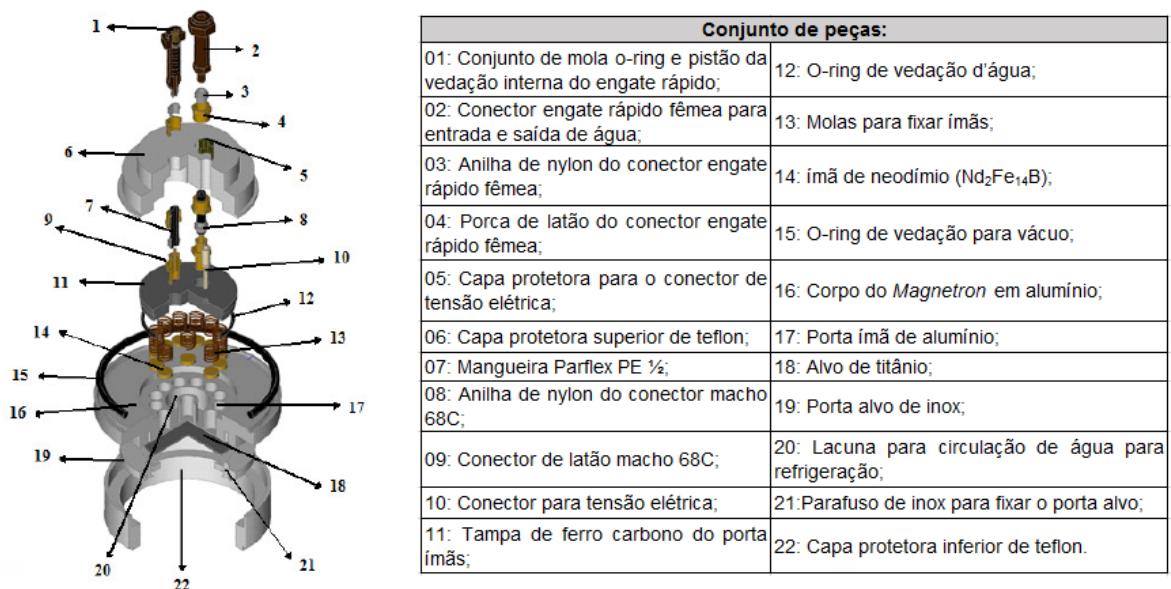


Figura 2: Desenho 3D do Magnetron sputtering. [6]

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Aquecendo o Al 7075-T6 a temperaturas da ordem de 500°C , os elementos de liga entram em solução sólida, que pode ser retida ao se resfriar bruscamente o material em água, por exemplo [5]. A precipitação (envelhecimento) pode ocorrer em temperatura ambiente, que pode levar longos dias ou meses para ocorrer, ou pode ser acelerado por aquecimento durante algumas horas na faixa de 150 a 200°C (envelhecimento superficial) [4,5]. A partir disso e da análise (ensaio de dureza) da amostra tratada em Magnetron por gaiola catódica viu-se que não era viável, esse tipo de tratamento, devido a temperatura de trabalho. A elevada temperatura desse tipo de tratamento, pode mudar o tratamento térmico do Al 7075-T6. Na macrografia das amostras (figura 3), é possível observar na primeira análise o que seria o efeito visual das amostras à coloração entre o azulado e o dourado. Sendo o titânio estequiométrico, indicado pela cor dourada. A figura 4 mostra a difração de raio-X para as três amostras estudadas em diferentes tempos de deposição.

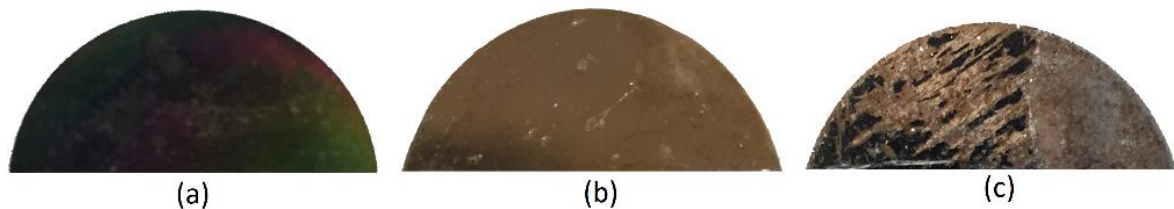


Figura 3: Macrografia das amostras tratadas: (a) amostra 1, (b) amostra 2 e (c) amostra 3.

