

NITRETAÇÃO A PLASMA DE AÇO INOXIDÁVEL CIRURGICO ASTM F138 EM DIFERENTES FREQUENCIAS

Olzon-Dionysio, D. , ICT- UFVJM, dolzon@gmail.com
Silva, H.O. , SCK•CEN, edilaine_honorio@yahoo.com.br
Souza, S. , ICT-UFVJM, solangesouza@gmail.com
Souza, S. D. , UFVJM, dsys.sdionysio@gmail.com
Olzon-Dionysio, M. , UFVJM, maristolzon@hotmail.com

Resumo. Aços inoxidáveis são largamente utilizados em implantes, porém a busca por um constante aprimoramento das suas características funcionais, especialmente as superficiais, justificam um grande volume de pesquisas na área de tratamento superficial destes aços. A nitretação a plasma é uma técnica de tratamento superficial que permite o controle de diversos parâmetros. Neste trabalho a influência da variação da frequência foi estudada. Amostras de aço ASTM F138 foram nitretadas utilizando uma mistura de 80% H₂ e 20% N₂, com a pressão de 6 Torr, temperatura de 400°C e por 4 horas. As frequências utilizadas foram de 6, 12, 30, 60 e 100 KHz. As amostras foram analisadas com microscopia eletrônica de varredura revelando a espessura da camada nitretada. Espectroscopia Mössbauer mostrou as fases formadas. Os resultados mostram um comportamento não linear da formação da camada em função da frequência. As amostras nitretadas a 12KHz sofreram um menor efeito de borda, além de apresentarem uma maior espessura da camada nitretada e um predomínio de fases magnéticas.

Palavras chave: Aço inoxidável ASTM F138, Biomaterial, Nitretação a plasma, Espectroscopia Mössbauer

1. INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis austeníticos, por exemplo o ASTM F138, são largamente utilizados em implantes, inclusive pelo Sistema Único de Saúde (SUS). Apesar de ter um custo benefício interessante para a aplicação como implantes, alguns problemas, tais como: resistência à corrosão e a presença de Ni, que causa alergias em alguns casos; fazem com que seja necessário um aperfeiçoamento destes aços (Larry *et al.*, 2006). Tratamentos superficiais são uma alternativa interessante, causando um aumento da dureza superficial e também da resistência à corrosão. Dentre os diversos tratamentos superficiais a nitretação a plasma apresenta algumas vantagens, tais como menor tempo de tratamento, não produção de resíduos tóxicos. Por estes motivos a nitretação a plasma é amplamente utilizada na indústria.

O processo de nitretação a plasma possui diversos parâmetros que podem ser controlados, tais como mistura gasosa que dá origem ao plasma, pressão na câmara, tempo de nitretação, voltagem aplicada entre a câmara e a amostra, frequência do plasma, etc. Outros parâmetros estão diretamente ligados a estes, destacando-se entre eles a temperatura e a corrente. A mudança destes parâmetros influencia o resultado do tratamento superficial e as propriedades funcionais da superfície tratada. O exato papel destes parâmetros ainda permanece muito controverso, de forma que estudos sistemáticos são necessários para sua completa compreensão, o que vem sendo feito, variando-se o tempo e a pressão (Souza^a *et al.*, 2010).

A camada superficial formada apresenta diferentes fases contendo ferro e nitrogênio. Entre essas fases, as principais são a fase γ_N (conhecida como fase fcc supersaturada de nitrogênio, austenita expandida ou solução sólida), a fase hexagonal ϵ (Fe_{2+x}N, 0 ≤ x ≤ 1), além da fase cúbica fcc γ' (Fe₄N) (Souza^b *et al.*, 2010). Esta apresenta apenas caráter magnético, e as outras, podem apresentar também, caráter paramagnético.

