



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUI
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA
DOS MATERIAIS

NITRETAÇÃO A PLASMA EM GAIOLA CATÓDICA: CARACTERIZAÇÃO E
AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DA CAMADA NITRETADA EM FERRAMENTAS
DE CONFORMAÇÃO

Mestrando: Luiz Henrique Portela de Abreu
Orientador: Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa

Teresina - Piauí

2018

LUIZ HENRIQUE PORTELA DE ABREU

**NITRETAÇÃO A PLASMA EM GAIOLA CATÓDICA: CARACTERIZAÇÃO E
AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DA CAMADA NITRETADA EM FERRAMENTAS
DE CONFORMAÇÃO**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais da Universidade Federal do Piauí – UFPI, como requisito complementar à obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

ORIENTADOR: Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Magalhães Sousa

Teresina-Piauí

2018

FICHA CATALOGRÁFICA

Serviço de Processamento Técnico da Universidade Federal do Piauí Biblioteca
Comunitária Jornalista Carlos Castello Branco

A162n Abreu, Luiz Henrique Portela de.
Nitretação a plasma em gaiola catódica : caracterização e
avaliação do desempenho da camada nitretada em ferramentas
de conformação / Luiz Henrique Portela de Abreu. – 2018.
58 f.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos
Materiais) – Universidade Federal do Piauí, Teresina, 2018.
“Orientador: Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Magalhães de
Sousa”.

1. Ciência dos Materiais. 2. Nitretação a Plasma.
3. Ferramenta de Conformação. 4. Gaiola Catódica. I. Título.

CDD 620.112


LUIZ HENRIQUE PORTELA DE ABREU


**NITRETAÇÃO A PLASMA EM GAIOLA CATÓDICA: CARACTERIZAÇÃO E
AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DA CAMADA NITRETADA EM FERRAMENTAS
DE CONFORMAÇÃO**


Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais da Universidade Federal do Piauí – UFPI, como requisito complementar à obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Aprovada em: 04/06/2018

Banca Examinadora:


Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa
Universidade Federal do Piauí
Orientador


Prof. Dr. Heurison de Sousa e Silva
Universidade Federal do Piauí
Examinador Interno


Prof. Dr. José Francisco dos Reis Sobrinho
Instituto Federal do Piauí
Examinador Externo

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela concessão de saúde, proteção diária e força.

Aos meus pais, que sempre confiaram e deram todo o suporte necessário para a formação do meu caráter e educação.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa, pela amizade, difusão de conhecimento, compartilhamento de ideias e proatividade ao longo de 8 anos de orientação, bem como durante todas as etapas deste trabalho.

Ao professor Dr. Thércio Henrique e todos os colegas do LabPlasma (UFRN), que contribuíram com as caracterizações por Difração de Raios-X, Microscopia Eletrônica de Varredura e medidas de espessura de camada.

Aos colegas do LabPlasma (UFPI), pela ajuda na preparação das amostras e tratamentos, bem como pelos momentos de descontração.

Aos secretários e amigos Kelson e Kilson, por sempre se mostrarem solícitos em ajudar.

A CAPES pelo apoio financeiro.

E a todos que contribuíram de maneira direta ou indireta para a elaboração deste trabalho.

“É muito melhor lançar-se em busca de conquistas grandiosas, mesmo expondo-se ao fracasso, do que alinhar-se com os pobres de espírito, que nem gozam muito nem sofrem muito, porque vivem numa penumbra cinzenta, onde não conhecem nem vitória, nem derrota.”

(Theodore Roosevelt)

RESUMO

Amostras de aço rápido AISI M2 foram tratadas a 400°C, 450°C e 500°C pelos processos de nitretação a plasma convencional e em gaiola catódica com o objetivo de comparar o desempenho da camada nitretada em uma ferramenta de conformação utilizada na fabricação de pregos para a construção civil. As amostras tratadas foram avaliadas por ensaio de microdureza Vickers e pelas técnicas de caracterização de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Difração de Raios-X (DRX), já as ferramentas de conformação foram submetidas às suas condições usuais de trabalho para análise de desempenho quanto à sua produtividade. De acordo com os resultados, a temperatura de tratamento a qual obteve-se maior aumento de microdureza superficial, em torno de 280% da amostra não tratada, tanto para a nitretação a plasma convencional como em gaiola catódica, foi a 400°C. Quanto à espessura da camada de compostos, esta possuiu maior valor na temperatura de 500°C, de acordo com os perfis de microdureza apresentados. Aplicando a nitretação convencional e em gaiola catódica nas ferramenta de conformação, a temperatura de tratamento a qual obteve-se maior aumento de produtividade, em torno de 730% da ferramenta de fábrica, tanto para a nitretação a plasma convencional como em gaiola catódica, foi a 500°C. Destaque para a eficiência da nitretação a plasma em gaiola catódica, onde foi obtido um aumento de produtividade cerca de 20% maior em comparação à nitretação convencional, nas mesma condições de tratamento.

Palavras-chave: nitretação a plasma, ferramenta de conformação, gaiola catódica.

ABSTRACT

AISI M2 steel samples were treated at 400°C, 450°C and 500°C by the conventional and cathodic cage plasma nitriding processes with the objective of comparing the performance of the nitrided layer in a conformation tool used in the manufacture of nails for civil construction. The treated samples were evaluated by Vickers microhardness test, Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-ray Diffraction (XRD) characterization techniques, while the conformation tools were submitted to their usual working conditions for performance analysis productivity. According to the results, the treatment temperature which obtained a higher surface microhardness increase, around 280% of the untreated sample, for both conventional and cathodic cage plasma nitriding, was at 400°C. As for the thickness of the composite layer, it had a higher value at the temperature of 500°C, according to the microhardness profiles presented. Applying the conventional and cathodic cathodic nitriding in the forming tool, the treatment temperature which obtained a higher productivity increase, around 730% of the factory tool, both for conventional plasma and cathodic at 500 ° C. It was highlighted the efficiency of the cathodic cage plasma nitriding, where a productivity increase of about 20% was obtained in comparison to conventional nitriding under the same treatment conditions.

Keywords: plasma nitriding, conformation tool, cathodic cage.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Classificação dos tipos de desgaste	16
Figura 2 - Esquema mostrando a montagem dos componentes no reator de nitretação a plasma.....	22
Figura 3 - Condição de ocorrência da nitretação iônica	23
Figura 4 - Microscopia óptica de uma amostra nitretada	24
Figura 5 - Esquema mostrando a montagem dos componentes em um processo de a) nitretação a plasma convencional e b) em tela ativa.....	27
Figura 6 - Esquema mostrando: a) disposição da gaiola catódica no porta amostra e b) amostra isolada no interior da gaiola	28
Figura 7 – Anéis de restrição (a) em amostras tratadas por nitretação convencional e (b) a eliminação do efeito de borda com a utilização da técnica de nitretação a plasma em gaiola catódica.....	29
Figura 8 - Esquema mostrando (a) a amostra e (b) suas medidas, em milímetros.....	32
Figura 9 – Fotografia a) da geometria da ferramenta de conformação e b) suas medidas, em milímetros	33
Figura 10 - Gaiolas catódicas confeccionadas para os tratamentos de nitretação em gaiola catódica.....	34
Figura 11 - Identações espaçadas de 15 µm para confecção do perfil de microdureza.....	37
Figura 12 - Micrografias por MEV das amostras a) NC500, ampliada 4000x e b) NGC500, ampliada 5000x.	41
Figura 13 - Gráfico de microdureza das amostras tratadas por nitretação convencional.....	42
Figura 14 - Gráfico de microdureza das amostras tratadas por nitretação em gaiola catódica	43
Figura 15 - Gráfico do perfil de microdureza das amostras nitretadas por plasma em gaiola catódica.....	45
Figura 16 - Gráfico do perfil de microdureza das amostras nitretadas por plasma de forma convencional	46
Figura 17 - Difratoograma de Raio-X das amostras de aço AISI M2 após nitretação convencional nas temperaturas de 400, 450 e 500 °C.....	47
Figura 18 - Difratoograma de Raio-X das amostras de aço AISI M2 após nitretação convencional nas temperaturas de 400, 450 e 500 °C.....	48
Figura 19 - Gráfico de produtividade por ferramenta, de acordo com o tratamento realizado	49
Figura 20 - Fotografia do perfil da ponta da ferramenta de conformação a) antes de sua utilização e b) ao final da sua vida útil.	51

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Denominação e classificação das ligas	15
Tabela 2 - Composição química nominal do aço AISI M2.....	31
Tabela 3 - Composição química nominal do aço inoxidável austenítico 304	31
Tabela 4 - Parâmetros de nitretação convencional.....	35
Tabela 5 - Parâmetros de nitretação em gaiola catódica.....	35

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	11
1.1.	OBJETIVO	12
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1.	AÇOS FERRAMENTA	14
2.2.	DESGASTE DE FERRAMENTAS DE CONFORMAÇÃO	15
2.2.1.	Desgaste abrasivo	16
2.2.2.	Desgaste por deslizamento	17
2.3.	NITRETAÇÃO A PLASMA	17
2.3.1.	Processos de produção de plasma	20
2.3.2.	Processo de nitretação a plasma	22
2.3.2.1	A camada nitretada e o desgaste do material nitretado	24
2.3.2.2	Influência das variáveis de processo na camada nitretada	26
2.4.	NITRETAÇÃO A PLASMA EM TELA ATIVA	26
2.5.	NITRETAÇÃO A PLASMA EM GAIOLA CATÓDICA	28
3.	MATERIAIS E MÉTODOS	30
3.1.	MATERIAIS	31
3.2.	OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS	31
3.3.	OBTENÇÃO DAS FERRAMENTAS DE CONFORMAÇÃO	32
3.4.	OBTENÇÃO DA GAIOLA CATÓDICA	33
3.5.	NITRETAÇÃO A PLASMA DAS AMOSTRAS E FERRAMENTAS	34
3.5.1.	Nitretação a Plasma Convencional	35
3.5.2.	Nitretação a Plasma em Gaiola Catódica	35
3.6.	ANÁLISE E CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS E FERRAMENTAS	36
3.6.1.	Caracterização por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	36
3.6.2.	Análise de Microdureza	36
3.6.3.	Análise de Difração de Raio-X (DRX)	37
3.6.4.	Análise de Desempenho das Ferramentas de Conformação	37
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	40
4.1.	ANÁLISE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	41
4.2.	ANÁLISE DE MICRODUREZA DAS AMOSTRAS	42
4.2.1.	Microdureza superficial	42
4.2.2.	Perfil de microdureza	44
4.3.	ANÁLISE DE DIFRATOGRAMA DE RAIOS-X (DRX)	47
4.4.	ANÁLISE DE DESEMPENHO DAS FERRAMENTAS DE CONFORMAÇÃO	49
5.	CONCLUSÃO	53
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	55

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1. INTRODUÇÃO

Na indústria metalúrgica, as ferramentas de conformação responsáveis pela fabricação de pregos para a construção civil são usualmente submetidas a condições de trabalho não lubrificadas, onde sua vida útil é limitada pelo desgaste superficial, que altera sua geometria, comprometendo a qualidade final do produto. Destas ferramentas, são exigidas algumas qualidades específicas, como alta dureza, tenacidade e capacidade de conservar suas propriedades mecânicas à variação de temperatura (HACISALIHOGU; YILDIZ; ALSARAN, 2017).

Nesse contexto, os tratamentos superficiais têm sido fundamentais para melhorias no desempenho de componentes mecânicos e ferramentas. Entre estes, a nitretação é um método comprovado para aumentar a resistência dos aços à deformação plástica, fadiga e desgaste (ROUSSEAU et al, 2010).

Dentre os processos de nitretação, a nitretação a plasma é uma opção de tratamento para melhoria das propriedades superficiais de aços ferramenta. Como vantagens, em relação aos processos convencionais de nitretação (nitretação a gás e banho de sais), tem-se a economia de energia, devido a necessidade de temperaturas de trabalho relativamente menores, e menor tempo efetivo de tratamento (ALVES et al, 2006).

Os componentes a serem tratados são submetidos a um alto potencial catódico para produzir plasma diretamente nas suas superfícies. Como consequência, distorções do campo elétrico em torno dos cantos e bordas dos componentes provocam “efeito de borda”, efeito caracterizado pela não-uniformidade em propriedades como a dureza e a espessura da camada superficial que podem comprometer sua aplicação (NISHIMOTO et al, 2013).

