

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,**  
**METALÚRGICA E DE MATERIAIS – PPGE3M**

**LEONARDO FONSECA OLIVEIRA**

**ESTUDO DA NITRETAÇÃO A PLASMA COM TELA ATIVA E POTENCIAL  
FLUTUANTE PARA O AÇO RÁPIDO ASTM M2**

**PORTO ALEGRE**

**2017**

**LEONARDO FONSECA OLIVEIRA**

**ESTUDO DA NITRETAÇÃO A PLASMA COM TELA ATIVA E POTENCIAL  
FLUTUANTE PARA O AÇO RÁPIDO ASTM M2**

**Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGE3M), da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia, modalidade Acadêmica.**

**Área de Concentração: Processos de Fabricação**

**Orientador: Prof. Dr. Alexandre da Silva Rocha**

**Porto Alegre**

**2017**

### CIP - Catalogação na Publicação

Oliveira, Leonardo Fonseca  
ESTUDO DA NITRETAÇÃO A PLASMA COM TELA ATIVA E  
POTENCIAL FLUTUANTE PARA O AÇO RÁPIDO ASTM M2 /  
Leonardo Fonseca Oliveira. -- 2017.  
92 f.  
Orientador: Alexandre da Silva Rocha.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do  
Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de  
Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de  
Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2017.

1. Nitretação a plasma. 2. Tela ativa. 3. Aço  
rápido. 4. ASTM M2. I. Rocha, Alexandre da Silva,  
orient. II. Título.

**LEONARDO FONSECA OLIVEIRA**

**ESTUDO DA NITRETAÇÃO A PLASMA COM TELA ATIVA E POTENCIAL  
FLUTUANTE PARA O AÇO RÁPIDO ASTM M2**

**Esta dissertação foi analisada e julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora designada pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.**

---

**Orientador: Prof. Dr. Alexandre da Silva Rocha**

---

**Coordenador: Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann**

**Aprovado em: 05/12/2017**

**BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Dr. Adão Felipe Oliveira Skonieski – IFRS – Rio Grande. \_\_\_\_\_**

**Prof. Dr. Giovanni Rocha dos Santos – SENAI – RS. \_\_\_\_\_**

**Profa. Dra. Gelsa Edith Navarro Hidalgo-UFRGS. \_\_\_\_\_**

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a meus pais por tudo...

Ao professor e colega Edison Silva Lima, por me mostrar que o mestrado seria uma possibilidade palpável após a graduação.

Ao meu orientador Alexandre da Silva Rocha, por me acolher como bolsista de mestrado mesmo vindo de uma graduação em uma área muito diferente e por esclarecer minhas dúvidas inúmeras e diversas vezes.

Aos colegas do Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) e do Grupo de Engenharia de Superfícies (GES), em especial Luciano Kempinski por demonstrar inúmeros experimentos e práticas indispensáveis para o desenvolvimento desta dissertação, também à Ângela Marques, Vinicius Dias e Carla Diehl, por me apoiarem.

A Igor Diehl pela ajuda com os ensaios de difração de raios-X.

A Érica Munaretti, por atender às demandas como bolsista de iniciação.

À professora Gelsa Hidalgo, por me auxiliar na obtenção das imagens com o MEV.

Aos bolsistas do LAPEC: Tobias Bertoldi e Vanessa Rodói pela execução dos ensaios tribológicos e à Maria Rita Vega pelo auxílio nas análises de perfilometria.

A Paulo Grypp Jr., por me ajudar com problemas do equipamento de nitretação.

Ao pessoal do LAMAS por disponibilizar o perfilômetro interferômetro.

Ao pessoal do LAFUN e LAMEF pela realização das análises de composição química.

À CAPES, UFRGS e ao PPGE3M, pela oportunidade e pela bolsa de mestrado.

E aos demais envolvidos que por ventura eu não tenha citado aqui.

*Antes tarde do que nunca.*

## RESUMO

No presente trabalho foi investigada a nitretação a plasma do aço rápido ASTM M2 utilizando diferentes configurações, envolvendo as técnicas convencional e com tela ativa. Na técnica convencional, o material a ser nitretado atua como o cátodo do sistema, sendo coberto diretamente pela bainha da descarga luminescente. Nos tratamentos conduzidos com a técnica de tela ativa, uma estrutura de tela em formato cilíndrico atua como cátodo e o material a ser nitretado é posicionado no seu interior. Neste novo processo, como não há potencial elétrico externo aplicado aos substratos, a descarga luminescente se desenvolve apenas na estrutura da tela, evitando problemas intrínsecos do método convencional de nitretação a plasma. Todos os tratamentos investigados foram executados com os seguintes parâmetros: Temperatura de 500 °C, mistura gasosa composta 76% de volume de gás nitrogênio e 24% de volume de gás hidrogênio e pressão de 3 milibar. Para os tratamentos com tela ativa, os substratos foram mantidos eletricamente isolados. Os resultados foram comparados observando a diferença de método de nitretação (com e sem o uso de tela ativa) e a influência do tempo de tratamento (variando sua duração em 1, 4 e 8 horas). Todos os experimentos foram realizados utilizando uma fonte de potência de tensão retificada aplicada na tela ou nas amostras, dependendo da configuração. Adicionalmente, para o tempo de nitretação de 4 horas uma fonte de potência com tensão pulsada também foi aplicada. As amostras nitretadas foram caracterizadas por ensaios de rugosidade, ensaios de dureza e microdureza, microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios-X. Ensaios tribológicos para avaliação da resistência ao desgaste das diferentes condições de tratamento foram conduzidos. Dentre os principais resultados foi observada uma clara diferença na profundidade de camada nitretada, que foi sempre mais profunda nos tratamentos convencionais. Apesar de formadas camadas menos profundas, as amostras nitretadas oriundas dos tratamentos com tela ativa demonstraram melhor desempenho nos ensaios tribológicos, resultando em taxas de desgaste até sete vezes inferior do que as amostras do nitretadas convencionalmente, este resultado foi atribuído a não formação da zona de compostos nas amostras nitretadas com tela ativa.

Palavras-chave: Nitretação a Plasma, Tela Ativa, Aço Rápido, ASTM M2.

## INVESTIGATION ON ACTIVE SCREEN PLASMA NITRIDING WITH FLOATING ELECTRICAL POTENTIAL FOR A ASTM M2 HIGH SPEED TOOL STEEL

### ABSTRACT

In the present work an investigation on the plasma nitriding of ASTM M2 High-Speed Steel using different configurations was carried out, involving traditional and active screen techniques. In the traditional technique, the material to be nitrided act as the system cathode, being directly covered by the glow discharge sheath. In the active screen treatments, a cylindrical mesh structure (screen) plays the role of the cathode and the material to be nitrided is positioned in its interior. In this new process, as there is no external electric potential applied to the specimens, the glow discharge develops only in the screen structure, avoiding intrinsic problems from the conventional plasma nitriding method. All the studied treatments were carried out with the following parameters: temperature of 500 °C, gas mixture of 76 vol.-% N<sub>2</sub> and 24 vol.-% H<sub>2</sub> and pressure of 3 millibar. For the active screen treatments, the samples were kept electrically insulated. The results were compared observing the differences in the nitriding method (with and without the use of active screen) and the nitriding time influence (varying its duration in 1, 4 and 8 hours). All experiments were carried using a rectified voltage power supply applied to the screen or to the samples, depending on the configuration. Additionally, for the nitriding time of 4 hours a pulsed voltage power supply was also employed. The nitrided samples were characterized by roughness tests, hardness and microhardness tests, optical microscopy and scanning electron microscopy, X-ray diffraction. Tribological tests to evaluate the wear resistance of the different treatment conditions were also carried out. Among the main results a clear difference in the case layer depth was noticed, which was always deeper in the conventional treatments. Although forming shallower case depths, the active screen nitrided specimens presented better performance in the tribological tests, resulting in wear rates up to seven times lower than the wear rate for conventionally plasma nitrided samples, this result was assigned due to the non-formation of compound layer in the active screen plasma nitrided samples.

Keywords: Plasma Nitriding, Active Screen, High-Speed Steel, ASTM M2.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 Quadro relacionando mecanismos de desgaste manifestados em diferentes processos de conformação. ....	19
Figura 2 Quadro de classificação os tipos de desgaste segundo Budisnki. ....	20
Figura 3 Apresentação do desgaste do tipo abrasivo. ....	21
Figura 4 Apresentação do desgaste do tipo erosivo. ....	22
Figura 5 Representação do desgaste do tipo Adesivo. ....	23
Figura 6 Ilustração do desenvolvimento do desgaste por fadiga. ....	23
Figura 7 Relação Tensão X Corrente Elétrica e os diferentes tipos de descarga elétrica. ....	24
Figura 8 Ilustração simplificada apresentando as partes de um equipamento utilizado para nitretação a plasma. ....	26
Figura 9 Ilustração dos diferentes mecanismos responsáveis pelas modificações superficiais segundo Walkowics. ....	28
Figura 10 Diagrama de equilíbrio Fe-N. ....	30
Figura 11 Ilustração comparativa dos arranjos para execução de tratamentos de nitretação a plasma nos métodos convencional (esquerda) e com tela ativa (direita). ....	31
Figura 12 Ilustração dos mecanismos de transferência de massa para a nitretação com tela ativa. ....	32
Figura 13 Diferentes ferramentas de corte e usinagem compostas de aço rápido. ....	34
Figura 14 Seção transversal de amostras de aço M2 submetidas a tratamentos de nitretação a plasma. ....	35
Figura 15 Ilustração do dispositivo utilizado por Hirsch e colaboradores para execução de experimentos de nitretação sob aplicação de tensões trativas e compressivas. ....	36
Figura 16 Profundidade da zona de difusão avaliando influência de tensões residuais observado por Hirsch e colaboradores. ....	36
Figura 17 Perfis de microdureza de amostras nitretadas de aço M2 oriundas de diferentes tratamentos térmicos. ....	37
Figura 18 Gráfico da evolução da dureza em relação ao tempo de nitretação apresentado por Naz e colaboradores. ....	38
Figura 19 Trilhas de desgaste no aço M2 nitretado a plasma com diferentes proporções de gás N <sub>2</sub> . ....	39
Figura 20 Fragilização ocorrida nos contornos de grão da camada nitretada de uma amostra de aço M2. ....	40

Figura 21 Imagens de MEV apresentando o desgaste em amostras de aço M2 nitretadas em diferentes condições. ....	41
Figura 22 Resposta ao ensaio de corrosão do aço M2 nitretado por diferentes parâmetros.....	42
Figura 23 Arestas de corte de brocas nitretadas antes (esquerda) e após (direita) realização de 100 perfurações. ....	44
Figura 24 Seção transversal da aresta de corte de ferramentas com tratamento combinado de nitretação com deposição de TiAlN por PVD (esquerda) e apenas com deposição PVD (direita). ....	45
Figura 25 Comparação do desempenho de ferramentas de com tratamento DUPLEX e apenas revestido. ....	45
Figura 26 MEV da seção transversal de uma amostra de aço M2 nitretada a plasma apresentando camada branca. ....	46
Figura 27 Fluxograma resumindo as etapas do procedimento experimental. ....	47
Figura 28 Geometria e dimensões das amostras utilizadas, dimensões apresentadas em milímetros.....	48
Figura 29 Quadro resumo dos parâmetros variados nos tratamentos de nitretação a plasma. .	49
Figura 30 Esquema para identificação dos tratamentos executados.....	49
Figura 31 Ilustração dos formatos de onda aplicado pelas diferentes fontes de potência. ....	50
Figura 32 Fotografia e ilustração do equipamento utilizado para a realização dos tratamentos de nitretação a plasma.....	51
Figura 33 Disposição das amostras utilizada no método TC.....	52
Figura 34 Disposição do arranjo e disposição das amostras utilizado para os tratamentos AS. ....	53
Figura 35 Detalhamento da chapa expandida e da tela ativa utilizada, dimensões apresentadas em milímetros. ....	53
Figura 36 Etapas de processo seguidas para realização dos tratamentos. ....	54
Figura 37 Desenho esquemático apresentando o posicionamento dos sensores de sinais elétricos no sistema. ....	55
Figura 38 Ilustrações dos processos de corte e embutimento das amostras para análise da seção transversal.....	56
Figura 39 Aquisição de perfil superficial pelo método do perfilômetro de contato.....	57
Figura 40 Realização de ensaio de rugosidade.....	57
Figura 41 Ilustração da construção do perfil de microdureza na seção transversal. ....	59

Figura 42 Posições das medições de dureza Rockwell C na face não tratada das amostras nitretadas.....	59
Figura 43 Ilustração da amostra embutida para realização das análises metalográficas. ....	60
Figura 44 Ilustração do ensaio tribológico de deslizamento recíproco <i>ball-on-flat</i> . ....	61
Figura 45 Perfilometria tridimensional de uma trilha de desgaste. ....	62
Figura 46 Aspecto superficial das amostras. ....	64
Figura 47 Gráficos dos dados de rugosidade Ra (esquerda) e Rz (direita) plotados em relação ao tempo de nitretação. ....	65
Figura 48 Gráfico comparativo com as medições dureza Rockwell C realizadas em amostras não nitretadas (esquerda) e na face não nitretadas (núcleo) das amostras submetidas à nitretação a plasma (direita). ....	67
Figura 49 Gráficos exibindo medições de microdureza Vickers realizadas com carga de 100 gf na superfície nitretada (esquerda) e no núcleo das amostras (direita). ....	68
Figura 50 Gráficos apresentando os perfis de microdureza para os tratamentos convencionais (esquerda) e com tela ativa (direita). ....	69
Figura 51 Gráfico apresentando as profundidades de camada nitretada medidas pelos perfis de microdureza. ....	70
Figura 52 Metalografias da seção transversal das amostras nitretadas. ....	71
Figura 53 Gráfico de profundidade de camada nitretada medida através das metalografias. ...	72
Figura 54 MEVs da seção transversal das amostras nitretadas convencionalmente (TCs).....	73
Figura 55 MEVs da seção transversal das amostras nitretadas com tela ativa (TAs) .....	74
Figura 56 Gráfico apresentando as medições de profundidade da zona de compostos.....	75
Figura 57 Difratogramas de Raios-X das amostras. ....	76
Figura 58 Fotografia e perfilometria das trilhas de desgaste de diferentes amostras. ....	77
Figura 59 Gráfico apresentando os coeficientes de desgaste obtidos pelos tratamentos.....	78
Figura 60 Dados coletados durante o tratamento rTC-1h. ....	91
Figura 61 Dados coletados durante os tratamentos rTC-4h e rTA-4h.....	91
Figura 62 Dados coletados durante os tratamentos pTC-4h e pTA-4h. ....	92
Figura 63 Dados coletados durante os tratamentos rTC-8h e rTA-8h.....	92

## LISTA DE SIGLAS

ASTM – American Society for Testing and Materials

CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior

CVD – *Chemical Vapor Deposition*, Deposição química por vapor

DRX – Difração de Raios-X

GES – Grupo de Engenharia de Superfícies

IFRS – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul

LAMAS - Laboratório Multiusuário de Análise de Superfícies

LdTM – Laboratório de Transformação Mecânica

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

MO – Microscópio Ótico

PPGE3M – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PVD – *Physical Vapor Deposition*, Deposição física por vapor

RF – Radiofrequência

RMS – *Root Mean Square*, média quadrática, valor eficaz.

SENAI – Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial

TA – Tela Ativa

TC – Tratamento convencional

UFRGS – Universidade Federal do Rio Grande do Sul

## LISTA DE SÍMBOLOS

kgf – Quilograma-força, unidade de força

°C – Graus Celsius, unidade de temperatura

μm- Micrometro, unidade de distância

eV – Eletron-volt, unidade de energia

H<sub>2</sub> – Gás Hidrogênio

mbar – Milibar, unidade de pressão

MHz – Mega-hertz, unidade de frequência

N<sub>2</sub> – Gás Nitrogênio

Pa – Pascal, unidade de pressão

sccm - *Standard Cubic Centimeters per Minute*, unidade de vazão

VA- Volt-Ampere, Unidade de potência elétrica aparente

W – Watt, unidade de potência

γ' – Fase de nitretos Fe<sub>4</sub>N

ε – Fase de (carbo) nitretos Fe<sub>2-3</sub>(C)N

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>16</b>
1.1	Objetivo .....	17
1.2	Estrutura do trabalho.....	17
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>18</b>
2.1	Engenharia de Superfícies .....	18
2.2	Desgaste .....	19
2.2.1	Desgaste abrasivo .....	20
2.2.2	Desgaste erosivo .....	21
2.2.3	Desgaste adesivo.....	22
2.2.4	Desgaste por fadiga.....	23
2.3	Descarga Luminescente para Tratamentos em Plasma.....	24
2.4	Nitretação a Plasma .....	25
2.5	Nitretação a plasma com tela ativa .....	31
2.6	Nitretação a plasma do aço M2.....	34
2.6.1	Método convencional de nitretação a plasma .....	34
2.6.2	Efeitos de tensões residuais e do acabamento superficial.....	35
2.6.3	Efeitos da microestrutura prévia do substrato.....	37
2.6.4	Nitretação a plasma com tela ativa .....	38
2.6.5	Comportamento tribológico .....	39
2.6.6	Comportamento em corrosão.....	41
2.6.7	Comportamento em fadiga.....	43
2.6.8	Aplicação da nitretação a plasma em ferramentas .....	43
2.6.9	Tratamentos combinados de nitretação e deposição (DUPLEX) .....	44
<b>3</b>	<b>PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL .....</b>	<b>47</b>
3.1	Preparação.....	47
3.1.1	Análise química .....	47

3.1.2	Fabricação das amostras .....	48
3.1.3	Definição dos parâmetros de tratamento.....	48
3.1.4	Identificação dos tratamentos .....	49
3.2	Processo .....	50
3.2.1	Apresentação do equipamento de nitretação.....	50
3.2.2	Detalhamento dos tratamentos convencionais .....	52
3.2.3	Detalhamento dos tratamentos com tela ativa .....	52
3.2.4	Execução dos tratamentos.....	54
3.3	Análises.....	56
3.3.1	Ensaio de rugosidade.....	56
3.3.2	Ensaio de dureza e microdureza.....	58
3.3.3	Análise por difração de raios-X.....	59
3.3.4	Microscopia ótica e MEV .....	60
3.3.5	Ensaio tribológico e perfilometria tridimensional .....	61
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>64</b>
4.1	Inspeção visual.....	64
4.2	Análise de rugosidade .....	64
4.3	Análise de dureza Rockwell C.....	66
4.4	Análise de microdureza Vickers.....	67
4.5	Análise por microscopia ótica das seções transversais .....	70
4.6	Análise por MEV.....	72
4.7	Análise de fases por difração de raios-X .....	75
4.8	Ensaio tribológico e análises de desgaste por perfilometria .....	77
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>80</b>
<b>6</b>	<b>TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>81</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>82</b>
	<b>APÊNDICE – DADOS COLETADOS DURANTE OS TRATAMENTOS.....</b>	<b>91</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Técnicas de nitretação são utilizadas para obter melhoria de propriedades dos materiais através de seu enriquecimento superficial com nitrogênio, industrialmente são bem difundidos e aplicados os métodos de nitretação por banho de sais, nitretação em meio gasoso e a nitretação auxiliada por descarga luminescente, também conhecida como nitretação a plasma ou nitretação iônica.

Este estudo foi conduzido tendo como foco a técnica de nitretação a plasma, a qual teve como pioneiro Bernard Berghaus (TYRKIEL; DEARNLEY, 1995), que investigou a utilização da descarga luminescente para tratamentos superficiais, tendo patentes registradas explorando a utilização de plasma para aplicações industriais desde a década de 1930 (BERGHAUS, 1937). Neste tipo de tratamento, o material a ser nitretado é posicionado em uma câmara de vácuo com atmosfera controlada composta de uma mistura gasosa contendo gás nitrogênio, o equipamento promove a aplicação de um potencial elétrico capaz de desencadear o regime de descarga luminescente (plasma) sob o substrato, promovendo aquecimento e favorecendo a ação dos mecanismos de adsorção e difusão, responsáveis pela modificação superficial dos substratos. Apesar de ser bem difundida e utilizada, esta técnica possui limitações intrínsecas que em certas condições promovem resultados indesejados nos materiais nitretados, dentre estas limitações estão danos causados à superfície devido a ocorrência de arcos elétricos, o efeito de borda, que ocorre devido a geometria do substrato responsável pela concentração do campo elétrico em regiões específicas resultando na não uniformidade das camadas formadas. Há também o efeito de cátodo oco, onde ocorre um superaquecimento em certas regiões devido a sobreposição de bainhas da descarga luminescente (ALVES; ARAÚJO; SOUSA, 2013).

O método de nitretação com tela ativa é uma técnica recentemente desenvolvida para contornar as limitações impostas pela nitretação a plasma convencional, os primeiros registros de sua investigação são publicados em 1999 (GEORGES, 1999). Neste tipo de nitretação, o material a ser nitretado é isolado dos potenciais elétricos responsáveis pela ionização da atmosfera, sendo nitretados durante o tratamento sob potencial flutuante ou submetidos à uma tensão elétrica independente (*bias*), ao seu redor é posicionada uma estrutura de tela de material condutor onde será desenvolvida a descarga luminescente. Os tratamentos foram realizados tendo os substratos compostos pelo aço ASTM M2, um aço rápido, utilizado como material base para a composição de ferramentas de corte, usinagem e como matrizes e punções para aplicações de conformação a frio, condições que promovem alto desgaste que pode ser minimizado com auxílio da engenharia de superfície.



## 1.1 OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é avaliar os métodos de nitretação a plasma convencional e com tela ativa verificando a influência de parâmetros de tratamento nas propriedades superficiais e no comportamento tribológico do aço ASTM M2, a fim de identificar qual método aplicado de nitretação é mais eficiente.

## 1.2 ESTRUTURA DO TRABALHO

O trabalho encontra-se estruturado apresentando inicialmente um capítulo de revisão bibliográfica, onde são apresentados aspectos relevantes do estado da arte relacionados à pesquisa, como a aplicação da engenharia de superfícies, sua influência quanto aos mecanismos de desgaste e uma revisão referente à nitretação a plasma do aço M2 ilustrando a variedade de resultados que podem ser obtidos ao modificar os parâmetros de nitretação.

No capítulo de procedimento experimental é apresentado o material utilizado como objeto de pesquisa, o equipamento onde foram conduzidos os ensaios de nitretação, e a metodologia adotada para a execução dos tratamentos de nitretação a plasma e das análises executadas.

O capítulo de resultados e discussão comprime os resultados referentes as análises realizadas, bem como a argumentação disponível na literatura justificando os fenômenos observados.

Por fim são apresentadas as conclusões, sugestões para trabalhos futuros e as referências bibliográficas.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada uma revisão teórica, compreendendo conhecimentos pertinentes ao desenvolvimento do trabalho.

### 2.1 ENGENHARIA DE SUPERFÍCIES

A definição clássica de Engenharia de Superfícies segundo Tom Bell, refere-se a aplicação de práticas e tecnologias de modo a desenvolver a superfície de componentes, obtendo materiais compósitos cujas propriedades são inatingíveis apenas com o material base ou da superfície isolados (BELL, 1990). O desenvolvimento de métodos e tecnologias para melhoria das propriedades superficiais dos materiais é de extrema importância para diversas aplicações, pois é nela onde são iniciados diversos mecanismos que levarão a falha dos componentes (DAVIS, 2001; ELLIOTT, 1978; GALLO, 2009).

Através da engenharia de superfícies é possível modificar propriedades mecânicas, químicas, elétricas, térmicas e óticas dos materiais, como aumentar a resistência ao desgaste, como exemplo, através de aumento superficial de dureza, ou melhorar a vida em fadiga através da inserção de tensões residuais compressivas que retardam o surgimento e propagação de trincas, pode-se aplicar revestimentos anticorrosivos ou térmicos, com melhor comportamento tribológico, ou até para fins estéticos (BERNAL, 2006; CZERWINSKI, 2012).

Existem quatro classificações dos diferentes tipos de processos da engenharia de superfícies, são os processos mecânicos, processos químicos, processos de recobrimento e processos combinados. Exemplos de processo de modificação mecânica incluem endurecimento por indução, endurecimento por chama e jateamento. Os processos químicos englobam de maneira geral tratamentos termoquímicos onde a superfície do substrato é modificada através da inserção de elementos químicos como nitretação, cementação ou boretação, que podem ser executados utilizando diferentes técnicas, como banho de sais, em meio gasoso ou envolto em plasma. Nos processos de adição ou recobrimento uma camada de um material é depositada sobre o substrato, recobrando-o, as técnicas para execução deste tipo de processo envolvem deposição física ou química por vapor, borrifamento por spray, pintura, entre outras. Nos processos combinados, também chamados de tratamentos DUPLEX, duas ou mais tecnologias de engenharia de superfícies são aplicadas no mesmo material de forma a obter superfícies multicamadas com propriedades otimizadas, um exemplo de tratamento DUPLEX é a combinação da nitretação a plasma com posterior deposição física de vapor de um revestimento de dureza maior, onde o gradiente de dureza promovido pela nitretação garante

sustentação de carga e evita lascamento de uma camada posteriormente depositada de maior dureza (BERNAL, 2006; BUDINSKI, 1988; DAVIS, 2001; SANTOS, 2015).

Existe uma gama variada de tratamentos que podem ser aplicados em aços rápidos para melhoria de suas propriedades visando diminuição da degradação superficial e desgaste ocorrido durante os processos em que são submetidos, a engenharia de superfícies de ferramentas além de promover redução de custos em processos de fabricação também pode melhorar a precisão e qualidade superficial dos produtos fabricados.

## 2.2 DESGASTE

Desgaste pode ser definido como o dano causado a uma superfície podendo se manifestar como perda de material progressiva causada pela interação mecânica devido ao movimento relativo entre superfícies ou por ação de sólidos, líquidos ou gases em contato. A perda de material causada por desgaste pode vir a causar falhas em componentes mecânicos (ASTM INTERNATIONAL, 2016a).

A Figura 1 apresenta uma relação dos mecanismos de desgastes observados em ferramentas envolvidas em diferentes processos de fabricação, os principais mecanismos de desgastes são a abrasão e a adesão, que se manifestam em cerca de dois terços das operações industriais (EYRE, 1976; ROHATGI et al., 2013) seguidos por fadiga mecânica e deformação plástica.

Figura 1 Quadro relacionando mecanismos de desgaste manifestados em diferentes processos de conformação.

Desgaste Processo	Abrasão	Adesão	Fadiga Mecânica	Deformação
Corte	Ocorre	Ocorre	Ocorre	Ocorre
Estampagem	Ocorre	Ocorre		
Sinterização	Ocorre	Ocorre	Ocorre	
Laminação	Ocorre	Ocorre	Ocorre	Ocorre
Extrusão	Ocorre	Ocorre	Ocorre	Ocorre
Forjamento	Ocorre	Ocorre	Ocorre	Ocorre
Injeção	Ocorre	Ocorre		

Fonte: (PODGORNIK; LESKOVŠEK, 2015), adaptado.

Budinski classifica os modos de desgaste em diferentes categorias: desgaste Abrasivo, envolvendo a perda de material por ação de partículas duras, desgaste Erosivo, que envolve a ação de líquidos, desgaste Adesivo, referente transferência de material entre superfícies e o

desgaste por Fadiga, relacionado a nucleação e propagação de trincas devido a esforços repetitivos, cada categoria de desgaste é classificado em subdivisões resumidas na Figura 2.

Figura 2 Quadro de classificação os tipos de desgaste segundo Budinski.

<b>Abrasivo</b>					<b>Erosivo</b>			
Por ação de partículas e superfícies duras contra superfícies macias					Por ação de fluidos			
Baixa Tensão	Alta Tensão	Goivadura	Polimento		Ataque Sólido	Ataque Líquido	Cavitação	Erosão Mista
<b>Adesivo</b>					<b>Fadiga Mecânica</b>			
Por interação íntima entre superfícies e sua deformação					Por esforços repetitivos			
Vibração	Adesivo	Emperramento	Escoriação (Severo)	Oxidativo (Suave)	<i>Pitting</i>	Lascamento	Por Impacto	<i>Brinelling</i>

Fonte: (BUDINSKI, 1988), adaptado.

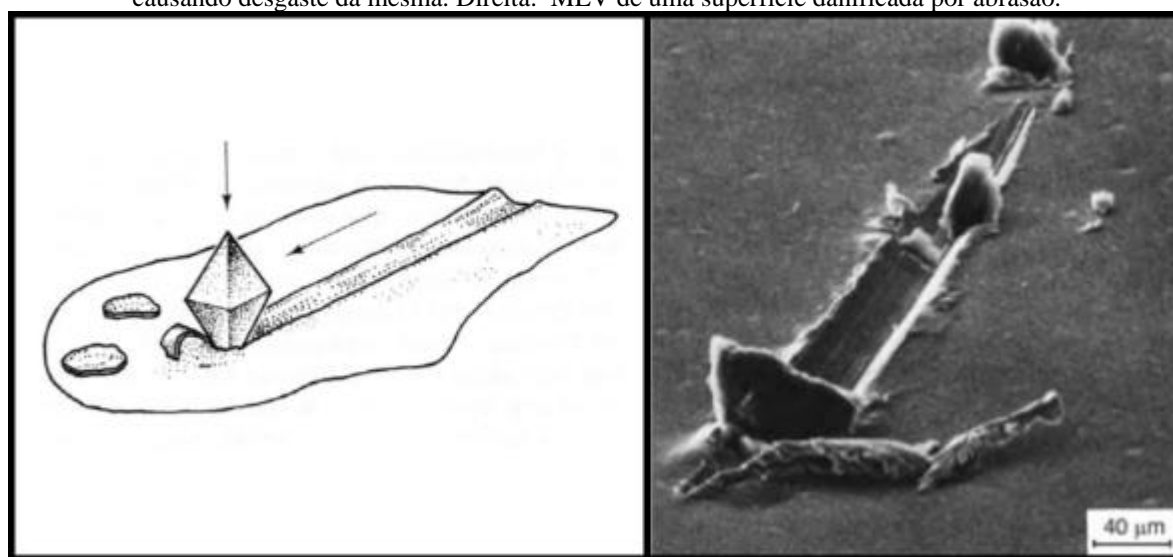
### 2.2.1 Desgaste abrasivo

Budinski descreve o desgaste do tipo Abrasivo, apresentado na Figura 3, como o desgaste causado por partículas ou protuberâncias duras com ângulos agudos que são forçadas e movimentadas ao longo de uma superfície sólida, produzindo cisalhamento do material danificado, este tipo de desgaste pode se manifestar como abrasão de baixa tensão (low stress), abrasão de alta tensão (high stress), goivadura (gouging) ou polimento (polishing). Diferentes mecanismos são utilizados para descrever o desenvolvimento do desgaste abrasivo, dentre eles estão: Aragem, quando o material é deslocado de um sulco para seus lados, fragilizando superficialmente a região deformada; Formação de Cunha, ocorre dependendo da força de deslocamento da partícula abrasiva sobre a superfície, causando acúmulo de material deslocado do sulco para a frente da partícula abrasiva; Corte, quando a partícula abrasiva causa lascamento e remoção de material da superfície; Microfratura, presente em materiais frágeis, ocorre quando o grão abrasivo aplica forças que excedem o limite de resistência a fratura (BUDINSKI, 1988).

Além da dureza, que é o fator mais importante relacionado a este tipo de desgaste, o módulo de elasticidade, limite de escoamento, limite de resistência a fratura, microestrutura e composição também influenciam. Diferentes estratégias podem ser utilizadas para reduzir o desgaste abrasivo, além da seleção adequada do material podem ser aplicados tratamentos superficiais (DAVIS, 2001).

Figura 3 Apresentação do desgaste do tipo abrasivo.

Esquerda: Desenho ilustrativo de uma partícula abrasiva sendo movimentada ao longo de uma superfície causando desgaste da mesma. Direita: MEV de uma superfície danificada por abrasão.



