

NUCLEAÇÃO DE TRINCAS EM MOLDES DE INJEÇÃO DE ALUMÍNIO COM TRATAMENTO DE SUPERFÍCIES DUPLEX

Santiago Corujeira Gallo ¹

Stevan Scussel Tomiello ²

Rodrigo Gaboardi ³

Carlos Alejandro Figueroa ⁴

Israel Jacob Rabim Baumvol ⁵

Resumo

Neste trabalho é estudada a geração prematura de trincas em um molde para injeção de alumínio com tratamento superficial duplex (nitretação a plasma e revestimento por deposição física em fase vapor, PVD). Foram registradas as condições de fabricação e de operação do molde e o estudo da falha incluiu as seguintes técnicas analíticas: medição do perfil de dureza, identificação de fases por difração de raios X e observações metalográficas por microscopia óptica e por microscopia eletrônica de varredura. Esta última técnica possui a capacidade de análise de composição química por dispersão de energia de raios X. As observações preliminares revelam uma microestrutura grosseira da martensita revenida e uma rugosidade superficial considerável. A análise detalhada dos sítios de nucleação das trincas mostra a presença de inclusões de enxofre entre o substrato e o revestimento. A presença do enxofre é atribuída à utilização de pedras enxofradas no polimento final do molde. O mecanismo de falha é apresentado com base nessas evidências.

Palavras-chave: Injeção de alumínio; Fadiga térmica; Nitretação; Revestimento PVD.

CRACK NUCLEATION IN ALUMINIUM INJECTION DIES WITH DUPLEX SURFACE TREATMENT

Abstract

The premature nucleation of cracks in an aluminum injection die with duplex surface treatment (plasma nitriding and physical vapor deposition coating, PVD) is studied. The manufacturing and operating conditions were documented and the study included the following analytical techniques: hardness profile, X-ray diffraction for phase identification, microscopic observations by optical microscopy, scanning electron microscopy. The latter with energy dispersive X-ray has the capability for chemical analysis. Preliminary observations reveal a microstructure consisting of coarse tempered martensite and a considerable surface roughness. A detailed analysis of crack initiation sites shows the presence of sulfur inclusions between the substrate material and the coating. The presence of sulfur is attributed to the use of sulfur impregnated grinding stones in the final polishing of the die. Consequently, the failure mechanism is presented in view of this evidence.

Key words: Aluminum injection; Thermal fatigue; Nitriding; PVD coatings.

¹ Doutor em Metalurgia e materiais e Engenheiro mecânico, Plasmar Tecnologia Ltda. Rua Travessão Solferino, 600, Cep 95076-420, Caxias do Sul, RS, Brasil. E-mail: santiago@plasmartecnologia.com.br

² Engenheiro de materiais, Universidade de Caxias do Sul, Laboratorio de Engenharia de Superfícies e Tratamentos Térmicos (LESTT). Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130, Cep 95070-560, Caxias do Sul, RS, Brasil. E-mail: stevan@plasmartecnologia.com.br

³ Estudante de Engenharia química, Plasmar Tecnologia Ltda. Rua Travessão Solferino, 600, Cep 95076-420, Caxias do Sul, RS, Brasil. E-mail: rodrigo@plasmartecnologia.com.br

⁴ Professor Doutor em Física, Universidade de Caxias do Sul, Centro de Ciências Exatas e Tecnologia (CCET-UCS). Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130, Cep 95070-560, Caxias do Sul, RS, Brasil. E-mail: cafiguer@ucs.br

⁵ Professor Doutor em Física, Universidade de Caxias do Sul, Centro de Ciências Exatas e Tecnologia (CCET-UCS) e Instituto de Física da UFRGS. Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130, Cep 95070-560, Caxias do Sul, RS, Brasil. E-mail: israel@if.ufrgs.br

I INTRODUÇÃO

A injeção de alumínio é um processo de fabricação de grande importância, pois combina eficiência técnica e viabilidade econômica.⁽¹⁾ Os moldes utilizados nesses processos sofrem grandes tensões de origem térmica, que erodem as ferramentas e, finalmente, acabam com sua vida útil.⁽²⁾ O desempenho desses moldes depende de uma combinação frequentemente complexa de diversos fatores, tais como as propriedades do material, o tratamento térmico, os processos de fabricação e acabamento, e os tratamentos superficiais, entre outros.