Uma modificação da nitretação a plasma convencional, denominada nitretação a plasma de tela ativa, substitui a região de descarga luminescente do componente a ser tratado por uma tela metálica separada adicionalmente introduzida, a tela ativa, que envolve os componentes a serem tratados, eliminando as desvantagens da nitretação a plasma causada pela influência direta da energia de descarga na superfície dos componentes a serem tratados (HAMANN et al, 2015).

Com base no processo de nitretação a plasma de tela ativa, um novo dispositivo chamado gaiola catódica ou gaiola ionizante (patente PI0603213-3), foi desenvolvido no LABPLASMA - UFRN, dando início ao uso da técnica de nitretação a plasma em gaiola catódica. No processo de nitretação a plasma em gaiola catódica, os componentes a serem tratados são mantidos sobre uma placa isolante posicionada no interior de uma tela de metal conhecida como gaiola catódica. O mecanismo da gaiola catódica baseia-se na pulverização catódica e redeposição do material de fabricação da gaiola, o que sugere que os elementos formadores de nitreto podem ser depositados de acordo com o seu material. Esta técnica já foi utilizado anteriormente para a deposição de vários materiais, incluindo cobre, prata e nióbio, dependendo do resultado desejado (NAEEM et al, 2017).

1.1. OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é analisar a morfologia, composição e propriedades das amostras de aço AISI M2 tratadas por plasma através dos processos de nitretação convencional e em gaiola catódica, bem como comparar o desempenho de ferramentas de conformação confeccionadas de aço AISI M2 tratadas por plasma através do processo de nitretação convencional e em gaiola catódica, nas mesmas condições de tratamento.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. AÇOS FERRAMENTA

Denomina-se aço ferramenta os aços comumente utilizados na fabricação de ferramentas punções, matrizes e de corte para os diversos processos de conformação da indústria metal-mecânica. São ligas ferrosas que contem, em sua composição química, elementos como vanádio, cromo, molibdênio e/ou tungstênio adicionados ao sistema Fe-C em quantidades que irão formar ligas com diferentes propriedades mecânicas. Normalmente, a aplicação da ferramenta é que determinará a propriedade mecânica desejada e, conseqüentemente, a quantidade de elementos de liga que deverão ser adicionados. (MENDES, 2009)

Devido à grande quantidade de ligas que podem ser formadas alterando a quantidade e o elemento químico adicionado, as ligas foram agrupadas de acordo com a sua aplicação principal. Na Tabela 1, estão indicados os tipos de aplicação nas quais as ligas de aços ferramenta são comumente utilizadas e as denominações segundo especificações da AISI (American Iron and Steel Institute). (CHIAVERINI, 1971)

No entanto, no meio industrial, ainda é comum, apesar das recomendações, selecionar o material da ferramenta baseado na experiência que o utilizador possui na aplicação da mesma. Quando se opta por um material para a fabricação de uma ferramenta, espera-se que essa ferramenta resista à fadiga, ao desgaste e à fratura pelo maior período de trabalho possível. Por isso, um dos critérios de seleção de materiais mais utilizado para a fabricação de ferramentas é a resposta do material ao desgaste promovido pela aplicação ao qual será submetido. (MENDES, 2009)

Tabela 1 - Denominação e classificação das ligas

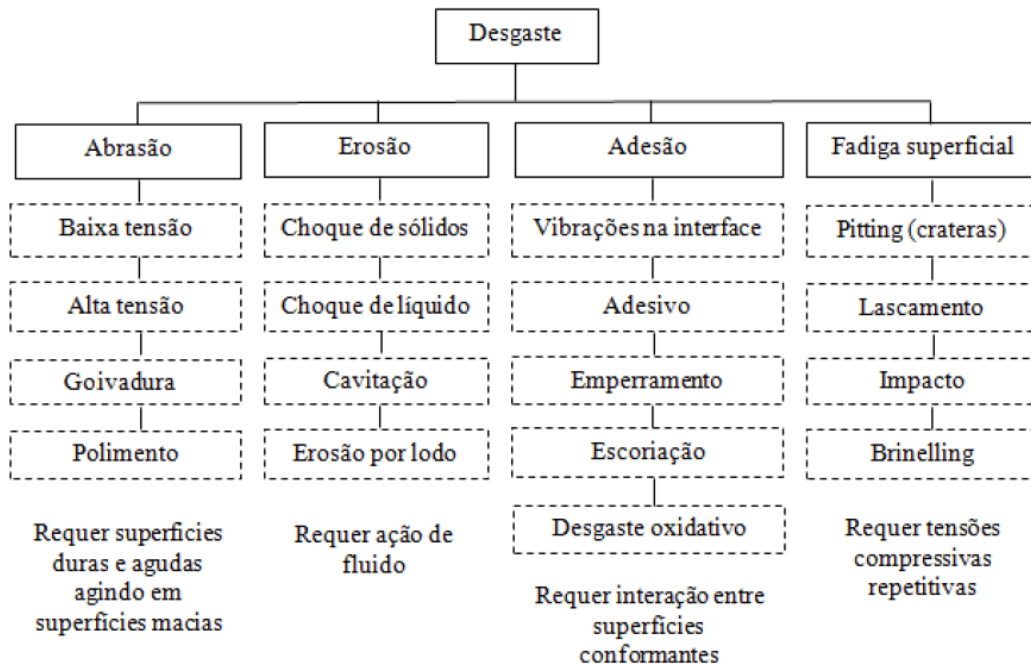
UTILIZAÇÃO PRINCIPAL	DENOMINAÇÃO	LIGAS
TRABALHO A FRIO	W	W1, W2, W5
	O	O1, O2, O6, O7
	A	A2, A4, A6, A7, A8
	D	D2, D3, D4, D5, D6
TRABALHO A QUENTE	H	H10-19 AO CR
AÇOS RÁPIDOS	M	M1, M2, M3, M7, M10
	T	T1, T4, T5, T6
MOLDES	P	P6, P20, P21

Fonte: Adaptado de Chiaverini (1971)

2.2. DESGASTE DE FERRAMENTAS DE CONFORMAÇÃO

O desgaste pode ser definido como o dano a uma superfície sólida causado pela remoção ou alteração do material pela ação mecânica de um sólido, líquido ou gás em contato. Segundo Budinski, o desgaste é dividido em quatro categorias baseadas nos mecanismos fundamentais operantes: abrasão, erosão, adesão e fadiga superficial. A Figura 1, apresenta as subdivisões desses grupos. Outra abordagem é através da análise do contato entre os sólidos, que permite classificar o desgaste em duas formas, o ocasionado pelo deslizamento entre as superfícies e o provocado por partículas de alta dureza (DAVIS, 2001)

Figura 1 - Classificação dos tipos de desgaste



Fonte: Adaptado de Budinski (1988)

Ao se lidar com desgaste de ferramentas, o maior desafio é prever a qual tipo de desgaste a ferramenta será submetida em sua aplicação. No âmbito da indústria metal-mecânica, o desgaste abrasivo e o desgaste por deslizamento normalmente ocorrem nas ferramentas de conformação de metais, de forma simultânea ou consecutiva. (MENDES, 2009)

2.2.1. Desgaste abrasivo

O desgaste abrasivo é provocado por partículas ou protuberâncias de elevada dureza que se movimentam enquanto pressionadas contra uma superfície. Este tipo de desgaste em metais geralmente é causado por materiais não-metálicos de maior dureza, porém partículas metálicas também podem ocasioná-lo. A taxa de desgaste por abrasão em superfícies em contato depende de fatores como a rugosidade das superfícies, da presença de materiais abrasivos, da velocidade e da pressão de

contato, ou seja, não são inerentes ao material e sim à aplicação ao qual ele será submetido. (DAVIS, 2001)

2.2.2. Desgaste por deslizamento

O desgaste por deslizamento é provocado quando um material de menor dureza adere à superfície da ferramenta. Tal fato prejudica o acabamento superficial da ferramenta, a ponto de perder o seu fio de corte ou de gerar peças conformadas com acabamento de baixa qualidade. Outra possível consequência é que, após vários golpes da ferramenta, o material aderido se desprenda, levando parte da ferramenta, alterando sua geometria e causando riscos na peça conformada. Geralmente ocorre em condições de trabalho não lubrificadas. (MENDES, 2009)

2.3. NITRETAÇÃO A PLASMA

No âmbito da indústria metalúrgica, a nitretação a plasma é um tratamento termoquímico de superfície utilizado quando se deseja melhorar propriedades superficiais específicas de materiais metálicos, como dureza, resistência ao desgaste e à corrosão através da difusão e reação entre nitrogênio e elementos de liga em sua superfície, visando a obtenção das propriedades adequadas do material metálico à sua aplicação, bem como o aumento da sua vida útil. (ALVES JR, 2001)

A palavra plasma é usada para descrever uma grande variedade de substâncias macroscopicamente neutras contendo elétrons livres e átomos ou moléculas ionizados que exibem comportamentos coletivos devido às forças de coulomb de longo alcance.

Do ponto de vista científico, a matéria no universo conhecido é frequentemente classificada em quatro estados: sólido, líquido, gasoso e plasma. A distinção básica entre sólidos, líquidos e gases reside na magnitude da força das ligações que mantêm suas partículas constituintes. Fornecendo energia suficiente, um gás molecular dissocia-se gradualmente em um gás atômico como resultado de colisões entre as partículas cuja energia cinética térmica excede a energia de ligação molecular. A temperaturas suficientemente elevadas, uma fração crescente dos átomos possuirá energia cinética suficiente para superar, por colisões, a energia de ligação dos elétrons orbitais mais externos, resultando em um gás ionizado ou plasma. (BITTENCOURT, 2013).

A utilização da nitretação a plasma se deve, além do caráter ecológico, às inúmeras vantagens da mesma sobre os processos convencionais, como:

a) Baixa temperatura de tratamento - Temperaturas de tratamento abaixo do campo austenítico provocam menores distorções e deformações na estrutura cristalina do material, o que faz dispensar a necessidade de posteriores tratamentos para aumento de dureza. (ALVES JR, 2001)

b) Tempo de tratamento inferior - Comparada à nitretação gasosa, que apresenta tempos de tratamento de 40 a 60 horas, é possível obter, através da nitretação iônica, a mesma espessura de camada num tempo de tratamento de 20 horas, utilizando a mesma temperatura de tratamento. Esta taxa acelerada de nitretação pode ser atribuída à transferência mais efetiva de nitrogênio do plasma para a superfície do metal e à presença de outras espécies ativas no plasma. (ALVES JR, 2001)

c) Uniformidade na espessura da camada - O plasma é uniforme em toda a superfície da peça. Assim, a espessura da camada é extremamente uniforme, independente da distância entre eletrodos. (ALVES JR, 2001)

d) Nitretação de partes da peça - Áreas que não se pretende nitretar podem ser protegidas com materiais isolantes ou com materiais metálicos sem haver necessidades de grandes ajustes entre a peça e a máscara. Normalmente é utilizado como proteção o aço carbono. (ALVES JR, 2001)

e) Mais Economia - Na nitretação se trabalha a uma baixa pressão (1-20 Torr) e um fluxo muito baixo (menor que 25 sccm), diminuindo o consumo do gás, que apresenta também um custo inferior quando comparado com os sais de cianetos utilizados no banho químico. Quanto ao consumo da energia, o aquecimento é realizado diretamente sobre a peça, não necessitando aquecer nenhuma parede refratária, como ocorre nos fornos resistivos. (ALVES JR, 2001)

No entanto, algumas limitações existem na aplicação deste processo, como por exemplo:

a) Efeito em catodo oco - Este efeito é baseado no aumento da densidade do plasma em algumas regiões de geometria complexa, como furos e cavidades, do componente a ser nitretado, o que leva a um aumento da concentração de elétrons na região. Os elétrons são confinados nestas regiões e oscilam, causando a ionização e a excitação adicional dos átomos. Quando a descarga se inicia, a região luminescente é confinada dentro da cavidade, onde uma elevada densidade de partículas pulverizadas e evaporadas são produzidas e ejetadas da cavidade devido

ao fluxo de gás, o que leva a um maior aquecimento nas partes da peça com geometrias complexas. (ALVES JR, 2001; Sousa, 2007).

b) Efeito de bordas – Devido à densidade variável de íons na superfície dos componentes a serem nitretados, formam-se regiões de coloração não uniforme, visíveis a olho nu, nas regiões próximas às bordas. Essas regiões apresentam uma camada de nitretos não uniforme, que pode ser confirmada através de ensaios de microdureza ao longo das regiões do componente a ser nitretado. (ALVES JR, 2001)