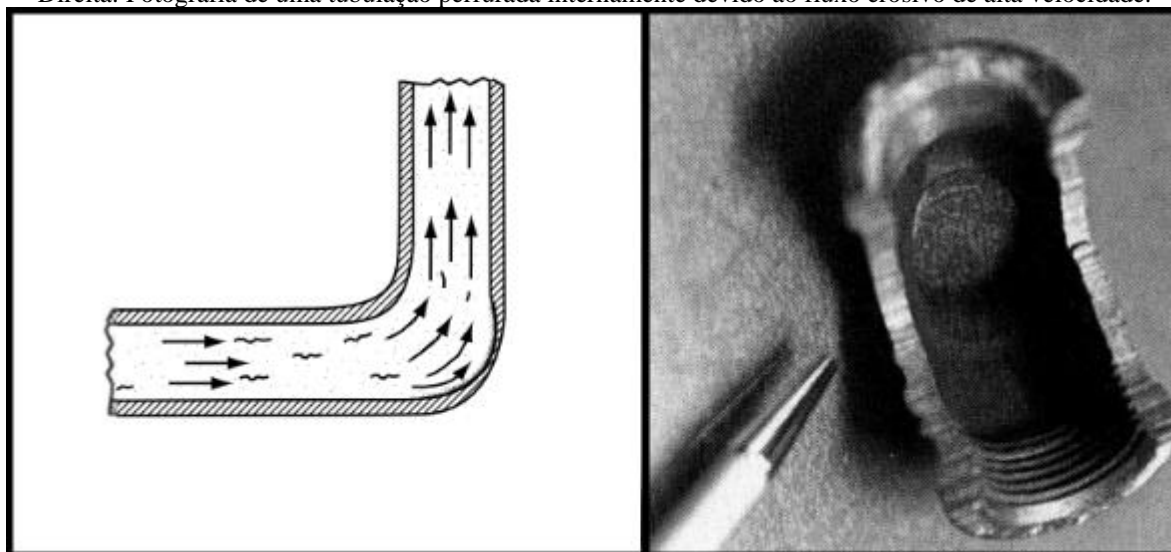
Fonte: Figura esquerda: (BUDINSKI, 1988); Figura direita: (DAVIS, 2001).

### 2.2.2 Desgaste erosivo

O desgaste Erosivo ocorre em superfícies sólidas através de sua interação com fluidos, pode ser causada por um fluxo de partículas sólidas, líquidas ou uma mistura de partículas líquidas e sólidas (*slurry*). A Figura 4 apresenta o mecanismo de perda de material, causado por repetidos impactos de partículas em uma superfície, um exemplo de aplicação de desgaste erosivo é o jateamento de areia. Mesmo sem a presença de partículas sólidas, o desgaste erosivo pode ocorrer por meio de cavitação, dano causado pelo colapso de bolhas perto de uma superfície, onde a velocidade do fluxo do meio líquido para a região ocupada pela bolha é tão alta que acaba afetando a superfície (ROHATGI et al., 2013).

Figura 4 Apresentação do desgaste do tipo erosivo.

Esquerda: Ilustração do desgaste na parede de uma tubulação causado pelo fluxo de partículas líquidas e sólidas.  
 Direita: Fotografia de uma tubulação perfurada internamente devido ao fluxo erosivo de alta velocidade.



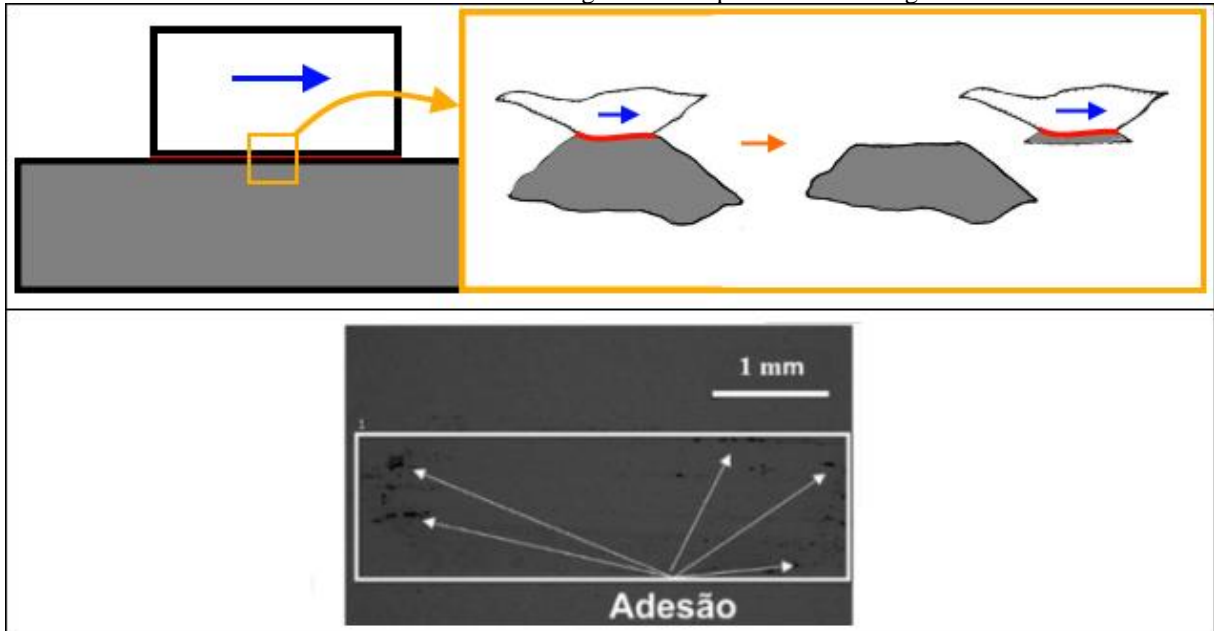
Fonte: Figura esquerda: (DAVIS, 2001); Figura direita: (BUDINSKI, 1988).

### 2.2.3 Desgaste adesivo

Com o movimento relativo entre superfícies pode ocorrer ligação localizada devido ao contato íntimo entre materiais similares ou que possuem afinidade, gerando o desgaste adesivo por soldagem em estado sólido, onde as partículas de uma superfície são removidas e aderidas a outra, transferindo material, causando também o surgimento de partículas livres que ficam temporariamente aderidas e desprendidas, este tipo de desgaste pode evoluir para desgaste abrasivo. A Figura 5 apresenta este tipo de desgaste.

O desgaste adesivo pode manifestar-se como vibracional, por emperramento, oxidativo (suave) e escoriação (severo). No desgaste suave a taxa de oxidação do material se mantém conforme a taxa de desgaste, e os óxidos apresentam comportamento lubrificante. No desgaste severo a taxa de oxidação não é suficiente para manter uma camada protetiva, o que ocasiona o contato íntimo entre as superfícies, aumentando o desgaste pelo movimento relativo. O desgaste por escoriação caracteriza-se pelo surgimento de fragmentos e protuberâncias grandes, facilmente visíveis em ambas superfícies de contato, ocorrem devido a altas cargas e deficiência na lubrificação. No desgaste vibracional, superfícies projetadas para serem estáticas são submetidas a cargas cíclicas e ocorre o surgimento de microtrincas e de detritos de óxidos formados e fraturados das superfícies oscilantes. De forma geral, para reduzir os efeitos de desgaste adesivo deve-se evitar o contato direto de materiais similares deslizantes, e é recomendável a utilização de lubrificação (DAVIS, 2001; PAZ, 2016).

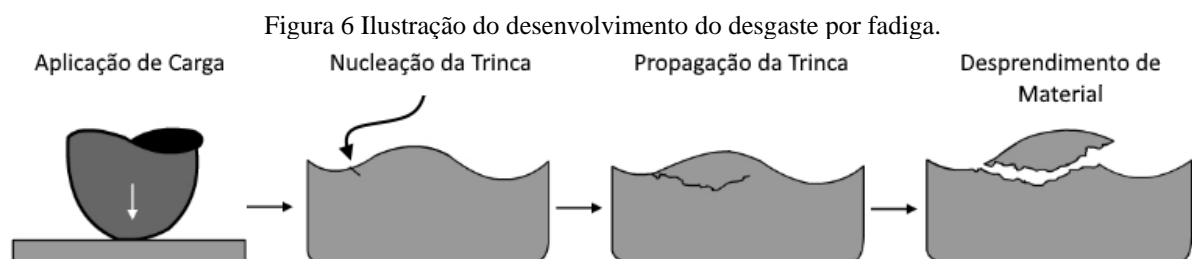
Figura 5 Representação do desgaste do tipo Adesivo.  
Superior: Ilustração do desgaste adesivo. Inferior: Microscopia eletrônica de varredura evidenciando partículas aderidas em uma trilha de desgaste obtida por ensaio tribológico.



Fonte: Figura superior: (BUDINSKI, 1988; DAVIS, 2001), adaptado; Figura inferior: (TRAVI, 2016).

#### 2.2.4 Desgaste por fadiga

No tipo de desgaste por fadiga a perda de material é ocasionada devido a aplicações cíclicas de tensões, comum em rolamentos e engrenagens, a Figura 6 ilustra este tipo de desgaste, que se desenvolve devido à nucleação e propagação de trincas pela aplicação de carga que leva ao eventual desprendimento de partículas do material. Podendo ser classificado como *pitting*, formação de cavidades oriundas do surgimento de trincas subsuperficiais; Lascamento, onde trincas subsuperficiais severas promovem o desprendimento de matéria superficial, especialmente em materiais revestidos; Por impacto, onde choques repetidos geram deformação plástica localizada e impulsionam a propagação de trincas desencadeando o *pitting* e lascamento; E o desgaste por *brinelling*, deformação plástica por aplicação de carga excessiva em estado estacionário (BUDINSKI, 1988).



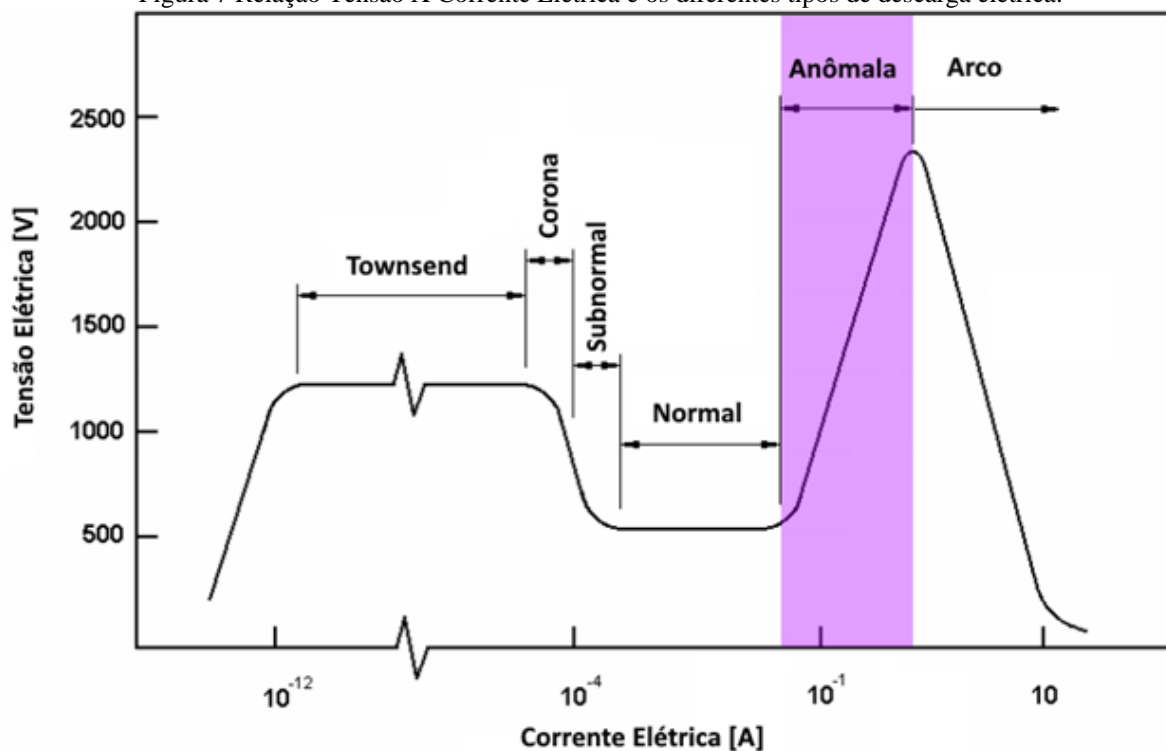
Fonte: (NPTEL, 2013), adaptado.

### 2.3 DESCARGA LUMINESCENTE PARA TRATAMENTOS EM PLASMA

O estado de plasma, ou descarga luminescente, ocorre através da adição de energia em um gás gerando partículas eletricamente carregadas (ionizadas). Um dos métodos utilizados para geração sustentada da descarga luminescente em processos de engenharia de superfícies consiste na aplicação de um campo elétrico em um meio gasoso. A presença do campo elétrico causa a aceleração de partículas portadoras de carga presentes no gás que colidem em outras partículas presentes no próprio gás ou nas superfícies dos eletrodos, as interações energéticas entre as partículas em colisão geram o carregamento de novas partículas provocando um fenômeno de ionização em avalanche (CONRADS; SCHMIDT, 2000).

A Figura 7 ilustra os diferentes regimes de descarga elétrica em ambientes gasosos com diferença de potencial aplicada entre eletrodos em um sistema de corrente contínua (DC), dependendo da potência<sup>1</sup> fornecida para o sistema, a descarga se comporta de maneiras diferentes, identificadas como regimes de descarga elétrica.

Figura 7 Relação Tensão X Corrente Elétrica e os diferentes tipos de descarga elétrica.



Fonte: (FRIDMAN; KENNEDY, 2004; PAVANATI, 2005), adaptado.

Ao aumentar gradualmente a potência fornecida em um meio gasoso controlado ocorre a ionização do gás que se manifesta em variados regimes de descarga. O primeiro regime de

<sup>1</sup> Potência elétrica instantânea, obtida pelo produto entre a corrente elétrica e a tensão elétrica (FINK; BEATY, 2006).



descarga autossustentada ocorre quando se ultrapassa a rigidez dielétrica do meio (*breakdown voltage*), neste regime chamado de Descarga de *Townsend*, a tensão elétrica fica estável com o aumento da potência, apresentando aumento uniforme da corrente, o posterior aumento de potência resulta na transição para descarga luminescente. No regime Subnormal ocorre redução da tensão com o aumento de corrente, que se estabiliza no regime Normal posterior, nestes regimes a região luminescente não cobre o eletrodo por inteiro, com o aumento de potência a luminescência acaba cobrindo totalmente o cátodo, mudando o comportamento do sistema para de descarga Anômala (destacada na Figura 7), é neste regime que são mais comumente conduzidas aplicações e processamento de materiais (como o processo de Nitretação a Plasma). Na região da descarga Anômala o comportamento tensão versus corrente ocorre de maneira diretamente proporcional, o posterior aumento de potência do sistema resulta na descarga de Arco, ocasionado por nova liberação de elétrons em avalanche causados por efeitos termiônicos, onde há brusca redução da tensão elétrica e aumento de corrente, este tipo de regime deve ser evitado por causar danificação dos eletrodos e substratos submetidos aos tratamentos devido à geração de calor onde a temperatura localizada chega a ser da ordem de 5000 °C (pontualmente). Para evitar a transição da descarga para o regime de arco são utilizados resistores que limitam a corrente elétrica, também se pode interromper o fornecimento de energia por curtos períodos de tempo antes que ocorra a transição para o regime de (CONRADS; SCHMIDT, 2000; EDENHOFER, 1974 *apud* PAVANATI, 2005).

#### 2.4 NITRETAÇÃO A PLASMA

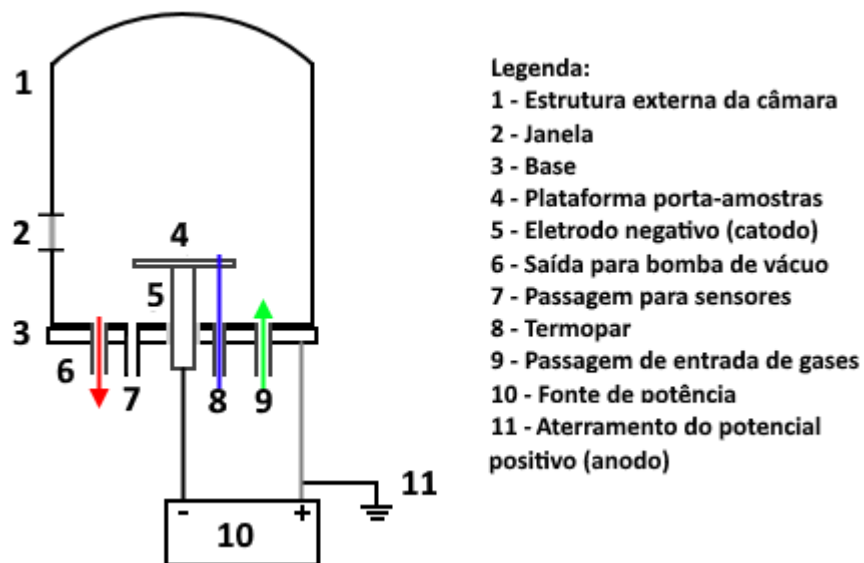
A nitretação a plasma é um processo termoquímico que consiste na introdução de Nitrogênio no material tratado por auxílio da ação da descarga luminescente. O método convencional de tratamento utilizando fonte de tensão contínua (*Direct Current - DC*) é um dos primeiros processos desenvolvidos de modificação a plasma de superfícies, adotado industrialmente desde a década de 1980 (ZHAO et al., 2006).

O plasma, ou descarga luminescente, conhecido como o quarto estado da matéria é constituído de gás ionizado. Em tratamentos termoquímicos é originado dentro de câmaras de vácuo com pressão controlada. Um potencial elétrico é aplicado na câmara, sendo as paredes eletricamente aterradas formando o ânodo e um eletrodo posicionado no interior da câmara é conectado ao polo negativo da fonte de potência, tornando-se o cátodo do sistema, os elétrons ganham energia cinética ao acelerar pelo espaço no interior da câmara e podem causar dissociação e ionização ao colidir com as moléculas do gás presente (FANCEY; MATTHEWS, 1987; NAZ et al., 2015a).

Para realização do tratamento de nitretação a plasma, no método convencional, o material a ser nitretado (substrato) é posicionado dentro da câmara junto ao eletrodo negativo (cátodo), a pressão interna é controlada na ordem de unidades a dezenas de milibares e mantendo vazão contínua do gás de tratamento (geralmente uma mistura gasosa contendo os gases  $N_2$  e  $H_2$ ). A aplicação de potencial entre os eletrodos da câmara desencadeia a descarga luminescente, os tratamentos são conduzidos no regime de descarga anômala sustentada, quando todo o cátodo é inteiramente coberto pela descarga luminescente, com tensão e corrente elétricas apresentando relação diretamente proporcional (ASM INTERNATIONAL, 1994; JINDAL, 1978).

Um equipamento para realização de tratamentos de nitretação a plasma (ilustrado de forma simplificada na Figura 8) é constituído de uma câmara que durante o tratamento fica em baixa pressão com o auxílio de uma bomba de vácuo, esta câmara possui canais de vazão dos gases que serão utilizados durante o tratamento e canais para passagem de instrumentação utilizada no controle dos parâmetros de processo, como sensores de pressão e temperatura. No interior da câmara existe uma estrutura para o posicionamento dos substratos a serem nitretados, esta estrutura fica conectada a um dos polos da fonte de potência, geralmente o polo negativo (cátodo), e é isolada da carcaça do equipamento que fica conectado ao outro polo da fonte (ânodo). Deve ser utilizado um elemento resistivo entre a fonte de potência e um dos eletrodos para que o tratamento se mantenha no regime de descarga anômala. Diferentes tipos de fontes de potência podem ser empregados, como fonte de corrente contínua DC, pulsada, semi-pulsada, retificada, entre outros.

Figura 8 Ilustração simplificada apresentando as partes de um equipamento utilizado para nitretação a plasma.



Fonte: Autor.

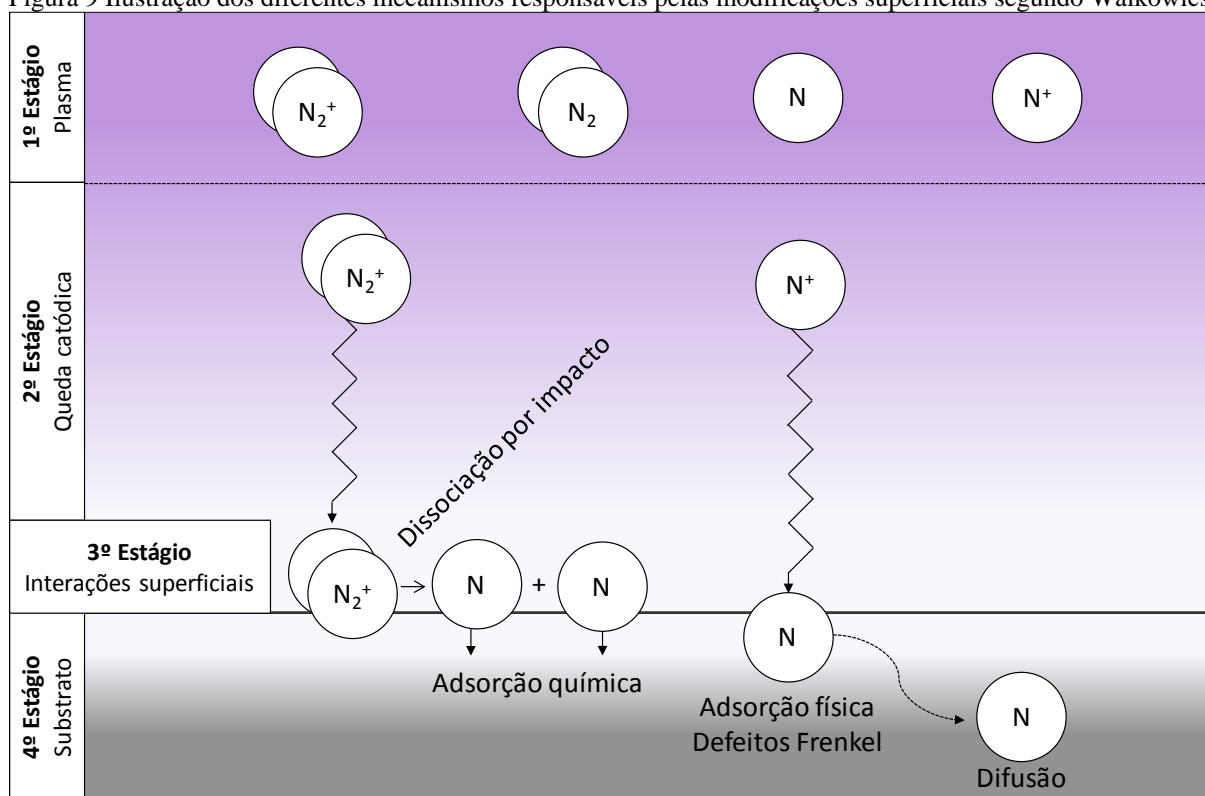
Durante o tratamento, diferentes mecanismos são apontados para descrever como ocorre a transferência de massa da atmosfera ionizada para os substratos. O modelo de Kölbl, mencionado por Alves (ALVES, 2001) é considerado o modelo mais genérico e aceito para explicar a ação da nitretação a plasma: Os Íons acelerados contra a superfície dos substratos transferem energia cinética no impacto, produzindo aquecimento, criação de defeitos na rede cristalina e extração de átomos da superfície (pulverização/*sputtering*), os átomos arrancados reagem com as espécies ativas presentes na descarga luminosa formando compostos (nitretos metaestáveis) que se depositam na superfície do substrato, os compostos depositados se recombinam para a formação de nitretos mais estáveis ocasionando um excesso (saturação) de nitrogênio que se difundirá para o interior do substrato ou voltará para a atmosfera. Outros modelos que descrevem os fenômenos e mecanismos do processo de nitretação a plasma são: modelo de pulverização e recombinação, implantação iônica de nitrogênio, bombardeamento de partículas  $N_mH_n^+$  e adsorção de partículas neutras e ionizadas (LI; BELL; DONG, 2002).

Os diferentes fenômenos que ocorrem na região da descarga próximo à superfície durante o tratamento são categorizados em quatro estágios por Walkowics (WALKOWICZ, 2003), ilustrados na Figura 9: no **1º estágio** o estado de plasma é desenvolvido, governado por colisões iônicas no gás de tratamento, moléculas ionizadas de gás nitrogênio ( $N_2^+$ ), moléculas neutras ( $N_2$ ), átomos (N) e íons de Nitrogênio ( $N^+$ ) são as principais espécies presentes; O **2º estágio** ocorre na região de queda catódica<sup>2</sup>, neste estágio o nitrogênio é transportado até o substrato na forma de partículas ionizadas que são aceleradas bombardeando a superfície e transferindo energia cinética, esta transferência de energia promove o aquecimento do substrato; O **3º estágio** é referente a interação das espécies ativas com a superfície do substrato, neste estágio dois mecanismos atuam: adsorção física, devido a implantação iônica com a formação de defeitos cristalográficos do tipo *Frenkel* e adsorção química, que ocorre pela reatividade do substrato com íons oriundos de moléculas dissociadas; O **4º estágio** ocorre com o desenvolvimento da zona afetada pelo tratamento, neste estágio ocorre a difusão interna das partículas adsorvidas superficialmente e é gerado o gradiente de concentração de nitrogênio no substrato.

---

<sup>2</sup> A região de queda catódica (*cathode fall region*) é a região periférica do cátodo que durante o regime de descarga anômala apresenta redução da intensidade do campo elétrico proporcional ao aumento da distância da superfície. A variação do campo elétrico promove a aceleração de espécies ativas contra a superfície do cátodo (CONRADS; SCHMIDT, 2000; SPASOJEVIĆ et al., 2012).

Figura 9 Ilustração dos diferentes mecanismos responsáveis pelas modificações superficiais segundo Walkowics.



Fonte: (WALKOWICZ, 2003), adaptado.

Durante o tratamento ocorre a aceleração de íons de nitrogênio que colidem contra a superfície do substrato, promovendo pulverização (*sputtering*) e aquecimento, os átomos pulverizados reagem com íons presentes no plasma e são adsorvidos na superfície do material, o aumento de temperatura permite que espécies de nitrogênio sejam liberadas para o interior do substrato por meio de difusão, causando a modificação superficial (ALMEIDA; COSTA; MILAN, 2015; NAZ et al., 2015a) a colisão das partículas aceleradas também causa destruição da camada passiva de aços de alta liga, favorecendo a penetração do nitrogênio no material submetido ao tratamento (NAZ et al., 2015b).

São três os principais mecanismos responsáveis pelo aumento de dureza em materiais nitretados: Formação de solução sólida de compostos de nitrogênio (incluindo camada de compostos e zona de difusão); Formação de finos precipitados de nitretos com elementos de liga que agem dificultando o deslocamento de discordâncias na matriz cristalina; Geração de tensões residuais compressivas na camada nitretada (AKBARI et al., 2010).

A nitretação a plasma está presente em diversos setores industriais compreendendo a indústria automotiva, mecânica, hidráulica, de conformação, siderúrgica e alimentação, os tratamentos podem ser aplicados em moldes, matrizes, punções, ferramentas de corte e usinagem, injetoras, componentes de máquina e próteses (BERGMANN; TIER, 2005) também

pode ser utilizada para reparar danos causados por fadiga (ALSARAN et al., 2004), e pode ser combinada com outros tratamentos para obter materiais com propriedades superficiais antibacterianas e resistentes ao desgaste para uso em aplicações biomédicas (DONG et al., 2011).

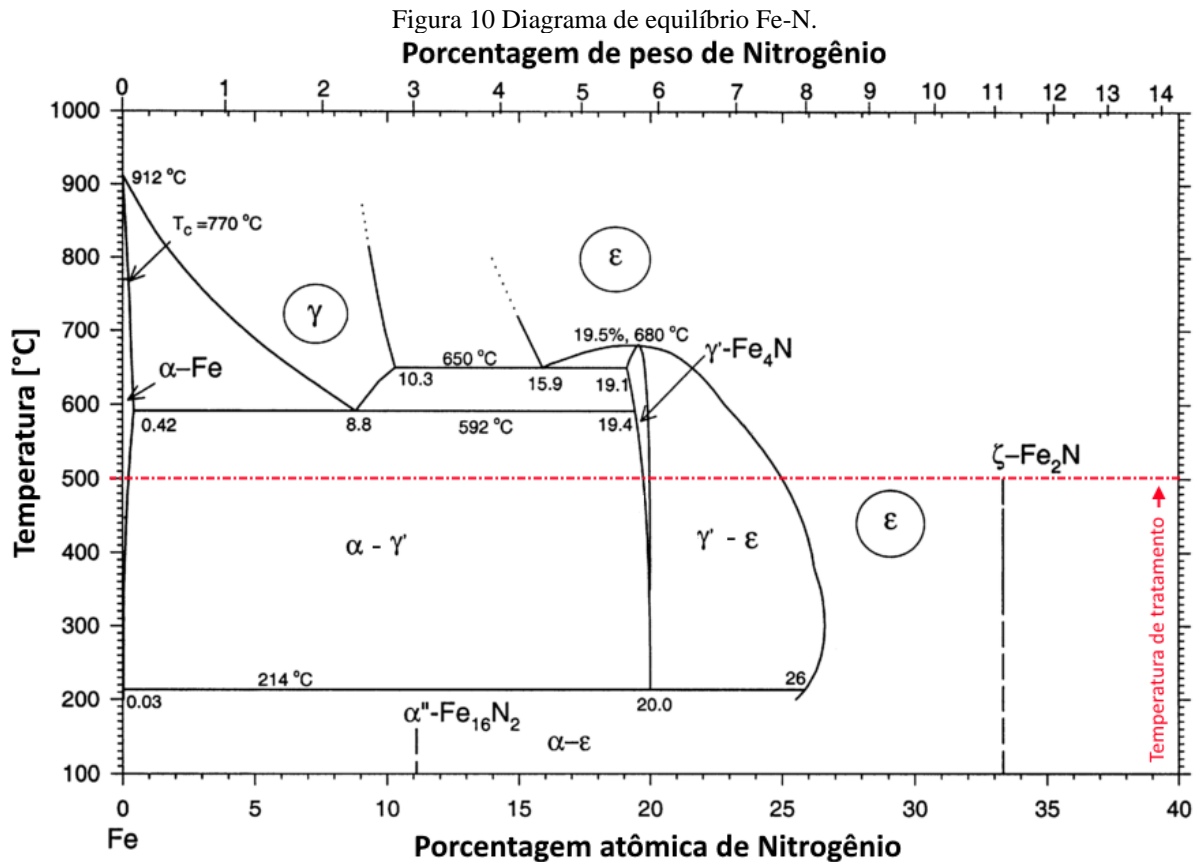
Quando comparado com processos tradicionais de nitretação (como nitretação gasosa ou nitretação em banho de sais) o processo a plasma apresenta diversas vantagens, como a não poluição do meio ambiente, menores tempos de tratamento, menor consumo de energia e a possibilidade de tratar materiais em baixas temperaturas (NISHIMOTO; TOKUDA; AKAMATSU, 2009).

A modificação superficial na nitretação é controlada principalmente pela difusão do nitrogênio no aço e a profundidade da zona afetada pelo tratamento é influenciada por diversos parâmetros, dentre eles: tempo de tratamento, temperatura, pressão e composição do gás, densidade de potência, tamanho e formato da câmara de vácuo (OZBAYSAL; INAL; ROMIG, 1986; REMBGES; OPPEL, 1993).

A nitretação a plasma modifica a superfície do substrato formando camadas densas e compactas sem que ocorra distorção, quando realizada em aços, geralmente são originados dois tipos de camadas distintas: A **zona de compostos** (também conhecida como camada branca) localizada na superfície, é constituída principalmente pelos (carbo) nitretos  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2,3}(\text{C})\text{N}$ ) e/ou  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ), apesar de apresentar alta dureza, pode ser frágil, porosa e indesejada, dependendo da aplicação. Abaixo da zona de compostos é formada a **zona de difusão**, onde estão presentes nitretos formados com elementos de liga e nitrogênio em solução sólida na matriz, esta camada tem papel crucial para o aumento de dureza e da resistência do material nitretado. Dependendo da seleção de parâmetros pode-se evitar a formação da zona de compostos, resultando em uma camada nitretada composta apenas pela zona de difusão (AGHAJANI; BEHRANGI, 2017; NAZ et al., 2015b).