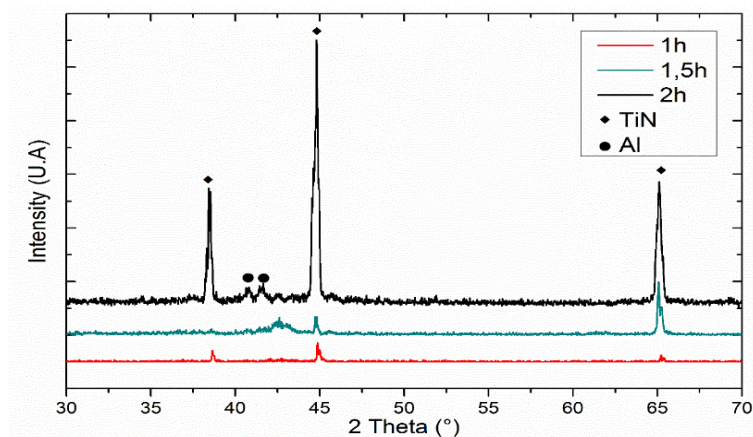


Figura 4: Difração de raio-X para as três amostras em diferentes tempos de deposição

Analisando a figura 4, nota-se a existência do filme de nitreto de titânio (TiN) nas três amostras. A peça com maior quantidade de TiN foi tratada durante o tempo de duas horas, a segunda maior composição desse filme foi tratada durante uma hora e meia e a com menor pico de intensidade foi a amostra nitretada durante uma hora. Ainda na figura 4, percebe-se que a presença de picos de intensidade de alumínio. Após a deposição com tempo de duas horas foi colocada a peça tratada em cima de uma mesa que estava fria e com isso houve a descamação do filme depositado, devido ao choque térmico. Logo, com o arrancamento do filme, teve a formação de vazios entre a camada de TiN restante e o substrato, que é de alumínio. Devido a esses vazios na parte superior da peça, o DRX detectou a presença de alumínio na superfície da amostra.

A análise por Espectroscopia de Fluorescência de raios-X (FRX) não detectou a presença de nitreto de titânio. Na visualização do filme por meio de microscópio eletrônico de varredura (MEV) observou-se a completa diferenciação entre o substrato e o material depositado, não havendo zona termicamente afetada e nem penetração do nitreto de titânio no substrato da amostra, conforme mostrado na figura 5.

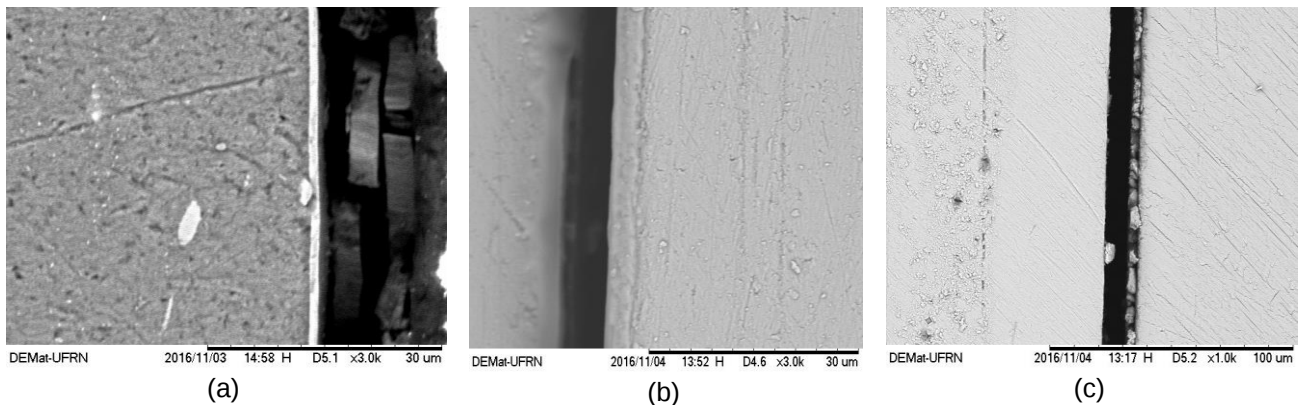


Figura 5: Micrografia eletrônica das amostras tratadas: (a) amostra 1, (b) amostra 2 e (c) amostra 3.