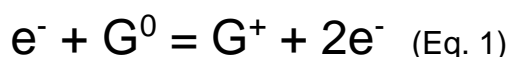
2.3.1. Processos de produção de plasma

Um plasma pode ser produzido aumentando a temperatura de uma substância até obter uma ionização fracionada razoavelmente alta. Sob condições de equilíbrio termodinâmico, o grau de ionização e a temperatura do elétron estão intimamente relacionados. Embora os plasmas no equilíbrio termodinâmico local sejam encontrados em muitos lugares da natureza, como é o caso de muitos plasmas astrofísicos, eles não são muito comuns no laboratório. Os plasmas também podem ser gerados por processos que elevam o grau de ionização muito acima do seu valor de equilíbrio térmico. Existem muitos métodos diferentes de criação de plasmas no laboratório e, dependendo do método, o plasma pode ter alta ou baixa densidade, alta ou baixa temperatura, pode ser constante ou transitória, estável ou instável, e assim por diante. Os processos mais conhecidos de produção do plasma são através da fotoionização e descarga elétrica em gases. (BITTENCOURT, 2013)

No processo de fotoionização, a ionização ocorre pela absorção de fótons incidentes cuja energia é igual ou maior do que a ionização potencial do átomo

absorvente. O excesso de energia do fóton é transformado em energia cinética do par elétron-íon formado. Por exemplo, a energia potencial de ionização para o elétron mais externo do oxigênio atômico é 13,6 eV, que pode ser fornecida por radiação de comprimento de onda menor que cerca de 91 nm, isto é, no ultravioleta distante. A ionização também pode ser produzida por raios-x ou raios gama, que têm comprimentos de onda muito menores. A ionosfera terrestre, por exemplo, é um plasma fotoionizado natural. (BITTENCOURT, 2013)

No processo de descarga elétrica em gases, um campo elétrico é aplicado através do gás ionizado, que acelera os elétrons livres para energias suficientemente altas para ionizar outros átomos por colisões, conforme a Equação 1:



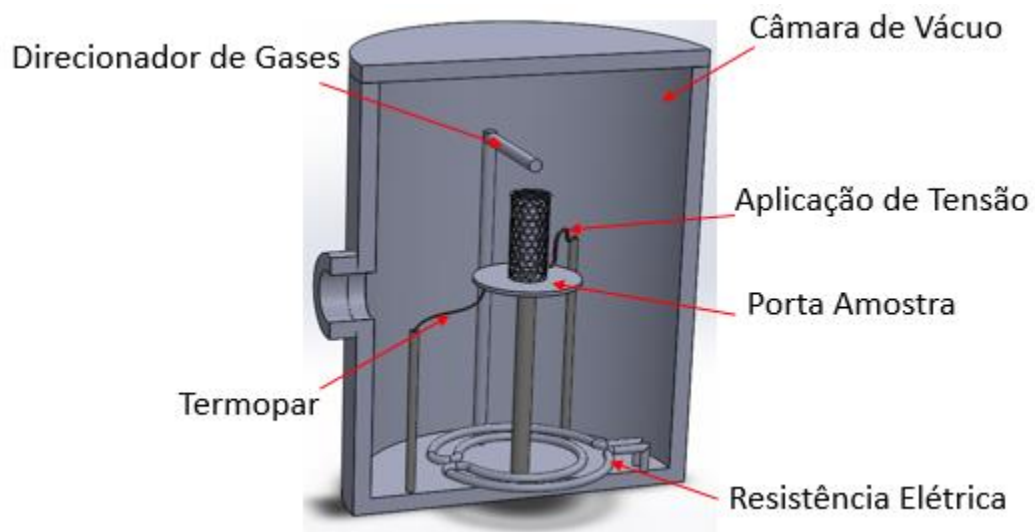
Onde G^0 é a partícula neutra do gás e G^+ é o seu íon. Como resultado, uma corrente elétrica, direcionada do cátodo para o ânodo, gera mais íons de átomos e moléculas, bem como mais elétrons livres, que darão continuidade ao processo em cascata. Uma característica desse processo é que o campo elétrico aplicado transfere a energia de forma muito mais eficiente para os elétrons de luz do que para os íons relativamente pesados. A temperatura dos elétrons nas descargas de gás geralmente é mais alta do que a temperatura do íon, uma vez que a transferência de energia térmica dos elétrons para as partículas mais pesadas é muito lenta. (ALVES JR, 2001; BITTENCOURT, 2013)

Quando a fonte ionizante é desligada, a ionização diminui gradualmente devido à recombinação até atingir um valor de equilíbrio consistente com a temperatura do meio. No laboratório, a recombinação geralmente ocorre tão rapidamente que o plasma desaparece completamente em uma pequena fração de segundo.

2.3.2. Processo de nitretação a plasma

Um equipamento típico de nitretação a plasma é constituído basicamente de um sistema de vácuo, uma fonte de tensão e um reator, de acordo com a Figura 2.

Figura 2 - Esquema mostrando a montagem dos componentes no reator de nitretação a plasma



Fonte: Autoria Própria (2017).

Um vácuo de aproximadamente 0,1 mbar é produzido no interior do reator, onde é aplicada uma diferença de potencial de natureza alternada, entre 500 e 1200 V, gerando uma corrente elétrica que irá fornecer energia ao componente a ser nitretado aquecendo-o a uma temperatura entre 350 e 500 °C, e, então, o gás nitretante (tipicamente uma mistura de N_2/H_2) é introduzido no reator até atingir a pressão de trabalho, entre 1 e 2 mbar.

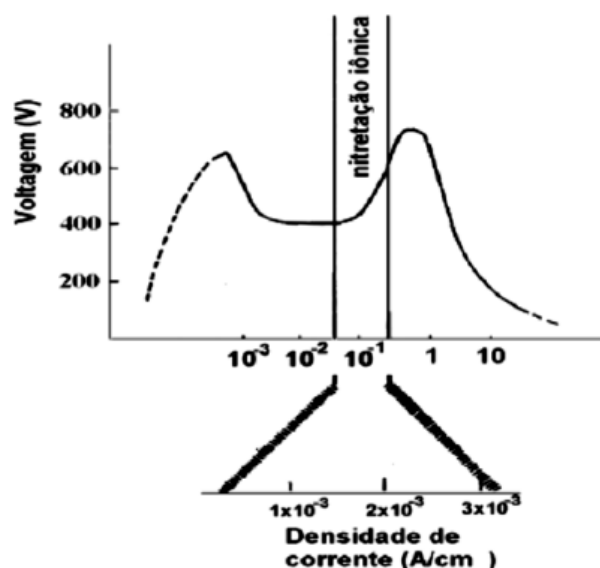
No reator estão os dois eletrodos, onde o porta amostra, juntamente com o componente a ser nitretado, correspondem ao cátodo e a parede do reator corresponde ao ânodo. Ainda no reator devem existir saídas para medição de pressão

e temperatura, bem como entradas para os gases nitretantes, direcionador de gases, bomba de vácuo e aquecimento auxiliar por meio de uma resistência elétrica.

Para pressões baixas, o plasma possui um brilho de cor rosa de pequena intensidade, que é característico do material do cátodo (geralmente aço) e do gás. À medida que se aumenta a pressão, esse brilho vai ficando mais intenso e mais localizado em torno do catodo, até que se atinge uma condição de descarga propícia à nitretação, como é mostrada na Figura 3 (ALVES, 2001).

Nestas condições o plasma já está revestindo completamente o catodo e o componente a ser nitretado. Os íons deste plasma estão sendo acelerados para a superfície do catodo onde diversos efeitos ocorrem, dentre eles o aquecimento da peça devido ao bombardeamento pelos íons. A temperatura da peça é então controlada pela corrente até o valor desejado. A partir daí é contado o tempo de duração do processo. Após este tempo, a fonte é desligada e a peça é deixada resfriar dentro do reator. (Ribeiro *et al*, 2008)

Figura 3 - Condição de ocorrência da nitretação iônica



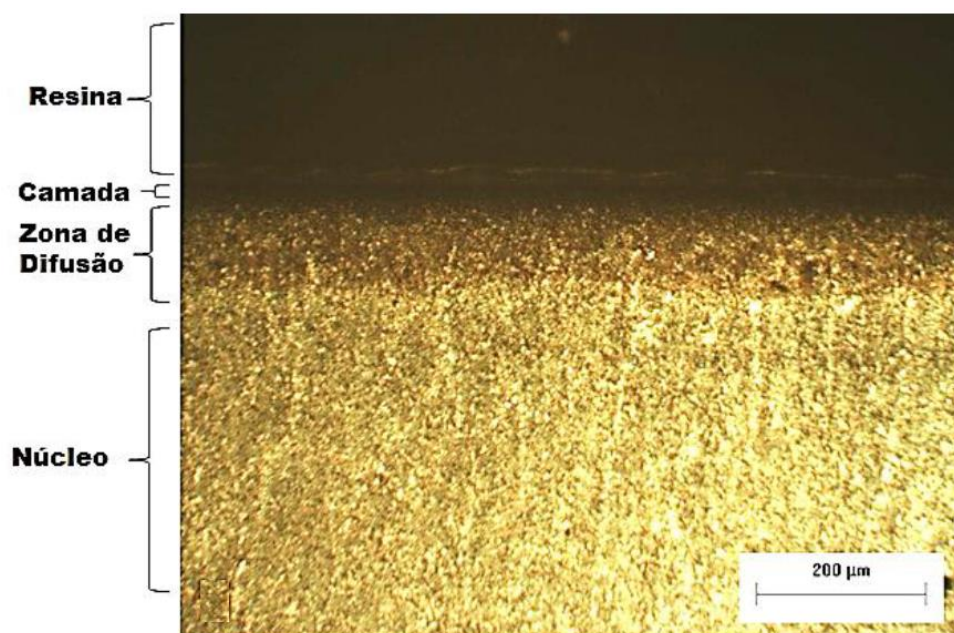
Fonte: Adaptado de Alves Jr (2001)

2.3.2.1. A camada nitretada e o desgaste do material nitretado

O objetivo da camada nitretada formada é promover uma gama de microdurezas e rugosidades superficiais médias que tendem a aumentar a resistência ao desgaste às condições de abrasão e adesão, tanto para a zona de compostos quanto para a zona de difusão, do material nitretado. A adsorção de nitrogênio na superfície do material irá aumentar a resistência ao desgaste abrasivo devido à presença de nitretos e nitrogênio em solução sólida, que aumentarão a dureza da superfície, proporcionando um cisalhamento mais fácil das asperezas do metal macio. Do ponto de vista da adesão, a adsorção de nitrogênio irá diminuir o contato metal-metal entre as duas superfícies em deslizamento, reduzindo a possibilidade de haver micro soldagens entre as asperezas. (TRAVI, 2016)

Em geral, a nitretação a plasma produz sobre a superfície do componente nitretado uma camada nitretada composta por duas regiões: a camada de compostos e a zona de difusão, que podem ser visualizadas na Figura 4.

