



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ – UFPI**  
**CENTRO DE TECNOLOGIA – CT**  
**PRÓ-REITORIA DE ENSINO DE PÓS-GRADUAÇÃO – PRPG**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA**  
**DOS MATERIAIS**

**ESTUDO COMPARATIVO DO EFEITO DA NITRETAÇÃO EM FERRAMENTAS  
DE ESTAMPAGEM FABRICADAS EM AÇOS AISI M2 E D2 UTILIZADAS NA  
INDÚSTRIA DE FABRICAÇÃO DE PREGOS**

**Mestrando: Edno da Silveira Costa**

**Orientador: Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa**

**Teresina – Piauí**

**2019**

**EDNO DA SILVEIRA COSTA**

**ESTUDO COMPARATIVO DO EFEITO DA NITRETAÇÃO EM FERRAMENTAS  
DE ESTAMPAGEM FABRICADAS EM AÇOS AISI M2 E D2 UTILIZADAS NA  
INDÚSTRIA DE FABRICAÇÃO DE PREGOS**

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 e Engenharia dos Materiais.

**ORIENTADOR: Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa**

**Teresina – Piauí**

**2019**

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

C837e Costa, Edno da Silveira.  
Estudo comparativo do efeito da nitretação em ferramentas de estampagem fabricadas em aços AISI M2 E D2 utilizadas na indústria de fabricação de pregos/ Edno da Silveira Costa. – 2019.  
74f.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal do Piauí, Teresina, 2019.  
“Orientador: Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa”.

1. Nitretação a Plasma. 2. Gaiola Catódica. 3. Duplex.  
4. Aço AISI M2. 5. Aço AISI D2. I. Título.

CDD 620.112


**EDNO DA SILVEIRA COSTA**

**“ESTUDO COMPARATIVO DO EFEITO DA NITRETAÇÃO EM  
FERRAMENTAS DE ESTAMPAGEM FABRICADAS EM AÇOS AISI M2 E D2  
UTILIZADAS NA INDÚSTRIA DE FABRICAÇÃO DE PREGOS”**

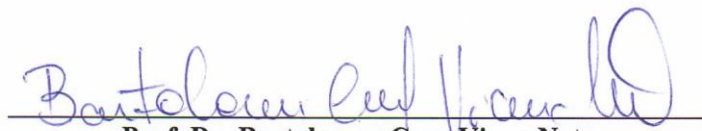
Dissertação submetida à coordenação do curso de Pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais da Universidade Federal do Piauí, como requisito para a obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia dos Materiais.

**Aprovada em: 29/11/2019**

**Banca Examinadora:**



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



**Prof. Dr. Bartolomeu Cruz Viana Neto**  
Universidade Federal do Piauí  
Examinador Interno



**Prof. Dr. Thércio Henrique de Carvalho Costa**  
Universidade Federal do Rio Grande do Norte  
Examinador Externo

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, meu criador;

Aos meus pais, que sempre me apoiaram nos estudos e ao longo de toda a minha vida;

A minha esposa Joseane, por estar ao meu lado em todos os momentos;

Ao meu amigo e orientador Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa, por me transmitir todo conhecimento necessário;

Ao amigo Renan, pelo esforço e dedicação e a todos os colegas do LabPlama (UFPI);

A Ferronorte por me apoiar nos estudos e no desenvolvimento dos testes das ferramentas;

Ao professor Dr. Thércio Henrique, Maxwell e todos os colegas do LabPlasma (UFRN);

Ao operador de máquina Sr. Reginaldo, que acompanhou os testes com muita dedicação;

A TODOS os que colaboraram para elaboração deste trabalho.

*“As nuvens mudam sempre de posição, mas são sempre nuvens no céu.  
Assim devemos ser todo dia, mutantes, porém leais com o que  
pensamos e sonhamos; lembre-se, tudo se desmancha no ar, menos os  
pensamentos”. (Paulo Beleki)*