No presente trabalho amostras de ASTM F138 foram submetidas à nitretação variando a frequência de oscilação do plasma. Análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia Mössbauer (EM) são apresentadas.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram usinadas amostras com 19mm de diâmetro e 2mm de espessura a partir de uma barra de aço inoxidável austenítico ASTM F138, composto por (% em peso): Cr (18,40), Ni (14,01), Mo (2,46), C (0,022) e Fe para balanço. Após polimento e limpeza elas foram nitretadas em uma câmara de nitretação a plasma utilizando uma mistura de 80% H₂ e 20% N₂ e um ciclo de trabalho do plasma de 60% cuja frequência foi variada de acordo com a tabela 1. O tempo de nitretação foi de 4 horas, a pressão de 6 Torr e, por fim, a temperatura da amostra foi de 400°C.

Tabela 1. Parâmetros utilizados na nitretação

Amostra	Frequência (kHz) $\pm 3\%$	Corrente (mA) $\pm 5\%$	Tensão (V) $\pm 10\%$
F6	6	432	503
F12	12	446	516
F30	30	434	504
F60 ^o	60	459	509
F100	100	450	498

As medidas de MEV foram feitas utilizando um equipamento da marca JEOL, modelo JSM – 5800 LV. As análises foram feitas após um corte transversal na amostra, permitindo assim analisar a camada formada após a nitretação. Os espectros de Mössbauer utilizaram a geometria de retroespalhamento e foram detectados os elétrons emitidos, esta técnica é chamada de *Conversion Electron Mössbauer Spectroscopy* (CEMS) e realiza medidas em regiões de até 0,2 μm de profundidade.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. Análise visual

Na figura 1, as imagens de microscopia óptica permitem identificar 3 regiões distintas na amostra após a nitretação, isto ocorre devido ao efeito de borda (Jr. *et al.*, 2001). Na tabela 2 são apresentados os valores da largura de cada região. Nota-se que os valores se mantêm bem semelhantes para a região 1, já o valor da região 2 sofre uma significativa redução na amostra com frequência de 12KHz.

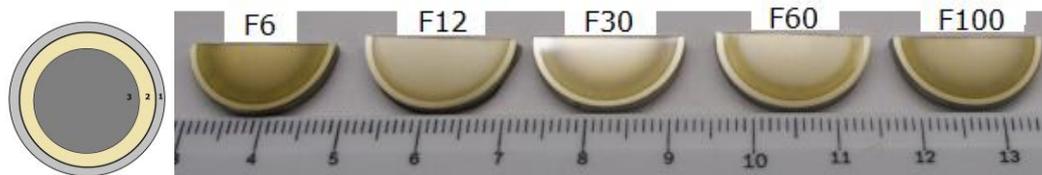


Figura 1. Representação das diferentes regiões das amostras após a nitretação.

Tabela 2. Medidas das regiões 1 e 2.

Amostra	Região 1 ($\pm 0,1$ mm)	Região 2 ($\pm 0,1$ mm)	Região 1 + 2 ($\pm 0,2$ mm)
F6	1,2	1,9	3,1
F12	1,0	0,7	1,7
F30	1,0	2,0	3,0
F60 ^o	1,0	1,6	2,6
F100	1,0	1,8	2,8

3.2. Microscopia eletrônica de varredura

As imagens do perfil da amostra permitiram medir a espessura da camada nitretada. A espessura da borda não apresenta uma variação significativa, dentro da incerteza de cada valor. Já na espessura no centro da amostra nota-se que a amostra produzida com 12KHz se sobressai com uma camada mais espessa, cerca de 40% mais que as outras amostras.

Tabela 3. Espessura da camada nitretada na borda e no centro da amostra.

Amostra	Borda (μm)	Centro (μm)
F6	$5,9 \pm 0,5$	$5,0 \pm 0,8$
F12	$6,1 \pm 0,7$	8 ± 1
F30	$6,1 \pm 0,9$	$4,7 \pm 0,4$
F60 ^o	$6,7 \pm 0,4$	$4,9 \pm 0,8$
F100	5 ± 1	$5,6 \pm 0,6$

3.3. Espectroscopia Mössbauer

A figura 2 apresenta os espectros Mössbauer das amostras. Tais espectros apresentam singletos, dubletos e sextetos. No caso da matriz, apenas o singleto está presente. Nas amostras nitretadas, pode acontecer a superposição dos três tipos; singleto (por causa da fase paramagnética $\gamma_N(p)$), dubleto (devido à presença da fase paramagnética ϵ^P) e sexteto, devido às fases magnéticas $\gamma_N(m)$, ϵ^M e γ' . A Tabela 4 apresenta os valores ajustados das porcentagens das diferentes fases formadas em cada amostra.