Figura 4 - Microscopia óptica de uma amostra nitretada



Fonte: Araújo (2015)

A camada de compostos é formada principalmente pelos nitretos $\epsilon(\text{Fe}_{2-3}\text{N})$ e $\gamma'(\text{Fe}_4\text{N})$, onde a fase $\epsilon(\text{Fe}_{2-3}\text{N})$ é desejada para aplicações que requerem resistência ao desgaste e à fadiga sem choque, já a fase $\gamma'(\text{Fe}_4\text{N})$ apresenta maior tenacidade, porém menor dureza e resistência ao desgaste, geralmente é aplicada em trabalhos com choque ou cargas severas. (ZAMBON, 2013)

Logo abaixo se encontra a zona de difusão, onde o nitrogênio se encontra na forma intersticial, na forma de nitretos de ferro ou de elementos de liga finamente dispersos e é caracterizada pelo perfil de composição do elemento nitrogênio ao longo da profundidade da mesma. (ZAMBON, 2013)

2.3.2.2. Influência das variáveis de processo na camada nitretada

Tipo, mistura, fluxo e pressão dos gases, tensão e corrente elétrica (contínua ou pulsada), tempo de tratamento e material das amostras são alguns dos fatores que influenciam a formação e estabilidade do plasma e que provocam propriedades físicas e químicas específicas na superfície das amostras. (ARAÚJO FILHO, 2013)

A composição da mistura gasosa tem influência na espessura e na composição da camada de compostos. A concentração de nitrogênio na mistura está relacionada com o potencial de nitrogênio na atmosfera, o que, juntamente com a quantidade de átomos livres de ferro, determinará os tipos de nitretos que serão formados, já a concentração de hidrogênio influencia na espessura da camada de compostos e da zona de difusão, quanto maior a quantidade de hidrogênio na mistura, maior a profundidade da zona de difusão, porém menor será a espessura da camada de compostos. (SOUSA, 2007)

A temperatura tem papel fundamental na definição das fases presentes na camada de compostos e zona de difusão, pois cada tipo de nitreto apresenta

estabilidade em determinada faixa de temperatura e a difusividade do nitrogênio também é em função da temperatura. Em um processo de nitretação a plasma com uma mistura gasosa composta por 80% de N_2 e 20% de H_2 , entre 350°C e 400°C, a difusão é limitada e há alta concentração de nitrogênio na superfície, o que favorece a formação da camada de nitretos ϵ ($Fe_{2-3}N$). Entre 400°C a 500°C, a difusão é aumentada, favorecendo a formação de nitretos γ' (Fe_4N) na zona de difusão. Acima de 500°C a alta difusividade do nitrogênio não permite seu acúmulo na superfície nem a formação das fases ricas neste elemento. Acima de 570°C, não há mais formação da camada de compostos. (FONTANA, 1991)

O tempo é um fator determinante no processo, já que o mesmo segue uma série de etapas e sua interrupção ou avanço determinará o resultado final da nitretação. No início do tratamento, a taxa de difusão do nitrogênio no substrato é muito alta, o que impede a formação da camada de compostos. Com a ocupação dos interstícios pelo nitrogênio difundido, a taxa de difusão é diminuída, permitindo o acúmulo de nitrogênio na superfície que possibilita a formação de uma camada de compostos rica em nitretos γ' (Fe_4N). Com o tempo, esta camada cria um efeito de barreira, que faz elevar a concentração de nitrogênio na superfície e a formação de nitretos ϵ ($Fe_{2-3}N$). Quando o equilíbrio entre o plasma e a superfície é atingido, a camada de compostos para de crescer, mas a difusão continua na zona de difusão, o que provoca sua diminuição até uma fina camada de fase ϵ ($Fe_{2-3}N$) que continua a se formar por causa da atividade do plasma. (BOTH, 2011)

2.4. NITRETAÇÃO A PLASMA EM TELA ATIVA

No processo de nitretação a plasma convencional, o plasma atua diretamente na superfície dos componentes a serem nitretados. Esta configuração propicia falhas e

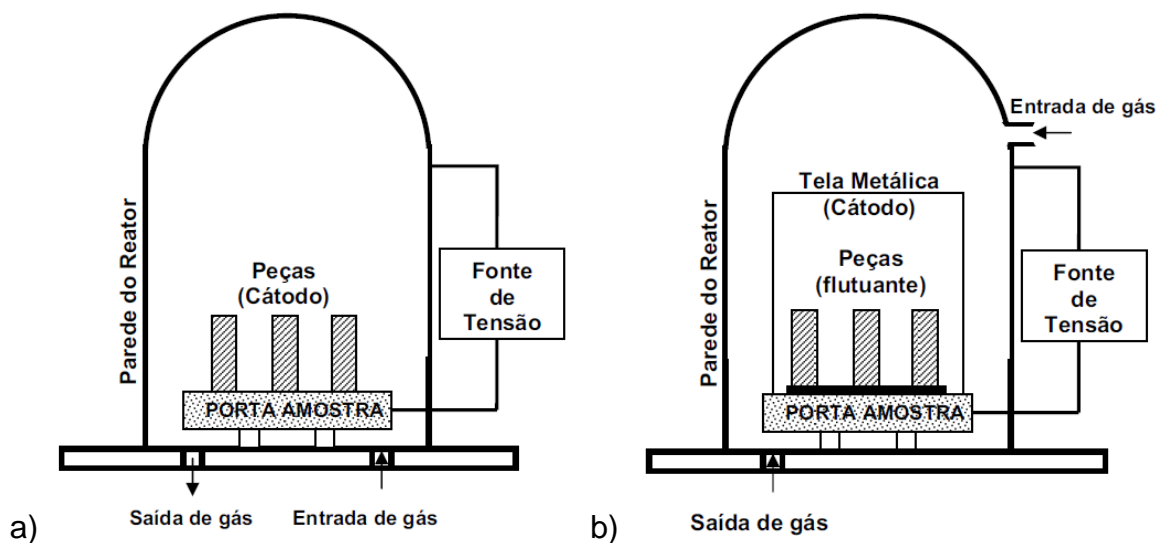
problemas inerentes ao tratamento, como efeito de borda e efeito do cátodo oco. (NISHIMOTO et al, 2013)

Uma nova técnica de nitretação a plasma, nitretação a plasma em tela ativa, foi desenvolvida no final da década de 1990, com base no plasma de descarga luminescente, e tem sido amplamente aplicada na última década.

A Figura 5 mostra a configuração esquemática da nitretação a plasma convencional e nitretação a plasma em tela ativa.

A diferença essencial entre a nitretação a plasma convencional e em tela ativa é que o componente a ser nitretado é posicionado no porta amostra sobre um material isolante e o potencial catódico passa a ser aplicado em uma tela metálica que o envolve, a tela ativa. Nesta configuração, o plasma é formado na superfície da tela de metal e não diretamente na superfície do componente a ser nitretado. Conseqüentemente, a nitretação a plasma em tela ativa supera as limitações inerentes à técnica convencional de nitretação a plasma. (LIN et al, 2014)

Figura 5 - Esquema mostrando a montagem dos componentes em um processo de a) nitretação a plasma convencional e b) em tela ativa



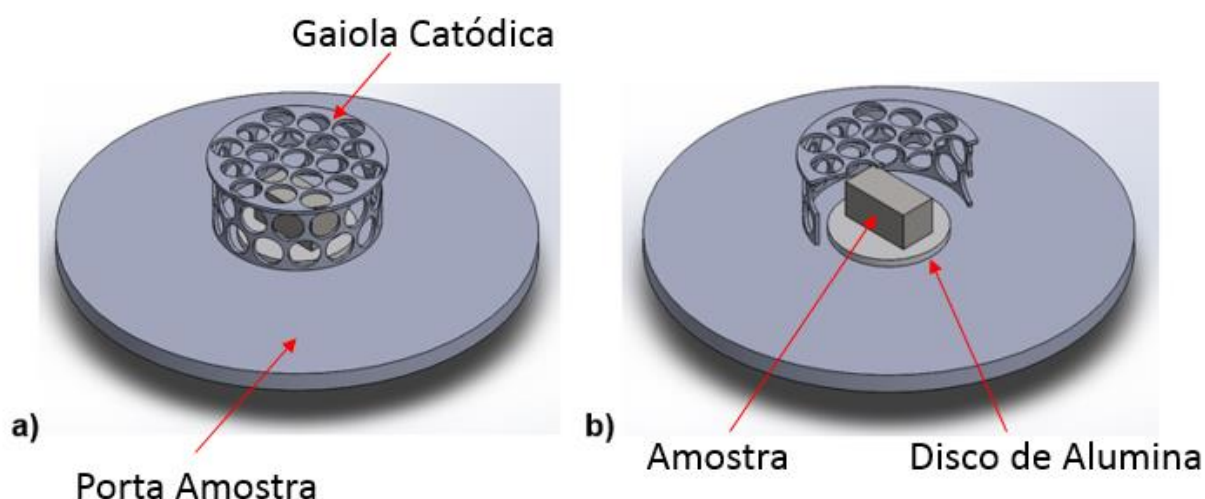
Fonte: Adaptado de LI et al (2002)

2.5. NITRETAÇÃO A PLASMA EM GAIOLA CATÓDICA

Com o objetivo de otimizar a técnica de nitretação a plasma em tela ativa, pesquisadores do LABPLASMA (Laboratório de Plasma) da UFRN desenvolveram um dispositivo chamado Gaiola Catódica (Patente PI0603213-3) que utiliza o efeito do cátodo oco para potencializar a taxa de sputtering na tela ativa.

A técnica de nitretação a plasma em gaiola catódica consiste em uma deposição indireta de nitretos na superfície do componente a ser nitretado. Diferente do processo de nitretação a plasma convencional, o aquecimento dos componentes a serem nitretados é dado através da irradiação de calor da descarga luminescente formada nos furos da gaiola e do calor irradiado pelo bombardeamento iônico da gaiola catódica em si, proporcionando um aquecimento homogêneo ao longo de toda a sua superfície, o que possibilita uma maior homogeneidade de temperatura e menor rugosidade superficial média pós-tratamento (ALVES et al, 2006).

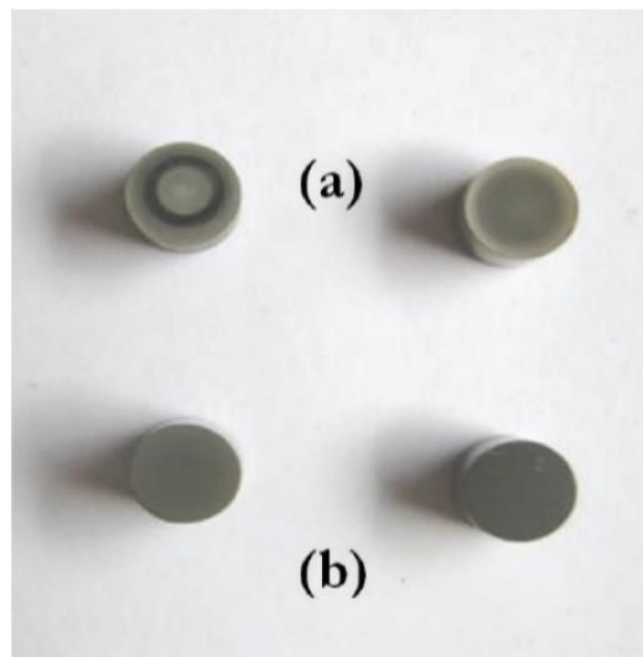
Figura 6 - Esquema mostrando: a) disposição da gaiola catódica no porta amostra e b) amostra isolada no interior da gaiola



Fonte: Autoria Própria (2017)

Ao combinar pressão e corrente aplicada, é possível obter o efeito de cátodo oco nos furos da gaiola, quando isso ocorre, todos os furos começarão um processo similar ao da tela ativa, porém com maior intensidade. Nessa técnica, a pressão necessita ser baixa, da ordem de 1 mbar, para possibilitar a transferência de espécies ativas para o componente a ser nitretado e os furos da gaiola devem ter diâmetro adequado, que irá depender da corrente aplicada, para que ocorra o efeito de cátodo oco nos mesmos. Nesta configuração, haverá um aumento da taxa de formação de espécies ativas e de sua deposição no componente a ser nitretado, devido a maior taxa de sputtering promovida pelos furos da gaiola (ALVES; ARAÚJO; SOUSA, 2013).

Figura 7 – Anéis de restrição (a) em amostras tratadas por nitretação convencional e (b) a eliminação do efeito de borda com a utilização da técnica de nitretação a plasma em gaiola catódica.



Fonte: Adaptado de SOUSA (2014)

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATERIAIS

O material utilizado para a confecção das amostras para nitretação, bem como para fabricação da ferramenta de conformação estudada foi o aço ferramenta AISI M2 e sua composição química está representada na Tabela 2.

Tabela 2 - Composição química nominal do aço AISI M2

ELEMENTO	C	V	Cr	W	Mo	Fe
% EM PESO	0,89	1,8	4,2	6,2	4,9	82,01

Fonte: Villares Metals (2017)

O material utilizado para a confecção da gaiola catódica para utilização na técnica de nitretação iônica em gaiola catódica foi o aço inoxidável austenítico 304 e sua composição química está representada na Tabela 3.