## RESUMO

A crescente necessidade de aumentar a produtividade do setor industrial, impulsiona o desenvolvimento de novos aços e novos tratamentos que possam melhorar o desempenho e a vida útil de ferramentas de corte, conformação e estampagem. Tratamentos de superfície assistidos por plasma destacam-se nesse contexto. Trabalhos anteriores têm demonstrado que esses revestimentos são eficientes no aumento da dureza, na resistência ao desgaste e na resistência a corrosão de diversos tipos de aços. O processo de conformação e estampagem corresponde a 38% do custo com ferramental e cerca de 12% do custo total da fabricação de pregos comuns com cabeça. Nesse sentido, amostras e ferramentas de aços *AISI* M2 e D2 termicamente tratadas foram submetidas aos processos de nitretação a plasma convencional, em gaiola catódica e tratamento duplex com o objetivo de avaliar o efeito desses tratamentos em ferramentas de conformação buscando a viabilidade da aplicação do método no setor industrial com a redução do custo de fabricação. Ensaio de microdureza Vickers, análise por MEV e Difração de Raios-X (DRX) possibilitaram identificar propriedades mecânicas, camada de compostos e as fases presentes. O desempenho das ferramentas baseou-se na quantidade produzida em kg. A ferramenta de aço D2, apenas temperada e revenida, não foi eficiente para redução de custo. Apesar de elevadas microdurezas superficiais, as ferramentas com deposição de TiN (Duplex) não tiveram desempenho satisfatório. O uso da nitretação a plasma se mostrou viável para os dois aços, destacando-se o fato de que as ferramentas de aço D2 nitretadas a 480°C por 3 horas, obtiveram os maiores ganhos de produtividade em relação a ferramenta não nitretada. A aplicação da nitretação convencional na ferramenta de aço M2 a 480°C por 4 horas possibilitou a redução de seu custo em 26% e redução de 3,5% sobre o custo total de produção de pregos, obtendo o melhor custo-benefício.

**Palavras-chave:** Nitretação a Plasma, Gaiola Catódica, Duplex, aços *AISI* M2 e D2.

## ABSTRACT

The increasing need to increase productivity in the industrial sector drives the development of new steels and new treatments that can improve the performance and life of cutting, forming and stamping tools. Plasma assisted surface treatments stand out in this context. Previous research has shown that these coatings are effective in increasing hardness, wear resistance and corrosion resistance of various types of steels. The forming and stamping process corresponds to 38% of the cost of tooling and about 12% of the total manufacturing cost common head nails. In this sense, samples and tools of heat treated AISI M2 and D2 steels were submitted to conventional plasma nitriding processes, in cathodic cage and duplex treatment in order to evaluate the effect of these treatments in forming tools seeking the feasibility of applying the method in the industrial sector by reducing the manufacturing cost. Vickers microhardness tests, SEM analysis and X-ray Diffraction (XRD) made it possible to identify mechanical properties, layer of compounds and the phases present. Tool performance was based on quantity produced in “kg”. The quenched and tempered D2 steel tool was not efficient for cost reduction. Despite their high surface microhardness, TiN (Duplex) deposition tools did not satisfactory performance. The use of plasma nitriding was viable for both steels, highlighting the fact that D2 steel tools nitrided at 480°C for 3 hours, obtained the highest productivity gains compared to the non-nitrided tool. The application of conventional nitriding on the M2 steel tool at 480°C for 4 hours reduced its cost by 26% and reduced 3,5% on the total cost of nail production, obtaining the best cost-benefit.

**Keywords:** Plasma Nitriding, Cathodic Cage, Duplex, AISI M2 and D2 steels.



**LISTA DE FIGURAS**

Figura 1 - Classificações dos tipos de desgaste e modos de falha, segundo Budinski (ASM, 2011).....	12
Figura 2 - Esboço de um equipamento típico de nitretação a plasma. ....	19
Figura 3 - Condição onde ocorre a nitretação iônica. ....	20
Figura 4 – Diagrama de fase Fe-N.....	21
Figura 5 - Micrografia óptica mostrando a microestrutura de uma camada nitretada em aço ferramenta AISI D2.....	22
Figura 6 - Esquema mostrando a disposição da gaiola catódica no porta-amostras e o isolamento da amostra com disco de alumina .....	23
Figura 7 - Aspecto visual da formação do plasma na superfície da gaiola. ....	24
Figura 8 – Propriedades funcionais de revestimentos dúplex obtidos por nitretação a plasma e PVD-TiN .....	27
Figura 9 – Amostras: (a) dimensões e (b) conforme utilizadas para o tratamento .....	31
Figura 10 – Ferramenta de estampagem: (a) desenho técnico e suas principais dimensões e (b) imagem com detalhe da face de trabalho. ....	33
Figura 11 – Gaiolas utilizadas no experimento: (a) conjunto de gaiolas inox e (b) conjunto de gaiolas de titânio. ....	34
Figura 12 – Equipamento utilizado na deposição por plasma: (a) controle e monitoramento dos gases e (b) reator, fonte de tensão contínua e bomba de vácuo.....	35
Figura 13 - Disposição sobre o porta-amostras: (a) nitretação convencional em ferramentas e .....	36
Figura 14 – Máquina utilizada na fabricação de pregos comuns com cabeça: (a) Máquina Vitari modelo V14-R e (b) Detalhe do desbobinador e arame utilizado.....	40