A Figura 10 apresenta o diagrama de equilíbrio do sistema Fe-N. Os tratamentos de nitretação investigados no presente estudo foram realizados na temperatura de 500 °C, pode-se observar nesta faixa, que o nitrogênio se dissolve em ferro em concentrações de até 0,1%, o aumento de concentração de nitrogênio resulta na formação de nitretos de fase  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) e, com concentrações acima de 6%, são formados nitretos de fase  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2,3}(\text{C})\text{N}$ ), além disso, é importante salientar que serão formados diversos nitretos com elementos de liga do material nitretado que não estão apresentados neste diagrama. Com 11% de concentração de nitrogênio

é formada a fase  $\zeta$  ( $\text{Fe}_2\text{N}$ ), raramente presente e discutida na literatura sobre nitretação de aços (ROCHA, 2000; VOORTHUYSEN; CHECHENIN; BOERMA, 2002).



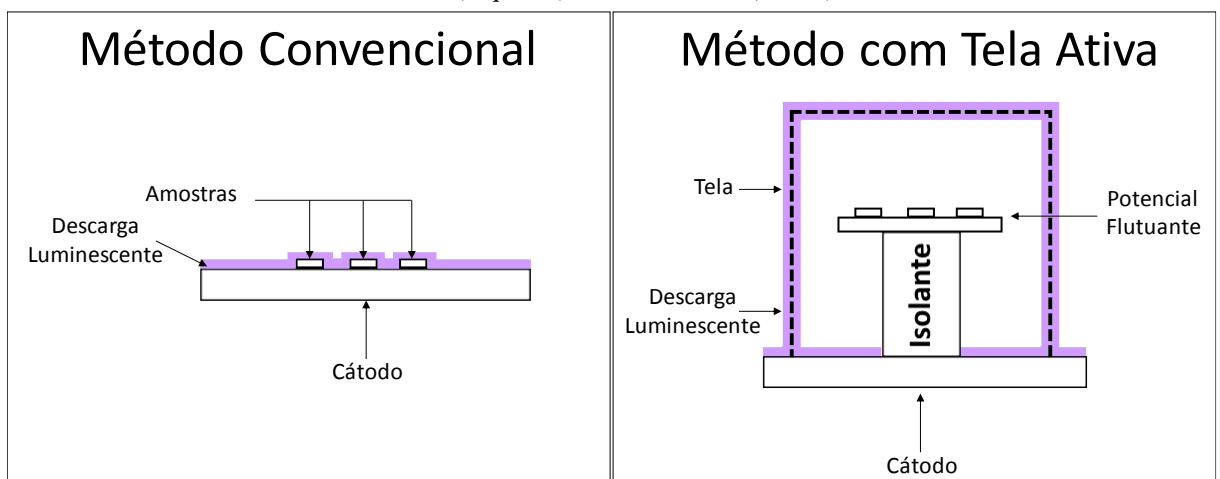
Com relação ao material tratado, sua geometria, tamanho e até o posicionamento dos substratos no interior do equipamento de nitretação a plasma comprometem a distribuição de temperatura em sua superfície resultando na não homogeneidade do tratamento (SKONIESKI et al., 2008a). Alves, Silva e Martinelli (ALVES; DA SILVA; MARTINELLI, 2001) apontam que a não uniformidade resultante dos tratamentos é resultado da densidade de corrente e a taxa de pulverização na superfície das amostras, parâmetros que são influenciados pela distribuição de íons e do campo elétrico nas proximidades da superfície, parâmetros que apresentam comportamento anômalo onde duas superfícies se encontram. Como os substratos são submetidos a potencial catódico durante o tratamento, outros problemas inerentes ao processo ocorrem, como dano superficial causado por arcos elétricos, regiões de erosão superficial (efeito de borda), superaquecimento por sobreposição da bainha do plasma (efeito de cátodo oco), e dificuldade de realização de tratamento de substratos com formatos variados. Para contornar estes problemas, processos de nitretação a plasma modificados foram desenvolvidos, onde a

geração da descarga luminescente não ocorre diretamente sobre o substrato (LI; BELL; DONG, 2002; ZHAO et al., 2006).

## 2.5 NITRETAÇÃO A PLASMA COM TELA ATIVA

Na nitretação a plasma com tela ativa, o potencial catódico é aplicado em uma estrutura de tela posicionada no interior da câmara, durante o tratamento os substratos ficam posicionados na região interna da tela e são mantidos isolados eletricamente dos eletrodos, desta forma a descarga luminescente se forma sobre a tela e não diretamente sobre os substratos. Este método de tratamento pode ser utilizado para tratar superficialmente diversos tipos de materiais, incluindo aços carbono, aços de baixa liga, aços ferramenta, aços inoxidáveis, até materiais poliméricos e não condutores (LI, 2010). A Figura 11 ilustra comparativamente os arranjos do interior do equipamento de nitretação a plasma para execução de tratamentos nos métodos convencional e com tela ativa.

Figura 11 Ilustração comparativa dos arranjos para execução de tratamentos de nitretação a plasma nos métodos convencional (esquerda) e com tela ativa (direita).



Fonte: Autor.

O calor necessário para que ocorra a difusão do nitrogênio nos substratos é gerado pelo plasma na tela, sendo transferido por meio de radiação para as peças em tratamento. Neste tipo de tratamento, efeitos indesejáveis normalmente presentes nos tratamentos convencionais são eliminados, como dano causado por arcos elétricos e efeito de borda nas peças sendo tratadas. As características construtivas das telas posicionadas ao redor dos substratos durante o tratamento geram confinamento eletrostático que contribui para a uniformidade do plasma (GALLO; DONG, 2010; LI; BELL; DONG, 2002).

Como no método com tela ativa, o substrato não sofre os efeitos diretos da descarga luminescente e os mecanismos responsáveis pela modificação superficial apresentam

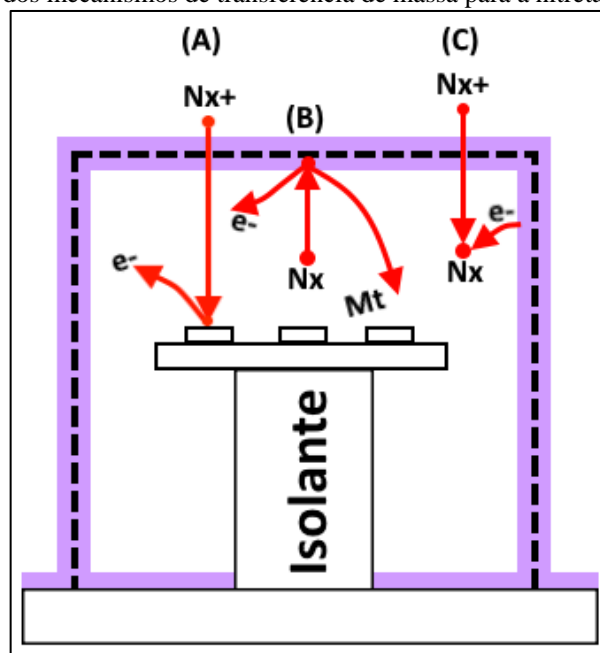
diferenças com relação ao método convencional, tais mecanismos, apresentados por Hubbard e colaboradores para descrever os princípios de transferência de massa de nitrogênio no método com tela ativa são resumidos em três eventos distintos, ilustrados na Figura 12:

No evento (A), as espécies ativas de nitrogênio ( $N_x^+$ ) formadas após o desenvolvimento da descarga luminescente na superfície da tela, são aceleradas através dos orifícios em direção aos substratos. Se houver energia suficiente para as espécies percorrerem a distância da tela até o substrato pode haver o impacto e deposição na superfície do substrato.

No evento (B), a descarga luminescente desenvolvida resulta em aceleração de espécies ( $N_x$ ) em direção a própria tela, o impacto gera pulverização do material da tela ( $Mt$ ) que podem se depositar nos substratos.

No evento (C), uma porção das espécies ativas aceleradas do Evento (A) são recombinadas com elétrons presentes na atmosfera e se tornam espécies neutras, estas espécies transferem mais energia ao colidir contra a superfície do substrato por não sofrer ação do campo elétrico, transferindo material.

Figura 12 Ilustração dos mecanismos de transferência de massa para a nitretação com tela ativa.



Fonte: (HUBBARD et al., 2010).

Zhao e colaboradores (ZHAO et al., 2006) descrevem um modelo semelhante intitulado de “modelo modificado de pulverização-adsorção-dessorção” (*modified sputtering-adsorption-desorption model*), neste modelo, as partículas (íons e átomos) do material pulverizado da tela adsorvem átomos de nitrogênio e são as principais responsáveis pela transferência de nitrogênio



da atmosfera para os substratos, quando estas partículas instáveis ricas em nitrogênio são depositadas na superfície do material, o excesso de nitrogênio é disperso, difundindo para o interior da matriz devido ao efeito da temperatura e diferença de concentração química.

A deposição de material oriundo da tela em substratos submetidos a diferentes tratamentos foi observada em diversos casos, tornando a técnica de nitretação com tela ativa uma possível alternativa para as técnicas tradicionais de deposição de filmes finos. Gallo e Dong (GALLO; DONG, 2010), verificaram a formação de nitretos de ferro na superfície de substratos de vidro, Fernandes (FERNANDES et al., 2017), apresenta a deposição de filmes finos de cobre, oriundos do material da tela ativa em substratos de vidro. Crespi (CRESPI et al., 2011) apresenta que a utilização de uma tela ativa feita de grafite pode sintetizar filmes de nitreto de carbono (CN) sobre substratos poliméricos.

Yazdani (YAZDANI et al., 2011) reporta que a utilização de uma tela composta de titânio pode resultar na deposição de nano partículas de nitreto de titânio (TiN) na superfície dos substratos, variando o tempo de tratamento é possível controlar a espessura e o tamanho dos grãos formados, o nitreto de titânio é um material com baixo coeficiente de atrito, alta resistência à corrosão e ao desgaste adesivo, comumente aplicado na superfície de ferramentas para obter aumento de vida útil. As técnicas convencionais de deposição para este tipo de camada são as técnicas de deposição química por vapor (CVD – *Chemical Vapor Deposition*), que exige alta temperatura e deposição física por vapor (PVD – *Physical Vapor Deposition*), que apresenta problemas no revestimento relacionados a geometria do substrato (principalmente no revestimento interior de furos estreitos).

Dalke (DALKE et al., 2018) apresenta que a utilização de estruturas de fibra de carbono na forma de tela ativa (ou de placas perfuradas) durante tratamento de nitretação a plasma pode resultar na formação de camadas nitrocarbureadas sem a necessidade de utilização de gases compostos de carbono. A adição de gases compostos por carbono durante tratamentos de nitretação a plasma é uma estratégia conduzida para favorecimento da formação de carbonitretos hexagonais de fase  $\epsilon$ , desejados por apresentarem maior dureza, resistência ao desgaste e resistência a corrosão do que a fase  $\gamma'$ , porém a utilização de tais gases pode resultar na formação de fuligem no interior da câmara, sobre os substratos, prejudicando a homogeneidade e qualidade do tratamento.

## 2.6 NITRETAÇÃO A PLASMA DO AÇO M2

O aço M2 é uma liga clássica desenvolvida na década de 1950 pertencente a categoria de aços rápidos, ligas desenvolvidas para serem utilizadas em ferramentas de usinagem e corte em altas velocidades, como brocas, fresas, serras, e facas, conforme exemplifica a Figura 13. Aços desta categoria são conhecidos por possuir alta resistência ao desgaste devido à presença de carbonetos estáveis em altas temperaturas. O aço M2 possui como principal elemento de liga o Molibdênio (Mo), possuindo também altos teores de Tungstênio (W), Cromo (Cr) e Vanádio (V) (ASM INTERNATIONAL, 2011; ROUSSEAU, 2016).

Figura 13 Diferentes ferramentas de corte e usinagem compostas de aço rápido.



Fonte: Autor.

As informações deste capítulo estão separadas em partes, focando em fenômenos distintos observados com respeito à aplicação da nitretação a plasma no aço ASTM M2 quando submetido em diferentes parâmetros, métodos e condições de tratamentos reportados na literatura.

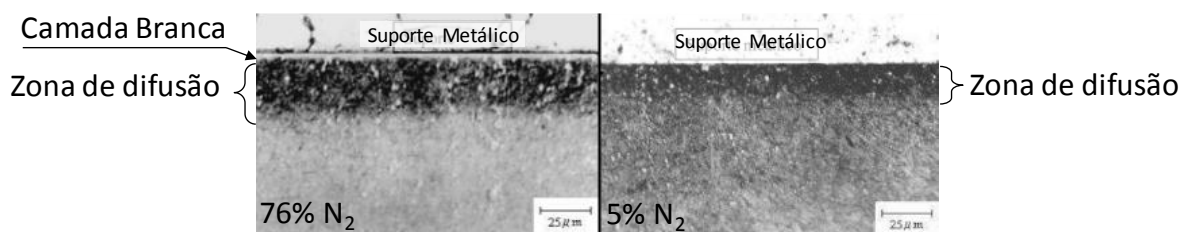
### 2.6.1 Método convencional de nitretação a plasma

Ozbaysal e seu grupo realizaram diversos tratamentos de nitretação a plasma em diferentes aços ferramenta (OZBAYSAL; INAL; ROMIG, 1986) onde observaram que os resultados obtidos no aço M2 são sensíveis a concentração parcial de Nitrogênio no gás de tratamento, este comportamento também foi reportado por Rocha (ROCHA, 2000).

Tratamentos realizados utilizando mistura gasosa composta com alto teor de gás nitrogênio (76% gás N<sub>2</sub> e 24% gás H<sub>2</sub>) resultam na formação da camada de compostos, enquanto tratamentos utilizando mistura gasosa com baixo teor de nitrogênio (apenas 5% de gás N<sub>2</sub> e

95% de gás H<sub>2</sub>) apresentam apenas na formação da zona de difusão, metalografias da seção transversal destas amostras são apresentadas na Figura 14. Este comportamento é característico da nitretação do M2, por possuir altas quantidades de diferentes elementos formadores de nitretos, o que leva a uma alta incorporação pelo material do nitrogênio da atmosfera de tratamento quando comparado a outros aços menos ligados.

Figura 14 Seção transversal de amostras de aço M2 submetidas a tratamentos de nitretação a plasma.  
Esquerda: Amostra submetida a tratamento com alto teor de gás nitrogênio, com formação de camada branca.  
Direita: Amostra submetida a tratamento com baixo teor de nitrogênio, com formação apenas de zona de difusão.



Fonte: (ROCHA, 2000), adaptado.

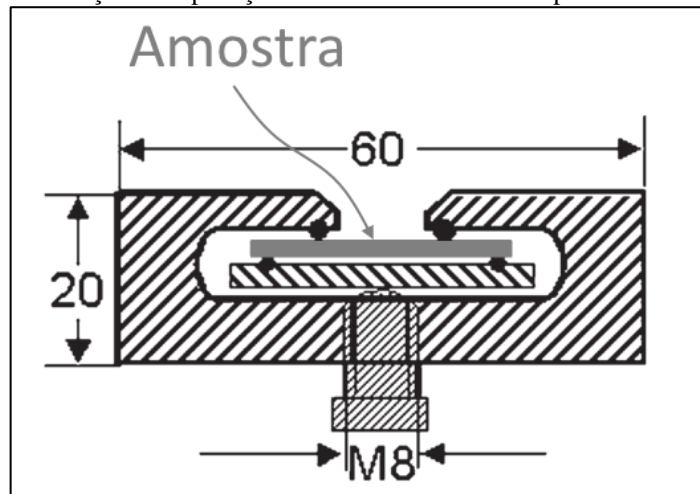
Dentre os elementos presentes na composição do M2, o Carbono é um elemento que dificulta a difusão do Nitrogênio, porém a presença de Tungstênio e Molibdênio (que possuem forte interação com o Carbono e baixa com o Nitrogênio) favorecem a formação de carbonetos estáveis enquanto o Nitrogênio se combina com Vanádio que apresenta alta interação com o Nitrogênio (OZBAYSAL; INAL; ROMIG, 1986).

### 2.6.2 Efeitos de tensões residuais e do acabamento superficial

Rocha (ROCHA, 2000) conduziu tratamentos de nitretação a plasma em amostras do aço M2 apresentando diferentes acabamentos superficiais pré-nitretação obtidos através de lixamento com diferentes granulometrias, com jateamento controlado e com polimento. Como resultado foram detectadas tensões residuais compressivas e maior concentração superficial de nitrogênio nas amostras lixadas e jateadas, o perfil de concentração de nitrogênio também foi afetado dependendo condição superficial prévia.

Em (HIRSCH et al., 2004) foi investigada a influência do estado superficial com respeito a tensões residuais na formação de camadas nitretadas no aço M2, para isso foram executados tratamentos de nitretação a plasma por com diferentes tempos na temperatura de 500 °C utilizando-se uma mistura gasosa pobre em nitrogênio (5%) a fim de evitar a formação da zona de compostos. As amostras estudadas foram previamente temperadas e preparadas por jateamento de alumina e polimento apresentando diferentes estados superficiais, além disso, foi desenvolvido um dispositivo para aplicar tensões de dobramento durante a execução das nitretações a plasma, apresentado na Figura 15.

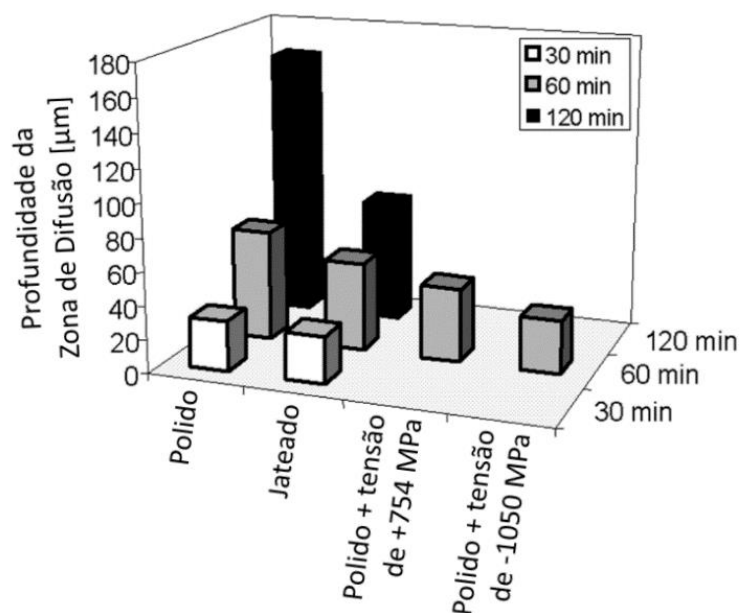
Figura 15 Ilustração do dispositivo utilizado por Hirsch e colaboradores para execução de experimentos de nitretação sob aplicação de tensões trativas e compressivas.



Fonte: (HIRSCH et al., 2004).

O gráfico da Figura 16 o trabalho de Hirsch e colaboradores apresenta os resultados referentes a profundidade de camada nitretada. Destaca-se que amostras polidas que por apresentarem menores tensões residuais superficiais originaram camadas nitretadas com maior profundidade. Comparativamente, os substratos nitretados sob aplicação de tensões trativas resultaram em camadas mais profundas do que os substratos nitretados sob tensões compressivas, indicando que o estado superficial de tensões do substrato pode acelerar ou retardar a velocidade de difusão interna. Independente do estado de tensões foi observado aumento de dureza para todas as amostras.

Figura 16 Profundidade da zona de difusão avaliando influência de tensões residuais observado por Hirsch e colaboradores.

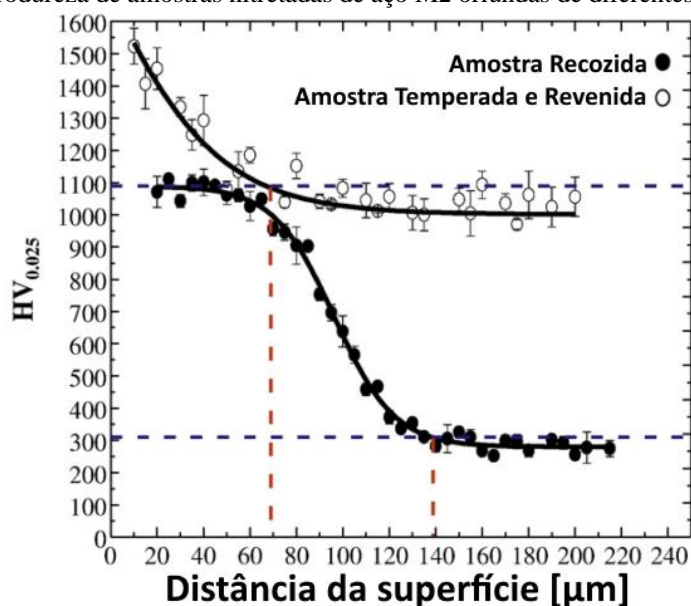


Fonte: (HIRSCH et al., 2004), adaptado.

### 2.6.3 Efeitos da microestrutura prévia do substrato

Akbari e colaboradores (AKBARI et al., 2010) investigaram a resposta de um tratamento de nitretação a plasma no aço M2 com respeito a microestrutura inicial dos substratos, para isso foram conduzidos experimentos em amostras previamente tratadas termicamente por recozimento e por têmpera e revenimento. A nitretação a plasma foi conduzida em potencial flutuante, utilizando mistura gasosa composta 25% de  $N_2$  e 75% de  $H_2$  sob pressão de 7,5 Pa, utilizando uma fonte RF de 13,56 MHz com potência de 750 W e aquecimento externo auxiliar para controle de temperatura independente da potência do plasma. A temperatura de tratamento foi de 450 °C durante 8 horas. Como resultado não foi observada a formação dos nitretos típicos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  de aços nitretados (ou formaram em pouca quantidade não detectada), enquanto em amostras recozidas pôde-se observar por difração de raios-X a formação de picos referentes às fases  $\epsilon$  e  $\gamma'$ . Com relação a dureza, após nitretação foi observada dureza superficial de 1600  $HV_{0,025}$  para a amostra previamente temperada e revenida e 1100  $HV_{0,025}$  para amostra recozida, em comparação com a dureza pré-nitretação dos substratos, representando respectivamente aumento de 50% e 330%, a Figura 17 apresenta os perfis de microdureza discutidos.

Figura 17 Perfis de microdureza de amostras nitretadas de aço M2 oriundas de diferentes tratamentos térmicos.



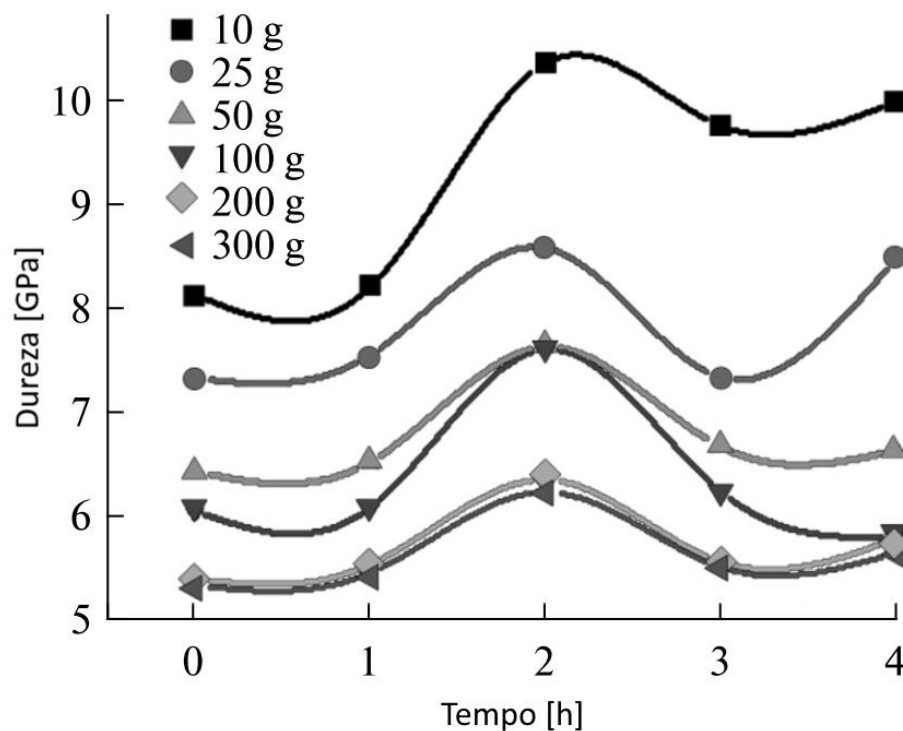
Fonte: (AKBARI et al., 2010).

A resposta ao tratamento de nitretação com relação a microestrutura do material é atribuída a três principais fatores: Diferença no coeficiente de difusão do nitrogênio (devido a diferença de microestruturas), formação de precipitados de nitrogênio na zona de difusão e diferentes estados de tensões residuais (que dificultam a difusão de nitrogênio em direção ao núcleo do substrato).

#### 2.6.4 Nitretação a plasma com tela ativa

Em (NAZ et al., 2015b) é relatada a realização de tratamentos de nitretação a plasma no aço M2 utilizando a técnica de tela ativa (quando o substrato é nitretado em potencial flutuante e a descarga luminescente é desencadeada em uma tela metálica posicionada em seu redor). Foi observada influência do tempo e pressão nos resultados, a mistura gasosa utilizada foi composta 50% de gás H<sub>2</sub> e 50% de gás N<sub>2</sub>, com os tratamentos executados na temperatura de 500 °C. Notou-se que há um tempo de tratamento ideal para que se obtenha os melhores resultados com respeito ao aumento de dureza, sendo que para os experimentos conduzidos, as maiores medições de dureza foram obtidas nos tratamentos realizados com 2 horas de duração (gráfico apresentado na Figura 18), para tempos mais longos, com as condições de tratamento investigadas, a dureza diminuiu decorrente de fragilização da camada nitretada atribuída ao aumento do tamanho de grão.

Figura 18 Gráfico da evolução da dureza em relação ao tempo de nitretação apresentado por Naz e colaboradores.



Fonte: (NAZ et al., 2015b), adaptado.

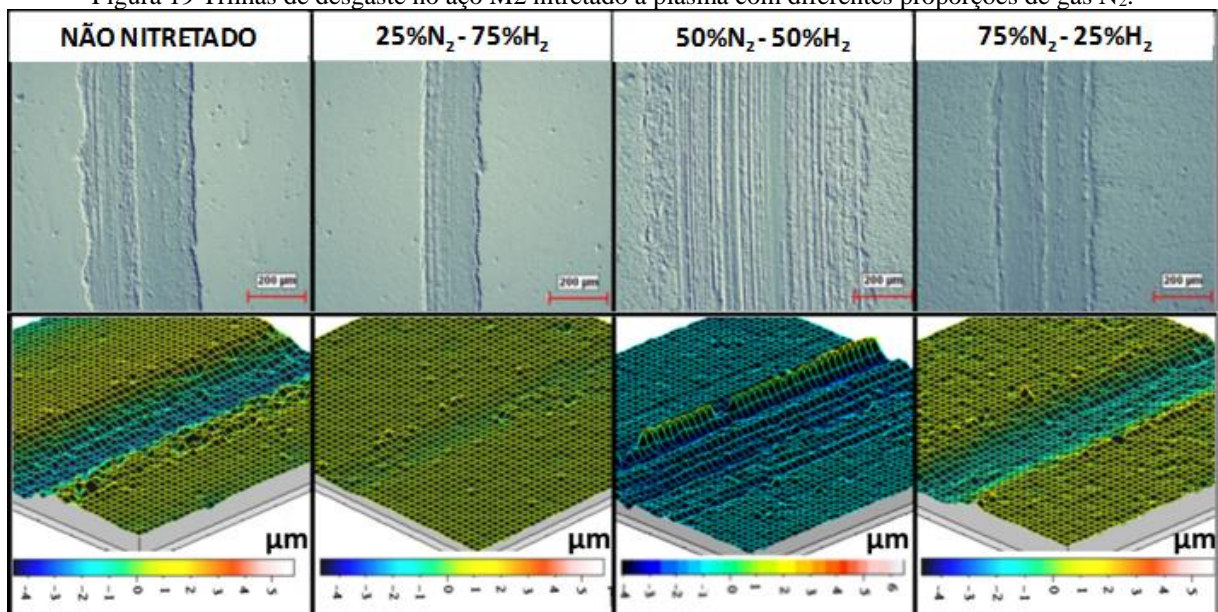
Doyle e colaboradores também investigaram a aplicação de nitretação a plasma com tela ativa no aço M2 (DOYLE et al., 2011), tendo como objetivo obter camadas nitretadas com características próprias para aplicação em ferramentas de corte pois os tratamentos convencionais promovem fragilização devido a geometria do gume, além disso é gerada uma superfície com bom acabamento superficial capaz de reduzir o desgaste causado pelo processo

de corte e usinagem. Foram realizados tratamentos de nitretação a plasma com duração de 30 minutos, utilizando mistura gasosa composta de 70% H<sub>2</sub> e 30% N<sub>2</sub> nas temperaturas de 480 e 570 °C. Foi concluído que as condições de tratamento, incluindo como o baixo potencial de nitrogênio do gás utilizado e o design da tela ativa acabaram por não permitir a formação de uma camada nitretada de espessura desejada.

### 2.6.5 Comportamento tribológico

Mohammadzadeh e coautores conduziram estudos com relação ao desgaste de amostras de M2 temperadas, revenidas e nitretadas a plasma com diferentes proporções de gás N<sub>2</sub> na mistura gasosa (MOHAMMADZADEH; AKBARI; DROUET, 2014), para os parâmetros de nitretação foram variadas a proporção de gás N<sub>2</sub> entre 25, 50 e 75 %, com balanço de H<sub>2</sub>, com tempo de tratamento foi de 8 horas, temperatura de 450 °C e pressão de 7,5 Pa. Para verificação da aplicação dos tratamentos de nitretação quanto à resistência ao desgaste foram conduzidos ensaios tribológicos de deslizamento rotatório do tipo esfera-sobre-disco, com carga de 8 N, velocidade de 30 rpm por 1000 metros, os dados das trilhas de desgaste foram adquiridos por perfilometria tridimensional e podem ser observados na Figura 19, nota-se que a trilha de desgaste é mais profunda na amostra não nitretada, comparando o volume desgastado de todos os ensaios conduzidos, foi observado aumento de resistência ao desgaste entre 20% e 90%, sendo que o volume de material desgastado aumentou diretamente proporcional ao aumento da porcentagem de gás N<sub>2</sub> na mistura gasosa do tratamento.

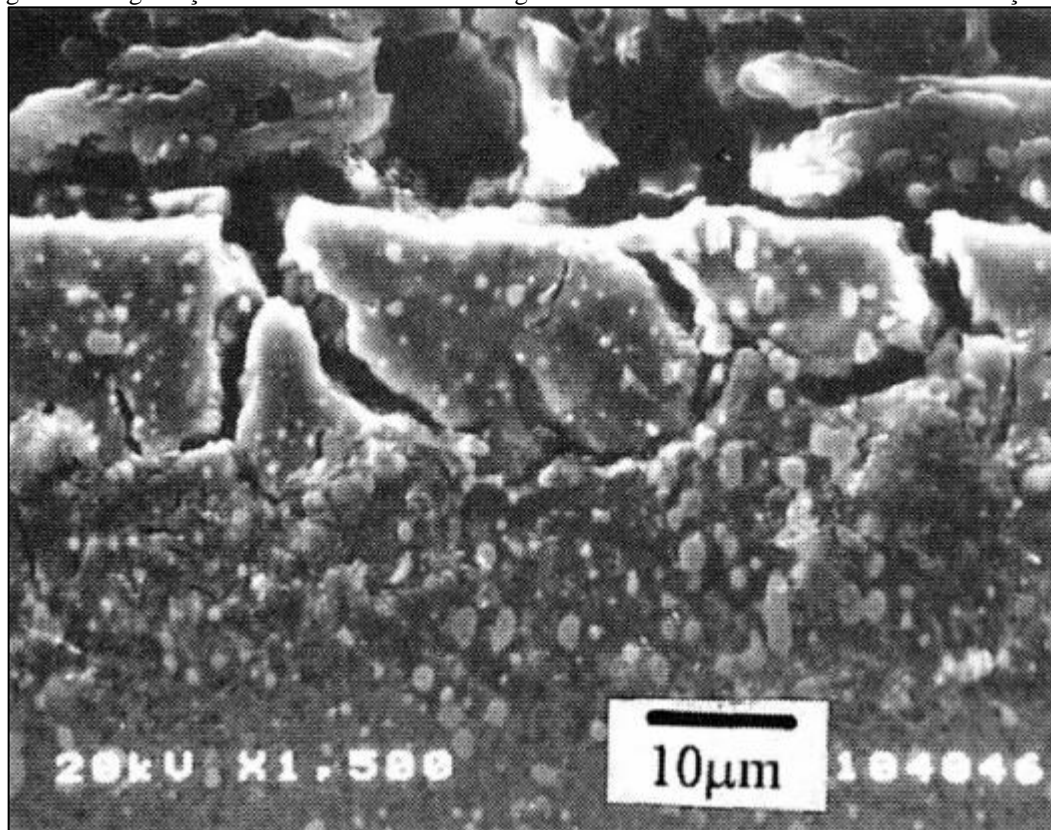
Figura 19 Trilhas de desgaste no aço M2 nitretado a plasma com diferentes proporções de gás N<sub>2</sub>.