O material mais utilizado para fabricar moldes de injeção de alumínio é o aço para trabalho a quente, da família AISI H.⁽³⁾ Esse tipo de aço é usado há muito tempo na condição de temperado e revenido, pois consegue uma boa combinação de resistência ao revenimento e tenacidade a temperaturas elevadas, como consequência de sua microestrutura e da precipitação de carbeto estáveis durante o processo de revenimento.

Entre os efeitos dos processos de fabricação significativos no desempenho dos moldes, podem ser citadas as transformações de fase e tensões residuais na superfície do molde, induzidas pela deformação superficial e a elevada temperatura, geradas nos processos de usinagem e eletroerosão.⁽⁴⁾ As tensões residuais podem ter consequências positivas ou negativas, dependendo do seu tipo e magnitude. Embora seja muito conveniente para a indústria,⁽⁵⁾ o processo de eletroerosão pode ser particularmente danoso, pois gera superfícies rugosas e tensões residuais de tração.⁽⁶⁾

Quanto aos tratamentos superficiais e revestimentos, sua utilização incrementou-se nos últimos anos com a finalidade de diminuir o desgaste dos moldes.⁽⁷⁻⁹⁾ Apesar de serem efetivos para combater o desgaste, esses tratamentos de superfícies podem diminuir a resistência do material à fadiga térmica.⁽¹⁰⁾

Finalmente, os processos de acabamento do molde e a sua condição superficial prévia à aplicação do revestimento têm um efeito notável no desempenho das ferramentas. Nesse sentido, a presença de camadas de material refundido⁽¹¹⁾ ou poluído⁽¹²⁾ diminui a aderência dos revestimentos e facilita a nucleação e propagação de trincas.

No presente trabalho, é estudada a nucleação prematura de trincas em um molde para injeção de alumínio. São analisadas as seguintes possíveis causas da falha: a microestrutura do aço, o tratamento térmico, o processo de fabricação e acabamento e o tratamento superficial duplex (nitretação a plasma e revestimento por deposição física em fase vapor, PVD).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O molde analisado neste trabalho foi fabricado com aço do tipo H11, cuja composição química consta da Tabela 1. O processo de fabricação incluiu uma usinagem de desbaste com os parâmetros listados na Tabela 2. As condições de tratamento térmico foram as habituais para o material e a aplicação em questão: têmpera e revenimento duplo a 600°C e 560°C, respectivamente, atingindo uma dureza de entre 44 HRC e 46 HRC. Seguidamente, a peça sofreu uma usinagem de acabamento, eletroerosão e polimento. Este último processo foi aplicado com o objetivo

Tabela 1. Composição química do material do molde (% mássica)

Elemento	C	Si	Mn	P	S	Co	Cr	Mo	Ni	V	W	Cu
Amostra	0,33	0,21	0,25	0,01	0,001	0,02	4,96	1,31	0,1	0,39	0,03	0,04

Tabela 2. Condições de fabricação do molde

	Diâmetro da ferramenta [mm]	Velocidade de rotação [RPM]	Velocidade de avanço [mm/m]
Usinagem de desbaste 1	32	1.790	6.963
Usinagem de desbaste 2	15	4.000	820
Usinagem de desbaste 3	8	5.570	1.100
Tratamento térmico (têmpera e revenimento duplo)			
Usinagem de acabamento 1	16	6.900	1.500
Usinagem de acabamento 2	8	10.900	1.390
Usinagem de acabamento 3	3	12.700	1.018
Eletroerosão: 0,08 mm gap, velocidade < 4 mm ³ /min			
Polimento: pedras #150, #220 e lixas #180 e #320			
Tratamento de superfícies duplex: nitretação a plasma e revestimento de CrN (PVD)			

de retirar a camada refundida (camada branca) formada na eletroerosão. Finalmente, foi aplicado um processo superficial duplex, consistente em uma nitretação a plasma e um revestimento de nitreto de cromo (CrN), por meio da técnica de PVD.

O molde foi utilizado em condições padrão de produção, até a detecção de defeitos nas peças injetadas, produzidos pelas trincas geradas na superfície do molde. A quantidade de tiros atingida foi de 25.190, aproximadamente 16% da vida útil prevista para esse molde.

A Figura 1 apresenta a parte do molde utilizada para o estudo.