Tabela 3 - Composição química nominal do aço inoxidável austenítico 304

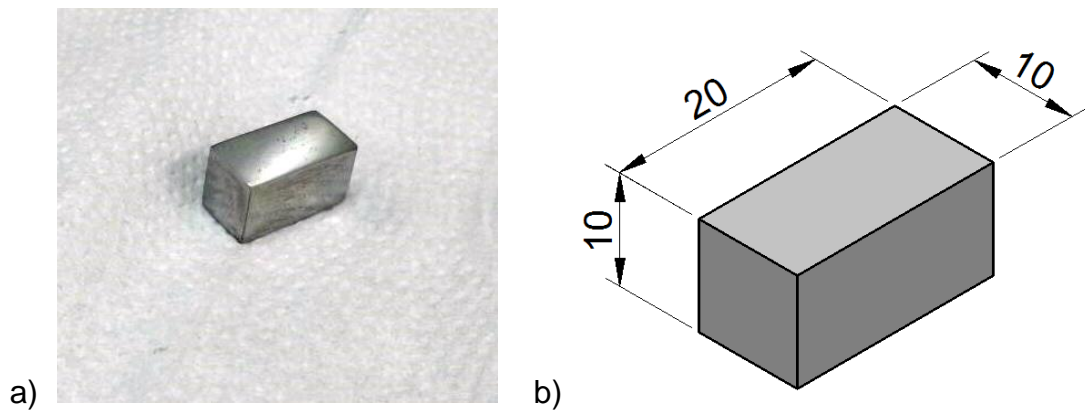
ELEMENTO	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Fe
% EM PESO	0,08	2	1	0,45	0,03	18	8	70,44

Fonte: Núcleo Inox (2017)

3.2. OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras de aço AISI M2, sem tratamento, com dureza de 260 HV, foram obtidas no formato de bloco retangular, de acordo com a Figura 8, com 20 mm de comprimento, 10 mm de largura e 10 mm de altura, fornecidas pela FERRONORTE INDUSTRIAL e tem como fabricante VILLARES METALS.

Figura 8 - Esquema mostrando (a) a amostra e (b) suas medidas, em milímetros



Fonte: Autoria Própria (2017)

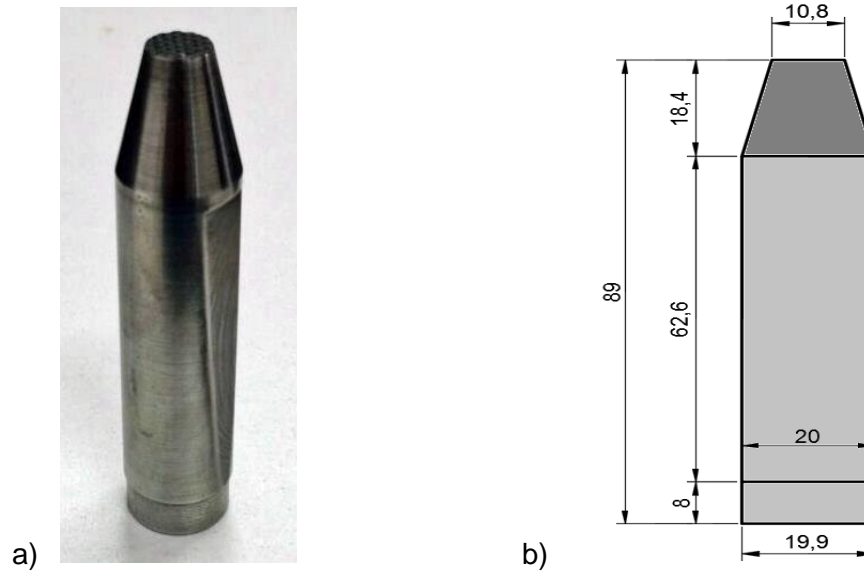
As amostras passam por lixamento em politriz com lixas de granulometria de 220, 360, 400, 600 e 1200 mesh e polidas em disco de feltro com alumina até a rugosidade de 1 μm para serem nitretadas.

3.3. OBTENÇÃO DAS FERRAMENTAS DE CONFORMAÇÃO

As ferramentas de conformação fabricadas de aço AISI M2, tratadas por têmpera, tratamento subzero e nitretação em banho de sais, com dureza inicial de 750 HV, e recondicionadas, sem tratamento térmico ou termoquímico, com dureza inicial de 260 HV, foram fornecidas pela FERRONORTE INDUSTRIAL e possuem dimensões de acordo com a Figura 9.

Por apresentarem superfície retificada, as ferramentas foram lixadas na superfície de trabalho a partir da lixa de granulometria 600 mesh seguido por 1200 mesh. Após isso, foram lavadas com água e álcool, secadas e armazenadas com proteção de vaselina líquida.

Figura 9 – Fotografia a) da geometria da ferramenta de conformação e b) suas medidas, em milímetros



Fonte: Autoria Própria (2017)

3.4. OBTENÇÃO DA GAIOLA CATÓDICA

Para este trabalho, foram confeccionadas duas gaiolas catódicas, apresentadas na Figura 10, uma para a nitretação em gaiola catódica das amostras, com diâmetro de 40 mm, altura de 20 mm e furos de 8 mm de diâmetro, e outra para a nitretação em gaiola catódica das ferramentas, com diâmetro de 40 mm, altura de 100 mm e furos de 8 mm de diâmetro.

As amostras são postas no interior da gaiola sobre um disco isolante de alumina com 20 mm de diâmetro e 3mm de espessura. Nesta configuração, o plasma não se formará em sua superfície e sim na superfície da gaiola.

Figura 10 - Gaiolas catódicas confeccionadas para os tratamentos de nitretação em gaiola catódica



Fonte: Aatoria Própria (2017)

3.5. NITRETAÇÃO A PLASMA DAS AMOSTRAS E FERRAMENTAS

Em todos os processos de nitretação a plasma realizados neste trabalho, as amostras e ferramentas recondicionadas, sem tratamento térmico ou termoquímico, foram limpas em um equipamento de limpeza por ultrassom em meio líquido de acetona durante um intervalo de tempo de 15 minutos, secas e introduzidas no reator de plasma, conforme o tipo de processo. Um pré-sputtering, pré-tratamento para remoção de óxidos e contaminações da superfície do componente a ser nitretado, foi realizado a 350°C, com uma atmosfera composta por 50% de Argônio e 50% de hidrogênio a uma vazão total de 200 ccm e pressão de 1,5 mbar com duração de 1 hora. Após o pré-sputtering, as condições de nitretação foram aplicadas e o tratamento iniciado.

3.5.1. Nitretação a Plasma Convencional

Três amostras e três ferramentas foram tratadas separadamente, nas condições de acordo com a Tabela 4.

Tabela 4 - Parâmetros de nitretação convencional

PARAMETROS	NC400	NC450	NC500
TEMPERATURA (°C)	400	450	500
PRESSÃO (mbar)	3	3	3
TEMPO (hr)	4	4	4
GASES (sccm)	180 H ₂ + 60 N ₂	180 H ₂ + 60 N ₂	180 H ₂ + 60 N ₂

Fonte: Aatoria Própria (2017)

3.5.2. Nitretação a Plasma em Gaiola Catódica

Três amostras e três ferramentas foram tratadas separadamente, nas condições de acordo com a Tabela 5.

Tabela 5 - Parâmetros de nitretação em gaiola catódica

PARAMETROS	NGC400	NGC450	NGC500
TEMPERATURA (°C)	400	450	500
PRESSÃO (mbar)	3	3	3
TEMPO (hr)	4	4	4
GASES (sccm)	180 N ₂ + 60 H ₂	180 N ₂ + 60 H ₂	180 N ₂ + 60 H ₂

Fonte: Aatoria Própria (2017)

3.6. ANÁLISE E CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS E FERRAMENTAS

As amostras foram caracterizadas por meio de análise de DRX, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e ensaio de microdureza, já as ferramentas foram aplicadas em sua situação real de trabalho para análise de seu desempenho e vida útil.

3.6.1. Caracterização por Microscopia Eletronica de Varredura (MEV)

A técnica de MEV foi utilizada para avaliar a morfologia da camada depositada, foram capturadas imagens na área da seção transversal da amostra a fim de mensurar a espessura da camada de compostos. Utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura, modelo Quanta 250 FEG da marca FEI localizado no laboratório de materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN).

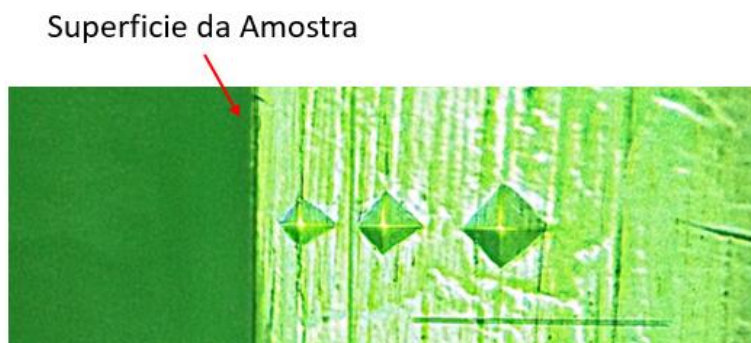
3.6.2. Análise de Microdureza

A análise do incremento na dureza superficial da amostra e da ferramenta gerado pela nitretação a plasma, tanto na superfície como na seção transversal, foi realizada no padrão Vickers, que é baseado na penetração de um indentador de diamante em formato piramidal. O equipamento utilizado para realização das microdurezas foi o microdurômetro da marca Shimadzu (Modelo HMV 2000) do laboratório de Ensaios Mecânicos da Universidade Federal do Piauí. A carga utilizada nos ensaios foi de 50gf, devido a espessura fina da camada, da ordem de microns. Foram realizadas impressões distando 15 μm entre si.

Para a análise da microdureza superficial, foram feitas impressões na superfície da amostra, enquanto que para a confecção do perfil de microdureza ao longo da

camada nitretada, as amostras foram cortadas, lixadas com lixas d'água de granulometria: 200, 320, 400, 600 e 1200 mesh, embutidas em resina e as impressões foram feitas ao longo de sua seção transversal, de acordo com a Figura 11.

Figura 11 - Identações espaçadas de 15 μm para confecção do perfil de microdureza



Fonte: Aatoria Própria (2017)

3.6.3. Análise de Difração de Raio-X (DRX)

As análises de difração de raios X, para determinar as fases presentes na camada nitretada, foram realizadas no laboratório de materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN) em um difratômetro de raios X BRUKER (modelo D2 PHASER, radiação $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.55418 \text{ \AA}$)), operando com tubo de alvo de cobre a uma tensão de 30,0KV e 10,0mA de corrente, ângulo de varredura (2θ) de 30° a 70° com passo angular de $0,02^\circ$. Para a identificação das fases, utilizou-se o software de identificação HighScore.

3.6.4. Análise de Desempenho das Ferramentas de Conformação

As ferramentas de conformação fabricadas de aço AISI M2 recondicionadas sem tratamento e nitretadas nas melhores condições de tratamento, de forma convencional e em gaiola catódica, foram utilizadas em uma máquina da marca Vitari

modelo V14 destinada à fabricação de pregos de construção civil da empresa Ferronorte Industrial com o objetivo de comparar seu desempenho com a ferramenta obtida direto da fábrica.

Essa máquina tem capacidade produtiva de 720 pregos por minuto, e trabalha com arames de aço SAE 1022 B, bitola de 2,41 mm, trefilado com dureza de 146 HV e limite de ruptura de 480 MPa.

No processo de fabricação de pregos, o arame é desbobinado, desempenado e guiado, por meio de guias e roletes, para o interior da máquina. Após o desempenho, e ainda no interior da máquina, o arame passa pelo setor de corte, onde um par de ferramentas de corte posicionado em sentido transversal ao arame irá seccioná-lo, dando o formato da ponta do prego em uma de suas extremidades. Em conjunto com a ferramenta de corte trabalha a ferramenta de conformação objetivo deste trabalho, que, posicionado em sentido longitudinal ao arame, martela e dá o formato da cabeça do prego na outra extremidade. Após isso, os pregos passam por um polimento para retirada de rebarbas e lustragem, depois, seguem para a máquina onde serão empacotados e armazenados.

Por motivo de padronização, as ferramentas de conformação, com seus respectivos tratamentos, destinaram-se exclusivamente à fabricação de pregos com dimensão de 1¼"x13 (uma polegada e um quarto de comprimento e bitola BWG 13 (equivalente a 2,41 mm)) com massa de 1,235 g por unidade, o que gera uma produção de 53,35 kg/h.