Fonte: (MOHAMMADZADEH; AKBARI; DROUET, 2014), adaptado.

Experimentos conduzidos por Tier e colaboradores avaliaram o desgaste em substratos de aço M2 submetidos a diferentes tratamentos de nitretação a plasma utilizando mistura gasosa composta 25% de  $N_2$  e diferentes tempos de tratamento (TIER, 1998). Os ensaios de desgaste foram conduzidos com uma configuração de roda sobre plano, onde o material da roda era composto de aço AISI 4340 e o plano era o substrato de M2 nitretado. Os resultados foram separados em três categorias. A primeira categoria compreende ao aço não nitretado e aos aços nitretados em baixa temperatura ( $450\text{ }^\circ\text{C}$ ) que apresentaram apenas a formação da zona de difusão (sem a formação da camada branca), nestas condições foi observado grande desgaste por adesão do material da roda. A segunda categoria compreende os substratos nitretados em alta temperatura ( $550\text{ }^\circ\text{C}$ ) que apresentaram a formação da camada branca frágil apresentada na Figura 20, a fragilização dos contornos de grão promoveu a formação de fraturas que influenciam negativamente no comportamento tribológico, agravando o desgaste e apresentando grande perda de volume. As amostras do terceiro grupo foram resultantes de tratamentos em média temperatura ( $500\text{ }^\circ\text{C}$ ) onde foi obtida a camada branca de forma controlada, mantendo a tenacidade, os resultados de desgaste dos materiais deste grupo reduziram ambos os mecanismos de desgaste por adesão e por lascamento.

Figura 20 Fragilização ocorrida nos contornos de grão da camada nitretada de uma amostra de aço M2.

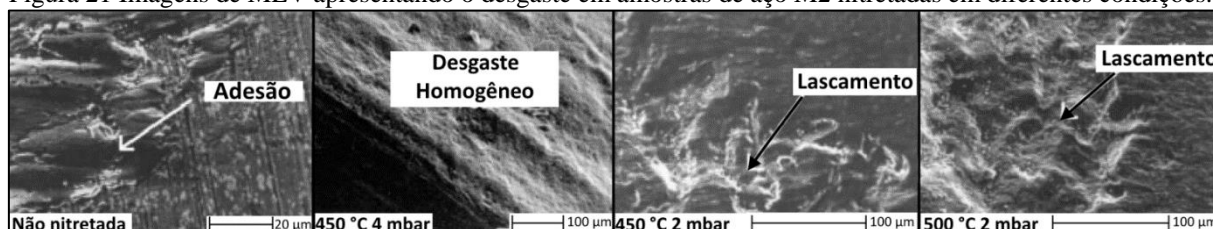


Fonte: (TIER, 1998).



A influência da variação de parâmetros de processo de temperatura e pressão quanto ao desgaste no aço M2 nitretado a plasma foi investigada por Pessin (PESSIN et al., 2000). Foram realizados tratamentos utilizando mistura gasosa composta de 25% de N<sub>2</sub> com balanço em H<sub>2</sub> durante 60 minutos nas temperaturas de 450 e 500 °C com pressões de 3, 4 e 9 mbar. Para verificação do desgaste foram realizados testes tribológicos de disco-contra-superfície. Como resultados foi notado que os tratamentos conduzidos em menor temperatura (450 °C), nas pressões de 4 e 9 mbar ocasionaram a formação da camada branca composta apenas por nitretos de fase  $\epsilon$ , enquanto os tratamentos na temperatura de 500 °C apresentaram a formação de ambos nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ . Para os tratamentos em 2 mbar não houve formação da zona de compostos e a maior profundidade das camadas nitretadas foram obtidas nos tratamentos realizados com 4 mbar de pressão. As trilhas de desgaste ensaiadas podem ser visualizadas nas imagens de MEV da Figura 21, na amostra não nitretada foi observado o maior coeficiente de atrito (de 0,95), que pode ser o fator responsável pelo surgimento de partículas desgastadas por adesão, os tratamentos conduzidos em maiores pressões (4 e 9 mbar) apresentaram os melhores comportamentos tribológicos durante os ensaios, com coeficiente de atrito de 0,25, resultando em desgaste homogêneo, já nas amostras nitretadas com a menor pressão (2 mbar) foi observado o coeficiente de atrito de 0,8 resultando em desgaste acentuado e lascamento.

Figura 21 Imagens de MEV apresentando o desgaste em amostras de aço M2 nitretadas em diferentes condições.



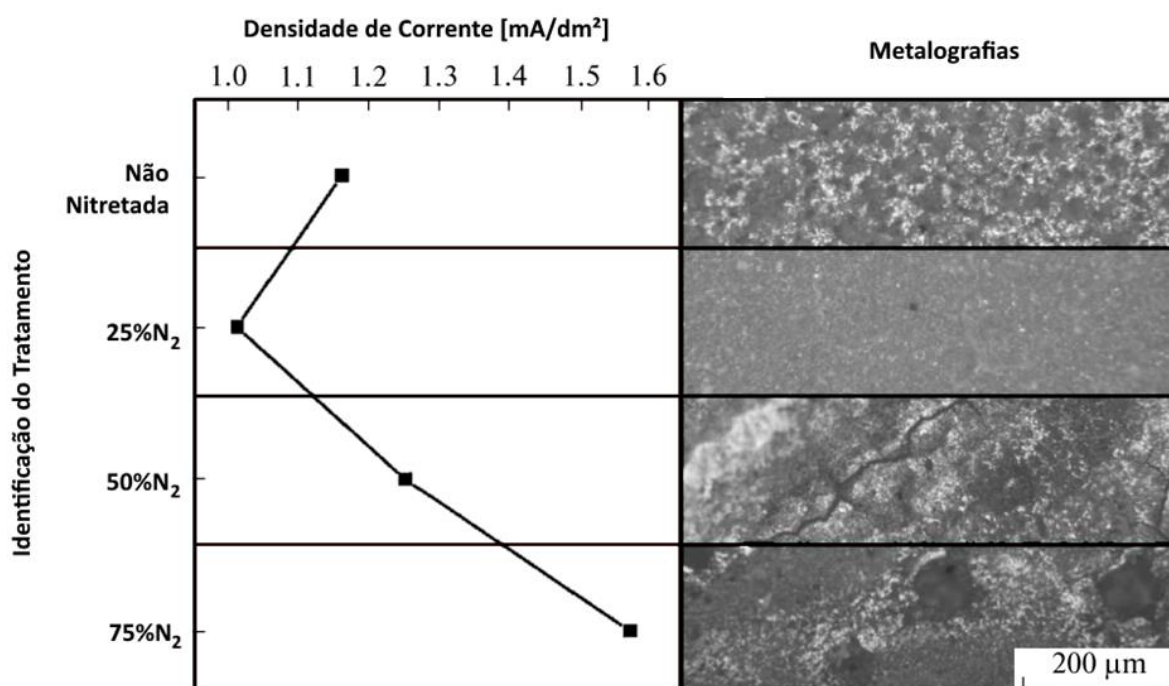
Fonte: (PESSIN et al., 2000).

### 2.6.6 Comportamento em corrosão

A aplicação de aços rápidos como ferramentas de corte é executada em velocidades relativamente elevadas e, deste modo, tendo em vista que altas temperaturas são atingidas na região de corte o processo deve ser conduzido com auxílio de líquidos refrigerantes, o que gera preocupação por danos causados por corrosão e oxidação, assunto abordado por Vakili e colegas (VAKILI; AKBARI; MOHAMMADZADEH, 2015): Com respeito à resistência a corrosão do aço M2 nitretado a plasma, os autores apontam que diversos estudos apresentam que maior resistência a corrosão é obtida com a formação da camada de compostos que atua como uma barreira agindo contra a ação corrosiva do meio, entretanto com relação a resistência ao desgaste, a camada de compostos geralmente é indesejada devido a sua natureza frágil.

Os resultados observados foram obtidos conduzindo os tratamentos com os seguintes parâmetros: Diferentes proporções de N<sub>2</sub> na mistura gasosa, variando entre 25, 50 e 75 %, com balanço de H<sub>2</sub>, tempo de tratamento de 8 horas com temperatura em 450 °C e pressão de 7,5 Pa. A camada branca originada foi removida através de polimento com pasta de diamante, resultando apenas na zona de difusão no material nitretado. Testes de corrosão foram conduzidos utilizando um potenciostato, os resultados estão apresentados na Figura 22 resumidos em valores de densidade de corrente e imagens obtidas por microscopia ótica.

Figura 22 Resposta ao ensaio de corrosão do aço M2 nitretado por diferentes parâmetros.



Fonte: (VAKILI; AKBARI; MOHAMMADZADEH, 2015), adaptado.

A concentração de nitrogênio afeta a resistência a corrosão da zona de difusão, o ensaio conduzido na amostra oriunda do tratamento com composição gasosa de 25% N<sub>2</sub> apresentou melhoria de resistência a corrosão, entretanto os tratamentos com 50% e 75% de N<sub>2</sub> reduziram a resistência a corrosão, apresentando corrosão mais severa do que em comparação com o substrato não nitretado. Como conclusões atribuiu-se a melhoria na resistência a corrosão obtida no tratamento de 25% N<sub>2</sub> devido a formação de nitrogênio em solução sólida na matriz. Nos outros tratamentos, com o aumento do fluxo de nitrogênio ocorreu a formação de carbonitretos com elementos de liga da matriz, ocasionando empobrecimento da matriz ferrítica superficial em elementos de liga responsáveis por manter a resistência a corrosão.

### **2.6.7 Comportamento em fadiga**

Aços rápidos podem ser produzidos por metalurgia do pó, apresentando melhor distribuição dos carbonetos de sua composição, a eficiência na realização do tratamento de nitretação a plasma em ferramentas de aço M2 produzidas por metalurgia do pó foi comprovada em (JURČI et al., 2003). Estes autores relatam a utilização de duas configurações de nitretação a plasma em punções de aço M2, a primeira configuração refere-se a um tratamento a 500 °C conduzido utilizando uma mistura gasosa com proporções N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> de 1:3 durante 60 minutos, a segunda configuração utilizou a mesma mistura gasosa, porém a 530 °C por 120 minutos. Ambos tratamentos resultaram na formação de camada branca, entretanto a segunda configuração resultou em camadas mais profundas e fases mais ricas em nitrogênio. Os punções foram submetidos a ensaios industriais, um punção não nitretado apresentou vida útil para produção de 3100 peças, enquanto o punção nitretado pela primeira configuração teve a vida útil estendida capaz de produzir 65000 peças, já o punção submetido a segunda configuração de nitretação foi capaz de produzir 46600 peças antes que houvesse falha. Estudando as falhas foi concluído que a fratura nos punções nitretados iniciou-se abaixo da superfície, já no punção não nitretado as trincas surgiram na superfície e se expandiram, isso ocorreu, pois, as tensões residuais compressivas resultantes da nitretação a plasma compensaram o carregamento do processo, entretanto a presença cíclica de tensões trativas levou ao surgimento de trincas por fadiga abaixo da superfície, na região não afetada pela nitretação.

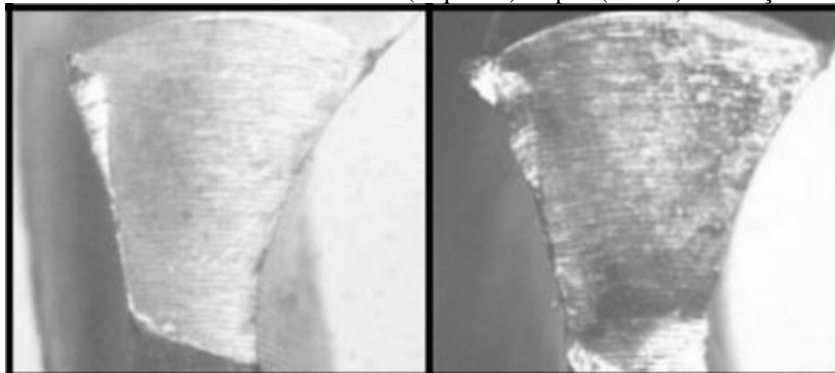
### **2.6.8 Aplicação da nitretação a plasma em ferramentas**

Rocha apresenta resultados da aplicação da nitretação a plasma com relação ao comportamento em usinagem do aço M2 (ROCHA; STROHAECKER; HIRSCH, 2003). Neste trabalho foi observada a influência de diferentes acabamentos superficiais prévios. Amostras circulares e brocas de centro de aço M2 temperadas e revenidas foram preparadas por lixamento, polimento e por jateamento de areia. Os tratamentos de nitretação a plasma utilizaram como parâmetros misturas gasosas com 5% e 76% em volume de gás N<sub>2</sub> com balanço de gás H<sub>2</sub>, pressão de trabalho de 5 mbar, tempo de tratamento de 30 minutos nas temperaturas de 400 e 500 °C. Como resultado os tratamentos com gás rico em nitrogênio resultaram na formação de zona de compostos formada por nitretos ε, enquanto nos tratamentos conduzidos com a mistura pobre em nitrogênio não foi verificada formação de zona de compostos.

Foram realizados testes de furação com as brocas contra material de aço 1050, realizando 600 furações com cada broca, medindo o desgaste das arestas de corte a cada 100 furações, na Figura 23 é apresentada uma face de corte de uma broca, antes e depois da realização de testes

de furação. O maior desgaste observado ocorreu nos primeiros 100 furos, sendo que as brocas sem preparação (como recebidas), nitretadas com gás de 76% N<sub>2</sub> e temperatura de 500°C apresentaram o maior desgaste e as amostras jateadas e nitretadas com mistura gasosa de 5% N<sub>2</sub> resultaram na menor taxa de desgaste.

Figura 23 Arestas de corte de brocas nitretadas antes (esquerda) e após (direita) realização de 100 perfurações.



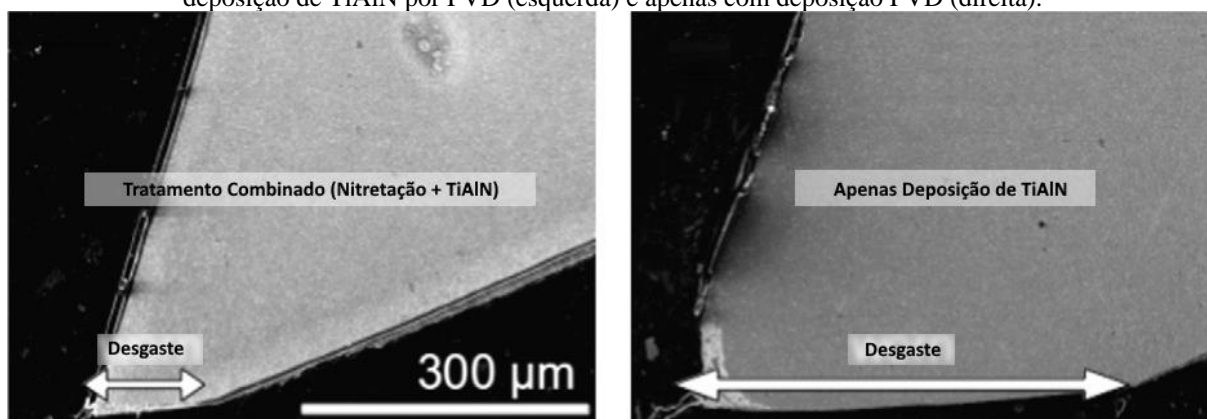
Fonte: (ROCHA; STROHAECKER; HIRSCH, 2003).

Nas amostras nitretadas com mistura gasosa de 76% de N<sub>2</sub> ocorreu a formação de redes de precipitações nos contornos de grão, que levaram as maiores taxas de desgaste. A formação de uma fina camada de compostos reduziu a força necessária para realização dos furos. Foi concluído que a realização de jateamento de areia antes da submissão dos substratos para o tratamento de nitretação a plasma, apesar da formação de camadas nitretadas menos profundas, mostrou-se benéfica para a redução do desgaste por promover na superfície a ocorrência de tensões residuais compressivas que reduzem a formação e crescimento de trincas, além disso, o jateamento de areia em brocas promove remoção de material sobreposto resultante de deformações plásticas nas arestas de corte, resultando em aumento de vida útil.

### **2.6.9 Tratamentos combinados de nitretação e deposição (DUPLEX)**

Rousseau conduziu tratamentos de nitretação a plasma em brocas de aço M2 acompanhada de posterior deposição de filmes finos configurando um tratamento DUPLEX (ROUSSEAU, 2016; ROUSSEAU et al., 2015). Com relação aos resultados, o tratamento combinado de nitretação com PVD de uma camada de TiAlN obteve-se aumento de vida útil acima de duas vezes quando comparado aos tratamentos simples de apenas nitretação ou apenas deposição. Os autores apresentam que a nitretação a plasma tem a capacidade de providenciar uma superfície menos propensa a deformações plásticas durante a operação de corte, melhorando o suporte e sustentação de carga para a camada depositada, na Figura 24 é apresentada a seção transversal da aresta de corte de ferramentas ensaiadas, comparando o desgaste nos casos de tratamento combinado e com apenas deposição.

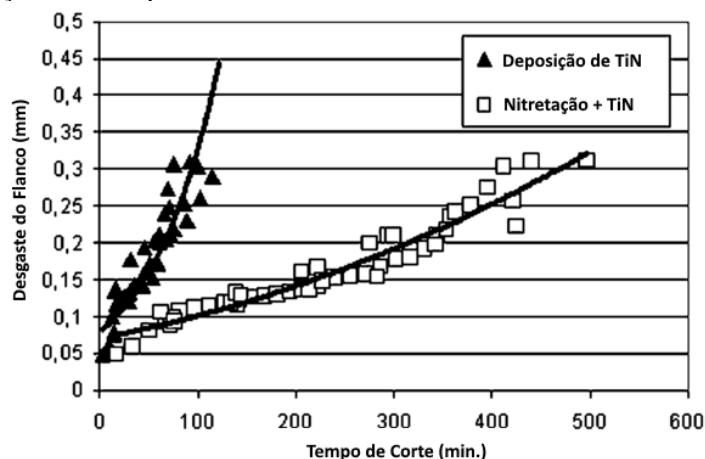
Figura 24 Seção transversal da aresta de corte de ferramentas com tratamento combinado de nitretação com deposição de TiAlN por PVD (esquerda) e apenas com deposição PVD (direita).



Fonte: (ROUSSEAU, 2016; ROUSSEAU et al., 2015), adaptado.

Experimentos semelhantes foram conduzidos por (KWIETNIEWSKI et al., 2004), combinando nitretação a plasma convencional com revestimento PVD de TiN, os parâmetros de tratamentos foram selecionados para gerar uma camada nitretada composta apenas pela zona de difusão (sem a formação da camada branca). Os parâmetros de tratamento devem ser selecionados de forma a evitar fragilização da região do gume devido ao efeito de borda, que durante o tratamento gera aumento de temperatura localizada e formação de precipitados em contornos de grão que resultam na redução da vida útil da ferramenta, para evitar estes problemas os autores sugerem a realização de nitretação a plasma em condições menos agressivas, reduzindo a temperatura, menor tempo de tratamento e menor potência aplicada. Os autores apresentaram que uma seleção específica de parâmetros de tratamento, com redução de tempo, temperatura e concentração de nitrogênio na mistura gasosa pode resultar em uma superfície capaz de melhorar a adesão da camada depositada em ferramentas de corte e melhorar seu desempenho, como apresentado no gráfico da Figura 25.

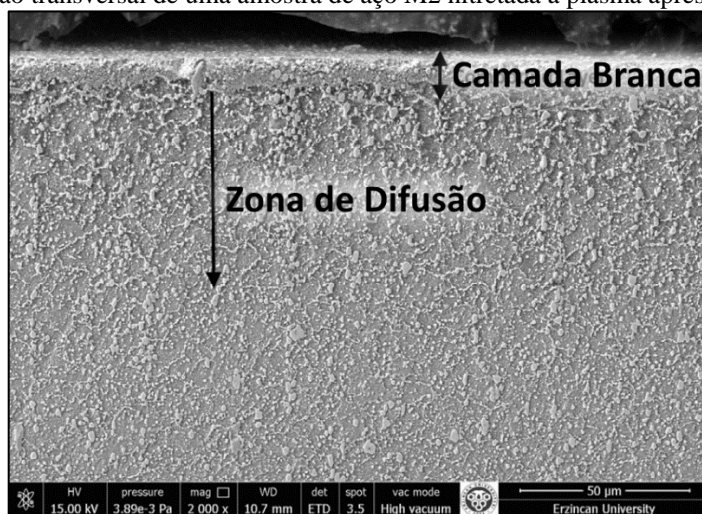
Figura 25 Comparação do desempenho de ferramentas de com tratamento DUPLEX e apenas revestido.



Fonte: (KWIETNIEWSKI et al., 2004), adaptado.

Hacisalihoglu e colaboradores realizaram em um estudo recente sobre a aplicação de diferentes tipos de revestimentos combinados com nitretação a plasma no aço M2 a fim de verificar a resistência ao desgaste (HACISALIHOGU; YILDIZ; ALSARAN, 2017). As amostras investigadas foram previamente nitretadas a plasma e a seção transversal de uma amostra nitretada pode ser visualizada na Figura 26, os parâmetros de tratamento selecionados resultaram em camadas nitretadas com 10  $\mu\text{m}$  de zona de compostos e 170  $\mu\text{m}$  de zona de difusão.

Figura 26 MEV da seção transversal de uma amostra de aço M2 nitretada a plasma apresentando camada branca.

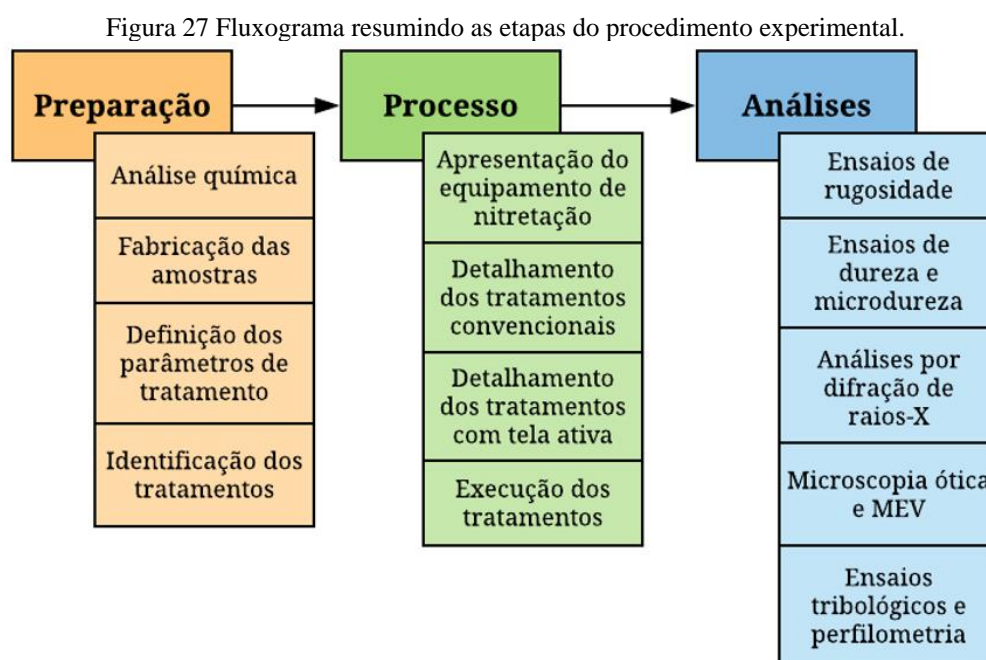


Fonte: (HACISALIHOGU; YILDIZ; ALSARAN, 2017), adaptado.

Os diferentes revestimentos investigados (TiN, AlTiN, TiCN e CrN) foram aplicados utilizando a técnica PVD assistida por arco catódico, sobre substratos com e sem nitretação prévia. Foram executados ensaios para verificação da resistência ao desgaste, conduzidos em equipamento de deslizamento de esfera recíproco (ball-on-flat), utilizando esfera de alumina, em condições a seco e lubrificadas. Para os casos investigados a realização de um tratamento duplex ocasionou em efeitos negativos com respeito à resistência ao desgaste, mesmo apresentando maiores leituras de dureza que os tratamentos simples. As amostras onde apenas o revestimento foi depositado, sem a prévia nitretação do substrato, resultaram em menor desgaste, isto pode ser devido a formação da camada branca, que resultou em baixa adesão dos revestimentos ao substrato pois nas trilhas de desgaste nos casos duplex foi observada descamação dos revestimentos, indicando que não foram utilizados parâmetros adequados de nitretação a plasma, o que é fundamental para obter-se resultados positivos, conforme demonstrado em outras pesquisas (KWIETNIEWSKI et al., 2004; ROCHA, 2000; ROCHA; STROHAECKER; HIRSCH, 2003).

### 3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo é descrita a metodologia utilizada para preparação das amostras, execução dos tratamentos de nitretação a plasma e condução dos experimentos e análises realizados, bem como detalhamento do material utilizado, a Figura 27 resume as etapas de preparação, processo e análises executadas.



Fonte: Autor.

#### 3.1 PREPARAÇÃO

##### 3.1.1 Análise química

A Tabela 1 apresenta dados de composição analisados por espectrometria de emissão ótica obtidos utilizando o equipamento *Bruker Q2 ION* com o método de análise *Fe100*, os dados apresentados são referentes as médias das composições de quatro amostras distintas na condição como recebida, também estão apresentadas as especificações para a composição química segundo as normas americana ASTM A600 e brasileira ABNT NBR/NM 116-1.

Tabela 1 Composição química das amostras utilizadas, em porcentagem de massa.

	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	W	Fe
Dados analisados	0,999	0,407	0,272	3,79	4,44	1,74	6,86	80,6
Norma <sup>3</sup>	Mínimo	0,95	0,20	0,15	3,75	4,50	1,75	5,50
	Máximo	1,05	0,45	0,40	4,50	5,50	2,20	6,75

Fonte: Normas ASTM A600 (ASTM INTERNATIONAL, 2014) e ABNT NBR/NM 116/1 (ABNT, 2005)

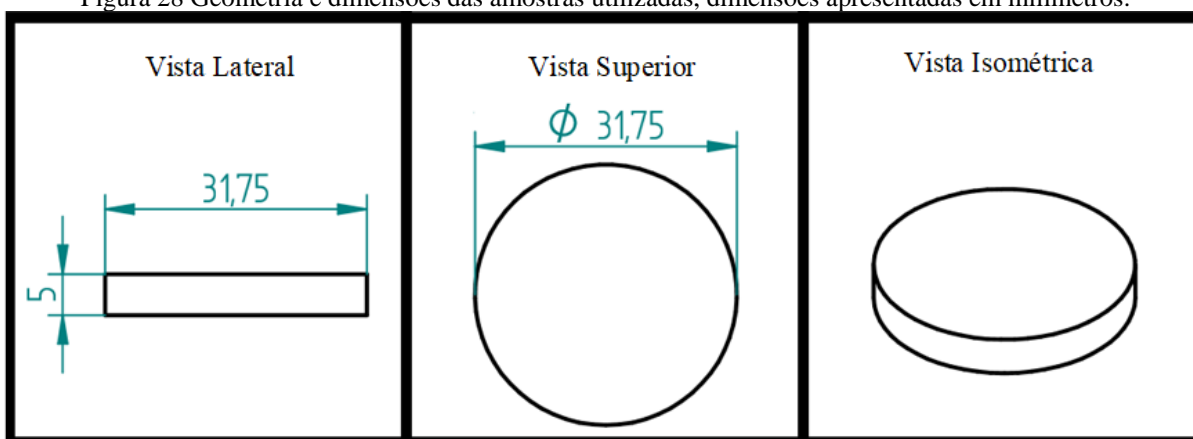
<sup>3</sup> A composição química normalizada tem os mesmos padrões tanto para a norma americana ASTM A600 (ASTM INTERNATIONAL, 2014), como para a norma brasileira ABNT NBR/NM 116/1 (ABNT, 2005). A composição apresentada é referente a variação de liga de aço M2 com alto teor de Carbono.

### 3.1.2 Fabricação das amostras

Todos os tratamentos foram conduzidos em amostras confeccionadas a partir de uma barra cilíndrica do Aço Rápido ASTM M2. A barra foi seccionada em formato de discos de faces planas, estas faces retificadas e sofreram tratamento térmico de têmpera a 1200 °C e triplo revenimento a 540 °C para alívio de tensões.

A Figura 28 apresenta um desenho das amostras utilizadas, suas dimensões são 5 mm de altura e 31,75 mm de diâmetro.

Figura 28 Geometria e dimensões das amostras utilizadas, dimensões apresentadas em milímetros.



Fonte: Autor.

O estado superficial prévio dos substratos submetidos a tratamentos de nitretação têm influência direta na formação das camadas nitretadas (ROCHA, 2000), portanto, de modo a garantir condições de pré-tratamento semelhantes entre os substratos, após a têmpera e revenimento, as amostras passaram por preparação de lixamento gradual com lixas de granulação 100, 240, 400, 600 e 1200, alterando a direção de lixamento em 90° a cada troca de lixa, posteriormente foi realizado polimento com pasta de diamante de 3 μm, antes da realização de cada tratamento de nitretação a plasma, as amostras utilizadas foram limpas com algodão embebido em álcool etílico e acetona.

### 3.1.3 Definição dos parâmetros de tratamento

Todos os tratamentos foram executados em pressão de 3 mbar, utilizando mistura gasosa composta 76% de gás N<sub>2</sub> e 24% de gás H<sub>2</sub> com temperatura de tratamento de 500 °C. Foram executados tratamentos nos métodos convencional e com utilização de tela ativa, variando o tempo de tratamento e a fonte de potência empregada, a Figura 29 resume os todos os ensaios realizados e os parâmetros variados.



Figura 29 Quadro resumo dos parâmetros variados nos tratamentos de nitretação a plasma.

	<b>Fonte retificada</b>	<b>Fonte pulsada</b>
<b>Tratamento convencional</b>	1 hora	4 horas
	4 horas	
	8 horas	
<b>Tratamento com tela ativa</b>	4 horas	4 horas
	8 horas	

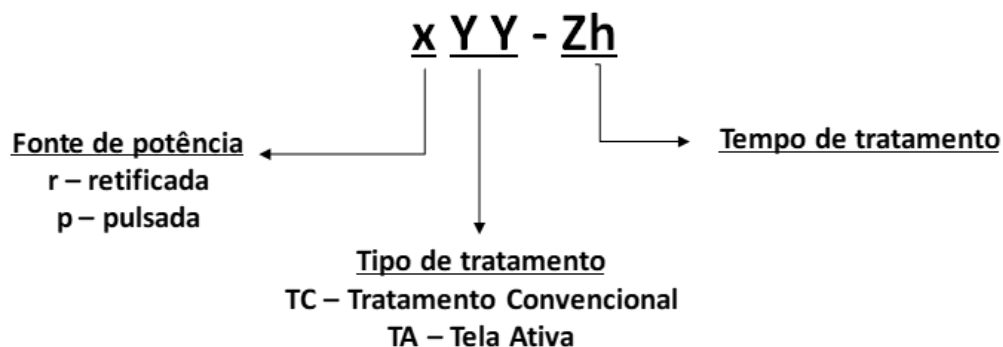
Fonte: Autor.

### 3.1.4 Identificação dos tratamentos

Para a apresentação dos resultados foram atribuídas siglas para a identificação de cada tratamento realizado, a Figura 30 ilustra o esquema utilizado:

- A primeira letra representa o tipo de fonte utilizado, sendo ‘r’ identificando fonte retificada e ‘p’ fonte pulsada;
- As duas próximas letras identificam o modelo de tratamento conduzido, sendo ‘TC’ representando tratamentos convencionais ou ‘TA’ identificando os tratamentos utilizando tela ativa;
- O último conjunto de algarismos representa o tempo em horas de nitretação após atingida temperatura de tratamento.

Figura 30 Esquema para identificação dos tratamentos executados



Fonte: Autor.