A figura 6 mostra a variação da espessura média das amostras em função do tempo de deposição. Realizou-se, pelo menos, cinco medições da espessura de cada filme em pontos distintos. A partir de tais dados, foi possível determinar um valor médio da espessura do filme de nitreto de titânio em cada uma das amostras e o seu desvio-padrão.

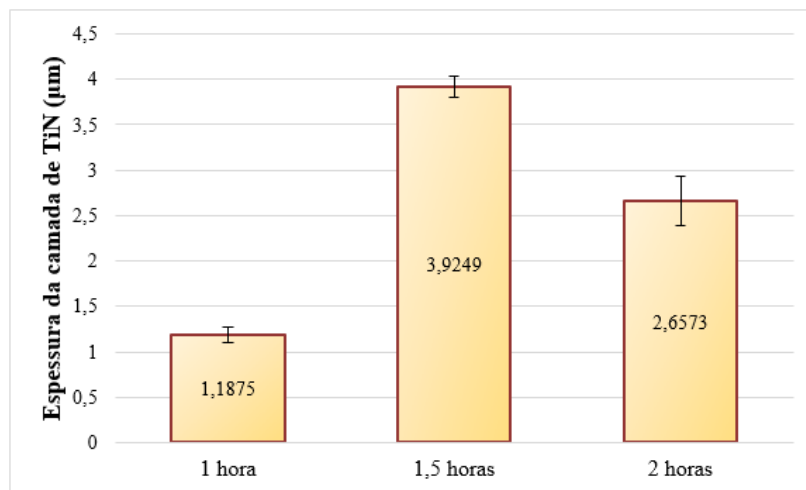


Figura 6: Variação da espessura média das amostras em função do tempo de deposição.

A espessura média dos filmes nas amostras 1, 2 e 3 foram 1,19 mm, 3,92 mm e 2,66 mm, respectivamente. A diminuição na espessura do filme da amostra 3 foi ocasionada pela descamação da superfície do substrato devido ao choque térmico que ocorreu após a retirada da amostra do reator. Analisando a espessura da camada nitretada em função do tempo de ensaio (figura 6), percebe-se que quanto maior o tempo de deposição, maior será a profundidade do filme depositado.

O ensaio de dureza Vickers mostrou semelhante característica de aumento da dureza superficial em função do tempo de deposição, conforme mostrado na figura 7.

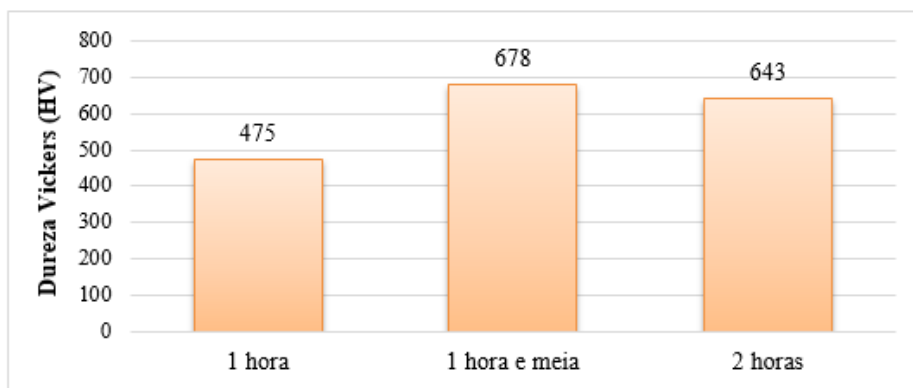


Figura 7: Variação da dureza das amostras em função do tempo.

A amostra 1 obteve dureza de 475 HV, amostra 2 obteve 678 HV e a amostra 3, 643 HV. Como explicado anteriormente, a amostra 3 sofreu um choque térmico e, por consequência disso, perdeu parte do filme depositado no substrato da amostra. Logo, a sua dureza também diminuiu.