Para identificar o limite de uso das ferramentas, é feita uma inspeção visual periódica na ferramenta de conformação. A inspeção é feita avaliando-se o desgaste da geometria do punção a partir da qualidade dos pregos produzidos, por exemplo,

um prego com a cabeça mal conformada já é um indício de que o desgaste da punção está avançado e que a troca dela deve ser realizada.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

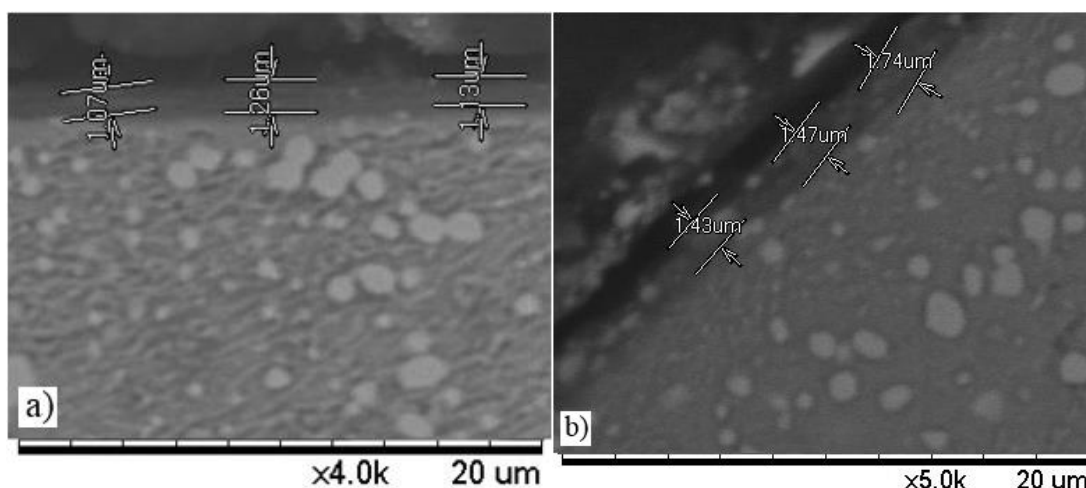
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste item serão discutidos os resultados referentes às análises de Microdureza, MEV, DRX das amostras e análise de desempenho das ferramentas tratadas.

4.1. ANÁLISE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Na Figura 12 estão apresentadas as imagens obtidas por MEV das amostras NC500 e NGC500.

Figura 12 - Micrografias por MEV das amostras a) NC500, ampliada 4000x e b) NGC500, ampliada 5000x.



Fonte: Autoria Própria (2017)

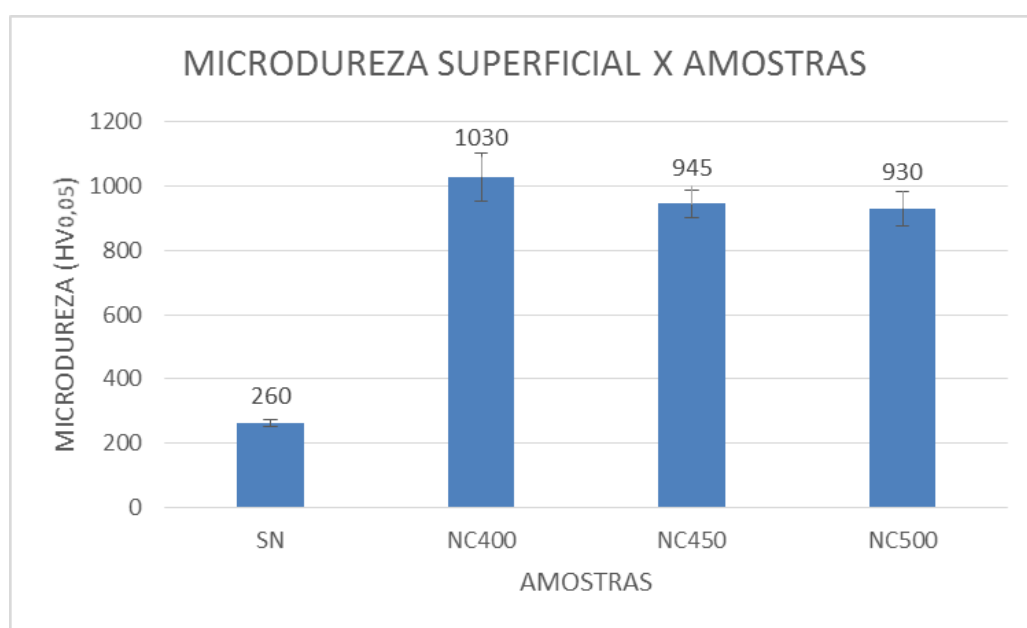
A partir da análise das imagens obtidas por MEV na Figura 12, é possível observar que a amostra tratada por nitretação em gaiola catódica (NGC500) apresentou uma maior espessura de camada de compostos, quando comparada com a amostra tratada por nitretação convencional (NC500), o que está de acordo com a literatura, pois a nitretação em gaiola catódica, além de promover uma camada de compostos mais uniforme, proporciona uma maior taxa de deposição no substrato. (SOUSA, 2007)

4.2. ANÁLISE DE MICRODUREZA DAS AMOSTRAS

4.2.1. Microdureza superficial

Na Figura 13, pode-se observar o aumento na microdureza Vickers do aço ferramenta AISI M2 após a nitretação a plasma convencional.

Figura 13 - Gráfico de microdureza das amostras tratadas por nitretação convencional

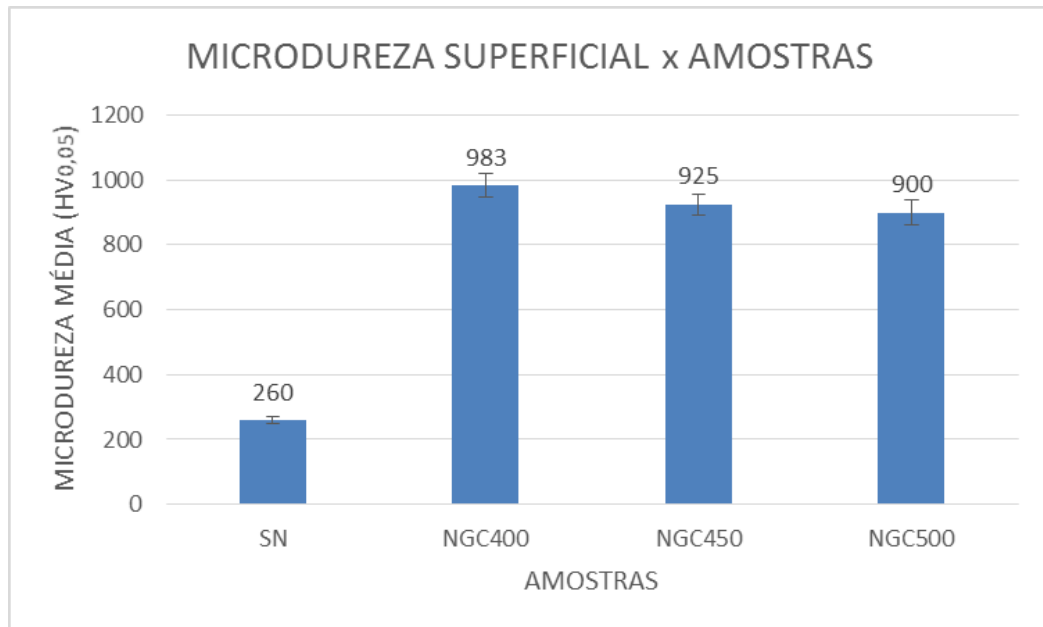


Fonte: Autoria Própria (2017)

Através da análise dos resultados apresentados na figura 13, é possível observar, mesmo nas condições de tratamento em que obteve-se o menor valor de microdureza, um aumento de, aproximadamente, 3,57 vezes em relação ao substrato, comprovando a eficiência do tratamento. O aumento substancial da microdureza está associado à formação de uma camada de compostos com característica de dureza elevada produzida pela nitretação a plasma na superfície das amostras, cuja composição será evidenciada por meio da técnica de análise de Difração de Raios X (DRX).

Na Figura 14, pode-se observar o aumento na microdureza Vickers do aço ferramenta AISI M2 após a nitretação a plasma com gaiola catódica.

Figura 14 - Gráfico de microdureza das amostras tratadas por nitretação em gaiola catódica



Fonte: Autoria Própria (2017)

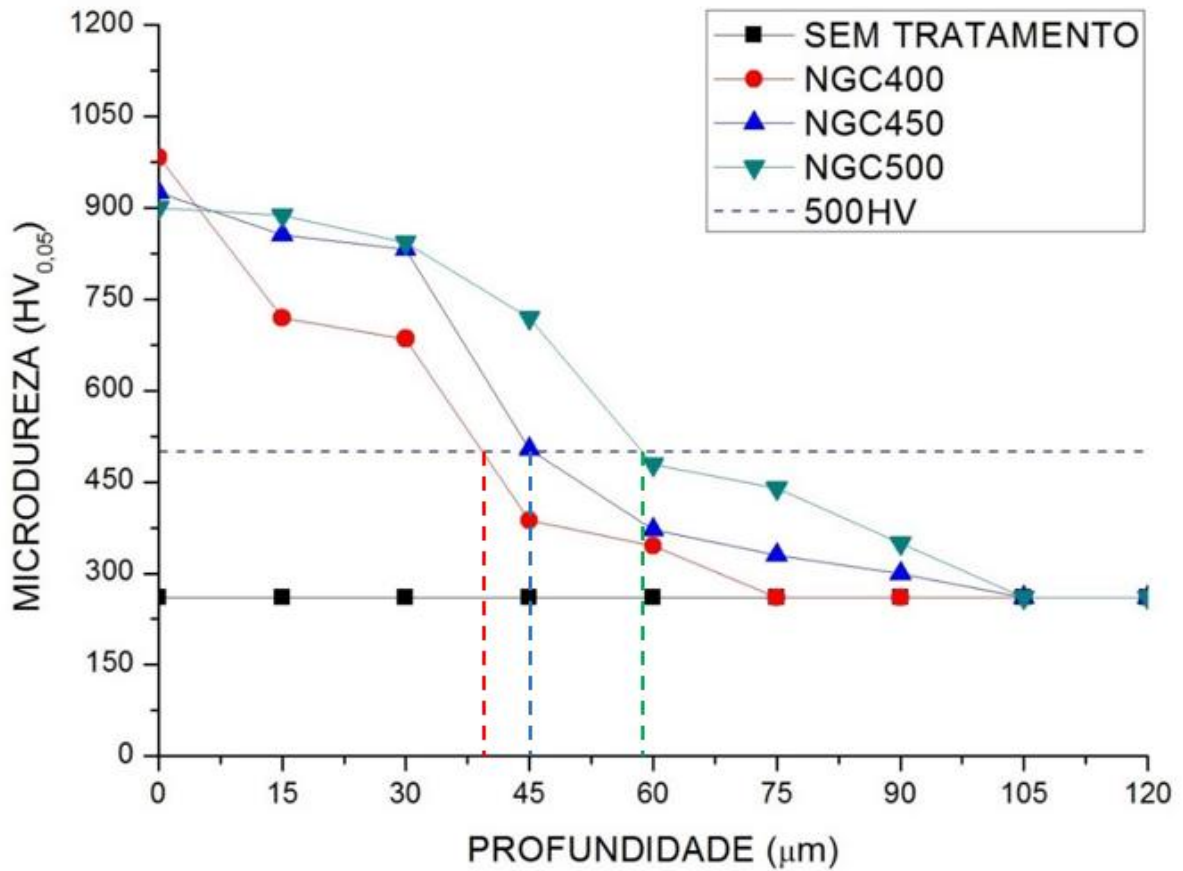
Através da análise dos resultados apresentados na figura 14, é possível observar, assim como nos resultados obtidos da nitretação convencional, a eficiência da nitretação em gaiola catódica, que mesmo nas condições de tratamento em que obteve-se o menor valor de microdureza, um aumento substancial em relação ao substrato devido à formação da camada de compostos foi observado, porém vale destacar uma diminuição no valores de desvio padrão da microdureza das amostras. Essa diminuição pode ser explicada pelo fato de que a nitretação a plasma em gaiola catódica, por não haver bombardeamento iônico diretamente na superfície da amostra, produziu uma camada de dureza e espessura uniforme, logo, a dispersão dos valores em torno da microdureza média foi menor.

As condições de nitretação que apresentaram melhor resultado em termos de microdureza foram da amostra NC400, para a nitretação convencional, e da amostra NGC400, para a nitretação em gaiola catódica. Os resultados também evidenciam uma diminuição do valor de microdureza superficial com o aumento da temperatura, corroborando com a literatura, pois temperaturas mais altas aumentam a difusividade do nitrogênio, resultando em camadas de compostos de menor dureza devido à falta de nitrogênio. Outro fator importante é que o aumento da temperatura favorece a formação de precipitados maiores e em menor número (BORGES; MARTINELLI; FRANCO, 2004). Isto leva ao aumento da distância média entre os precipitados e, conseqüentemente, facilita o movimento das discordâncias, fazendo com que haja uma diminuição da microdureza. (DOS REIS; MALISKA; BORGES, 2008)

4.2.2. Perfil de microdureza

Na Figura 15, pode-se observar a profundidade da camada nitretada através do perfil de microdureza das amostras nitretadas por plasma em gaiola catódica, onde foi obtido aumento considerável de microdureza, acima dos 500 HV, até uma profundidade entre 40 a 60 μm .