Amostras que não passaram por nitretação a plasma são identificadas como “SN”.

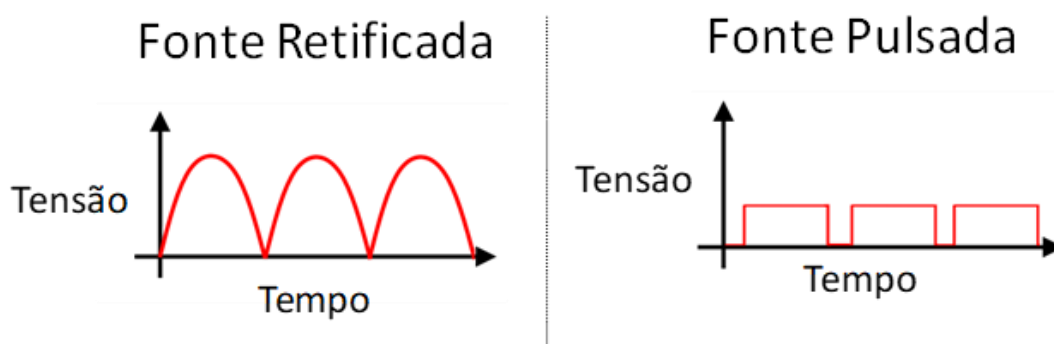
## 3.2 PROCESSO

### 3.2.1 Apresentação do equipamento de nitretação

Os tratamentos de nitretação a plasma foram conduzidos em um equipamento experimental desenvolvido pelo Grupo de Engenharia de Superfícies (GES) com sede no Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) da UFRGS.

Para este estudo foram realizados tratamentos utilizando duas configurações de fonte de potência: retificada e pulsada, a Figura 31 ilustra a diferença do sinal gerado para os dois tipos de fonte.

Figura 31 Ilustração dos formatos de onda aplicado pelas diferentes fontes de potência.



Fonte: Autor.

A amplitude da potência fornecida (e conseqüentemente, a temperatura durante o tratamento) na configuração retificada é controlada manualmente através de um transformador variável. O sinal de potência fornecido tem formato de onda senoidal retificada e possui frequência de 120 Hz.

O controle da potência fornecida pela fonte pulsada, além de poder ser realizada pela variação da amplitude do sinal através do transformador variável, pode ser realizada modificando-se o ciclo de trabalho (*duty cycle*) do chaveamento da fonte, o sinal da fonte pulsada tem formato de onda quadrada e opera com 10 kHz de frequência, a utilização de uma fonte de potência pulsada apresenta algumas vantagens em relação a fonte retificada, como melhor controle e estabilidade da descarga anômala (PESSIN, 1999).

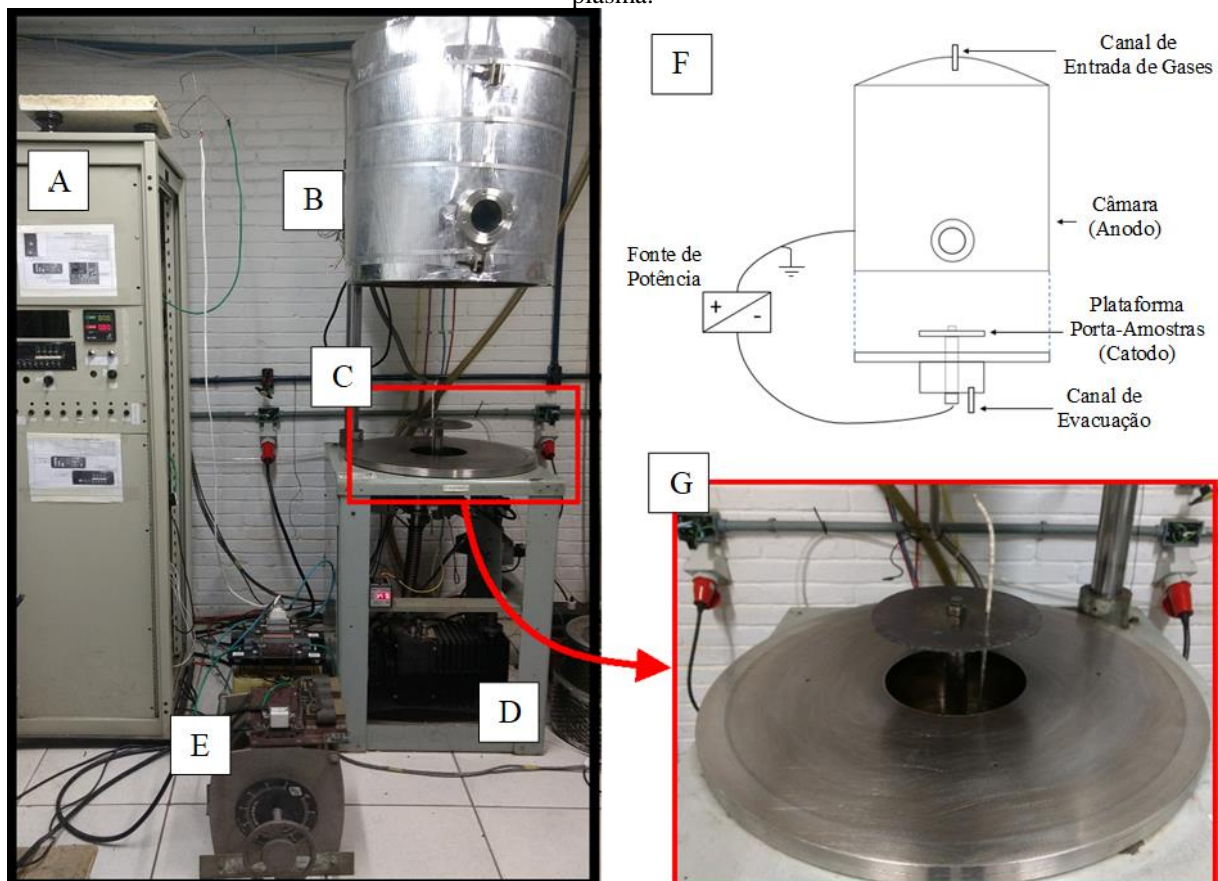
O equipamento, consiste de uma câmara do tipo sino acoplada a uma bomba de vácuo. A câmara tem diâmetro interno de 630 mm e altura de 680 mm (cerca de 212 litros de volume interno), é equipada com sistema de injeção de gases através do uso de fluxômetros de massa controlados pelo módulo *MKS Type 247D*. O controle de pressão interno é realizado por um sistema *MKS 600 Series Pressure Controller*, que controla a vazão de saída para a bomba

através do posicionamento angular de uma válvula do tipo borboleta, o sistema é retroalimentado com um manômetro eletrônico *BARATRON*.

A Figura 32 apresenta o equipamento utilizado, a seguir são descritas as partes rotuladas:

- A. Painel com os controles e a parte elétrica da fonte do equipamento.
- B. Parte superior da câmara de vácuo, elevada;
- C. Base inferior da câmara de vácuo
- D. Bomba de vácuo
- E. Transformador variável utilizado para controle de potência fornecida durante os tratamentos
- F. Ilustração do equipamento utilizado para o tratamento
- G. Fotografia em recorte detalhado da base inferior da câmara, onde pode ser vista a plataforma porta amostras conectadas ao eletrodo e o termopar.

Figura 32 Fotografia e ilustração do equipamento utilizado para a realização dos tratamentos de nitretação a plasma.



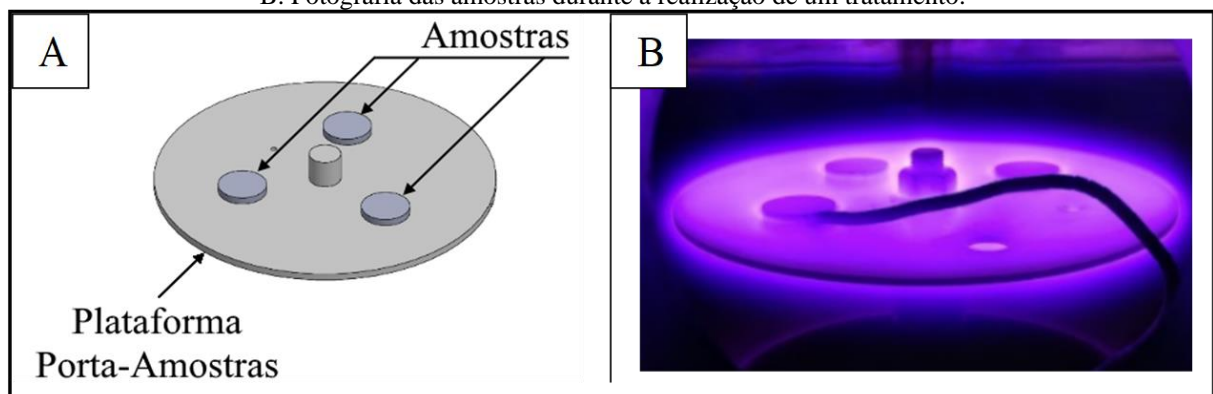
Fonte: Autor.

### 3.2.2 Detalhamento dos tratamentos convencionais

No tratamento convencional de nitretação a plasma (TC) as amostras são posicionadas diretamente na plataforma porta-amostras localizada no interior da câmara de vácuo. Esta plataforma é conectada eletricamente com o polo negativo da fonte de potência e é considerada o cátodo do sistema de plasma, o potencial positivo (ânodo) é conectado na carcaça externa da câmara, neste tipo de processo os materiais tratados são submetidos diretamente à ação da descarga luminescente.

A disposição de amostras para o método TC pode ser verificado na Figura 33, cada nitretação foi conduzida com duas amostras preparadas do aço ASTM M2 em conjunto de uma terceira amostra auxiliar utilizada para verificação de temperatura durante o processo. Esta amostra especial possui um furo lateral onde um sensor de temperatura termopar tipo K com isolamento mineral e bainha de *inconel* é anexado, o termopar é protegido com auxílio de tubos de borossilicato e miçangas cerâmicas.

Figura 33 Disposição das amostras utilizada no método TC.  
A. Ilustração das amostras dispostas na plataforma porta amostras;  
B. Fotografia das amostras durante a realização de um tratamento.

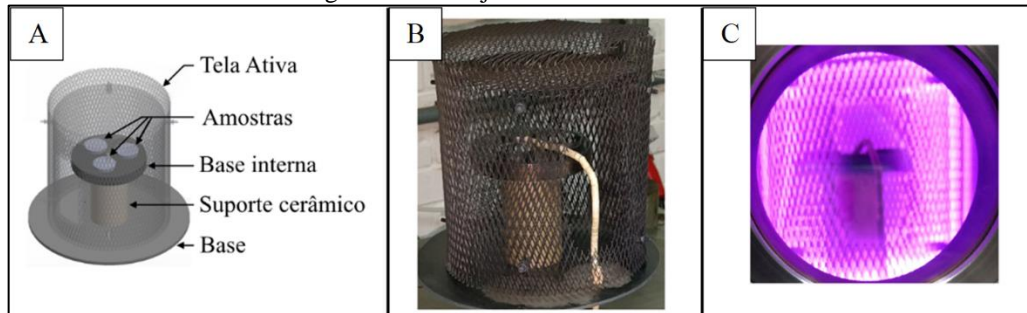


Fonte: Autor.

### 3.2.3 Detalhamento dos tratamentos com tela ativa

No método de nitretação a plasma com auxílio de Tela Ativa (TA) as amostras são posicionadas no interior de uma estrutura condutiva (chamada de tela ativa), e ficam em potencial elétrico flutuante (isoladas dos potenciais elétricos da fonte de potência), para isso, as amostras são dispostas em uma base sustentada por um tubo cerâmico que faz o papel de isolar o potencial elétrico do cátodo. Ao redor das peças é posicionada a estrutura da tela ativa, neste tipo de nitretação a descarga luminescente se desenvolve na estrutura externa e não diretamente sobre o material sendo nitretado, a Figura 34 apresenta a disposição das amostras e do arranjo utilizado para os tratamentos TA.

Figura 34 Disposição do arranjo e disposição das amostras utilizado para os tratamentos AS.  
 A. Ilustração das amostras dispostas no arranjo utilizado;  
 B. Fotografia do arranjo para a realização de um tratamento AS;  
 C. Fotografia do arranjo durante um tratamento AS.

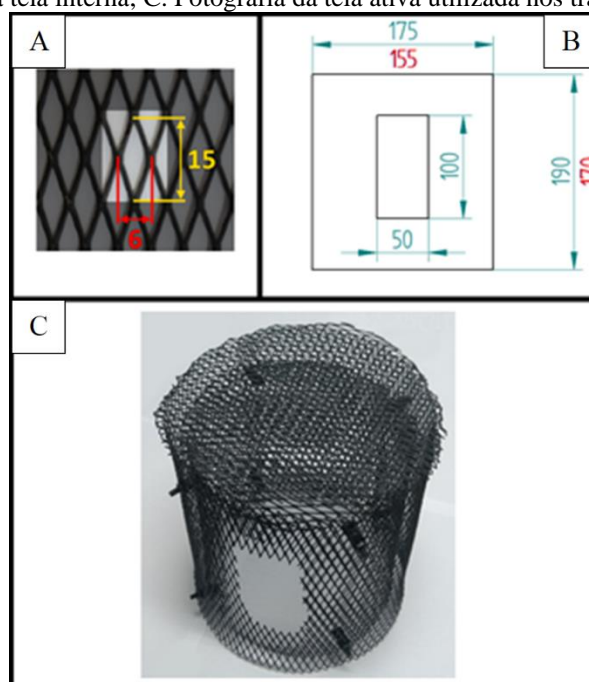


Fonte: Autor.

Para este estudo a tela utilizada foi construída com chapa expandida de aço Inoxidável 306, de 1 mm de espessura, com furos em formato de losango com 6 mm de largura e 15 mm de altura. Testes preliminares utilizando uma tela simples apresentaram taxa de aquecimento muito lenta, portanto optou-se pela construção de uma tela dupla. A tela utilizada é apresentada na Figura 35, sua geometria tem formato cilíndrico, sendo a parte externa com 175 mm de diâmetro, 190 mm de altura e a parte interna com 155 mm de diâmetro e 170 mm de altura, ambas as partes possuem uma tampa superior circular e um abertura lateral retangular com 50 mm de largura e 100 mm de altura, localizada 50 mm acima da base, a tela interna e externa são presas com auxílio de parafusos e porcas.

Figura 35 Detalhamento da chapa expandida e da tela ativa utilizada, dimensões apresentadas em milímetros.

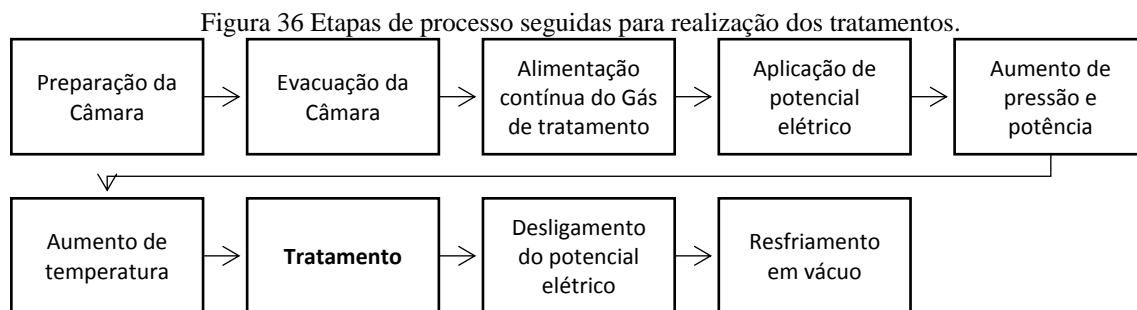
- A. Recorte da chapa expandida utilizada com dimensões dos furos;  
 B. Desenho simplificado da tela ativa, vista lateral, cotas em vermelho referem-se as dimensões de diâmetro e altura da tela interna; C. Fotografia da tela ativa utilizada nos tratamentos.



Fonte: Autor.

### 3.2.4 Execução dos tratamentos

A Figura 36 resume as etapas de processo que foram executadas para a condução de cada tratamento de nitretação a plasma realizado neste estudo.



Fonte: Autor.

A etapa de Preparação da Câmara inicia-se com lixamento da base e da plataforma Porta-amostras para a remoção de impurezas depositadas por processos anteriores, também é feita limpeza utilizando algodão embebido em álcool etílico. Na região da base do termopar e no eletrodo de sustentação, onde o cátodo e ânodo são muito próximos, são utilizados tubos de borossilicato para proteção contra arcos elétricos, para evitar deterioração do termopar pela ação da descarga luminescente. No prolongamento até a amostra auxiliar de verificação de temperatura são utilizadas miçangas cerâmicas isolantes. Após a limpeza, as amostras alvo do tratamento são posicionadas e a câmara de vácuo é fechada.

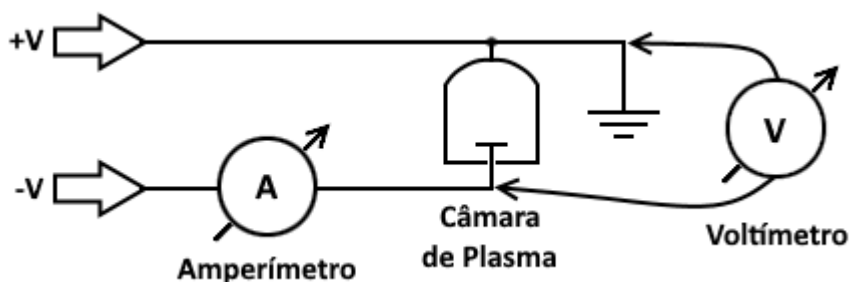
Na etapa de Evacuação da Câmara a bomba de vácuo é acionada e se aguarda até que seja obtida pressão interna de 0,1 mbar, após são abertas as válvulas para a Alimentação Contínua dos gases de tratamento. Para todos os tratamentos realizados neste estudo foi utilizada uma mistura gasosa composta de 76% de gás nitrogênio ( $N_2$ ) e 24% gás hidrogênio ( $H_2$ )<sup>4</sup>, durante todo o processo o fluxo de gás é mantido com 300 ( $\pm 50$ ) sccm. A pressão de trabalho inicial é configurada em 0,5 mbar.

Após a estabilização do sistema de controle de pressão é realizada a Aplicação de potencial elétrico, nesta etapa a potência da fonte utilizada é elevada gradualmente até que ocorra a ionização sustentada do gás (formação do plasma), a partir deste momento são anotados

<sup>4</sup> O uso de hidrogênio na mistura gasosa facilita a ionização e desencadeamento da descarga luminescente pois a energia necessária para que ocorra dissociação (8,8 eV) e ionização (13,1 eV) de moléculas de  $H_2$  são menores que para o gás  $N_2$ , (24 e 15,58 eV, respectivamente. (KARAKAN; ALSARAN; ÇELIK, 2002; MOSKALIOVIENE; GALDIKAS, 2015; NAZ et al., 2015a; SKONIESKI et al., 2008b), o uso de hidrogênio também auxilia no balanço de nitrogênio influenciando o tipo de nitretos formados e na velocidade de formação de camadas, promovendo camadas mais ou menos profundas, dependendo da concentração, e no aumento de dureza por causar a remoção de óxidos superficiais que atuam como uma barreira para a difusão do nitrogênio (AKBARI et al., 2010).

periodicamente dados de temperatura, tensão e corrente elétrica, foi utilizado o módulo *SECON MCT-32* para aquisição dos sinais elétricos, a Figura 37 ilustra o posicionamento dos sensores no sistema. A tensão RMS foi medida com as portas de voltímetro do equipamento conectadas entre o cátodo e o ânodo da câmara. Um sensor (*SECOHR 50 BCI*) amperímetro realizou a leitura do sinal RMS de corrente elétrica, este sensor não detecta corrente elétrica abaixo de 0,5 A, para estes momentos foi considerado para fins de registro uma corrente menor que 0,4 A.

Figura 37 Desenho esquemático apresentando o posicionamento dos sensores de sinais elétricos no sistema.



Fonte: Autor.

Após a estabilização da descarga luminescente inicia-se a etapa de Aumento de pressão e potência gradual até a pressão de trabalho. Todos os ensaios abordados neste estudo foram conduzidos em 3 mbar de pressão, o bombardeamento iônico provoca o Aumento de temperatura. Ao atingir a temperatura desejada de 500 °C é iniciada a contagem do tempo de Tratamento. Durante o tratamento a temperatura foi controlada manualmente com variação da potência fornecida pela fonte, a temperatura variou entre 495 e 505 °C, os dados de potência e temperatura durante cada tratamento foram coletados e estão dispostos no APÊNDICE. Com o fim do tempo de tratamento, é feito o Desligamento do potencial elétrico, e inicia-se a etapa de Resfriamento em vácuo, as amostras são retiradas do equipamento em temperatura ambiente.

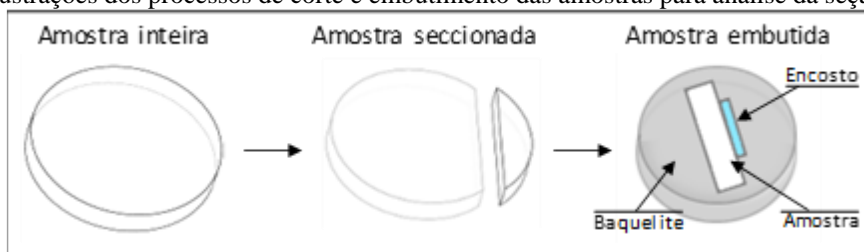
Todos os tratamentos foram executados com o reator em modo de parede fria (sem aquecimento auxiliar na carcaça), o que pode gerar heterogeneidade de temperatura interna devido a dissipação térmica pela carcaça do equipamento (SKONIESKI et al., 2008a), para atenuar este efeito as amostras foram posicionadas equidistantes em relação ao centro da plataforma.

### 3.3 ANÁLISES

Para caracterização das amostras foram realizadas análises na superfície nitretada e na seção transversal. Algumas análises também foram executadas nas amostras somente com pré-tratamento. Dentre os ensaios realizados estão: Rugosidade; Microdureza Vickers; Dureza *Rockwell C*; Difração de Raios-X; Microscopia Ótica, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), ensaio tribológico *Ball-on-Flat* e Perfilometria Ótica Tridimensional das trilhas de desgaste.

Para as análises da seção transversal as amostras foram seccionadas com disco diamantado com auxílio da máquina de corte metalográfico *Allied Techcut 4*, na velocidade de 200 RPM, utilizando um disco de 102 mm de diâmetro externo e 0,31 mm de espessura, a parte removida foi embutida em baquelite, com a face da região tratada acompanhada de uma chapa metálica, a Figura 38 ilustra o processo de embutimento da amostra seccionada.

Figura 38 Ilustrações dos processos de corte e embutimento das amostras para análise da seção transversal.



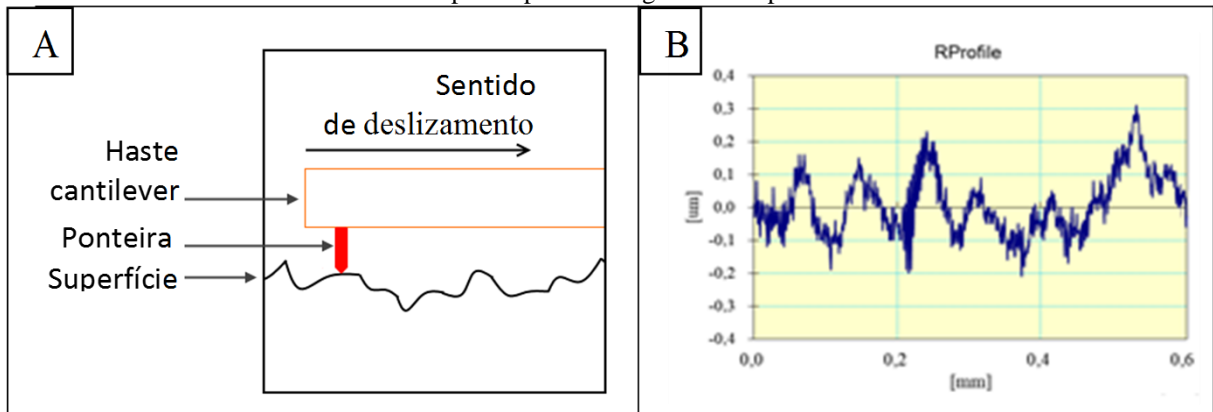
Fonte: Autor.

#### 3.3.1 Ensaios de rugosidade

Rugosidade é definida como a irregularidade de uma superfície, parâmetros de rugosidade são calculados a partir de perfis da superfície analisada, estes perfis podem ser bidimensionais ou tridimensionais. Para caracterização de rugosidade dos substratos analisados foi utilizado o método de perfilômetro de contato, neste método, o perfil superficial bidimensional é construído através de um equipamento com uma haste cantiléver equipada com uma ponteira em formato de agulha, a ponteira é posicionada em contato com a região a ser analisada e a haste é deslizada paralelamente em relação a superfície enquanto a ponteira é deslocada verticalmente seguindo as irregularidades topográficas. Os deslocamentos tanto da haste quanto da ponteira são registrados e é montado o perfil superficial, a Figura 39 ilustra este processo.



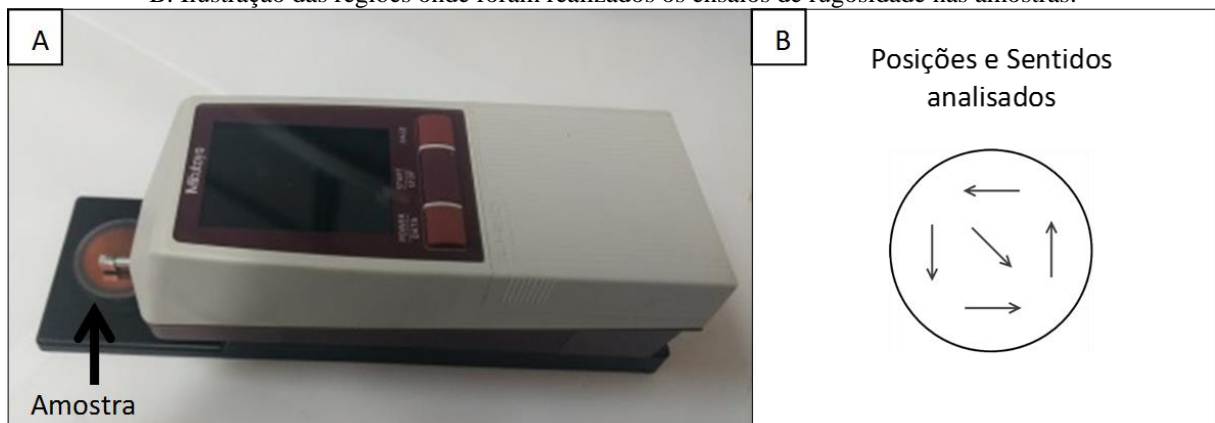
Figura 39 Aquisição de perfil superficial pelo método do perfilômetro de contato.  
 A. Ilustração do método de aquisição de perfil de rugosidade;  
 B. Exemplo de perfil de rugosidade superficial.



Fonte: Autor.

O equipamento utilizado neste estudo, apresentado na Figura 40, foi o perfilômetro de contato *Mitutoyo SJ-210*, as medições de rugosidade foram realizadas em 5 posições distintas em cada amostra, com distância analisada em cada perfil de 5 mm, os ensaios foram realizados na velocidade de 0,25 mm/s de deslocamento da haste, utilizando ponteira com raio de 8 µm.

Figura 40 Realização de ensaio de rugosidade.  
 A. Rugosímetro *Mitutoyo SJ-210* posicionado sobre a amostra;  
 B. Ilustração das regiões onde foram realizados os ensaios de rugosidade nas amostras.



Fonte: Autor.

Parâmetros calculados com base no perfil de rugosidade obtido são utilizados para caracterizar a topografia analisada, os parâmetros abordados neste estudo são Ra e Rz. Ra é a média dos valores absolutos das ordenadas dentro do comprimento de amostragem, sendo o parâmetro mais comumente utilizado em processos de controle de qualidade. Rz é a altura máxima do perfil de rugosidade, obtido pela soma da altura do pico mais alto e da maior profundidade do perfil dentro do comprimento de amostragem (GADELMAWLA et al., 2002). Os dados fornecidos pelo equipamento são calculados com base na norma ISO 4287:1997.

### 3.3.2 Ensaios de dureza e microdureza

Dureza refere-se à resistência de um material a deformação permanente localizada (CALLISTER; RETHWISCH, 2011), as técnicas de medição de dureza mais comuns envolvem a utilização de penetradores com formatos padronizados que ao serem pressionados contra o material a ser analisado, sob condições controladas, deixam uma marcação, cuja profundidade ou o tamanho é medido e correlacionado com uma escala de dureza representativa (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2012). O formato do penetrador pode ser esférico, piramidal ou cônico. O valor de dureza é expresso em quilogramas força por milímetros quadrados ( $\text{kgf}/\text{mm}^2$ ) e a magnitude da carga aplicada pelo penetrador pode classificar o ensaio como macrodureza (com cargas aplicadas acima de 1 kgf), microdureza (para cargas variando de 1 gf até 1 kgf) e nanodureza (para cargas inferiores de 1 gf) (ASM INTERNATIONAL, 2000).

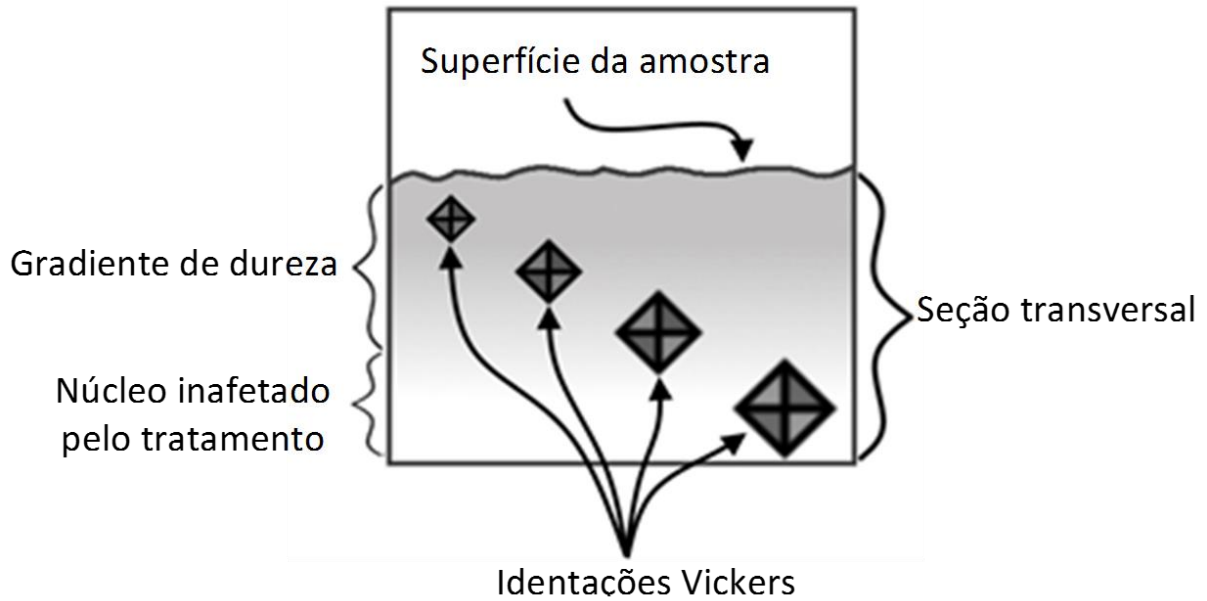
Ensaios de microdureza (também conhecido como ensaio de dureza utilizando micropenetrador) foram realizados na face nitretada<sup>5</sup> e na seção transversal com o método *Vickers*. Este método utiliza um penetrador de diamante em formato piramidal com ângulo de  $136^\circ$  entre faces opostas, a força é aplicada suavemente por 10 segundos. Os tamanhos das diagonais da marcação em formato de losango são utilizados para o cálculo da dureza. Nas análises foi utilizado o microdurômetro *INSIZE ISH-TDV 1000*. Foram realizadas medições de microdureza superficiais, ou seja, diretamente sobre a face nitretada, sendo que em cada amostra foram realizadas 11 identificações, em posições aleatórias, com carga de 100 gf.