Foram selecionadas duas regiões para o estudo, chamadas na Figura 1 de região A e região B. As duas amostras foram cortadas com um disco de carboneto de silício (SiC), embutidas em baquelite e polidas utilizando lixas até malha #1200 e suspensões de diamante de $3\ \mu\text{m}$ e $1\ \mu\text{m}$. Finalmente, a microestrutura do aço foi revelada por meio do ataque químico com Nital 5%.

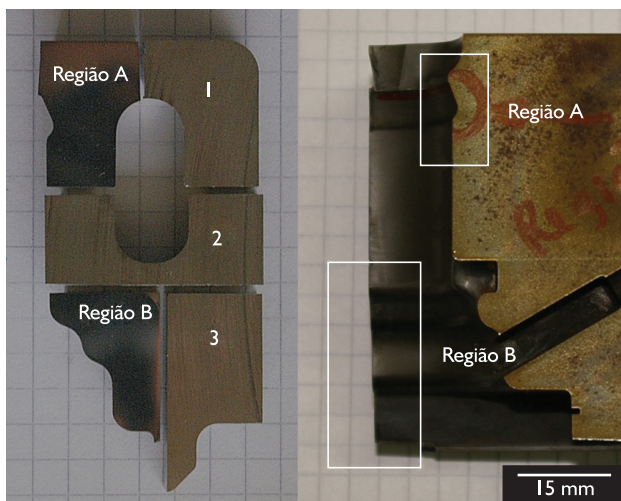


Figura 1. Aspecto geral da amostra do molde e das regiões estudadas.

O perfil de dureza foi obtido com um nanodurômetro Micro Materials NanoTest-600, utilizando uma ponta de diamante Berkovich. As indentações foram realizadas na seção transversal, a profundidades de $10\ \mu\text{m}$ a $160\ \mu\text{m}$. Os resultados foram analisados utilizando o método de Oliver e Pharr.⁽¹³⁾ A profundidade de penetração da ponta foi controlada pela carga aplicada e os efeitos de empilhamento foram desconsiderados.

A identificação das fases presentes na amostra foi realizada por meio de um difratômetro de raios X Shimadzu XRD 6000 com ânodo de cobre. As observações da microestrutura do material foram obtidas com um microscópio óptico Carl Zeiss Axio Scope A.1 e um

microscópio eletrônico de varredura (MEV) Shimadzu Superscan SSX-550 com capacidade de análise química por dispersão de energia de raios X (EDX).

3 RESULTADOS

A microestrutura observada do material corresponde à de um aço H11 temperado e revenido (Figura 2). Porém, a microestrutura de martensita revenida é grosseira e o tamanho de grão varia em forma considerável até um valor máximo de 5, segundo a escala ASTM.

O perfil de dureza obtido corresponde ao de uma nitretação de pouca espessura ($80\ \mu\text{m}$), própria dos processos duplex recomendados para moldes de injeção de alumínio (Figura 3).

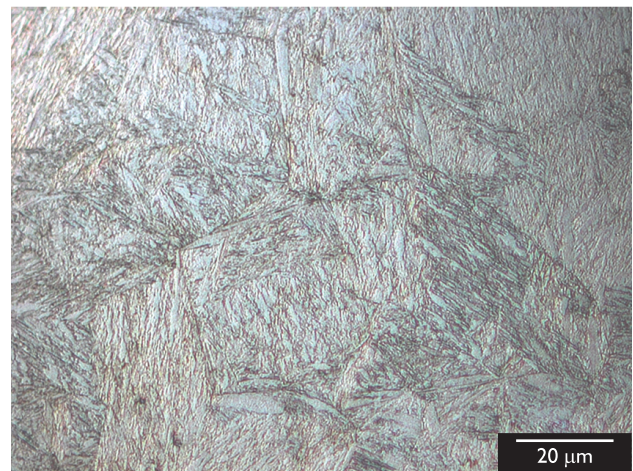


Figura 2. Micrografia óptica do material do molde.

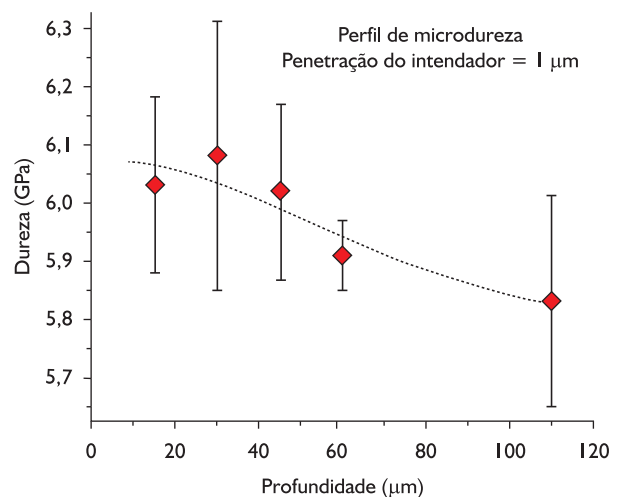


Figura 3. Perfil de microdureza do molde com tratamento duplex.