4. CONCLUSÃO

O tratamento em magnetron sputtering não alterou as propriedades físicas do Al 7075 T6 devido utilizar baixas temperaturas (menor do que 150°C). Tal fato evitou o envelhecimento artificial das amostras. A análise de DRX identificou a presença de TiN sobre o substrato. Logo, confirmou-se que é possível depositar nitreto de titânio sobre Al 7075-T6 pelo processo de Magnetron Sputtering.

A análise de MEV mostrou que não houve difusão entre o material depositado e o material base. Ainda, com essa análise foi possível identificar a influência do tempo de deposição e a espessura do filme fino. O ensaio de dureza Vickers possibilitou identificar a sensibilidade da dureza em função do tempo de deposição. Observou-se que quanto maior o tempo de deposição maior foi a dureza superficial das amostras. O choque térmico ocorrido durante o processo de resfriamento no pós-tratamento gerou redução da dureza e da espessura da camada nitretada da amostra 3.

5. AGRADECIMENTOS

Agradecemos à toda equipe do LABPLASMA/UFRN pelo suporte oferecido ao projeto.

6. REFERÊNCIAS

- [1] HATSCHEK, R. L.; MAYFIELD, J. Machining Aluminum. American Machinist, Special Report, March, 1978. 16p.
- [2] AMERICAN SOCIETY FOR METALS (ASM). Metals Handbook. 9ª edition, Metals Park, Ohio, 1984. Vol. 1. 793 p.
- [3] PENG, Z., MIAO H., LONGHAO QI, SIZE YANG, CHIZI LIU, Hard and wear-resistant titanium nitride coatings for cemented carbide cutting tools by pulsed high energy density plasma. Acta Materialia, v. 51, p. 3085 – 3094, 2003.
- [4] ALUMINIUM-ZENTRALE. Aluminium – taschenbuch. 14. Auflage, Dusseldorf, Aluminium Verlag, 1983. 1.094p.
- [5] WEINGAERTNER, W. L.; SCHROETER, R. B. Tecnologia de usinagem do Alumínio e suas Ligas. 1ª ed. São Paulo: Alcan Alumínio do Brasil, 1990. 79p.
- [6] NASCIMENTO, I. O. Construção de um aparato experimental para monitoramento in situ da deposição de filmes finos de titânio por magnetron sputtering. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação de Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal – RN, 2011.

7. RESPONSABILIDADE AUTURAL

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho.

INFLUENCE OF THE MAGNETRON SPUTTERING DEPOSITION PARAMETERS ON THE PROPERTIES OF AL 7075-T6 AND THE CHARACTERISTICS OF THE THIN FILMS OF TITANIUM NITRIDE

Jânio Pablo Câmara de Almeida, janiopablomec@gmail.com¹

Thercio Henrique de Carvalho Costa, thercioc@ct.ufrn.br¹

Kaciê Karoline de Araújo Trindade, kacietrindade@gmail.com¹

¹Mechanical Engineering Department, Federal University of Rio Grande do Norte, University Campus, Zip code: 59078-970, Natal/RN, Brazil,

Abstract. *The performance of machines elements interferes in the productivity of several industries. The inefficiency of machinery due to the high energy consumption and low efficiency can be related to the robustness and/or wear of the mechanical elements. The method by deposition of titanium nitride in aluminum presents itself as a good alternative to surface hardening of this material, once most aluminum alloys present low hardness, which makes it impossible to apply them in systems that require the use of machine elements with hard surface, for example, gears. Therefore, the present paper aims to understand the influence of magnetron sputtering deposition parameters on Al 7075-T6 alloy properties and on titanium nitride thin film characteristics. To this purpose, the influence of the electric current and the time of titanium nitride deposition on the properties of the aluminum alloy were evaluated. Furthermore, the hardness of the material, its chemical composition and TiN film layer thickness were analyzed from Vickers hardness test, X-ray powder diffraction analyses (XRD), X-ray fluorescence analyses (FRX) and micrographs obtained by the scanning electron microscope (SEM). Based on the microscopic analysis it was possible to visualize that there was no diffusion between the deposited material and the base material, in addition, there was variation of the thickness of the thin film as a function of the deposition time. The XRD showed the presence of titanium nitride on the sample substrate and the Vickers hardness test showed the sensitivity of the thin film hardness to the treatment time.*

Keywords: nitriding, Al 7075 T6, magnetron sputter, titanium nitride.