Para verificação do gradiente de dureza formado na zona de difusão pelos tratamentos foi construído o perfil de microdureza, para isso foram realizadas medições consecutivas de dureza variando a posição diagonalmente em direção ao núcleo do substrato. A carga aplicada para estes ensaios foi de 100 gf. A Figura 41 ilustra o processo de construção do perfil de microdureza. Para determinação da profundidade de camada nitretada através do perfil de microdureza foi adotado o método da norma *DIN 50 190 parte 3* mencionada por Rocha (ROCHA, 2000), onde a profundidade da camada nitretada é considerada até a posição em que as medições de dureza são  $50 \text{ HV}_{0,1}$  acima da dureza de núcleo. A dureza de núcleo adotada neste estudo foi considerada o valor médio de dureza de medições realizadas em profundidade abaixo de 0,1 mm, onde com segurança não ocorreu nitretação do material.

---

<sup>5</sup> Após os tratamentos de nitretação a plasma as amostras oriundas dos processos convencionais apresentaram certo ofuscamento superficial, que impossibilitou a visualização com precisão das identificações de microdureza, portanto as medições de dureza na face nitretada foram realizadas após as amostras passarem por polimento sutil.

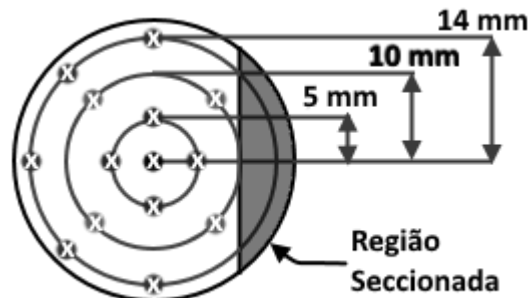
Figura 41 Ilustração da construção do perfil de microdureza na seção transversal.



Fonte: Autor.

Ensaio de macrodureza foram realizados utilizando o método *Rockwell C*, com o equipamento durômetro *EMCOTEST Duravision*. Neste ensaio é utilizado um penetrador de diamante no formato cônico de  $120^\circ$  com a ponta arredondada de raio  $200\ \mu\text{m}$ . É realizada a indentação na amostra utilizando pré-carga de 10 kgf e carga efetiva de 150 Kgf. A profundidade da marcação formada pelo penetrador é coletada para obter o valor de dureza do material. Foram realizadas 5 medições em posições aleatórias nas faces superior e inferior de 10 amostras diferentes que não sofreram tratamento de nitretação a plasma. Para caracterização da dureza de núcleo das amostras que passaram por tratamento de nitretação a plasma foram realizadas 14 medições na face não tratada, nas posições indicadas com um “x” ilustradas na Figura 42.

Figura 42 Posições das medições de dureza Rockwell C na face não tratada das amostras nitretadas.



Fonte: Autor.

### 3.3.3 Análises por difração de raios-X

Ensaio de difração de Raios-X foram conduzidos para verificação da formação de (carbo) nitretos da fase  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}(\text{C})\text{N}$ ) e  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) na superfície das amostras nitretadas.

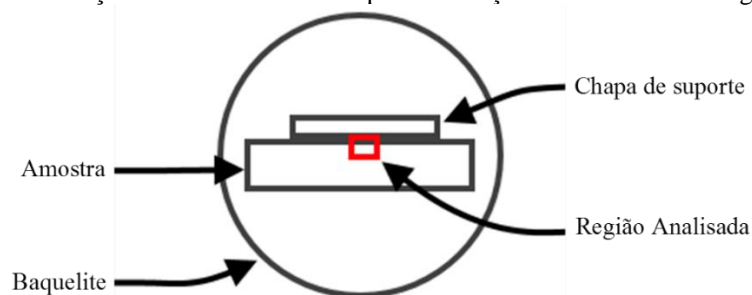
A caracterização de estruturas cristalinas por Difração de Raios-X foi conduzida em um difratômetro que seguiu a geometria *Bragg-Brentano*. A análise consiste na submissão das amostras a um feixe de raios-X cujo ângulo em relação a amostra é variado, para cada conjunto de planos da estrutura cristalina haverá uma pequena porcentagem de cristalitos que estarão propriamente orientados para que ocorra a interferência construtiva das ondas espalhadas (difração) (BLEICHER; SASAKI, 2000; SPEAKMAN, 2011), os dados de intensidade das ondas difratadas são coletados em cada ângulo analisado para a construção do difratograma, a determinação das fases presentes é conduzida pela comparação dos picos difratados com informações de bancos de dados ou de publicações referenciadas.

O equipamento de medição utilizado foi o difratômetro *GE Seifert Charon XRD M – Research Edition*, os ensaios foram conduzidos com tubo de raios-X de radiação cromo com comprimento de onda  $K\alpha$  de 2,2897 Å. Os ângulos  $2\theta$  analisados compreenderam o intervalo de 35° a 166°, com espaçamento de 0,02° e 200 s de tempo de coleta em cada passo. Os difratogramas foram investigados utilizando o software *PROFEX-BGMN* (DOEBELIN; KLEEBERG, 2015) com arquivos de informações cristalográficas (CIFs) oriundos do *Crystallography Open Database* (GRAŽULIS et al., 2012) e do *Inorganic Crystal Structures Database* (KARLSRUHE, 2017).

### 3.3.4 Microscopia ótica e MEV

Análises metalográficas foram conduzidas na seção transversal das amostras utilizando microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Após o embutimento em baquelite, a face da seção transversal passou por preparação metalográfica, consistindo em lixamento gradual, variando 90° a cada troca de lixa, sendo utilizadas lixas de granulometria 100, 220, 400, 600 e 1200 *mesh*, após, com auxílio de máquina politriz, foi realizado polimento com pasta diamantada de 3  $\mu\text{m}$ . Para revelação metalográfica foi aplicado ataque químico utilizando reagente Nital 2%. A profundidade das camadas foi medida com auxílio do software *ImageJ*. A Figura 43 ilustra a região analisada nos ensaios de metalografia.

Figura 43 Ilustração da amostra embutida para realização das análises metalográficas.



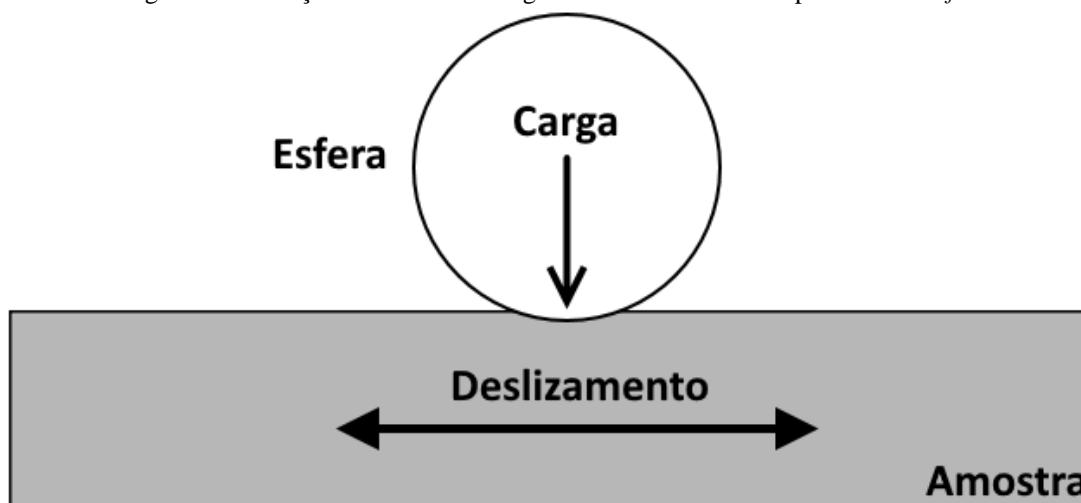
Fonte: Autor.

Para obtenção das imagens por MO foi utilizado o microscópio *OLYMPUS GX-51* em conjunto do software *AnalySIS*, utilizando lentes de magnificação de 500 vezes. Para as imagens de MEV as amostras tiveram de sofrer ataque químico novamente com reagente Nital 2% com o objetivo de facilitar a observação da zona de compostos formada na superfície, foi utilizado o equipamento *TESCAN VEGA3*, as imagens foram obtidas com magnificação de 4000 vezes para análise geral e cerca de 13000 vezes para visualização mais detalhada.

### 3.3.5 Ensaios tribológicos e perfilometria tridimensional

Ensaios tribológicos de deslizamento recíproco *ball-on-flat* (esfera sobre plano) foram conduzidos para verificar a resistência ao desgaste das amostras. O ensaio, ilustrado na Figura 44 consiste no deslizamento linear recíproco controlado de uma esfera contra uma superfície, que para este estudo compreende as amostras nitretadas, promovendo a formação de uma trilha de desgaste. Para quantificação do desgaste ocorrido nas amostras foi realizada perfilometria ótica tridimensional da superfície das trilhas de desgaste.

Figura 44 Ilustração do ensaio tribológico de deslizamento recíproco *ball-on-flat*.



Fonte: Autor.

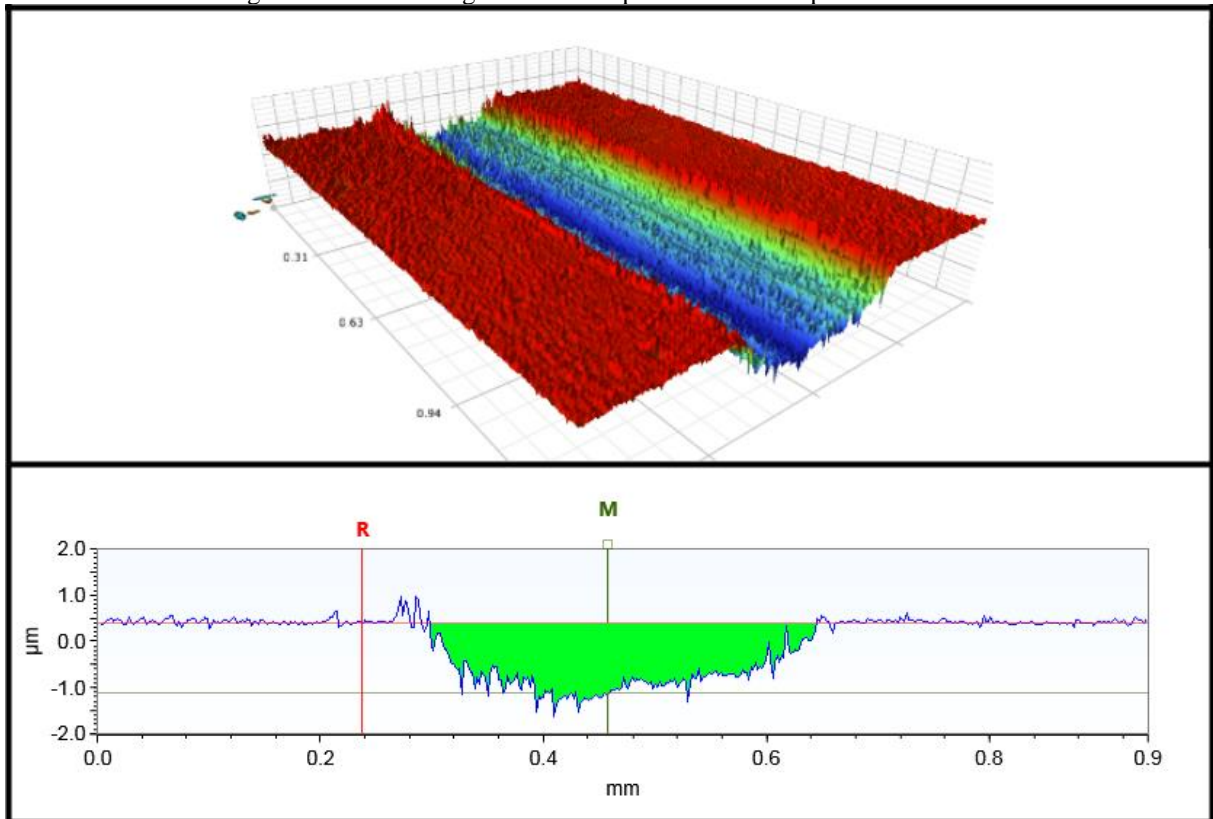
Os ensaios foram conduzidos no equipamento tribômetro *CETR*, utilizando os parâmetros utilizados em trabalho anterior realizado por Travi (TRAVI, 2016). As esferas utilizadas foram de alumina com diâmetro de 4,76 mm, durante o ensaio foi aplicada carga de 6 N em uma trilha com distância de 4 mm na frequência de 4 Hz durante 30 minutos, resultando da distância total de 57,6 de deslizamento para cada trilha. Foram realizadas quatro trilhas em cada amostra nitretada com polimento sutil, todos os ensaios foram conduzidos a seco.

Cada trilha foi analisada com auxílio do interferômetro perfilômetro *Bruker Contour Elite*, áreas da seção transversal de 5 regiões de cada trilha de desgaste foram obtidas com auxílio do software *ImageJ* e utilizadas para os cálculos de perda de volume. A Figura 45 apresenta uma perfilometria obtida da região central de uma trilha de desgaste.

Figura 45 Perfilometria tridimensional de uma trilha de desgaste.

Superior: Vista isométrica da trilha de desgaste;

Inferior: Vista lateral da trilha de desgaste, a parte destacada em verde é a área da seção transversal de uma região da trilha de desgaste utilizada para o cálculo de perda de volume.



Fonte: Autor.

Para estimar a perda de volume foi utilizada a equação ( 1 ) recomendada pela norma ASTM G133 (ASTM INTERNATIONAL, 2016b).

$$V_f = A \cdot L \quad (1)$$

Onde

$V_f$  é o volume desgastado, em  $\text{mm}^3$ ;

$A$  é a área média da seção transversal da trilha de desgaste, em  $\text{mm}^2$  e

$L$  é o comprimento da trilha de desgaste, em mm.

Archard e Hirst (ARCHARD; HIRST, 1956), em respeito ao desgaste de metais em condições sem lubrificação definem o desgaste como sendo o resultado do dano localizado através de partes deslizantes em regiões onde há contato verdadeiro. Observando que as

asperezas de uma superfície se deformam sob uma carga podendo gerar partículas de desgaste a cada contato, a equação ( 2 ) (equação de Archard) é apresentada:

$$W = \frac{KsP}{p_{m'}} \quad (2)$$

Onde

$W$  é o volume desgastado;

$s$  é a distância de deslizamento;

$P$  é a carga aplicada;

$p_{m'}$  é o fluxo do material mais macio e

$K$  é a taxa de desgaste, uma constante que apresenta a probabilidade de ocorrer desgaste a cada contato.

A taxa de desgaste  $K$  foi obtida utilizando a equação ( 3 ) apresentada por (ŁĘPICKA; GRADZKA-DAHLKE, 2016), esta equação é desenvolvida na teoria sobre desgaste de Archard e relaciona o volume perdido com a força do ensaio e o comprimento total do deslizamento:

$$K = \frac{V_f}{P \cdot s} \quad (3)$$

Onde

$K$  é a taxa de desgaste, em  $\text{mm}^3/\text{Nm}$ ;

$V_f$  é o volume desgastado, em  $\text{mm}^3$ ;

$P$  é a força normal aplicada durante o ensaio tribológico, em N e

$s$  é o comprimento total percorrido durante o ensaio tribológico, em m.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 INSPEÇÃO VISUAL

A Figura 46 apresenta o aspecto superficial representativo de amostras no estado pré-tratamento (ou seja, sem nitretação, SN), oriundas dos tratamentos de nitretação a plasma convencional (TC) com uma hora de duração e com tela ativa (TA) com quatro horas de duração. A diferença no aspecto superficial resultante de cada tipo de tratamento é notável.

As amostras que foram tratadas com plasma convencional (TC) apresentam, após o tratamento, coloração diferenciada entre a região central e a região mais próxima da borda, sendo a região central apresentando tons avermelhados e a região da borda tons escurecidos, no local onde ocorre a mudança de coloração estão localizados os anéis de erosão, característicos da ação do efeito de borda. Segundo a literatura, nesta região a camada formada pela nitretação é descontínua o que acaba afetando a dureza e a resistência a corrosão do substrato (ŁĘPICKA; GRĄDZKA-DAHLKE, 2016).

Nas amostras oriundas dos tratamentos com auxílio de tela ativa (TA) não há distinção entre a coloração da região central e da borda do substrato e, além disso, as amostras permanecem com um aspecto mais brilhante, ou menos fosco, comparativamente as amostradas TC, sendo que foi observado leve alteração de coloração para tons de azul claro em relação ao estado pré-tratamento.

Figura 46 Aspecto superficial das amostras.



Fonte: Autor.

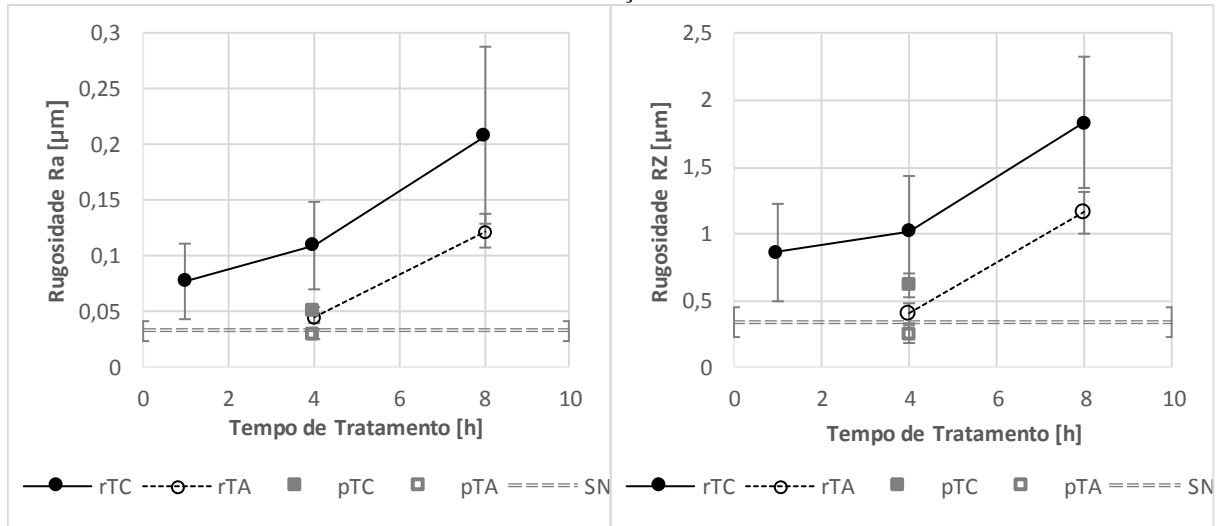
### 4.2 ANÁLISE DE RUGOSIDADE

A Figura 47 exhibe graficamente os dados das medidas de rugosidade Ra e Rz realizadas nas amostras após cada tratamento. Os dados referentes às amostras sem nitretação (SN) foram obtidos através de leituras de rugosidade de quatro amostras distintas que passaram pelos



processos de lixamento e polimento de preparação de amostras para posterior tratamento de nitretação a plasma.

Figura 47 Gráficos dos dados de rugosidade Ra (esquerda) e Rz (direita) plotados em relação ao tempo de nitretação.



Fonte: Autor.

Diferentes fenômenos afetam a rugosidade em tratamentos de nitretação a plasma (MOHAMMADZADEH; AKBARI; DROUET, 2014):

- Por diferenças nos coeficientes de expansão térmica entre os diferentes nitretos e a matriz, devido ao aumento não isotrópico e nem homogêneo dos grãos que compõem os diferentes nitretos;
- Pulverização causada pela colisão das partículas aceleradas contra o substrato, gerando uma erosão superficial;
- Redeposição do material pulverizado na superfície.

Como nos tratamentos realizados com tela ativa o substrato não fica submetido a pulverização, a variação de rugosidade pode ser atribuída apenas a expansão volumétrica da matriz causada pela difusão do nitrogênio (AKBARI et al., 2010).

Pode-se observar comparativamente que o comportamento é semelhante tanto para as medidas dos parâmetros Ra tanto para as medidas do parâmetro Rz. Comparando o tipo de fonte de potência empregado, as menores leituras de rugosidade são oriundas das amostras submetidas aos tratamentos com a fonte pulsada, isto é devido à natureza de seu funcionamento, onde ocorre o chaveamento do fornecimento de energia elétrica em alta frequência, com o

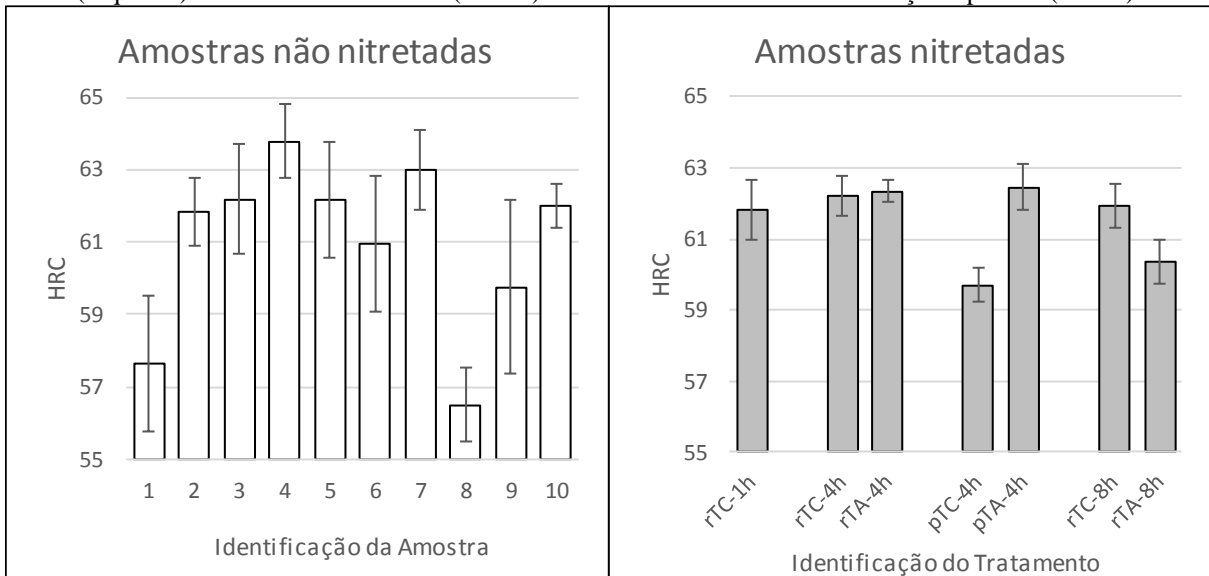
desligamento do fornecimento de energia a cada ciclo o mecanismo de formação de arcos elétricos é interrompido e a degradação superficial dos substratos é reduzida (PESSIN, 1999).

Analisando os tratamentos realizados com a fonte retificada, foi observado o aumento de rugosidade proporcional ao aumento do tempo de tratamento, tanto para os tratamentos convencionais quanto com utilização de tela ativa. Em todos os tratamentos de nitretação convencionais foram observadas medições de rugosidade maiores do que as resultantes pelos tratamentos com o uso da tela ativa. No caso do tratamento convencional (TC), a erosão superficial aumenta com o aumento do tempo de tratamento, além do crescimento da camada branca e expansão heterogênea da matriz com a difusão do nitrogênio, estes três mecanismos contribuem para um aumento da rugosidade. No caso do processo com tela ativa, a princípio não há bombardeamento direto do substrato, mas ocorre a expansão heterogênea do substrato pela difusão do nitrogênio, também ocorrendo precipitação de nitretos na superfície, não pode ser excluída, contribuindo para o aumento da rugosidade com o tempo de tratamento. Embora não tenha sido detectado por metalografia ou Difração de Raios-X uma camada contínua de compostos. A detecção de uma fina dispersão de precipitados na superfície é muito difícil de ser feita por métodos convencionais, devendo-se obter imagens da superfície das amostras para verificar sua existência. Este mecanismo de crescimento da rugosidade no processo TA precisa ainda ser melhor estudado, obtendo-se imagens superficiais com grandes aumentos para diferentes tempos de tratamento, a fim de identificar as modificações superficiais.

#### 4.3 ANÁLISE DE DUREZA ROCKWELL C

Em testes preliminares de medição de microdureza foi detectada alta variação na microdureza de núcleo observada nas medições e levantou-se a suspeita que os tratamentos a plasma teriam causado amolecimento dos substratos por terem sido executados em temperatura próxima à temperatura de revenimento dos mesmos, portanto foram realizados ensaios de dureza Rockwell C em diversas amostras que não foram submetidas aos tratamentos de nitretação e também na face não nitretada das amostras nitretadas a plasma, os resultados estão resumidos na Figura 48.

Figura 48 Gráfico comparativo com as medições dureza Rockwell C realizadas em amostras não nitretadas (esquerda) e na face não nitretadas (núcleo) das amostras submetidas à nitretação a plasma (direita).



Fonte: Autor.

Pode-se observar que tanto no grupo de amostras submetidas aos tratamentos por nitretação a plasma tanto no grupo de amostras não nitretadas há variação de dureza significativa, todas as amostras são oriundas do mesmo lote e apresentaram dureza média variando de 57,5 até 63,5 HRC. Como no grupo de amostras submetidas aos tratamentos a plasma as medições de dureza também se encontram dentro desta faixa foi desconsiderada a hipótese de amolecimento e acredita-se que a variação de dureza de núcleo entre os substratos foi um problema causado pelos tratamentos térmicos realizados previamente.

#### 4.4 ANÁLISES DE MICRODUREZA VICKERS

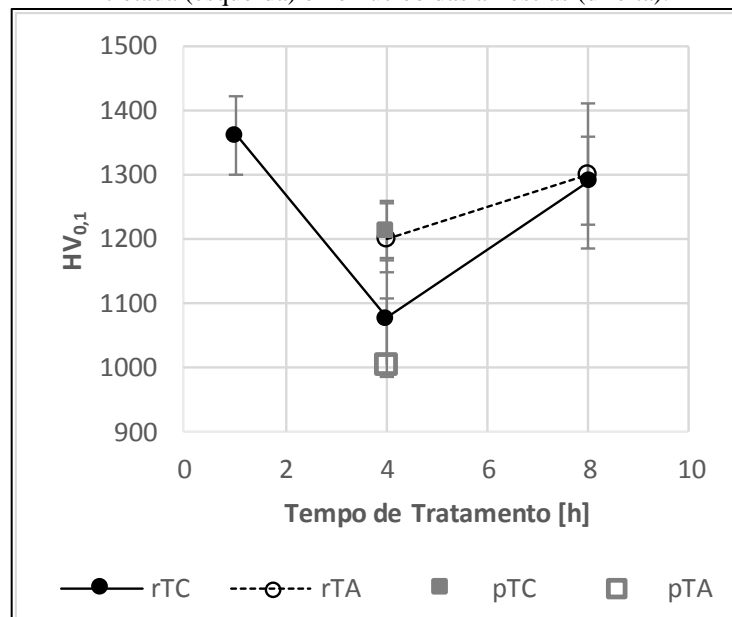
Na Figura 49 estão apresentadas graficamente as medições de microdureza realizadas nas amostras nitretadas na região superficial. Com relação ao tempo de tratamento, os ensaios utilizando fonte retificada com método convencional de tratamento (rTC) apresentaram maiores medições de dureza no tratamento com a menor duração (medidas entre 1420 e 1300 HV<sub>0,1</sub>), sendo que com 4 horas a dureza foi menor (cerca de 1100 HV<sub>0,1</sub>), voltando a subir no tratamento de 8 horas (apresentando medições variando de 1200 a 1400 HV<sub>0,1</sub>). Sobre os tratamentos utilizando fonte retificada e tela ativa (rTA) a dureza observada no tratamento de 4 horas foi superior ao tratamento convencional (por volta de 1200 HV<sub>0,1</sub> em comparação com 1100 HV<sub>0,1</sub>, respectivamente), entretanto os tratamentos de 8 horas apresentam valores de dureza semelhantes (cerca de 1300 HV<sub>0,1</sub>).

As nitretações utilizando fonte pulsada foram conduzidos apenas com 4 horas de duração, sendo que o tratamento utilizando tela ativa apresentou a menor dureza observada entre todos

os tratamentos de nitretação realizados (cerca de 1000 HV<sub>0,1</sub>), enquanto o tratamento convencional resultou em dureza semelhante ao tratamento com fonte retificada e tela ativa.

A nitretação executada com apenas uma hora de duração apresentou as maiores leituras de dureza de todos os tratamentos, uma hipótese para a ocorrência deste comportamento é de que em maiores tempos de tratamento ocorre descarbonetação superficial.

Figura 49 Gráficos exibindo medições de microdureza Vickers realizadas com carga de 100 gf na superfície nitretada (esquerda) e no núcleo das amostras (direita).



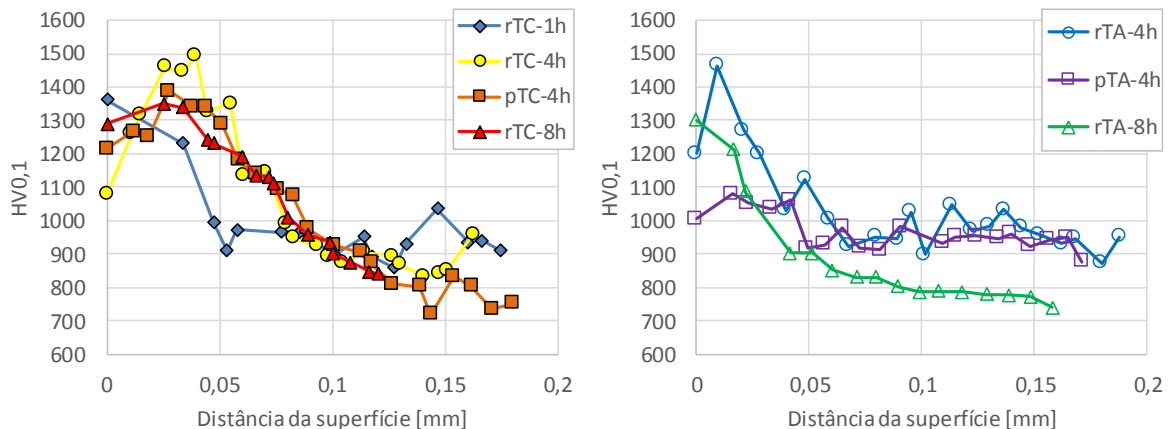
Fonte: Autor.

Também foram realizadas medições na região do núcleo das amostras, indicando medições variando entre 700 e 900 HV<sub>0,1</sub>, isto indica que as amostras sofreram tratamento térmico prévio não homogêneo.

Os perfis de microdureza estão apresentados na Figura 50, devido a variação presente na dureza de núcleo entre os substratos nitretados, a interpretação comparativa entre os perfis de microdureza apresentados pode levar a conclusões errôneas, portanto também estão presentes as medições de profundidade da região afetada pela nitretação, considerando a profundidade da região nitretada a distância entre a superfície da amostra e a posição onde a dureza medida é 50 HV acima da dureza média de núcleo para cada amostra. As medições apresentadas na origem do eixo da distância da superfície (abscissas) no gráfico dos perfis de microdureza referem-se as medições realizadas superficialmente, em direção normal à face nitretada. Em alguns tratamentos foi observado que a dureza medida superficialmente é menor que a dureza em regiões logo abaixo da superfície, Diehl (DIEHL, 2017), Kwietniewski e colaboradores (KWIETNIEWSKI et al., 2004) mencionam que este fenômeno é resultado da desestabilização

de carbonetos dos elementos de liga durante a nitretação a plasma onde o nitrogênio acaba por substituir o carbono nestas estruturas, por sua vez o carbono migra por difusão para regiões onde há menores tensões residuais tanto para o interior quanto para a superfície do substrato, formando uma região mais rica em carbono abaixo da região nitretada e pobre em carbono próximo a superfície devido a descarbonetação causada pelo arrancamento por pulverização e reações com o hidrogênio presente na atmosfera de tratamento.

Figura 50 Gráficos apresentando os perfis de microdureza para os tratamentos convencionais (esquerda) e com tela ativa (direita).

