

PIBITI – CNPq  
Projeto: INES2

## Eliminação de falhas de revestimentos decorativos PVD de TiN

Autores: Patrícia H. Fonseca, Fernanda B. Costi, Bruna L. Perotti, Carlos A. Figueroa



### Introdução / Objetivo

Os filmes de nitreto de titânio (TiN), possuem um espaço promissor no mercado decorativos para fins domésticos, devido à coloração amarelo-ouro, podendo ser confundida com o ouro puro, entretanto, possui propriedades mecânicas superiores ao ouro e maior durabilidade. Os revestimentos de TiN são depositados por PVD (Physical Vapor Deposition), técnica a qual faz uso de uma tecnologia mais limpa, não gerando efluentes líquidos contendo metais pesados. Devido a ocorrência de falhas nos filmes de TiN sobre peças niqueladas/cromadas, que inviabiliza sua aplicação, esse trabalho buscou uma alternativa de pré-tratamento por meio de ataque ácido em diferentes condições (concentração, tempo e temperatura), visando uma limpeza seletiva da superfície, que venha a eliminar defeitos do filme de nitreto de titânio.

### Experimental

Inicialmente foi realizada a preparação das amostras. Um lingote de latão passou por processos de preparação metalográfica como corte, fresa e polimento. As amostras foram revestidas com níquel seguido de cromo e após o processo de limpeza no ultrassom, foram avaliadas por microscopia óptica e microscopia eletrônica por varredura (MEV), a análise composicional das amostras foram realizadas por EDS.

Foram realizados ataques com ácido nítrico diluído (HNO<sub>3</sub>) nas amostras cromadas, visto que este ácido dissolve seletivamente o níquel. Variou-se a concentração da solução, a temperatura e o tempo de ataque nas amostras.

Tabela 1 – Parâmetros dos ataques ácidos

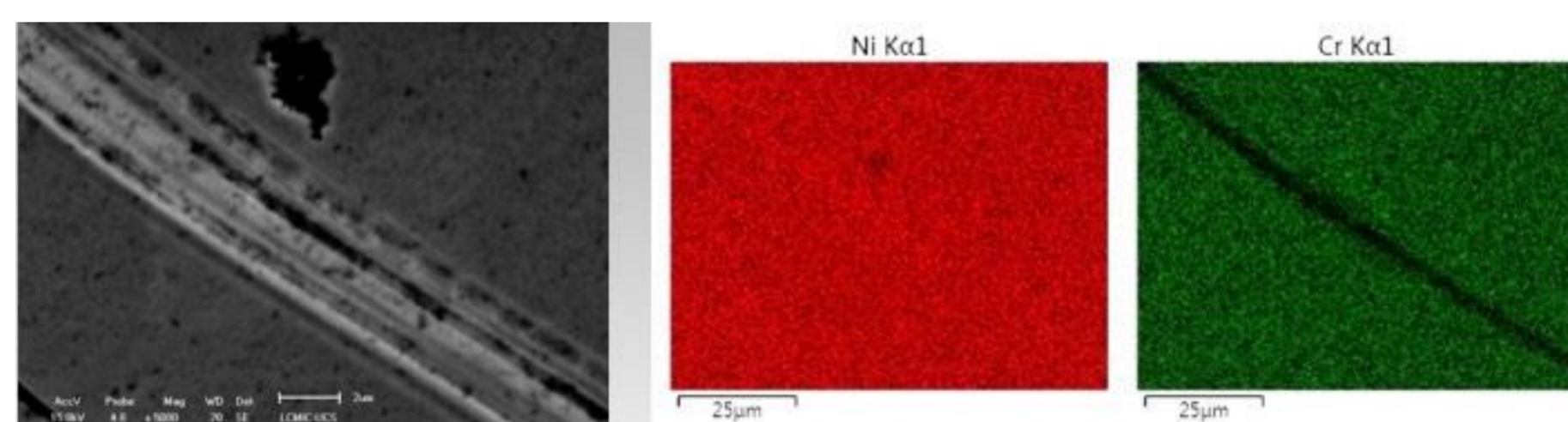
| Concentração (mol/L) | 0,1 | 0,5 | 1  |
|----------------------|-----|-----|----|
| Temperatura (°C)     | 30  | 40  | 50 |
| Tempo (min)          | 0,5 | 2   | 5  |