Os resultados da difração de raios X permitem identificar o revestimento de CrN e alguns picos correspondentes ao substrato, livres das fases $Fe_{2-3}N$, próprias da camada branca de nitretação (Figura 4).

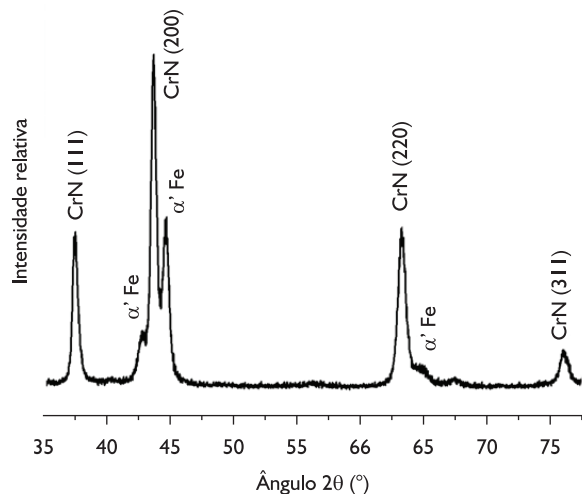


Figura 4. Difratograma (DRX) do molde com tratamento duplex.

As Figuras 5 e 6 mostram a microestrutura na seção transversal das amostras, nas regiões A e B, respectivamente. As regiões estudadas mostram-se totalmente livres de camada refundida da eletroerosão ou da camada de material composto da nitretação. O revestimento de CrN de $2\ \mu\text{m}$ de espessura é claramente visível nos dois casos. A Figura 5, correspondente à região A, apresenta uma zona da amostra com desprendimento do revestimento, ao passo que a região B (Figura 6) apresenta melhor qualidade e aderência do revestimento, com menor densidade de defeitos.

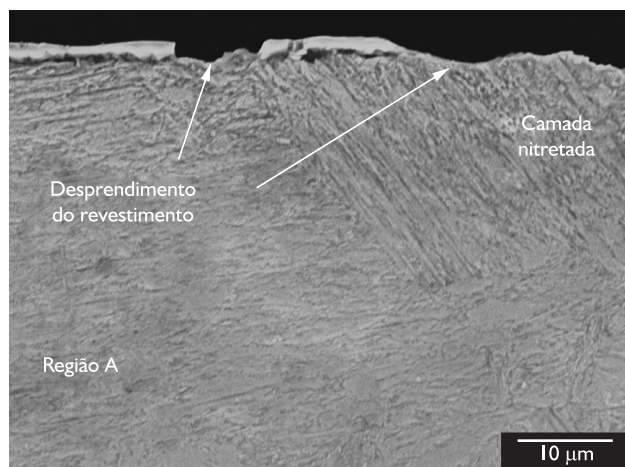


Figura 5. Micrografia MEV da seção transversal na região A.

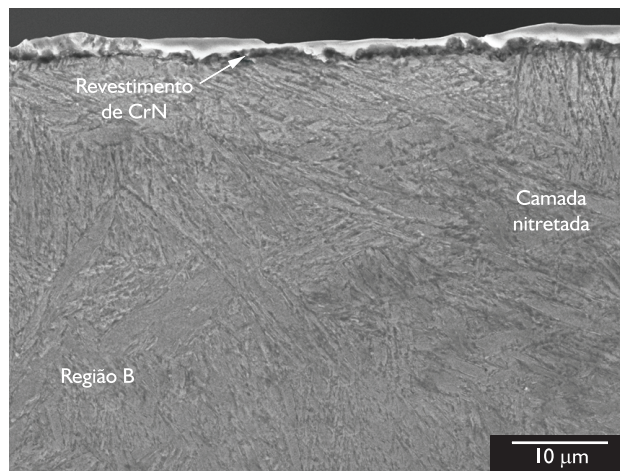


Figura 6. Micrografia MEV da seção transversal na região B.