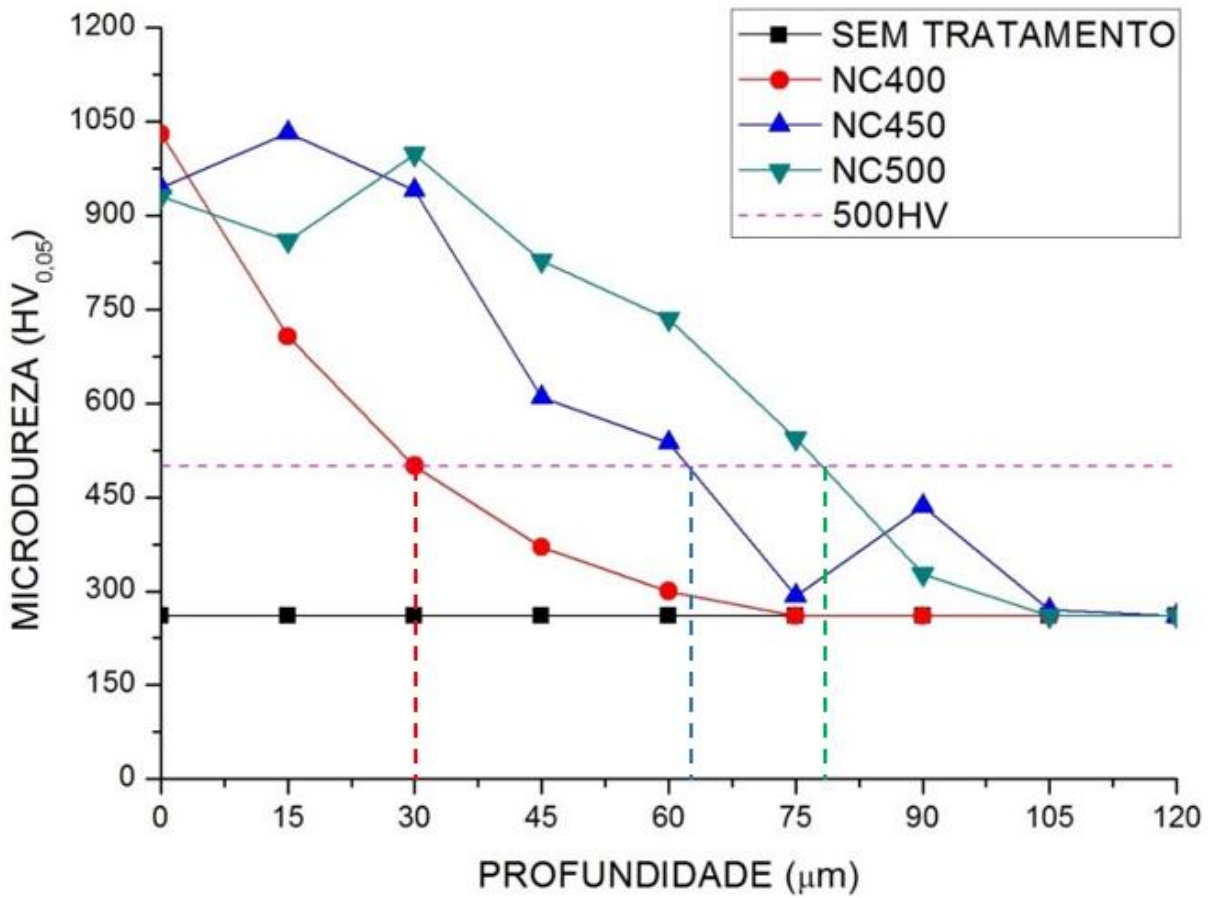
Figura 15 - Gráfico do perfil de microdureza das amostras nitretadas por plasma em gaiola catódica



Fonte: Autoria Própria (2017)

Na Figura 16, pode-se observar o perfil de microdureza das amostras nitretadas por plasma de forma convencional, onde observou-se uma maior dispersão nos valores de microdureza atribuída ao efeito de borda provocado pela formação do plasma diretamente na superfície da amostra, o que também é responsável por gerar uma superfície de dureza não uniforme.

Figura 16 - Gráfico do perfil de microdureza das amostras nitretadas por plasma de forma convencional



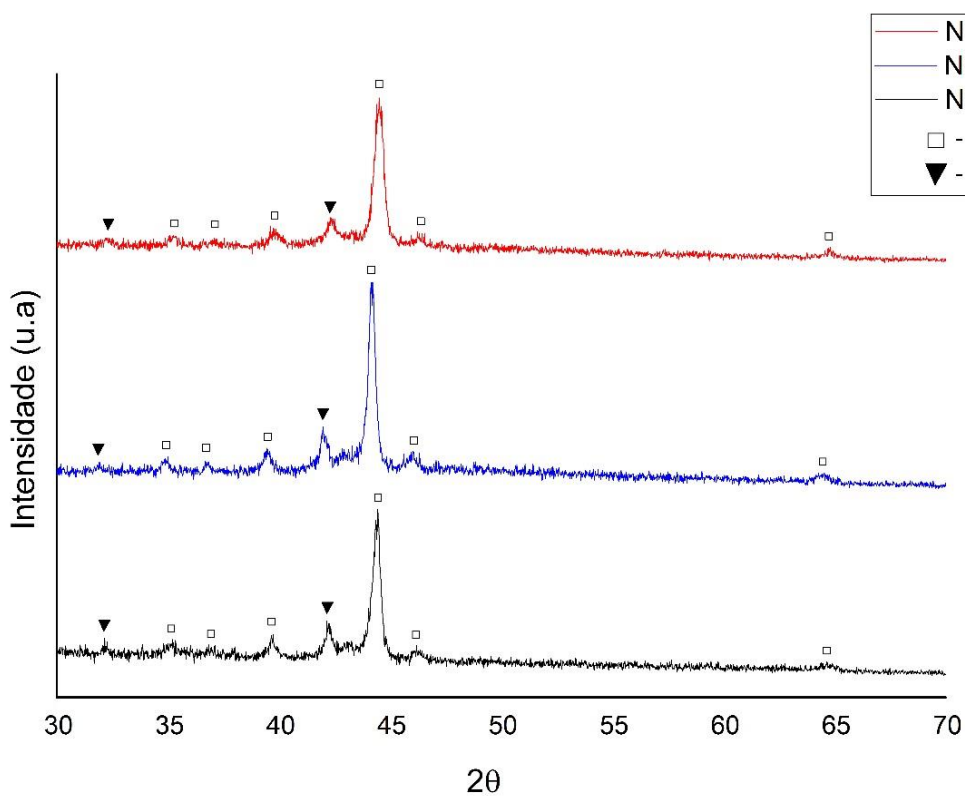
Fonte: Autoria Própria (2017)

Os perfis de microdureza das amostras evidenciam um aumento na profundidade da camada nitretada e zona de difusão com o aumento da temperatura, corroborando com a literatura, pois temperaturas mais altas aumentam a difusividade do nitrogênio no substrato, formando nitretos ao longo de uma zona de difusão com maior profundidade. A nitretação por plasma convencional produziu amostras com microdureza em uma profundidade maior que na nitretação em gaiola catódica, porém com valores mais dispersos, não uniformes, o que pode interferir na aplicação da ferramenta.

4.3. ANÁLISE DE DIFRATOGRAMA DE RAIOS-X (DRX)

A Figura 17 apresenta o padrão de DRX das amostras após a nitretação a plasma convencional que, com o auxílio do software de identificação de fases HighScore, foi possível detectar a formação de nitretos ferrosos ϵ -Fe₃N e γ' -Fe₄N, responsáveis pelo acréscimo acentuado na microdureza, bem como na vida útil da ferramenta, devido às suas características de dureza elevada e resistência à corrosão (Sousa *et al.*, 2008).

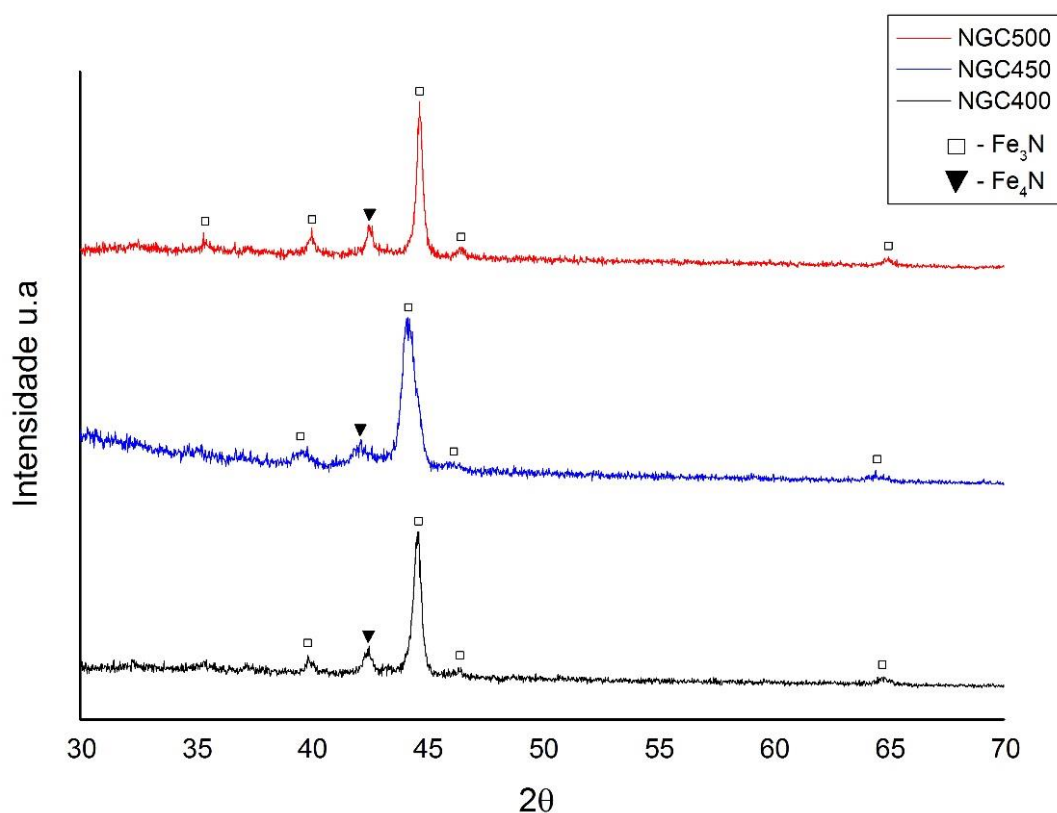
Figura 17 - Difratoograma de Raio-X das amostras de aço AISI M2 após nitretação convencional nas temperaturas de 400, 450 e 500 °C



Fonte: Autoria Própria (2017)

A Figura 18 apresenta o padrão de DRX das amostras após a nitretação a plasma em gaiola catódica, evidenciando, também, a formação de nitretos ferrosos ϵ -Fe₃N e γ' -Fe₄N.