Através desses parâmetros foram estabelecidas condições para cada amostras, possibilitando condições mais brandas e mais agressivas de ataque ácido. Após o ataque ácido as amostras foram analisadas novamente por microscopia óptica, MEV e EDS

### Resultados e Discussão

A partir das análises realizadas por microscopia, tanto óptica como MEV, foi possível identificar a presença defeitos de riscos na superfície cromada.

Figura 1- MEV e EDS de risco na superfície cromada

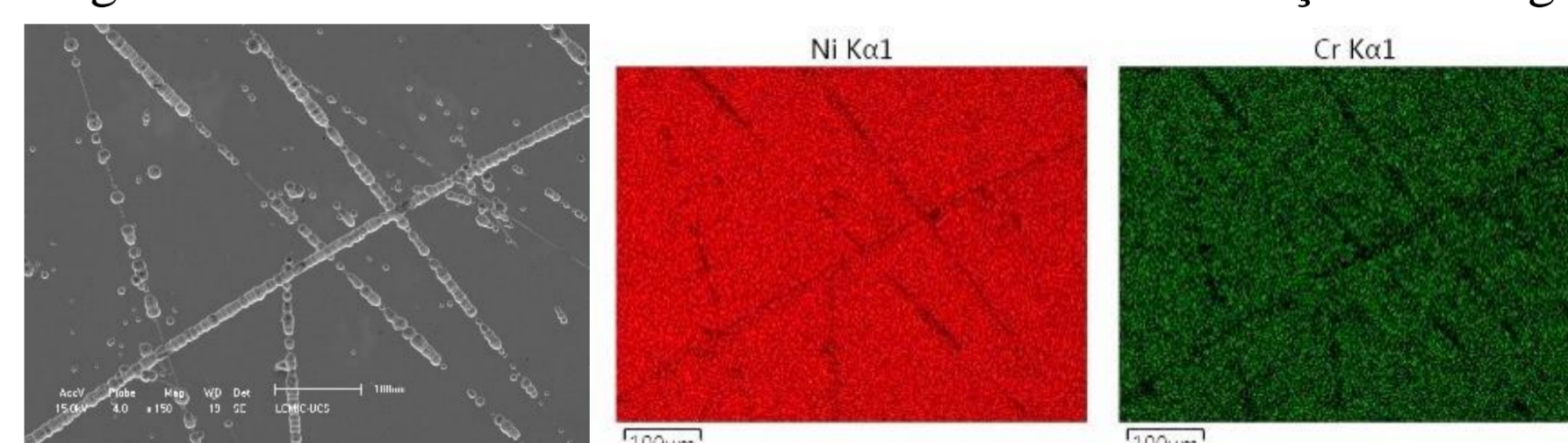


Ao analisar esses defeitos de riscos por EDS percebe-se que não possui revestimento de cromo nessas regiões, deixando assim o revestimento de níquel exposto. Nitreto de titânio não possui boa aderência sobre níquel devido à pouca afinidade química desses dois elementos.

### Resultados e Discussão

Para garantir uma boa aderência seria necessário retirar o níquel exposto, com isso é realizado o ataque com ácido nítrico que ataca seletivamente o níquel, conforme figura 2, é possível identificar a ausência de níquel nos riscos, o ataque mais agressivo tinha como parâmetros 50 °C, 1,0 mol/L e 5 minutos.