As análises realizadas mostram que as zonas mais afetadas são aquelas com desprendimento do revestimento protetor. A partir dessas primeiras conclusões, o início da falha é associado ao desprendimento do revestimento protetor de CrN e ao ataque posterior sobre o material do substrato. Em consequência, foi aprofundado o estudo sobre os sítios de nucleação das trincas, a fim de achar a causa raiz da falha.

A Figura 7 apresenta uma das zonas mais afetadas da amostra da região A. Essa figura exhibe uma alta densidade de trincas nucleadas na superfície, que se propagaram para o interior do material até $500\ \mu\text{m}$ de profundidade. O estudo dos sítios de nucleação de trincas, utilizando o sinal de elétrons retroespalhados (Figura 8), revela um contraste de composição que indica a presença de elementos de baixo número atômico.

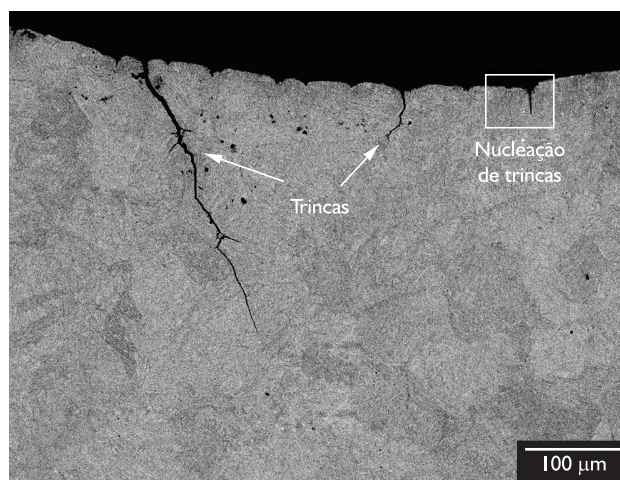


Figura 7. Micrografia MEV de uma das zonas mais afetadas na região A.

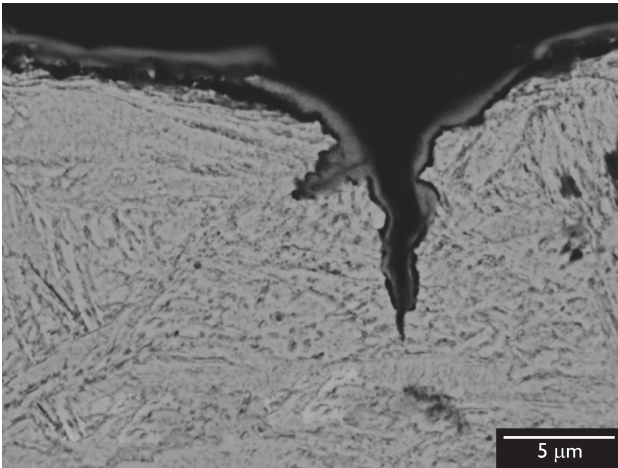


Figura 8. Micrografia MEV de um sítio de nucleação de trincas.

A Figura 9 mostra um defeito na região A do molde. Nesta figura, é possível perceber uma camada de material entre o revestimento e o substrato de aço. A análise de composição realizada com EDX detectou, nessa camada, quantidades significativas de enxofre (S) e sinais mais fracos para silício, alumínio, oxigênio e carbono. O mapeamento de EDX está claramente de acordo com a morfologia da inclusão da imagem, localizada entre o revestimento de cromo e o substrato de aço.

4 DISCUSSÃO

Nas análises realizadas neste trabalho, foram encontradas, em forma consistente nos sítios de nucleação de trincas, inclusões de enxofre entre o revestimento de CrN e o material do molde. Essas inclusões de enxofre