Figura 18 - Difratograma de Raio-X das amostras de aço AISI M2 após nitretação convencional nas temperaturas de 400, 450 e 500 °C



Fonte: Autoria Própria (2017)

Apesar do número reduzido de picos detectáveis, os picos observados são alargados. É comum admitir que a ampliação do pico é provocada por tensões não uniformes, enquanto a mudança do pico é devido à presença de deformações ou tensões uniformes. (Akbari *et al.*, 2010)

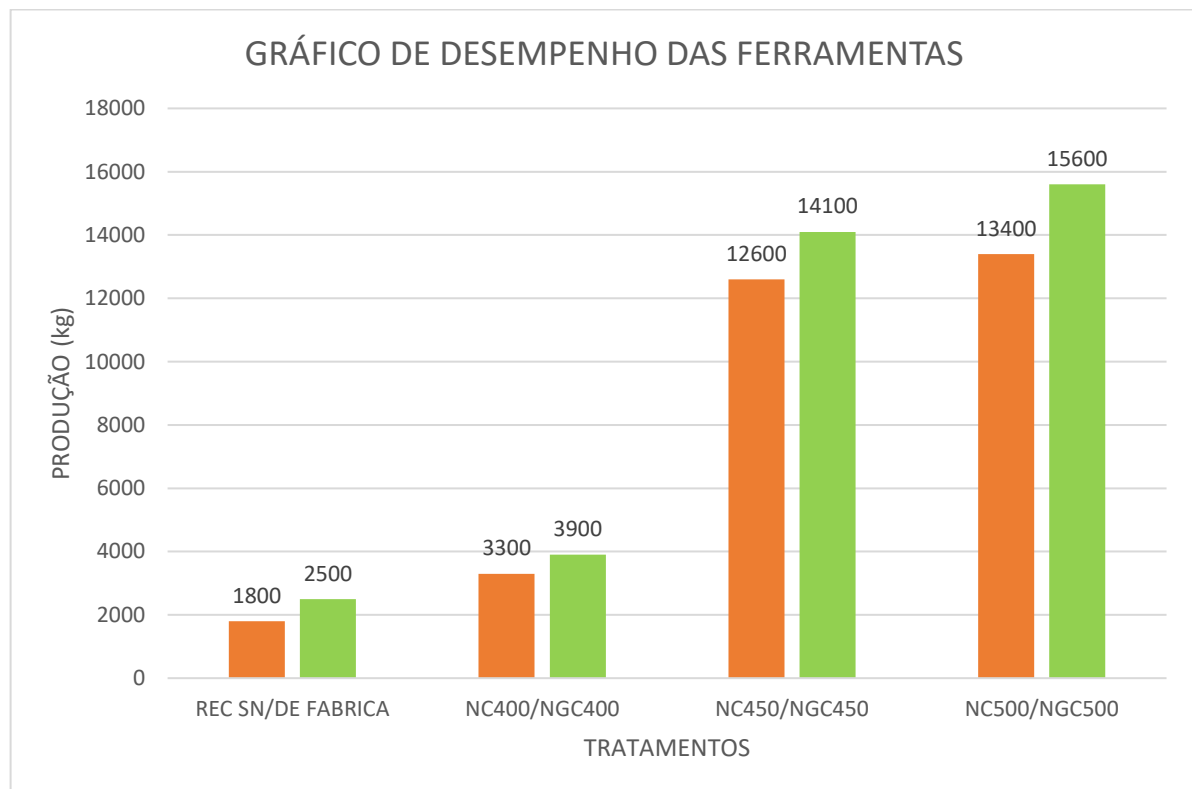
É possível observar também que a incorporação de nitrogênio na estrutura do ferro faz com que haja um alargamento do pico e deslocamento do plano de difração da fase ϵ -Fe₃N ($2\theta = 44,7^\circ$), para ângulos menores, o que pode ser atribuído a: i) expansão volumétrica causada pela solução de nitrogênio na estrutura do ferro como solução sólida, ii) precipitados de nitretos formados no interior da matriz do aço e iii) as tensões térmicas,

devido à diferença no coeficientes de expansão térmica e constantes elásticas entre a camada de compostos e o núcleo da amostra não nitretada. (Akbari *et al.*, 2010)

4.4. ANÁLISE DE DESEMPENHO DAS FERRAMENTAS DE CONFORMAÇÃO

A Figura 19 apresenta os valores de produção das ferramentas como recebida de fábrica, recondicionadas e nitretadas a plasma convencional e em gaiola catódica.

Figura 19 - Gráfico de produtividade por ferramenta, de acordo com o tratamento realizado



Fonte: Autoria Própria (2018)

A partir da análise dos dados da Figura 19, é possível observar um decréscimo na produtividade da ferramenta recondicionada sem tratamento quando comparada com a ferramenta de fábrica, o que era esperado, pois a ferramenta de fábrica vem

com uma série de tratamentos superficiais (Têmpera, tratamento subzero e nitretação em banho de sais) que são perdidos ao final de sua vida útil.

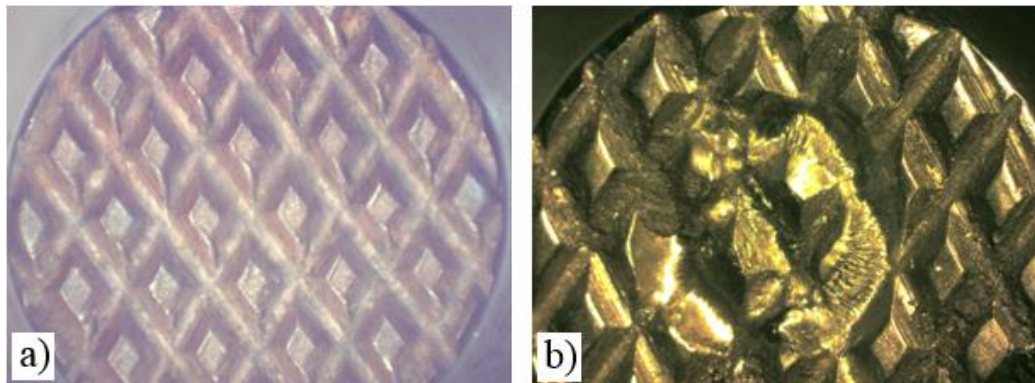
Ao comparar as ferramentas recondicionadas tratadas, tanto por nitretação a plasma convencional como em gaiola catódica, com a ferramenta recondicionada sem tratamento, observa-se um expressivo acréscimo na produtividade. Este acréscimo se deu principalmente devido ao aumento da microdureza superficial da ferramenta após a nitretação.

Ao analisar os valores de produtividade, em quilograma de pregos produzidos, das ferramentas recondicionadas tratadas por nitretação a plasma convencional, é possível observar um aumento diretamente proporcional da mesma com o aumento da temperatura de tratamento. Este aumento diretamente proporcional se deu principalmente devido ao aumento da espessura da camada de compostos, que reduz os efeitos das solicitações de trabalho compressivas inerentes à aplicação da ferramenta. Os tratamentos por nitretação a plasma convencional produziram resultados com o mesmo comportamento, porém apresentaram maior rendimento na obtenção de valores de produtividade, em torno de 20% a mais, quando comparados aos tratamentos por nitretação convencional. Isto se deve pela maior uniformidade da camada de compostos da ferramenta, comprovando a eficiência da técnica de nitretação a plasma em gaiola catódica em eliminar os efeitos indesejáveis da nitretação a plasma convencional.

Vale ressaltar que, como consequência do aumento da vida útil, há uma diminuição do número de trocas de ferramentas, o que reduz o tempo de manutenção da máquina e a disponibiliza por mais tempo à produção. Como o processo de

produção de pregos é contínuo, não foi possível quantificar com precisão o impacto econômico da redução do tempo de manutenção da máquina no processo.

Figura 20 - Fotografia do perfil da ponta da ferramenta de conformação a) antes de sua utilização e b) ao final da sua vida útil.



Fonte: Autoria Própria (2017)

A Figura 20 mostra o perfil da ponta da ferramenta tratada por nitretação a plasma convencional nas condições NC400, antes da sua utilização e ao fim da sua vida útil, evidenciando o desgaste abrasivo e o desgaste por deslizamento, característicos de processos não lubrificados de conformação, devido à adesão do material de trabalho à superfície da ferramenta de conformação. Todas as ferramentas de conformação utilizadas seguiram o mesmo padrão de desgaste.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÃO

5. CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que a aplicação da nitretação a plasma convencional e em gaiola catódica aumenta de forma expressiva a vida útil da ferramenta de conformação aplicada à produção de pregos para a construção civil através do aumento na microdureza superficial da ferramenta, que, por sua vez, se deu devido a formação de nitretos de ferro do tipo ϵ -Fe₃N e γ' -Fe₄N na superfície das amostras nitretadas, reduzindo o efeito dos desgastes abrasivo e por deslizamento.

Comparando os resultados de desempenho das ferramentas de conformação nitretadas, a nitretação a plasma em gaiola catódica apresentou uma maior eficiência no aumento da vida útil da ferramenta, que pode ser atribuída à maior uniformidade da camada de compostos, apesar de sua espessura menor, quando comparada à nitretação convencional,.

Diante disso, recomenda-se a utilização a técnica de nitretação a plasma em gaiola catódica, à temperatura de 500°C, nas ferramentas de conformação anteriormente à sua aplicação.

CAPÍTULO 6

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

MENDES, M. A. (2009). Estudo do desgaste de ferramentas com e sem revestimentos de filmes finos utilizadas em operações de conformação a frio. Tese de Doutorado. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica–Universidade de São Paulo.

DAVIS, Joseph R. (2001). Surface engineering for corrosion and wear resistance. ASM international.

CHIAVERINI, V. (1971). Aços-carbono e aços-liga, 3ª Ed. ABM.

HACISALIHOGU, Ilyas; YILDIZ, Fatih; ALSARAN, Akgun. (2017). Wear performance of different nitride-based coatings on plasma nitrided AISI M2 tool steel in dry and lubricated conditions. *Wear*, v. 384, p. 159-168.

ROUSSEAU, A. F. et al. (2015). Microstructural and tribological characterization of a nitriding/TiAlN PVD coating duplex treatment applied to M2 high speed steel tools. *Surface and Coatings Technology*, v. 272, p. 403-408.

ALVES, C. et al. (2006). Use of cathodic cage in plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, v. 201, n. 6, p. 2450-2454.

NISHIMOTO, Akio et al. (2013). Simultaneous duplex process of TiN coating and nitriding by active screen plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, v. 228, p. S558-S562.

HAMANN, S. et al. (2017). Plasma nitriding monitoring reactor: A model reactor for studying plasma nitriding processes using an active screen. *Review of Scientific Instruments*, v. 86, n. 12, p. 123- 130.

NAEEM, M. et al. (2017) Novel duplex cathodic cage plasma nitriding of non-alloyed steel using aluminum and austenite steel cathodic cages. *Journal of Alloys and Compounds*.

BITTENCOURT, José A. (2013). *Fundamentals of plasma physics*. Springer Science & Business Media.

ARAÚJO FILHO, Lino. (2013). Desenvolvimento e teste de um protótipo de reator de plasma com gaiola catódica rotatória para nitretação em lote de pequenas peças. *Dissertação de Mestrado*. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

SOUSA, Rômulo Ribeiro Magalhães de. (2007). Nitretação em plasma com gaiola catódica: investigação do mecanismo e estudo comparativo com a nitretação em plasma de tensão contínua. *Tese de Doutorado*. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

ALVES JÚNIOR, Clodomiro. (2001). *Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações*.

ALVES, Clodomiro; ARAÚJO, Francisco Odolberto de; SOUSA, Rômulo Ribeiro Magalhães de. (2013) Comparison of plasma-assisted nitriding techniques. In: *Encyclopedia of Tribology*. Springer US, p. 402-410.

LIN, Kaijie et al. (2014). Active screen plasma nitriding of 316 stainless steel for the application of bipolar plates in proton exchange membrane fuel cells. *International Journal of Hydrogen Energy*, v. 39, n. 36, p. 21470-21479.

NISHIMOTO, Akio et al. (2013). Simultaneous duplex process of TiN coating and nitriding by active screen plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, v. 228, p. S558-S562.

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

ARAUJO, Armyston Gonçalves Ferreira de. (2015). Influência da temperatura na nitretação iônica aplicada a ferramentas de corte de aço AISI M2. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Piauí

RIBEIRO, K. J. B. et al. (2008). Industrial application of AISI 4340 steels treated in cathodic cage plasma nitriding technique. *Materials Science and Engineering: A*, v. 479, n. 1, p. 142-147.

ZAMBON, Marcel Fabiano et al. (2013). Influência da temperatura na nitretação iônica dos aços DIN 16MnCr5, AISI 420 E SAE 4140. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v. 29, n. 3-4, p. 77-80.

FONTANA, Luis Cesar et al. (1991). Nitretação iônica em aços baixo carbono. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Santa Catarina.

BOTH, Guilherme Brandes. (2011). Caracterização e avaliação tribológica de superfícies resistentes ao desgaste para aplicação em ferramentas de conformação a frio. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

SOUSA, Rômulo Ribeiro Magalhães de et al. (2014). Nitriding of AISI 1020 steel: comparison between conventional nitriding and nitriding with cathodic cage. *Materials Research*, v. 17, n. 3, p. 708-713.

BORGES, P. C.; MARTINELLI, A. E.; FRANCO, C. V. (2004). Microstructure and corrosion behaviour of plasma-nitrocarburized sintered steel. *Materials and Corrosion*, v. 55, n. 8, p. 594-601.

DOS REIS, R. F.; MALISKA, A. M.; BORGES, P. C. (2008). Nitretação a plasma do aço ISO 5832-1: Influência de temperaturas elevadas de processamento. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v. 26, n. 4, p. 205-210

AKBARI, A., MOHAMMADZADEH, R., TEMPLIER, C., RIVIERE, J.P. (2010). Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high. *Surface & Coatings Technology*, 204, 4114–4120.