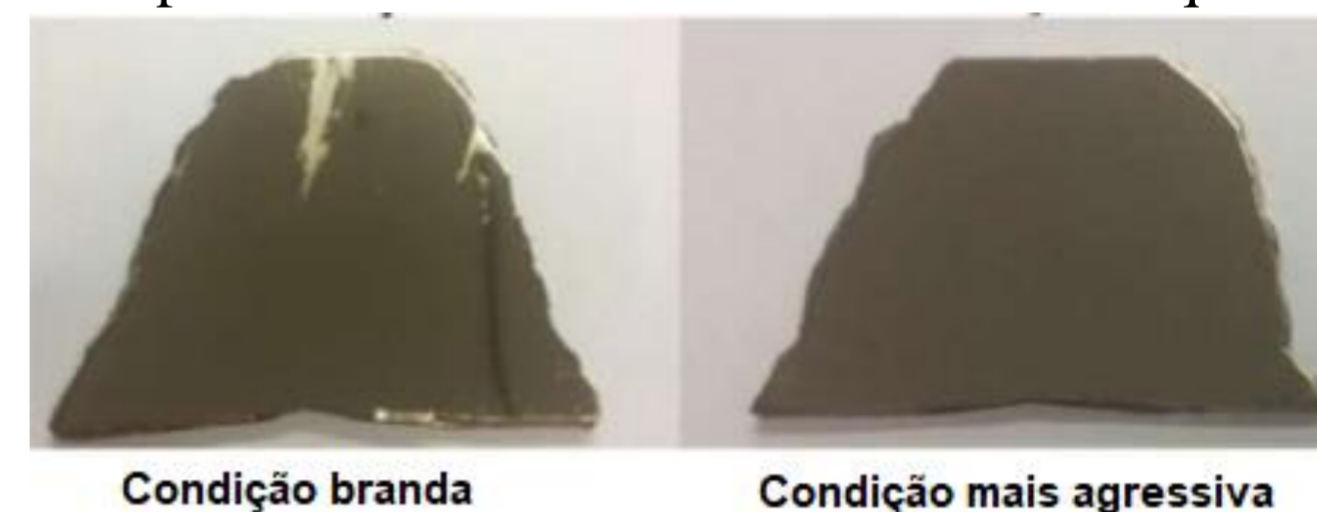
Figura 2 - MEV e EDS de amostra atacada com a condição mais agressiva



Foi realizado a mesma análise para a condição de ataque mais branda - 30°C, 0,1 mol/L e 0,5 minutos. Quando o ataque é mais fraco não é eficiente suficientemente para retirada do níquel exposto, o que se assemelha ao apresentado na figura 1, onde não há ataque ácido.

Após a deposição de TiN foi possível comparar as amostras que passaram por ataque mais forte e mais fraco, quando o ataque é mais fraco, os defeitos são generalizados e afetam uma área maior. Já quando o ataque é mais forte, há a presença de defeitos dispersos e pontuais, não perceptíveis visualmente, conforme Figura 3.

Figura 3 - Aspecto visual entre as amostras atacadas quimicamente



### Conclusões

A partir dos resultados de microscopia foi possível observar a presença de defeitos de riscos na superfície. Nessas regiões foi realizado EDS que identificou a ausência de cromo nesses riscos, deixando assim o níquel exposto, o qual possui baixa afinidade química com TiN. Para eliminação dos defeitos no revestimento de TiN as amostras passaram por ataques com ácido nítrico, o qual atua seletivamente na remoção do níquel exposto. Os ataques realizados variaram a temperatura, concentração e tempo de exposição ao ácido. Observou-se que as condições de ataque químico mais agressivo (maior temperatura, tempo e concentração) obtiveram amostras mais homogêneas, sem a presença de defeitos no revestimento de TiN. Portanto, esse método de ataque ácido se mostrou eficaz para eliminação de falhas, podendo ser utilizado como etapa de pré-tratamento para deposição dos filmes de TiN por PVD.

### Referências Bibliográficas

- DENNIS, J. K.; SUCH, T. E.. **Nickel and chromium plating**. 3. ed. England: Woodhead Publishing, 1993. 464 p.
- LAIN, Gustavo Caberlon. **Deposição e caracterização de filmes finos de nitreto de titânio para aplicações decorativas**. 2014. 74 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, PGMAT, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2014.
- SCHLESINGER, Mordechai; PAUNOVIC, Milan. **Modern Electroplating**. 5. ed. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2010. 729 p.