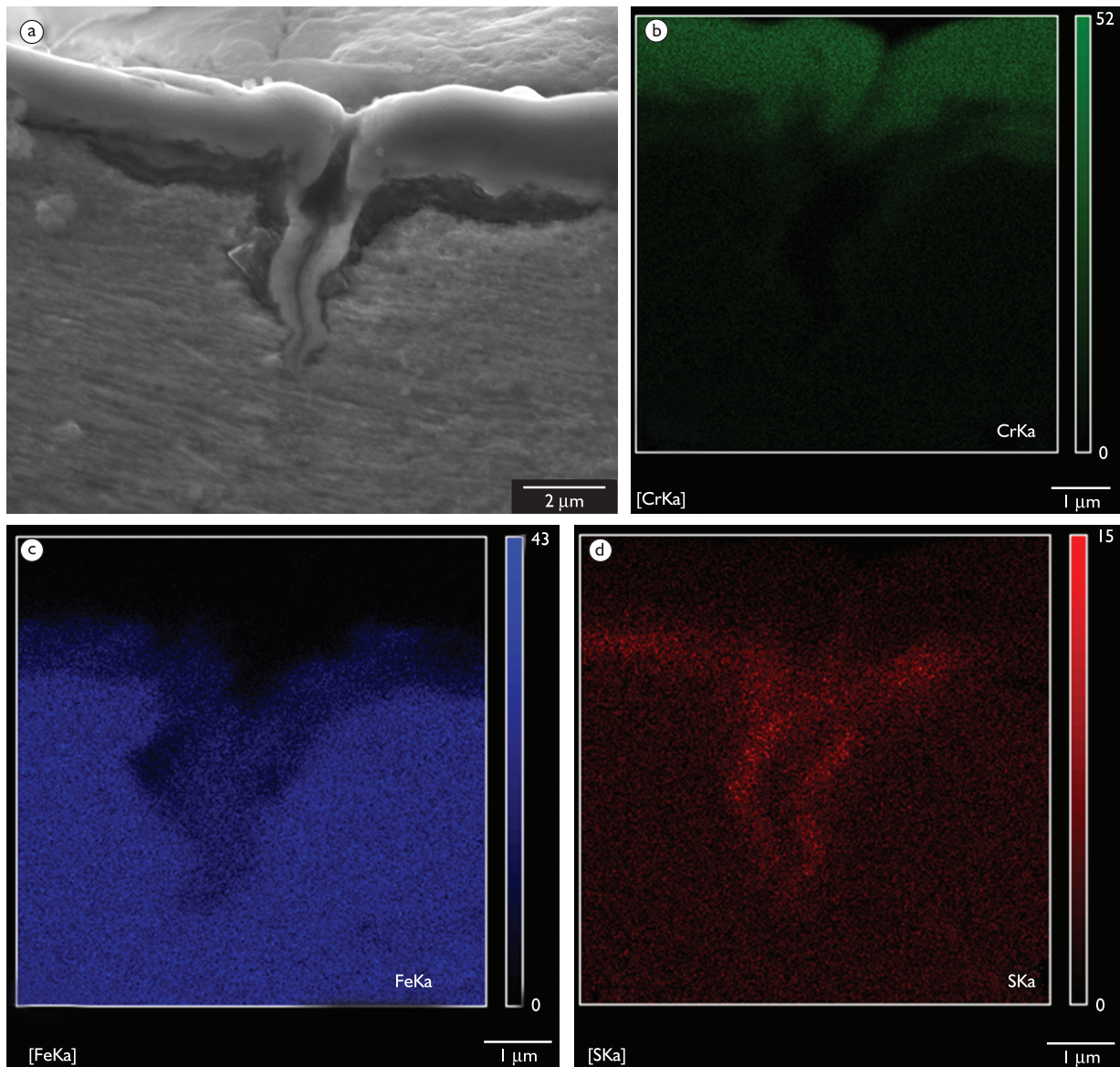


Figura 9. a) Micrografia de um sítio de nucleação de trincas; b) Mapeamento de EDX da mesma zona para cromo; c) ferro; e d) enxofre.

são observadas apenas na superfície da amostra. A partir dessa constatação, é possível inferir que as inclusões foram introduzidas na superfície do molde durante os últimos processos de fabricação e acabamento da peça: eletroerosão ou polimento.

Por um lado, as inclusões de enxofre são observadas nas regiões A e B e, por outro lado, o processo de eletroerosão foi realizado apenas na região A da amostra, e o processo de polimento aparece como a origem mais provável das inclusões de enxofre.

Para verificar essa hipótese, foi obtida uma amostra da pedra utilizada no processo de polimento do molde, que foi revestida com ouro e analisada no MEV. As Figuras 10a e 10b apresentam a morfologia da pedra enxofrada e seu espectro de composição química obtido com EDX. Esse espectro prova a presença de uma grande concentração de enxofre, junto com silício, carbono, alumínio e oxigênio, presumivelmente provenientes das partículas abrasivas (SiC e Al_2O_3).