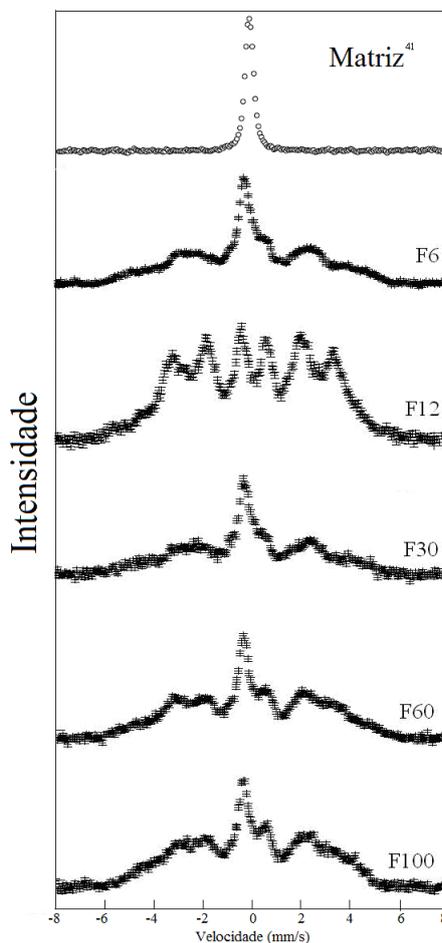


Figura 2: Espectros Mössbauer das amostras nitretadas.

Tabela 4. Porcentagem das fases formadas em cada amostra.

Amostra	$\gamma_N(p)$	$\gamma_N(m)$	ϵ^M	ϵ^P	γ'
F6	17 %	27 %	47 %	8 %	-
F12	4 %	41 %	34 %	5 %	16 %
F30	17 %	26 %	33 %	11 %	13 %
F60	12 %	33 %	34 %	9 %	13 %
F100	11 %	38 %	17 %	9 %	25 %

A Figura 2 mostra que a amostra F12 apresenta mais interações magnéticas (sextetos) do que as outras amostras, correspondendo a 91%. Comparando as outras quatro amostras ainda na Figura 2, vemos que, apesar de bastante semelhantes, o pico do dubleto apenas alarga o pico singleto nas amostras F6 e F30, enquanto nas amostras F60 e F100, um dos picos do dubleto está separado do pico do singleto, que está mais bem definido. A Tabela 4 mostra que as porcentagens formadas de ϵ^P (dubleto) nessas quatro amostras não apresenta variação significativa, a ponto de causar essa diferença no espectro. A Figura 3 apresenta a porcentagem das fases magnéticas e paramagnéticas.