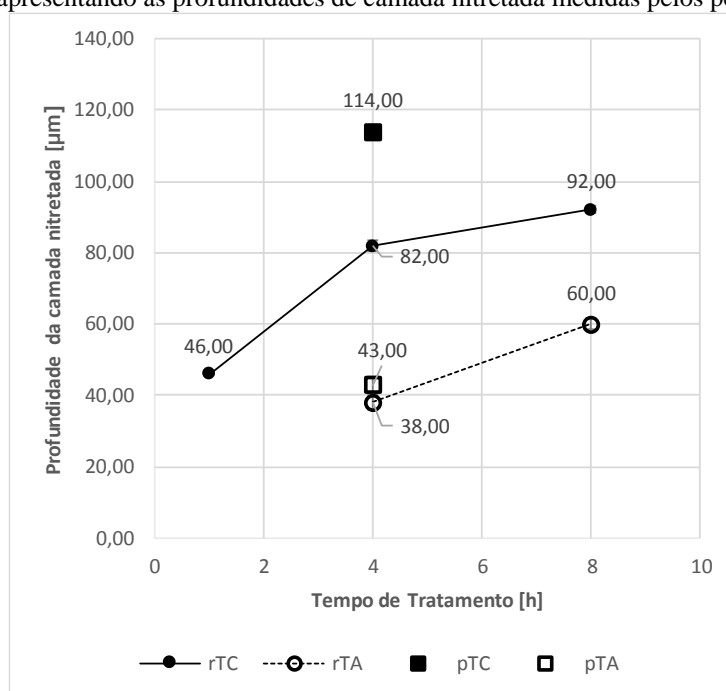


Fonte: Autor.

Com respeito a profundidade das camadas nitretadas, o gráfico da Figura 51 demonstra que os tratamentos convencionais apresentam camadas mais profundas que os tratamentos utilizando tela ativa, sendo que a camada nitretada mais profunda foi formada no tratamento com a fonte de potência pulsada durante quatro horas (pTC-4h) resultando em 114  $\mu\text{m}$  de profundidade. À medida que o tempo de nitretação aumenta, a diferença entre a profundidade das camadas obtidas pelos tratamentos TA e TC diminui.

A redução da efetividade da profundidade de tratamento com o aumento do tempo ocorre pois há uma tendência de saturação da camada nitretada e conforme se aumenta o tempo de tratamento os espaços intersticiais que permitem a difusão são preenchidos, reduzindo a velocidade de difusão. Há uma relação linear entre a profundidade de camada nitretada com a raiz quadrada do tempo de nitretação (CORENGIA et al., 2005).

Figura 51 Gráfico apresentando as profundidades de camada nitretada medidas pelos perfis de microdureza.



Fonte: Autor.

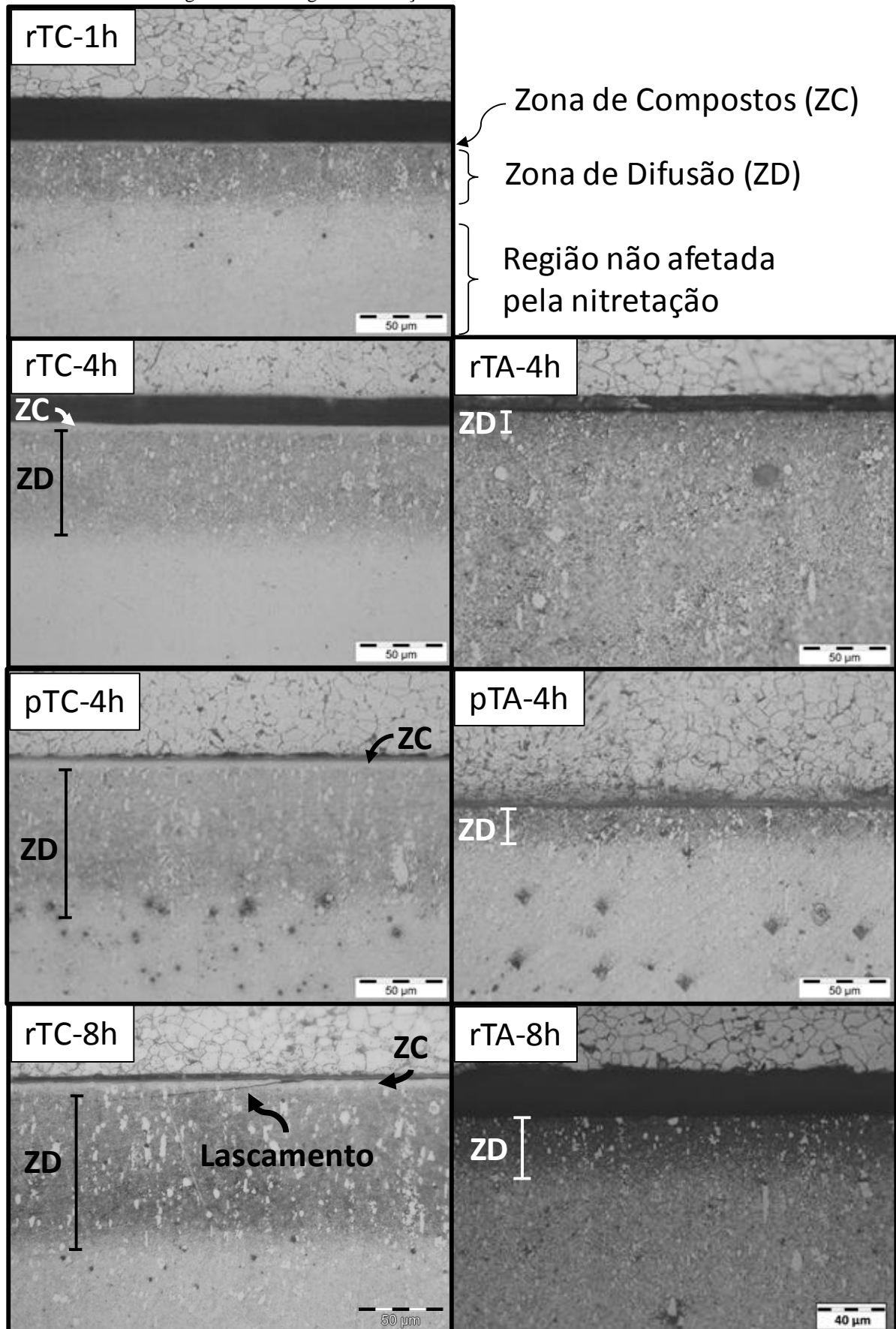
#### 4.5 ANÁLISES POR MICROSCOPIA ÓTICA DAS SEÇÕES TRANSVERSAIS

São apresentadas as metalografias da seção transversal das amostras nitretadas obtidas com microscópio ótico na Figura 52. São indicadas as diferentes regiões afetadas pelos tratamentos de nitretação a plasma, a zona de compostos (camada branca) indicada pela sigla “ZC” e a zona de difusão indicada pela sigla “ZD”.

Pode-se observar a formação da zona de compostos em todos os tratamentos conduzidos convencionalmente (TC), porém não foi possível identificar sua formação nos tratamentos onde houve utilização de tela ativa (TA). Comparativamente as zonas de difusão originadas nos tratamentos TC se apresentam maiores que as zonas de difusão originadas nos processos TA.

É importante notar que as camadas brancas formadas nos tratamentos convencionais (TC) se mostraram excessivamente frágeis apresentando descontinuidades e lascamentos ocorridos devido as próprias operações de corte e preparação metalográfica, pode-se observar um princípio de lascamento destacado na metalografia referente à amostra rTC-8h, na região central da camada branca.

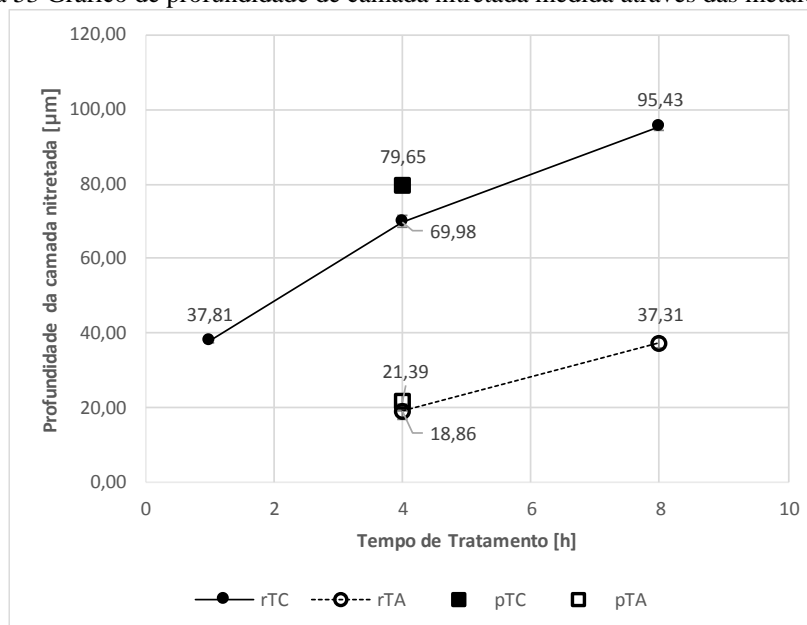
Figura 52 Metalografias da seção transversal das amostras nitretadas.



Fonte: Autor.

A Figura 53 resume graficamente a profundidade das camadas nitretadas medidas através das metalografias com auxílio do software *ImageJ*, os valores apresentados compreendem o somatório da zona de compostos e zona de difusão.

Figura 53 Gráfico de profundidade de camada nitretada medida através das metalografias.



Fonte: Autor.

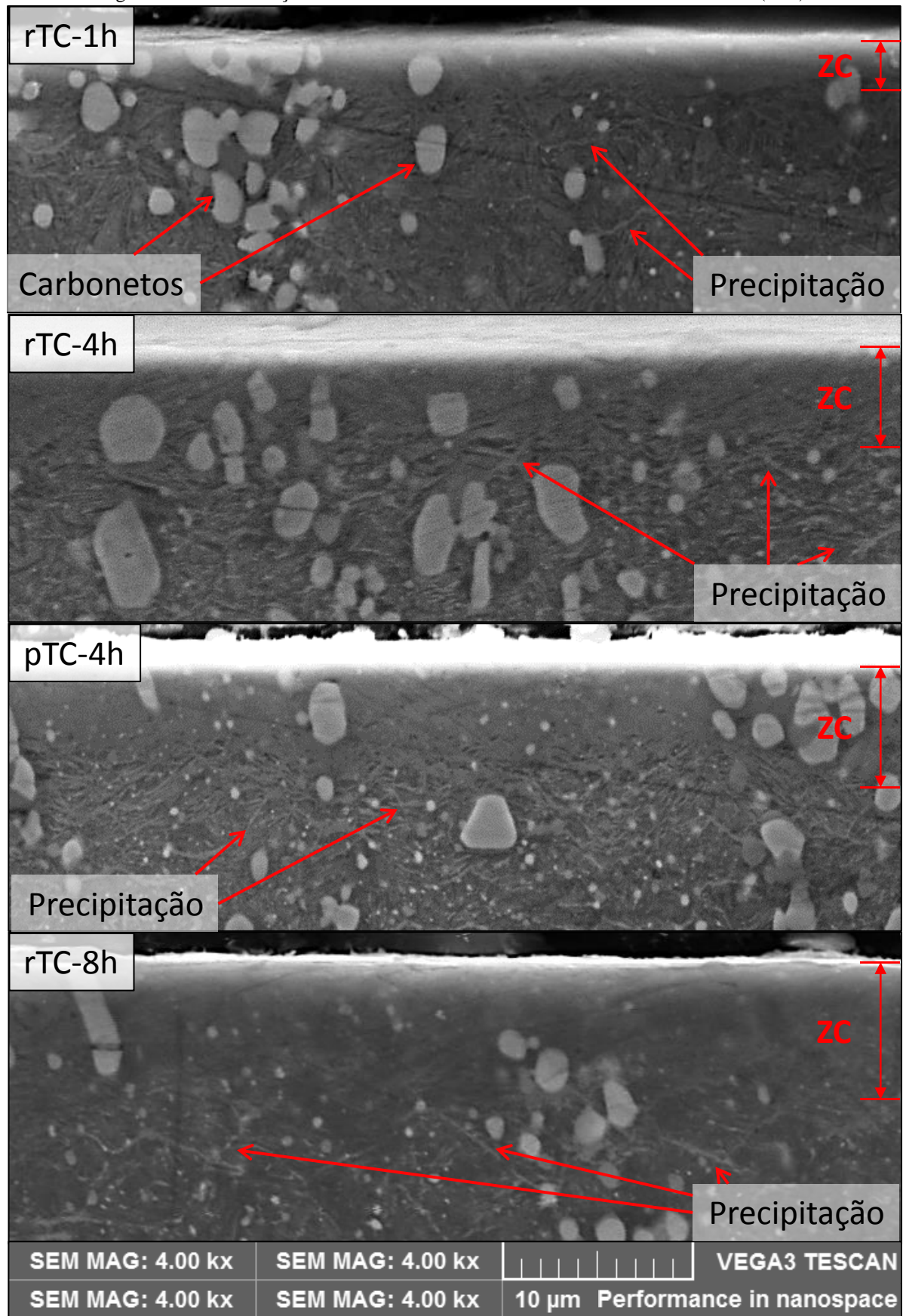
Através deste método as profundidades observadas são menores que comentadas no capítulo anterior, obtidas pelo perfil de microdureza. A camada de maior profundidade foi obtida através do ensaio rTC-8h com cerca de 95 µm, a menor camada nitretada foi obtida no ensaio rTA-4h com cerca de 19 µm. As diferenças entre os tratamentos com fonte retificada e pulsada são inferiores a 15%. Pye apresenta que a utilização da fonte pulsada permite a aplicação de potências mais altas para a geração da descarga luminescente sem que ocorra superaquecimento do substrato (PYE, 2003), o que pode ser o fator responsável pela formação de camadas levemente mais profundas nestes tratamentos.

#### 4.6 ANÁLISES POR MEV

Com o microscópio eletrônico de varredura foram obtidas imagens de elétrons secundários da seção transversal das amostras nitretadas, na Figura 54 estão as imagens obtidas para as amostras nitretadas pelo método convencional e na Figura 55 são apresentadas as imagens obtidas das amostras nitretadas pelo método com tela ativa. As regiões com coloração mais clara esferoidais ou aglomeradas em bandas paralelas referem-se aos carbonetos primários característicos da microestrutura dos aços rápidos (AKBARI et al., 2010), além disso, observa-se a formação de precipitados nos contornos de grão nas amostras TC.

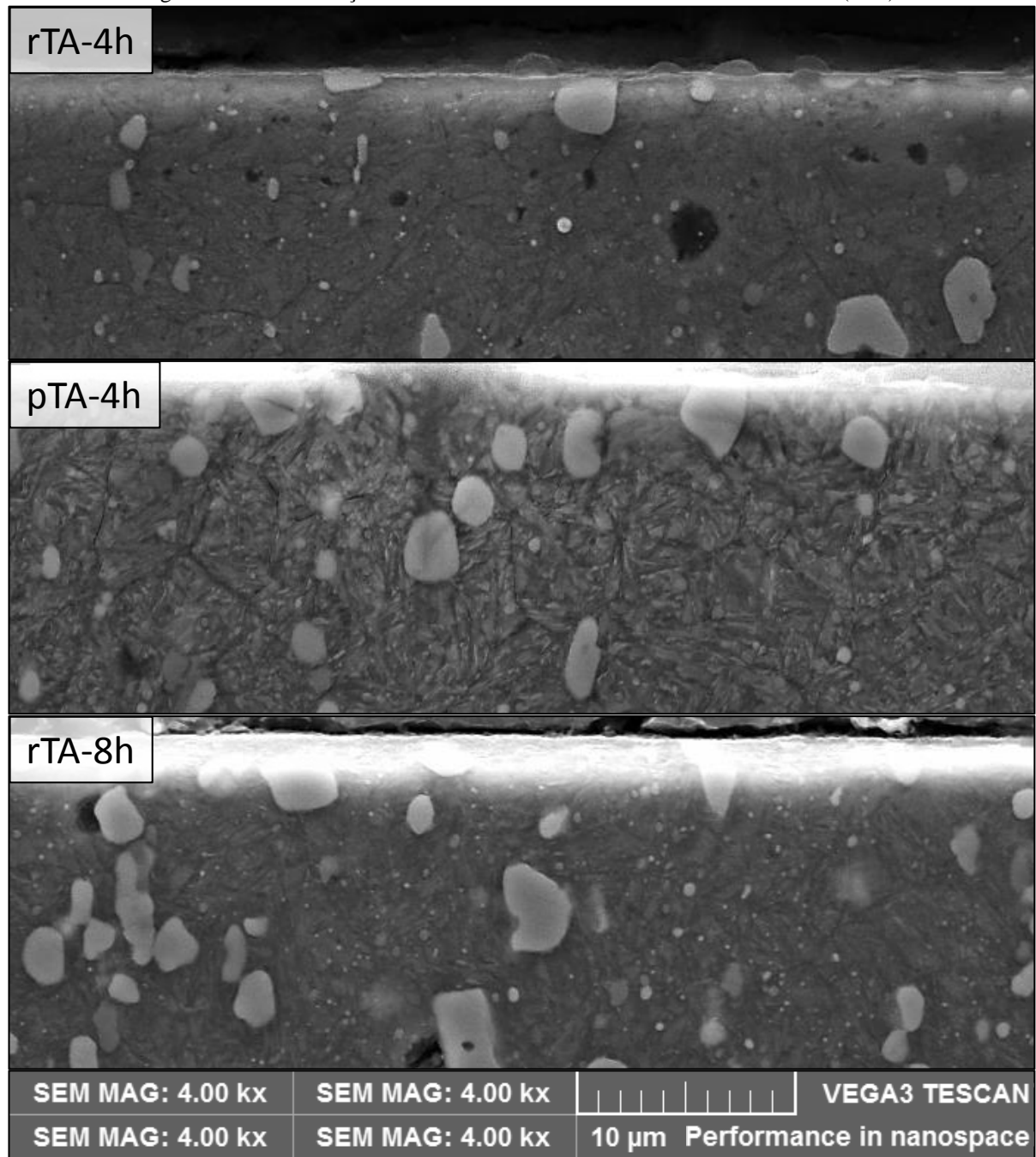


Figura 54 MEVs da seção transversal das amostras nitretadas convencionalmente (TCs)



Fonte: Autor

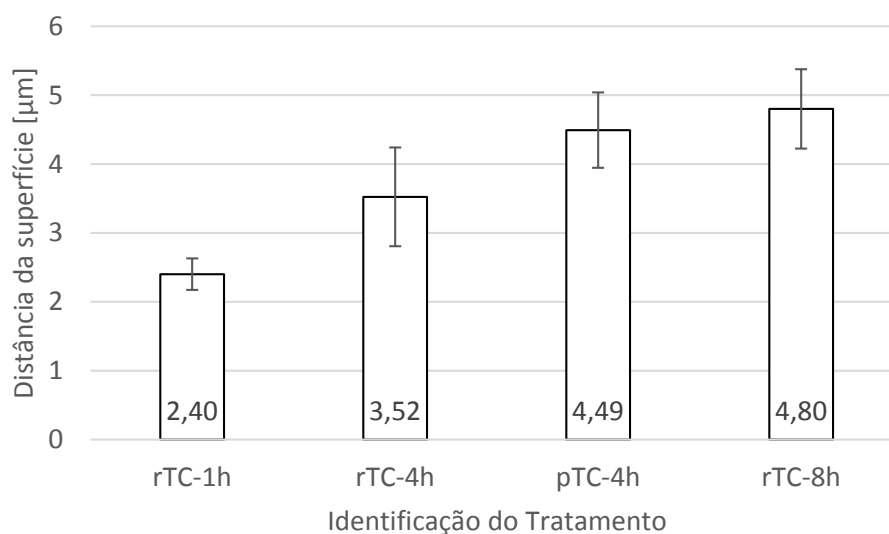
Figura 55 MEVs da seção transversal das amostras nitretadas com tela ativa (TAs)



Fonte: Autor.

A Figura 56 resume graficamente a profundidade da zona de compostos, cuja formação foi observada apenas nas amostras submetidas aos tratamentos convencionais. A profundidade das camadas de compostos formadas apresenta comportamento semelhante com a profundidade da zona afetada pelo tratamento observada nas metalografias óticas, onde o aumento do tempo de tratamento reflete no aumento da camada formada, porém em menor escala.

Figura 56 Gráfico apresentando as medições de profundidade da zona de compostos.



Fonte: Autor.

#### 4.7 ANÁLISE DE FASES POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

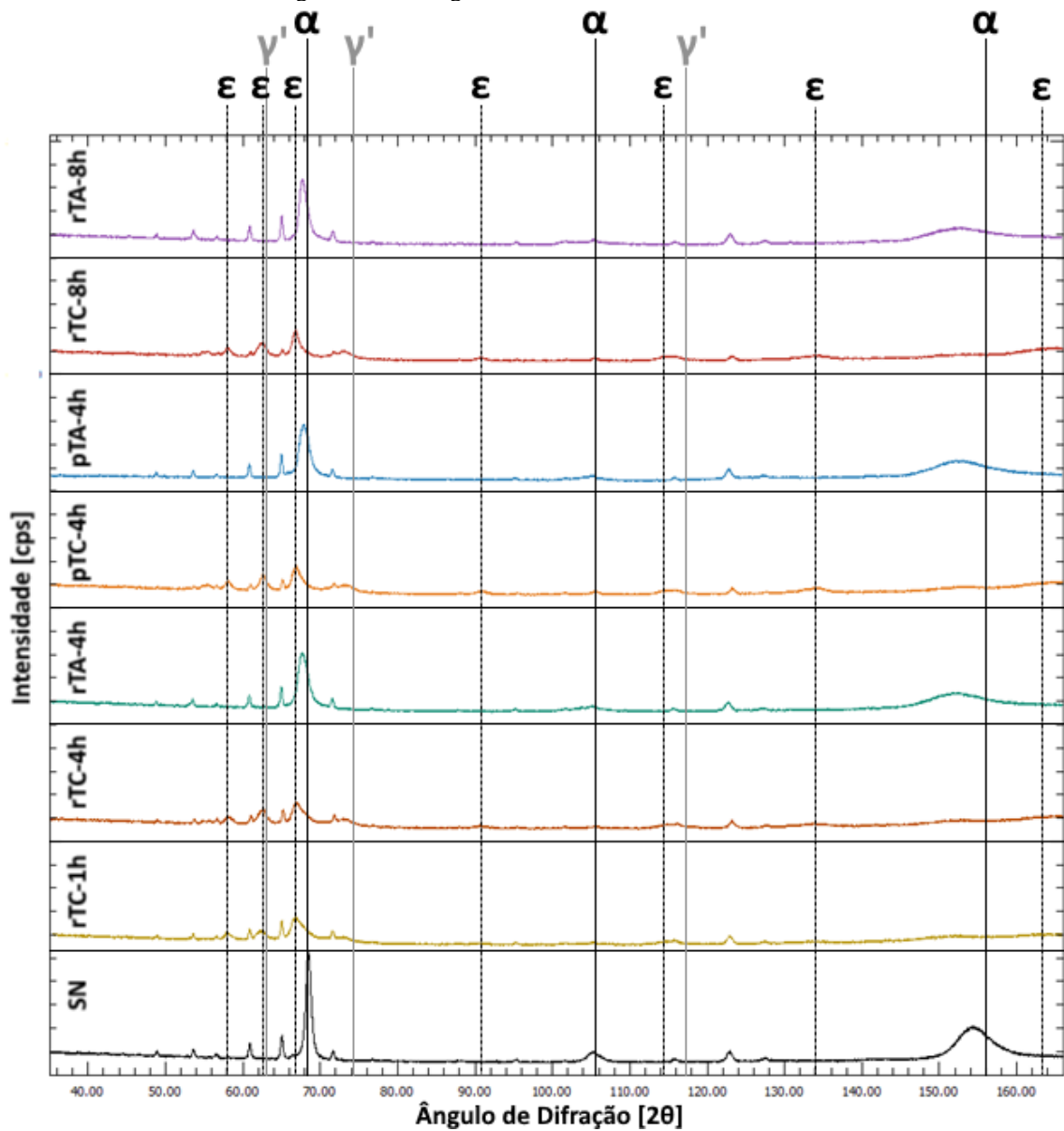
A Figura 57 apresenta os difratogramas obtidos nas amostras submetidas aos tratamentos de nitretação a plasma, bem como o difratograma de uma amostra não nitretada utilizada como referência. Verticalmente estão identificadas as posições angulares de difração para as fases de nitretos investigadas ( $\epsilon$  e  $\gamma'$ ). As posições dos picos de difração referentes a fase  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}(\text{C})\text{N}$ ) foram obtidos através do arquivo CIF (*Crystallographic Information File*) da base de dados ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*), com a identificação de ICSD\_93187, representados na figura por uma linha preta tracejada. Para identificação dos picos de difração da fase  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) foi utilizada a mesma base de dados, porém o arquivo CIF é identificado como ICSD\_53503, para esta fase a representação dos picos na imagem utiliza uma linha cinza. Para identificação da fase  $\alpha$  foram utilizadas as informações de difração do ferro (Fe) da base de dados interna do software Profex Doebelin, apresentados como uma linha preta na imagem.

Na amostra sem nitretação a presença da fase  $\alpha'$  é facilmente identificada, o único pico não correspondente está localizado na posição  $2\theta$  em  $154^\circ$ , este pico também apresenta um alargamento maior que os outros picos por se tratar da estrutura martensítica revenida do substrato e porque próximo a esta posição há outras fases que difratam alterando o formato do pico, além disso, tensões residuais presentes na matriz do aço desempenham um deslocamento e alargamento dos picos de difração.

Todas as amostras TC, onde foi observada a formação da camada branca, apresentaram picos de difração em mais de uma posição  $2\theta$ , confirmando a formação da zona de compostos com fase  $\epsilon$ , para esta fase claramente há formação de picos nos difratogramas nas posições angulares

2 $\theta$  de 58° e 67°, picos de difração mais sutis podem ser observados nas posições 90,5° e 134°, na posição 163,5° há indício da formação de um pico mais alargado, os demais picos observados em 62,5° e 114,5° podem estar sobrepostos com picos da fase  $\gamma'$  ou até de uma fase não identificada presente no substrato, portanto são inconclusivos. Não se pode afirmar a formação da fase  $\gamma'$  devido a sobreposição de seus ângulos de difração com a fase  $\epsilon$ . Na posição 117,5 não há pico de  $\gamma'$ , indicando a não detecção desta fase, a formação das novas fases de nitretos resulta na redução da intensidade dos picos referente a fase  $\alpha'$ . Pode-se afirmar que é somente detectável a presença do carbonitreto  $\epsilon$ , o que concorda com resultados de (ROCHA, 2000) para a nitretação deste aço com a mesma atmosfera gasosa.

Figura 57 Difratomogramas de Raios-X das amostras.



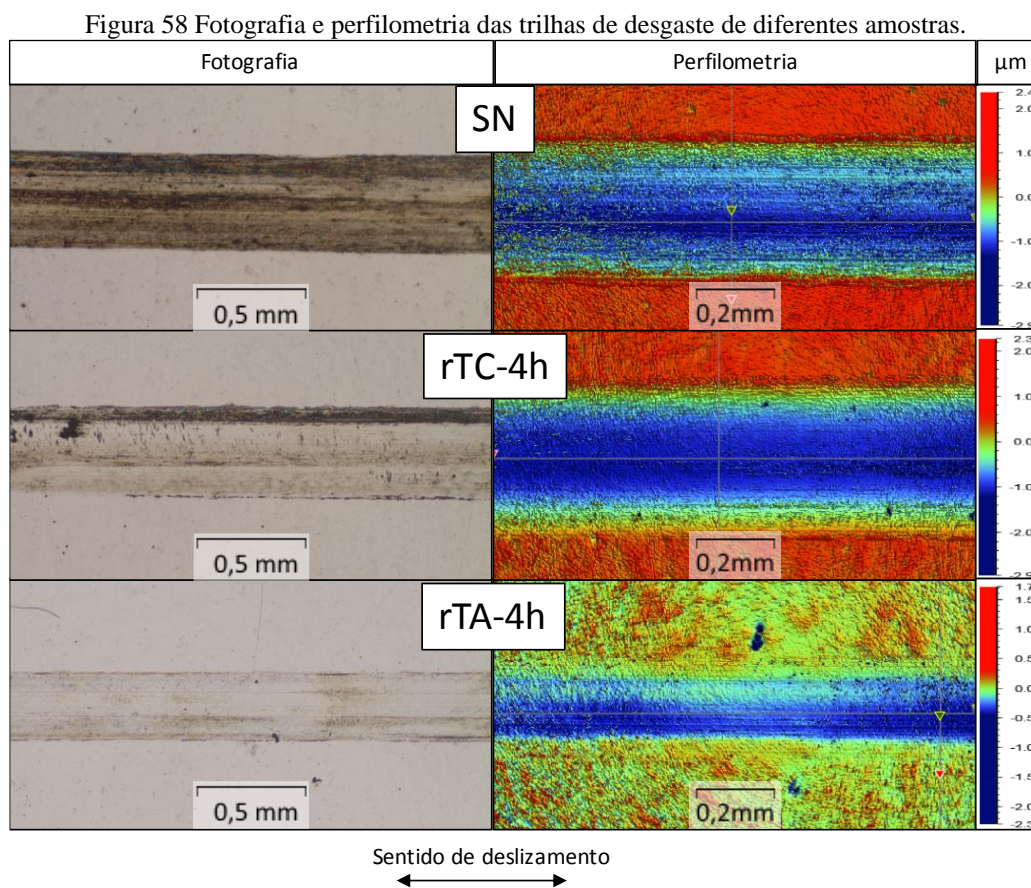
Fonte: Autor.

As amostras TA (rTA-4h, pTA-4h e rTA-8h) que através das metalografias não apresentaram formação de zona de compostos, originaram difratogramas muito semelhantes ao obtido no material não nitretado, não sendo observados picos de difração para identificar com clareza a formação das fases  $\epsilon$  nem  $\gamma'$ , única diferença observada foi o deslocamento e alargamento de picos referentes a fase  $\alpha$ , claramente devido as tensões residuais compressivas causadas pela difusão do nitrogênio na matriz. A modificação superficial causada Existem diferentes mecanismos responsáveis pelo surgimento de tensões residuais em amostras nitretadas (AKBARI et al., 2010):

- Expansão volumétrica devido a inserção do nitrogênio na matriz em solução sólida;
- Precipitação de nitretos dentro da matriz;
- Tensão devido a diferenças dos coeficientes de expansão térmica e constantes elásticas entre as regiões nitretadas e o substrato.

#### 4.8 ENSAIOS TRIBOLÓGICOS E ANÁLISES DE DESGASTE POR PERFILOMETRIA

A Figura 58 apresenta imagens das trilhas de desgaste realizadas para diferentes amostras.

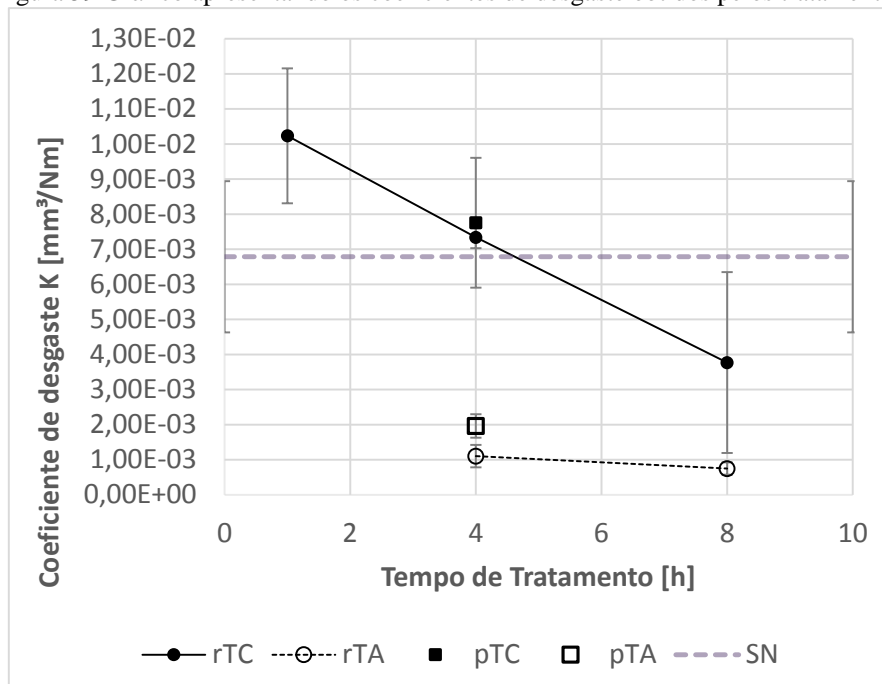


Fonte: Autor.