Dessa maneira, as análises realizadas no presente trabalho evidenciam que a nucleação prematura de trincas foi iniciada pela presença de inclusões de enxofre entre o

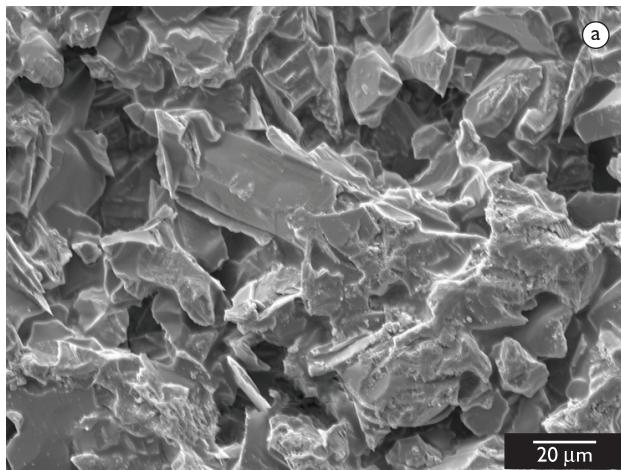


Figura 10. a) Micrografia MEV da pedra enxofrada utilizada para polir o molde; b) Espectro de composição química EDX.

revestimento de CrN e o material do molde (Figura 11). As inclusões foram introduzidas na superfície do aço durante o processo de polimento do molde.

O mecanismo de falha proposto neste trabalho é resumido na Figura 12 e envolve as seguintes fases: 1) incrustação de material com alto teor de enxofre, proveniente da pedra de polimento, nas porosidades criadas pelos processos de fabricação prévios;⁽⁴⁾ 2) revestimento das inclusões com CrN criando pontos de baixa aderência;⁽¹⁴⁾ 3) nucleação de trincas a partir da inclusão; 4) desprendimento do revestimento protetor e 5) propagação das trincas no substrato,⁽⁸⁾ facilitada pela microestrutura grosseira da martensita revenida.

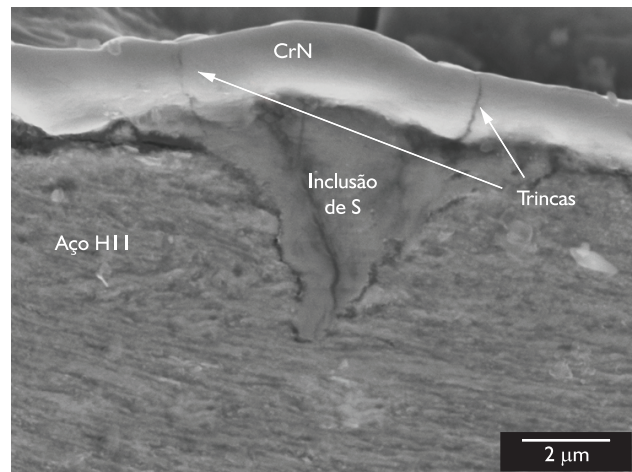


Figura 11. Micrografia MEV de um sítio de nucleação de trincas.

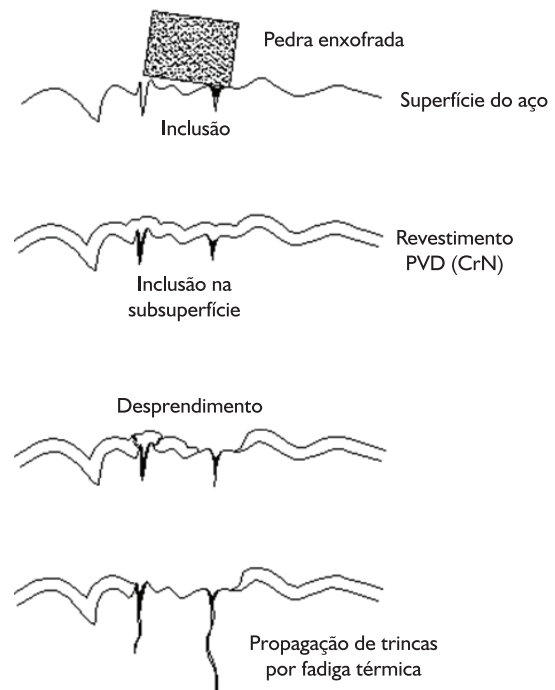


Figura 12. Esquema do mecanismo de falha proposto.