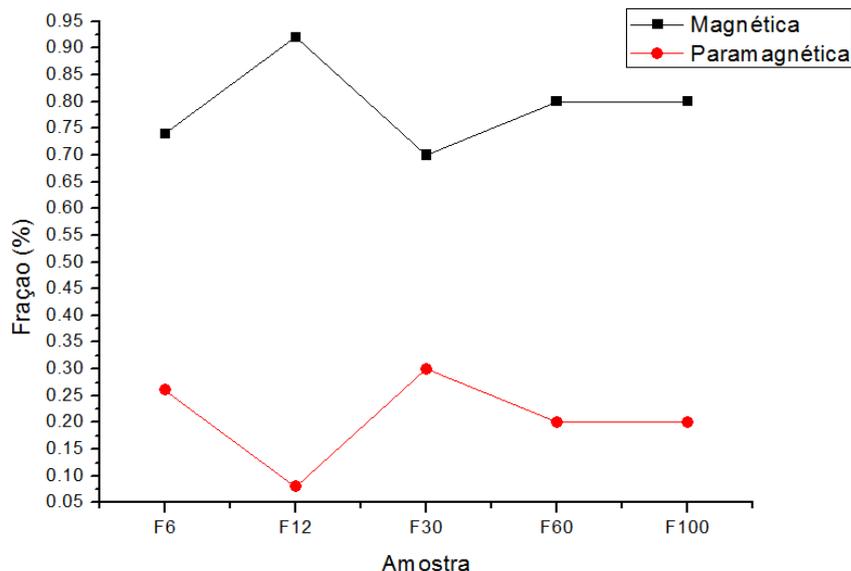


Figura 3: Fração das fases magnéticas e paramagnéticas formadas em cada amostra

Vê-se que as amostras F60 e F100 apresentam uma maior porcentagem de fases magnéticas, ou sextetos. A contribuição destes, no espectro, é maior na região de maiores velocidades (em módulo, indicada na Figura 2), enquanto é menor na região central, onde há predominância dos picos do singleto e do dubleto. Logo, quanto mais fases magnéticas houver, maior será a contribuição dessas fases na região central do espectro, fazendo com que o singleto e o dubleto fiquem mais bem definidos, o que é observado nas amostras F60 e F100.

4. CONCLUSÕES

Os resultados mostram que a frequência influencia o processo de nitretação, mais ainda, de uma maneira não linear. Os resultados da amostra produzida com 12KHz foram os mais interessantes, tanto por minimizar o efeito de borda quando por formar uma camada mais espessa. Foi identificado também que nesta frequência a porcentagem da fase magnética γ_N foi significativamente maior. Estes resultados preliminares apontam para duas principais linhas: 1- Estudar os efeitos sobre as características funcionais das amostras nitretadas com 12KHz. 2- Compreender qual a causa do comportamento não linear da frequência de nitretação sobre as camadas nitretadas formadas.

5. REFERÊNCIAS

- Jr, C. A., Silva, E. F. & Martinelli, A. E. Effect of workpiece geometry on the uniformity of nitrided layers. 2–6 (2001).
Larry L. H. – Introdução do livro- “*Biomateriais: Fundamentos e Aplicações*” – Rodrigo Lambert Oréfice, Marinalva de Magalhães Pereira, Herman Sander Mansur - Cultura Médica- Rio de Janeiro- RJ- Brasil, 2006.
Souza^a, S. D., Olzon-Dionysio, M., Basso, R. L. O. & De Souza, S. Mössbauer spectroscopy study on the corrosion resistance of plasma nitrided ASTM F138 stainless steel in chloride solution. *Materials Characterization* **61**, 992–999 (2010)
Souza^b, S.D., Kapp, M., Olzon-Dionysio, M., Campos, M.- Influence of gas nitriding pressure on the surface properties of ASTM F138 stainless steel -*Surface & Coatings Technology* **204**, 2976–2980 (2010)

6. AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi desenvolvido com o apoio do CNPq, processo 481 535/2010.
O apoio da FAPEMIG foi fundamental para a participação neste evento.

7. ABSTRACT

Stainless steels are widely used in implants, however the search for constant improvement of their functional characteristics, especially superficial ones, justify a great research interest on surface treatment of these steels. Plasma nitriding is a surface treatment technique that allows control of various parameters. In this paper the influence of the frequency variation was studied. Samples of Steel ASTM F138 were nitrided using a mixture of 80% H₂ and 20% N₂, with the pressure of 6 Torr, temperature of 400 ° C for 4 hours. The frequencies used were 6, 12, 30, 60 and 100 KHz.

The samples were analyzed with scanning electron microscopy showing the thickness of the nitrided layer. Mössbauer spectroscopy showed the phases formed. The results show a nonlinear behavior of the layer formation related to the frequency. The samples nitrided with 12KHz suffered a minor edge effect, formed a thicker nitrided layer with a predominance of magnetic phases.

8. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.