Visualmente, as trilhas de desgaste tanto na amostra que não passou por nitretação, tanto nas amostras nitretadas no método convencional apresentam características similares<sup>6</sup>, enquanto as amostras submetidas aos tratamentos de nitretação com tela ativa resultaram em uma trilha de desgaste com menor espessura e profundidade. Isso indica, que as camadas formadas nos tratamentos TC não afetaram o comportamento tribológico de maneira significativa.

Os dados para os coeficientes de desgaste obtidos através das análises das trilhas formadas nos ensaios tribológicos estão apresentados no gráfico da Figura 59.

Figura 59 Gráfico apresentando os coeficientes de desgaste obtidos pelos tratamentos.



Fonte: Autor.

Observa-se que nos tratamentos TC conduzidos com ambas as fontes foram ineficientes quanto a redução do desgaste, apresentando coeficientes até maiores que os obtidos através dos ensaios realizados na amostra sem nitretação, em contrapartida, os ensaios conduzidos nas amostras submetidas aos tratamentos TA apresentaram coeficientes de desgaste até sete vezes menores comparados com o coeficiente de desgaste médio da amostra sem nitretação. O aumento do tempo de tratamento de 4 para 8 horas causou uma leve redução do coeficiente de desgaste das amostras submetidas aos ensaios TA, variando de  $1,1 \text{ E}^{-3}$  para  $0,75 \text{ E}^{-3}$ . O tipo de fonte de potência empregado parece não causar muito impacto em relação ao coeficiente de

<sup>6</sup> Devido a falhas técnicas não foi possível apresentar as imagens para todas as amostras, entretanto, o comportamento apresentado é semelhante para todas as amostras de mesmo tipo (TC ou TA).

desgaste, apresentando variação média de apenas  $0,5 \text{ E}^{-3}$  acima entre os tratamentos TC-4h e  $0,8 \text{ E}^{-3}$  acima comparando os tratamentos TA-4h.

Tier e colaboradores (TIER et al., 1998) citam que a camada de compostos formada em tratamentos convencionais similares apresenta pouca tenacidade quando submetida a ensaios tribológicos gerando desgaste por lascamento agravando a perda de material, a fragilização também ocorre devido a migração do carbono para os contornos de grão formando precipitados que foram identificados nas imagens MEV, além disso a quebra da camada de compostos devido a sua fragilidade resulta no aumento da taxa de desgaste devido a formação de partículas duras e abrasivas durante o ensaio tribológico (MOHAMMADZADEH; AKBARI; DROUET, 2014). Hirsch e colaboradores mencionam que para melhoria efetiva da resistência ao desgaste no aço M2 os parâmetros de nitretação devem ser escolhidos de tal forma que se evite a formação da zona de compostos (HIRSCH et al., 2004), Rocha e colaboradores (ROCHA; STROHAECKER; HIRSCH, 2003) verificaram a durabilidade de brocas de aço M2 nitretadas a plasma, onde as menores taxas de desgaste também foram observadas nos substratos com ausência de camada de compostos, pois foi observada fragilização nos contornos de grão das amostras tratadas com gás rico em nitrogênio. Resultados apresentados por (PESSIN et al., 2000) demonstram que tratamentos conduzidos com parâmetros adequados com a formação da zona de compostos podem ser benéficos para a redução de desgaste do tipo adesivo, portanto os parâmetros de tratamento ainda precisam ser otimizados.

## 5 CONCLUSÕES

As análises realizadas indicam que os parâmetros para realização dos tratamentos de nitretação a plasma selecionados para este trabalho são capazes de modificar superficialmente as amostras de aço ASTM M2, para ambos os métodos utilizados, convencional e com tela ativa. Foi observada alteração das propriedades superficiais, com formação de gradiente de dureza, apresentando microdureza superficial resultante superior a 1000 HV<sub>0,1</sub> em todos os tratamentos conduzidos.

A aplicação do método de nitretação a plasma com tela ativa apresenta uma cinética mais lenta com relação à formação da camada nitretada, originando camadas menos profundas quando comparadas com amostras oriundas de tratamentos semelhantes, porém conduzidos com o método convencional. As diferenças na formação das camadas são mais proeminentes nos tratamentos com menor tempo de duração e o aumento do tempo de tratamento tende a reduzir a diferença de profundidade de camada nitretada entre os dois métodos.

Com relação a rugosidade, os tratamentos com o método convencional apresentaram os maiores aumentos de rugosidade de todos os experimentos, consequência do bombardeamento direto dos substratos pelas espécies ativas e formação da camada branca. A utilização de tela ativa atua de forma protetora com relação ao aumento de rugosidade, especialmente nos tratamentos com menor tempo de duração, onde foi observado reduzido aumento de rugosidade, sendo que a combinação do tratamento com tela ativa e a fonte de potência pulsada se destaca por não alterar, de forma perceptível, a rugosidade do substrato.

Os parâmetros selecionados de tratamento com utilização da tela ativa evitaram a formação da zona de compostos mesmo utilizando um gás rico em N<sub>2</sub>, no substrato de aço ASTM M2. A não formação da zona de compostos foi capaz de aumentar a resistência ao desgaste observada em ensaios tribológicos em até 7 vezes em relação as amostras sem tratamento superficial e às amostras nitretadas a plasma de forma convencional.



## **6 TRABALHOS FUTUROS**

Condução de experimentos para verificação mais cautelosa do efeito de borda, em amostras com geometria complexa.

Aplicação da metodologia de nitretação com tela ativa em ferramentas de corte e conformação do aço M2 e verificação da influência deste método de nitretação em relação ao desgaste em ambientes reais de trabalho.

Condução e verificação de experimentos de nitretação a plasma com tela ativa com aplicação de potencial alternativo nas amostras nitretadas (tensão de bias).

Execução de tratamentos duplex com nitretação conduzida pelo método de tela ativa e verificar seu efeito na durabilidade de ferramentas.

Verificação de perfis de composição química para concretizar o efeito de descarbonetação superficial.

Verificação da resistência a corrosão influenciada pelo método de nitretação a plasma com tela ativa.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT. NBR/NM 116-1: Aços-rápido - Parte 1: Classificação, designação e composição química. Rio de Janeiro, p. 3, 2005.

AGHAJANI, Hossein; BEHRANGI, Sahand. **Plasma nitriding of steels**. [s.l.] : Springer International Publishing, 2017.

AKBARI, A. et al. Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high speed steel. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 204, n. 24, p. 4114–4120, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.05.042>>

ALMEIDA, Elisângela Aparecida dos Santos De; COSTA, César Edil Da; MILAN, Júlio César Giubilei. Study of the nitrided layer obtained by different nitriding methods. **Revista Matéria**, [s. l.], v. 20, n. 2, p. 460–465, 2015.

ALSARAN, A. et al. A repair process for fatigue damage using plasma nitriding. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 186, n. 3, p. 333–338, 2004.

ALVES, C. **Nitreção a plasma: Fundamentos e Aplicações**. Natal: EDUFERN, 2001. Disponível em: <<http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:Nitreção+a+Plasma:+Fundamentos+e+Aplicações#0>>

ALVES, C.; DA SILVA, E. F.; MARTINELLI, A. E. Effect of workpiece geometry on the uniformity of nitrided layers. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 139, n. 1, p. 1–5, 2001.

ALVES, Clodomiro; ARAÚJO, Odolberto de Francisco; SOUSA, Magalhães de Rômulo Ribeiro De. Comparison of Plasma-Assisted Nitriding Techniques. In: **Encyclopedia of Tribology**. Boston, MA: Springer US, 2013.

ARCHARD, J. F.; HIRST, W. The Wear of Metals under Unlubricated Conditions. **Proc. Roy. Soc. Lond**, [s. l.], v. A236, p. 397–410, 1956.

ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook, Volume 5: Surface Engineering**. Materials Park: ASM International, 1994. v. 5

ASM INTERNATIONAL. **Handbook of Mechanical Testing and Evaluation**. Materials Park: ASM International, 2000. v. 8

ASM INTERNATIONAL. **Metallurgy for the Non-Metallurgist**. 2. ed. Materials Park: ASM International, 2011.

ASTM INTERNATIONAL. **A600 - 92a Standard Specification for Tool Steel High Speed**, 2014.

ASTM INTERNATIONAL. ASTM G40-15 Standard Terminology relating to Wear and Erosion. **ASTM International**, [s. l.], v. G40-15, p. 1–9, 2016. a.

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM G133-05 (2016), Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear**, 2016. b.

BELL, T. Current status report SURFACE ENGINEERING : PAST , PRESENT , AND FUTURE. **Surface Engineering**, [s. l.], v. 6, n. 1, p. 31–40, 1990.

BERGHAUS, Bernhard. **Procédé et appareil permettant d'obtenir des impulsions de courant de courte durée dans une installation de soudure branchée sur une source de courant continu ou alternatif**, FR814662, 1937.

BERGMANN, Luciano A.; TIER, M. A. D. ANÁLISES METALOGRAFICAS EM AMOSTRAS DE AÇO NITRETADAS. In: XII CONGRESSO NACIONAL DE ESTUDANTES DE ENGENHARIA MECÂNICA 2005, Ilha Solteira. **Anais...** Ilha Solteira: ABCM, 2005.

BERNAL, Andres. **INVESTIGATION ON NITRIDING WITH ENPHASIS IN PLASMA NITRIDING PROCESS , CURRENT TECHNOLOGY AND EQUIPMENT: Review Article**. 2006. Disponível em: <[http://ionheat.com/wp-content/uploads/2016/10/investigation\\_in\\_plasma\\_nitriding\\_process.pdf](http://ionheat.com/wp-content/uploads/2016/10/investigation_in_plasma_nitriding_process.pdf)>.

BLEICHER, L.; SASAKI, JM. **INTRODUÇÃO À DIFRAÇÃO DE RAIOS-X em CRISTAIS**[raiosx.ufc.br](http://www.raiosx.ufc.br). [s.l: s.n.]. Disponível em: <<http://www.raiosx.ufc.br/site/wp-content/uploads/downloads/2013/01/apostila.pdf>>. Acesso em: 16 jul. 2017.

BUDINSKI, Kenneth G. **Surface Engineering for Wear Resistance**. [s.l.] : Prentice Hall, 1988.

CALLISTER, William D.; RETHWISCH, David G. **Materials science and engineering**. [s.l.] : John Wiley & Sons NY, 2011. v. 5

CONRADS, H.; SCHMIDT, M. Plasma generation and plasma sources. **Plasma Sources Sci.**

**Technol.**, [s. l.], v. 9, p. 441–454, 2000.

CORENGIA, P. et al. Microstructural and topographical studies of DC-pulsed plasma nitrated AISI 4140 low-alloy steel. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 200, n. 7, p. 2391–2397, 2005.

CRESPI, Ângela E. et al. Carbon nitride film deposition by active screen plasma nitriding. **Materials Letters**, [s. l.], v. 65, n. 19–20, p. 2985–2988, 2011. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0167577X11006914>>

CZERWINSKI, Frank. Thermochemical Treatment of Metals. In: **Heat Treatment - Conventional and Novel Applications**. [s.l.] : InTech, 2012.

DALKE, Anke et al. Use of a solid carbon precursor for DC plasma nitrocarburizing of AISI 4140 steel. **Vacuum**, [s. l.], v. 149, p. 146–149, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.12.033>>

DAVIS, Joseph R. **Surface Engineering for Corrosion and Wear Resistance**. Materials Park: ASM International, 2001.

DIEHL, Igor Luis. **ANÁLISE DE CAMADAS OBTIDAS POR NITRETAÇÃO GASOSA CONTROLADA NOS AÇOS SAE H13 E SAE 4140**. 2017. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Dissertação (Mestrado em Engenharia), 2017.

DOEBELIN, Nicola; KLEEBERG, Reinhard. Profex: A graphical user interface for the Rietveld refinement program BGMN. **Journal of Applied Crystallography**, [s. l.], v. 48, p. 1573–1580, 2015.

DONG, Y. et al. Towards long-lasting antibacterial stainless steel surfaces by combining double glow plasma silvering with active screen plasma nitriding. **Acta Biomaterialia**, [s. l.], v. 7, n. 1, p. 447–457, 2011.

DOYLE, E. D. et al. Nitriding of high speed steel. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, [s. l.], v. 5, n. 2, p. 69–72, 2011. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/174951411X12956208225348>>

EDENHOFER, B. Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding. Pt. 1. **Heat Treatment Metals**, [s. l.], n. 1, p. 23–28, 1974.

ELLIOTT, T. L. Surface hardening. **TRIBOLOGY International**, [s. l.], v. 11, n. 2, p. 121–

125, 1978.

EYRE, T. S. Wear characteristics of metals. **Tribology International**, [s. l.], v. 9, n. 5, p. 203–212, 1976.

FANCEY, K. S.; MATTHEWS, A. Some fundamental aspects of glow discharges in plasma-assisted processes. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 33, n. C, p. 17–29, 1987.

FERNANDES, Fernanda et al. Deposição De Filmes Finos De Cobre Por Gaiola Catódica: Análise Do Confinamento Do Plasma Através Do Aumento Da Espessura Da Tampa Da Gaiola Catódica. **Anais do IX Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação**, [s. l.], 2017. Disponível em: <<http://abcm.org.br/anais-de-eventos/COF2017/0030>>

FINK, Donald G.; BEATY, H. Wayne. **Standard Handbook for Electrical Engineers**. [s.l.] : McGraw-Hill, 2006.

FRIDMAN, Alexander A.; KENNEDY, Lawrence A. **Plasma Physics and Engineering**. New York: Taylor & Francis Routledge, 2004.

GADELMAWLA, E. S. et al. Roughness parameters. **Journal of Materials Processing Technology**, [s. l.], v. 123, n. 1, p. 133–145, 2002.

GALLO, S. C.; DONG, H. On the fundamental mechanisms of active screen plasma nitriding. **Vacuum**, [s. l.], v. 84, n. 2, p. 321–325, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.vacuum.2009.07.002>>

GALLO, Santiago Corujeira. **ACTIVE SCREEN PLASMA SURFACE ENGINEERING OF AUSTENITIC STAINLESS STEEL FOR ENHANCED TRIBOLOGICAL AND CORROSION PROPERTIES**. 2009. University of Birmingham, Birmingham, Tese (Doutorado em Engenharia), 2009.

GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime Alvares; SANTOS, Carlos Alexandre Dos. **Ensaio dos Materiais**. 2ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

GEORGES, Jean. **Nitriding Process and Nitriding Furnace Therefor**, US5989363, 1999.

GRAŽULIS, Saulius et al. Crystallography Open Database (COD): an open-access collection of crystal structures and platform for world-wide collaboration. **Nucleic Acids Research**, [s. l.], v. 40, n. D1, p. D420–D427, 2012. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22070882>>. Acesso em: 16 jul. 2017.

HACISALIHOGU, I.; YILDIZ, F.; ALSARAN, A. Wear performance of different nitride-based coatings on plasma nitrided AISI M2 tool steel in dry and lubricated conditions. **Wear**, [s. l.], v. 384–385, p. 159–168, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2017.01.117>>

HIRSCH, Thomas et al. Residual stress-affected diffusion during plasma nitriding of tool steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, [s. l.], v. 35, n. 11, p. 3523–3530, 2004. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-004-0189-2> DO - 10.1007/s11661-004-0189-2>

HUBBARD, P. et al. Investigation of nitrogen mass transfer within an industrial plasma nitriding system II: Application of a biased screen. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 204, n. 8, p. 1151–1157, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.08.030>>

JINDAL, P. C. Ion nitriding of steels. **Journal of Vacuum Science and Technology**, [s. l.], v. 15, n. 2, p. 313, 1978. Disponível em: <<http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvst/15/2/10.1116/1.569579>>

JURČI, Peter et al. Plasma Nitriding of P / M M2 Tool Steel - Structure and Properties. **MATERIALS AND TECHNOLOGY**, [s. l.], v. 37, n. 3–4, p. 145–148, 2003. Disponível em: <<http://mit.imt.si/Revija/izvodi/mit0334/jurci.pdf>>

KARAKAN, Mehmet; ALSARAN, Akgün; ÇELİK, Ayhan. Effects of various gas mixtures on plasma nitriding behavior of AISI 5140 steel. **Materials Characterization**, [s. l.], v. 49, n. 3, p. 241–246, 2002.

KARLSRUHE, FIZ. **Inorganic Crystal Structure Database - ICSD**. 2017. Disponível em: <<https://icsd.fiz-karlsruhe.de>>. Acesso em: 16 jul. 2017.

KWIETNIEWSKI, C. et al. Nitrided layer embrittlement due to edge effect on duplex treated AISI M2 high-speed steel. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 179, n. 1, p. 27–32, 2004.

ŁĘPICKA, Magdalena; GRĄDZKA-DAHLKE, Małgorzata. Direct Current and Pulsed Direct Current Plasma Nitriding of Ferrous Materials a Critical Review. **Acta Mechanica et Automatica**, [s. l.], v. 10, n. 2, p. 150–158, 2016. Disponível em: <<http://www.degruyter.com/view/j/ama.2016.10.issue-2/ama-2016-0024/ama-2016-0024.xml>>

LI, C. X. Active screen plasma nitriding – an overview. **Surface Engineering**, [s. l.], v. 26, n. 1–2, p. 135–141, 2010. Disponível em: <<http://www.maneyonline.com/doi/abs/10.1179/174329409X439032>>

LI, C. X.; BELL, T.; DONG, H. A Study of Active Screen Plasma Nitriding. **Surface Engineering**, [s. l.], v. 18, n. 3, p. 174–181, 2002. Disponível em: <<http://www.ingentaconnect.com/content/maney/se/2002/00000018/00000003/art00005>>

MOHAMMADZADEH, R.; AKBARI, A.; DROUET, M. Microstructure and wear properties of AISI M2 tool steel on RF plasma nitriding at different N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> gas compositions. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 258, p. 566–573, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.08.036>>

MOSKALIOVIENE, Teresa; GALDIKAS, Arvidas. The Effect of Hydrogen on Plasma Nitriding of Austenitic Stainless Steel: Kinetic Modeling. **Metallurgical and Materials Transactions A**, [s. l.], v. 46, n. 12, p. 5588–5595, 2015. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s11661-015-3183-y>>

NAZ, M. Y. et al. Surface Hardening of M2 High Speed Steel Using 50 Hz Pulsed DC Source With Nitrogen as a Base Gas. **Synthesis and Reactivity in Inorganing, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry**, [s. l.], p. 1057–1062, 2015. a.

NAZ, M. Y. et al. Surface Morphology and Mechanical Strength of AISI M2 Tool Steel Treated in Abnormal Glow Region of Plasma 1. **Surface Engineering and Applied Electrochemistry**, [s. l.], v. 51, n. 1, p. 58–64, 2015. b.

NISHIMOTO, Akio; TOKUDA, Atsushi; AKAMATSU, Katsuya. Effect of Through Cage on Active Screen Plasma Nitriding Properties. **Materials Transactions**, [s. l.], v. 50, n. 5, p. 1169–1173, 2009.

NPTEL, IIT DELHI. **Mechanical Engineering - Tribology Course - Module 3: Wear**. 2013. Disponível em: <<http://nptel.ac.in/courses/112102015/14>>. Acesso em: 18 set. 2017.

OZBAYSAL, K.; INAL, O. T.; ROMIG, A. D. Ion-nitriding Behavior of Several Tool Steels. **Materials Science and Engineering**, [s. l.], v. 78, p. 179–191, 1986.

PAVANATI, Henrique Cezar. **Sinterização de ferro puro com enriquecimento simultâneo de cromo em descarga elétrica em regime anormal**. 2005. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Tese (Doutorado em Engenharia), 2005.

PAZ, Vinicius de Freitas. **ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO METALOGRAFICA DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE EM AÇOS FERRAMENTA SINTERIZADOS, TEMPERADOS A VÁCUO, UTILIZADOS EM MATRIZES DE ESTAMPAGEM**. 2016. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Dissertação (Mestrado em Engenharia), 2016.

PESSIN, M. a et al. The effects of plasma nitriding process parameters on the wear characteristics of AISI M2 tool steel. **Tribology Letters**, [s. l.], v. 8, p. 223–228, 2000.

PESSIN, Michele de Almeida. **CARACTERIZAÇÃO DE CAMADAS NITRETADAS A PLASMA COM O USO DE UMA FONTE DE POTÊNCIA PULSADA**. 1999. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Dissertação (Mestrado em Engenharia), 1999.

PODGORNIK, Bojan; LESKOVŠEK, Vojteh. Wear mechanisms and surface engineering of forming tools. **Materiali in Tehnologije**, [s. l.], v. 49, n. 3, p. 313–324, 2015.

PYE, David. **Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing**. Materials Park: ASM International, 2003.

REMBGES, W.; OPPEL, W. Process control of plasma nitriding and plasma nitrocarburizing in industry. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 59, n. 1–3, p. 129–134, 1993.

ROCHA, A.da S. **INFLUÊNCIA DO ESTADO SUPERFICIAL PRÉVIO NA NITRETAÇÃO A PLASMA DO AÇO AISI M2**. 2000. Tese de Doutorado - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Tese (Doutorado em Engenharia), 2000.

ROCHA, A. Das; STROHAECKER, T.; HIRSCH, T. Effect of different surface states before plasma nitriding on properties and machining behavior of M2 high-speed steel. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 165, p. 176–185, 2003.

ROHATGI, Pradeep K. et al. **Tribology for Scientists and Engineers**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4614-1945-7>>

ROUSSEAU, A. F. et al. Microstructural and tribological characterisation of a nitriding/TiAlN PVD coating duplex treatment applied to M2 High Speed Steel tools. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 272, p. 403–408, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.03.034>>

ROUSSEAU, A. F. **Metallurgical Characterization and Performance of High Speed Steel**



**Tool Materials used in Metal Cutting Applications.** 2016. Swinburne University of Technology, Melbourne, Dissertação (Mestrado em Engenharia), 2016.

SANTOS, Giovanni Rocha Dos. **Caracterização e avaliação do comportamento tribológico do aço DIN X100CrMoV8-1-1 com tratamento dúplex.** 2015. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Tese (Doutorado em Engenharia), 2015.

SKONIESKI, A. F. O. et al. Heterogeneidade de temperaturas em fornos de nitretação a plasma. **Estudos Tecnológicos**, [s. l.], v. 4, p. 37–43, 2008. a.

SKONIESKI, A. F. O. et al. Influência Da Mistura Gasosa Em Processos De Nitretação E Nitrocarbonetação a Plasma. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v27, [s. l.], p. 175–182, 2008. b.

SPASOJEVIĆ, Dj et al. Electric field distribution in the cathode-fall region of an abnormal glow discharge in hydrogen: Experiment and theory. **Plasma Sources Science and Technology**, [s. l.], v. 21, n. 2, 2012.

SPEAKMAN, Scott A. **Basics of X-Ray Powder Diffraction** Basics of X-Ray Powder Diffraction. Cambridge.

TIER, M. et al. Wear of plasma nitrided high speed steel. **Surface Engineering**, [s. l.], v. 14, n. 3, p. 223–227, 1998.

TIER, M. A. D. **Avaliação Da Resistência Ao Desgaste Do Aço Aisi M2 Nitretado a Plasma.** 1998. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Tese (Doutorado em Engenharia), 1998.

TRAVI, Lucas. **Análise do desgaste na interface do aço rápido AISI M2 nitretado a plasma formando pares tribológicos com materiais metálicos.** 2016. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Dissertação (Mestrado em Engenharia), 2016.

TYRKIEL, Eugeniusz F.; DEARNLEY, Peter. **A guide to surface engineering terminology.** London: The Institute of Materials, 1995.

VAKILI, S.; AKBARI, A.; MOHAMMADZADEH, R. Corrosion resistance of plasma nitrided AISI M2 high speed steel. **Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces**, [s. l.], v. 51, n. 4, p. 630–636, 2015. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1134/S2070205115040334>>

VOORTHUYSEN, E. H. du Marchie Van; CHECHENIN, N. C.; BOERMA, D. O. Low-Temperature Extension of the Lehrer Diagram and the Iron-Nitrogen Phase Diagram. **Metallurgical and Materials Transactions A**, [s. l.], v. 33, n. August, p. 2593–2598, 2002.

WALKOWICZ, Jan. On the mechanisms of diode plasma nitriding in N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> mixtures under DC-pulsed substrate biasing. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 174–175, p. 1211–1219, 2003.

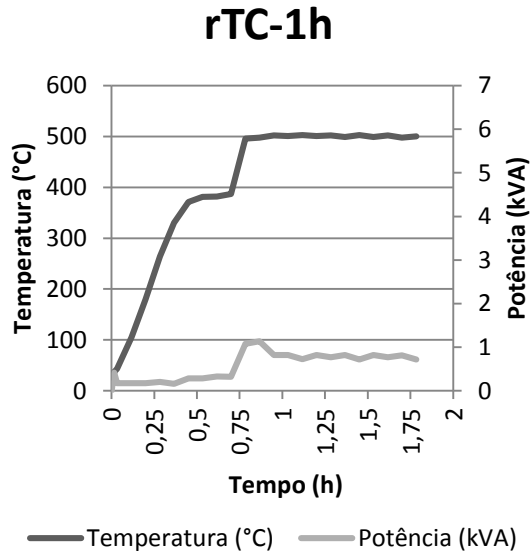
YAZDANI, Arash et al. A new method for deposition of nano sized titanium nitride on steels. **Vacuum**, [s. l.], v. 86, n. 2, p. 131–139, 2011. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.vacuum.2011.04.020>>

ZHAO, C. et al. Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism. **Surface and Coatings Technology**, [s. l.], v. 201, n. 6, p. 2320–2325, 2006.

**APÊNDICE – DADOS COLETADOS DURANTE OS TRATAMENTOS**

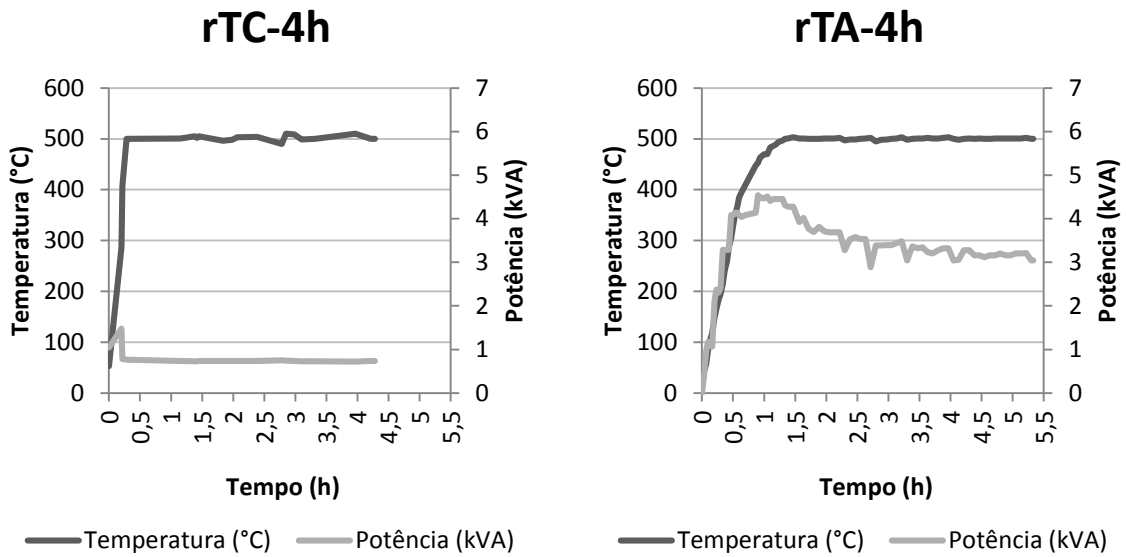
Nas Figuras 60 a 63 são apresentados os dados de potência e temperatura coletados durante os diferentes tratamentos realizados, observa-se que de maneira geral, os tratamentos com a utilização de tela ativa necessitam de potência mais elevada para atingir a temperatura de tratamento de 500 °C.

Figura 60 Dados coletados durante o tratamento rTC-1h.



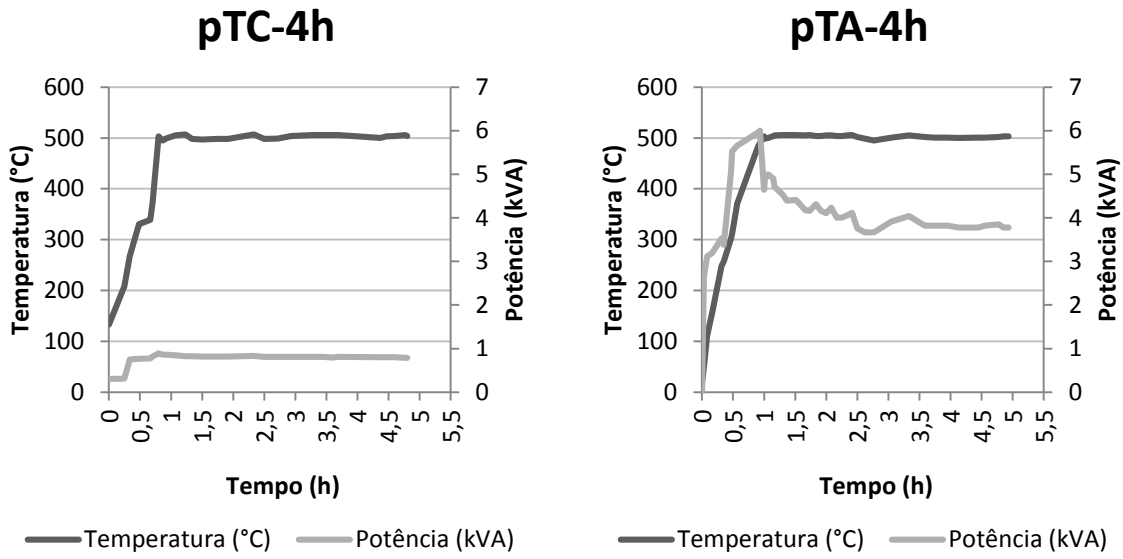
Fonte: Autor.

Figura 61 Dados coletados durante os tratamentos rTC-4h e rTA-4h.



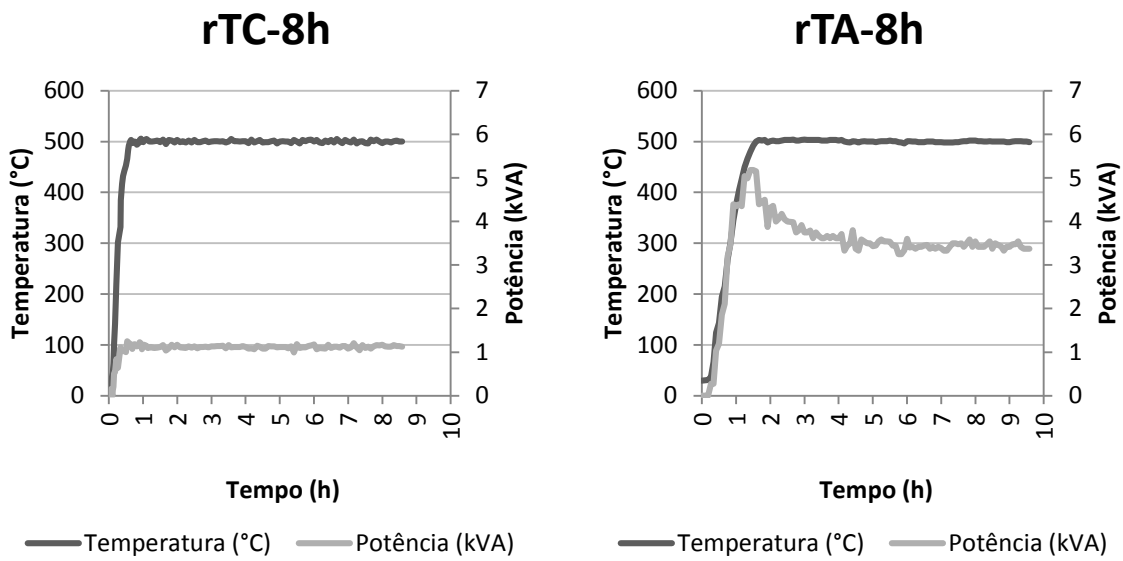
Fonte: Autor.

Figura 62 Dados coletados durante os tratamentos pTC-4h e pTA-4h.



Fonte: Autor.

Figura 63 Dados coletados durante os tratamentos rTC-8h e rTA-8h.



Fonte: Autor.