A evidência achada no presente trabalho destaca a importância do acabamento superficial no desempenho dos moldes.⁽¹⁵⁾ Isto é particularmente importante nos moldes com processos de engenharia de superfícies, nos quais a aderência do revestimento pode ser afetada pela presença de camadas de material poluído ou contaminação superficial, introduzidas nas etapas finais de fabricação.^(12,14) A seleção dos abrasivos utilizados deve considerar vários aspectos,⁽¹⁴⁾ e a utilização de pedras enxofradas não é recomendável para moldes com posterior aplicação de revestimentos PVD. Se não for possível evitar o uso desse tipo de pedras abrasivas, devem se utilizar métodos de limpeza apropriados para eliminar as inclusões de enxofre antes da aplicação do revestimento.

5 CONCLUSÃO

Este estudo da nucleação prematura de trincas em um molde de injeção de alumínio com tratamento de superfícies duplex oferece as seguintes conclusões:

- a origem da falha é atribuída a inclusões de enxofre introduzidas na superfície da ferramenta pela utilização de uma pedra enxofrada durante o polimento do molde;
- a rugosidade superficial criada pelos processos de fabricação prévios exerce um efeito significativo, pois criou sítios para a incrustação de partículas provenientes da pedra de polimento;
- a baixa aderência do revestimento de CrN nas inclusões de enxofre produziu o desprendimento do revestimento, a exposição do substrato e a nucleação de trincas;
- a microestrutura do substrato, formada por uma camada de difusão da nitretação e martensita revenida grosseira, facilitou a propagação das trincas por fadiga térmica.

REFERÊNCIAS

- 1 NADCA. *Die casting fact sheet*. 2010. Disponível em: <<http://www.diecasting.org/media/files/DieCastingFactSheet.doc>>. Acesso em: 23 maio 2010.
- 2 KLOBCAR, D.; TUSEK, J.; TALJAT, B. Thermal fatigue of materials for die-casting tooling. *Materials Science and Engineering A*, v. 472, n. 1-2, p. 198-207, Jan. 2008.
- 3 CHANDLER, H. *Heat treater's guide: practices and procedures for irons and steels*. Metals Park, Ohio: ASM International, 1995.
- 4 GARCÍA NAVASA, V. et al. Electro-discharge machining (EDM) versus hard turning and grinding—Comparison of residual stresses and surface integrity generated in AISI O1 tool steel. *Journal of Materials Processing Technologies*, v. 195, n. 1-3, p. 186-194, Jan. 2008.
- 5 SANJEEV KUMARA et al. Surface modification by electrical discharge machining: A review. *Journal of Materials Processing Technologies*, v. 209, n. 8, p. 3675-87, Apr. 2009.
- 6 KIM, H. J. *The analysis and mitigation of the influence of electro-discharge machining on the thermal fatigue properties of H-13 die steel*. Cleveland: Case Western Reserve University, 1991. p. 138.
- 7 PELLIZZARI, M.; MOLINARI, A.; STRAFFELINI, G. Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel. *Surface and Coatings Technology*, v. 142-144, p. 1109-15, 2001.
- 8 PELLIZZARI, M.; MOLINARI, A.; STRAFFELINI, G. Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 352, n. 1-2, p. 186-94, July 2003.
- 9 WANG, Y. A study of PVD coatings and die materials for extended die-casting die life. *Surface and Coatings Technology*, v. 94-95, p. 60-3, 1997.
- 10 PERSSON, A., HOGMARK, S., and BERGSTRÖM, J. Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steels. *Surface and Coatings Technology*, v. 191, n. 2-3, p. 216-27, Feb. 2004.
- 11 PALMERS, J. et al. Influence of the presence of white layers formed during grinding and wire-electro-discharge machining on PVD TiN coating adhesion. *Surface and Coatings Technology*, v. 74-75, p. 162-7, 1995.
- 12 BRINKSMIEIER, E.; WALTER, A. Generation of reaction layers on machined surfaces. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, v. 49, n. 1, p. 435-8, Jan. 2000.
- 13 OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, v. 7, n. 6, p. 1564-80, Jun. 1992.
- 14 FISCHER, G. Hard coatings on contaminated surfaces: a case study. *Gear Technology*, v. 14, n. 1, p. 14-5, Jan.-Feb. 1997.
- 15 PALMERS, J.; VAN STAPPEN, M. Optimal surface preparation of surfaces to be PVD coated: a standardisation action. *Science, Technique et Applications*, v. 52, n. 280, p. 290-2, July 1996.

Recebido em: 31/10/2010

Aceito em: 10/05/2011