Figura 15 - Micrografias por MEV do perfil das amostras submetidas a nitretação a 480°C, por 3 horas no aço D2 e 4 horas no aço M2. (a) Nitretação convencional do aço D2, (b) nitretação convencional do aço M2, (c) nitretação em gaiola do aço D2, (d) nitretação em gaiola do aço M2.....	43
Figura 16 - Micrografias por MEV do perfil das amostras com deposição de nitreto de titânio a 420°C, por 3 horas. (a) Aço D2 e (b) aço M2. ....	46
Figura 17- Gráficos de microdurezas das amostras. (a) Aço AISI D2 e (b) Aço AISI M2. ...	47
Figura 18 – Perfil de microdureza das amostras nitretadas com diferentes técnicas, a 480°C: a) D2 nitretado por 3 horas e b) M2 nitretado por 4 horas. ....	50
Figura 19 – Perfil de microdureza das amostras de aços D2 e M2, com deposição de TiN, a 420°C, sobre amostras nitretadas em gaiola catódica. ....	51
Figura 20 – Micrografia por MEV do perfil das amostras de aço M2 com deposição de nitreto de titânio a 420°C, por 3 horas, comprovando a profundidade da zona endurecida. ....	51
Figura 21 – Difração de Raios-X das amostras do aço AISI D2 sem nitretação, nitretadas a plasma convencional e em gaiola catódica, a 480 °C por 3 horas. ....	53
Figura 22 – Difração de Raios-X das amostras do aço AISI M2 sem nitretação, nitretadas a plasma convencional e em gaiola catódica, a 480 °C por 4 horas. ....	54
Figura 23 – Difração de Raios-X dos filmes obtidos por deposição de TiN a 420°C por 3h em amostras nitretadas: (a) D2 previamente nitretado em gaiola catódica, a 480°C por 3h e (b) M2 previamente nitretado em gaiola catódica, a 480°C por 4h. ....	55
Figura 24 – Gráfico de produtividade em kg das ferramentas D2 versus M2.....	57
Figura 25 – Aspecto da superfície de trabalho da ferramenta: (a) antes da nitretação e teste de desempenho e (b) nitretada e após o teste de desempenho. ....	59
Figura 26 – Aspecto da superfície de trabalho da ferramenta D2 com tratamento duplex após o teste de desempenho.....	60

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 - Classificação básica dos aços ferramenta. ....	8
Tabela 2 - Composição química nominal dos aços utilizados no estudo (% massa). ....	30
Tabela 3 – Composição da amostragem conforme fornecida. ....	31
Tabela 4 – Custos de ferramentas adquiridas pela Ferronorte Industrial. ....	32
Tabela 5 – Dimensões das gaiolas utilizadas no experimento. ....	33
Tabela 6 - Parâmetros de nitretação convencional ..... 37	37
Tabela 7- Parâmetros de nitretação com gaiola de aço inoxidável austenítico 304. ....	37
Tabela 8 - Parâmetros da deposição com gaiola de titânio ..... 38	38
Tabela 9 – Custo de produção. ....	61

**LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS**

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i> (Instituto Americano de Ferro e Aço)
Ar	Argônio
C	Carbono
Co	Cobalto
Cr	Cromo
CrN	Nitreto de cromo
Cu	Cobre
CVD	<i>Chemical Vapour Deposition</i> (Deposição Química de Vapor)
D2C	Nitretação a plasma convencional em aço AISI D2
D2D	Tratamento duplex (Nitretação com gaiola mais PVD) em aço AISI D2
D2G	Nitretação com gaiola em aço AISI D2
D2T	Aço ferramenta da série D2 termicamente tratado
DC	Corrente contínua
Duplex	Tratamento de nitretação a plasma e deposição de nitreto de titânio
Fe	Ferro
Fe <sub>2-3</sub> N	Nitreto de ferro
Fe <sub>4</sub> N	Nitreto de ferro
FeN	Nitreto de ferro
HRC	Dureza <i>Rockel C</i> - Unidade de medida de dureza
HSS	<i>High Speed Steel</i> (aço rápido)
HV	Dureza <i>Vickers</i> - Unidade de medida de dureza
kg	Quilograma
kgf	Quilograma-força - Unidade de medida de força
K <sub>a</sub>	Energia de ligação da camada K
M2C	Nitretação a plasma convencional em aço AISI M2
M2D	Tratamento duplex (Nitretação com gaiola mais PVD) em aço AISI M2
M2G	Nitretação com gaiola em aço AISI M2
M2T	Aço rápido da série M2 termicamente tratado
Mesh	Unidade de referência de granulometria
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura

mm	Milímetro - Unidade de medida de comprimento
Mn	Manganês
Mo	Molibdênio
MPa	<i>Megapascal</i> - Unidade de medida de pressão
PVD	<i>Physical Vapor Deposition</i> (Deposição Física de Vapor)
R\$	Reais
RPM	Rotações por minuto - unidade de medida de rotação
SAE	<i>Society of Automotive Engineers</i> (Sociedade de Engenheiros automotivos)
Si	Silício
TiN	Nitreto de titânio
torr	Unidade de medida de pressão
V	Vanádio
V	Volts
W	Tungstênio
Å	Angström
$\gamma'$	Nitreto de Ferro Fe <sub>4</sub> N
$\epsilon$	Nitreto de Ferro Fe <sub>2-3</sub> N
$\zeta$	Nitreto zeta
$\lambda$	Comprimento de onda
°	Graus - Unidade de medida de ângulo
°C	Graus Celsius - Unidade de medida de temperatura
$\mu\text{m}$	Micrômetro

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	2
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	7
2.1	AÇOS PARA APLICAÇÃO EM FERRAMENTAS .....	7
2.1.1	Aços Rápidos .....	8
2.1.2	Aço ferramenta AISI D2 .....	9
2.2	MODO DE FALHA DAS FERRAMENTAS .....	10
2.2.1	Desgaste Adesivo .....	12
2.2.2	Desgaste Abrasivo .....	13
2.2.3	Desgaste por fadiga .....	14
2.3	ENGENHARIA DE SUPERFÍCIES E PROCESSOS DE REVESTIMENTOS .....	15
2.4	NITRETAÇÃO .....	15
2.4.1	Nitretação a plasma .....	17
2.4.1.1	Processo de nitretação .....	18
2.4.1.2	Composição da camada e zona de difusão .....	20
2.4.2	Nitretação em gaiola catódica .....	23
2.4.3	Revestimentos duplex .....	25
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	30
3.1	MATERIAIS .....	30
3.2	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS E FERRAMENTAS .....	30
3.2.1	Obtenção e preparação das amostras .....	30
3.2.2	Obtenção e preparação das ferramentas .....	32
3.3	GAIOLAS UTILIZADAS .....	33
3.3.1	Preparação da gaiola .....	34
3.4	DISPOSITIVO DE DEPOSIÇÃO E NITRETAÇÃO POR PLASMA .....	34
3.5	NITRETAÇÃO E DEPOSIÇÃO POR PLASMA .....	35
3.5.1	Parâmetro do tratamento de nitretação convencional .....	37
3.5.2	Parâmetros do tratamento de nitretação com gaiola .....	37
3.5.3	Parâmetros do tratamento de deposição com gaiola .....	37
3.6	ANÁLISE DAS AMOSTRAS E FERRAMENTAS .....	38
3.6.1	Microdureza .....	38
3.6.2	Análise de Difração de Raios-X (DRX) .....	39

3.6.3	Desempenho das ferramentas .....	39
3.6.4	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	41
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>43</b>
4.1	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA .....	43
4.2	MICRODUREZAS DAS AMOSTRAS .....	47
4.3	ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	52
4.3.1	Difração das amostras nitretadas .....	52
4.3.2	Difração em tratamento duplex .....	55
4.4	AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO.....	56
4.4.1	Produtividade.....	56
4.4.2	Custo de produção.....	60
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>63</b>
<b>6</b>	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>66</b>

---

## **CAPÍTULO 1**

### **INTRODUÇÃO**

---



## 1 INTRODUÇÃO

Nas operações de conformação e corte, as solicitações mecânicas são elevadas e por isso exigem ferramentas fabricadas a partir de aços com propriedades especiais de resistência e tenacidade. Além disso, é de extrema importância se considerar as solicitações tribológicas a que a superfície de trabalho é solicitada. As superfícies dessas ferramentas necessitam de propriedades que minimizem os efeitos do desgaste. (PINEDO, 2011)

São conhecidos centenas de tipos de aços ferramenta com normas reconhecidas, porém os aços para ferramentas de trabalho a frio são a categoria mais importante, pois são usados para muitos tipos de ferramentas e matrizes e outras aplicações onde são necessárias alta resistência ao desgaste e baixo custo (BOURITHIS; PAPADIMITRIOU; SIDERIS, 2006), entre os quais, são mais utilizados na indústria metal-mecânica, aqueles que possuem suas propriedades e desempenhos conceituados ao longo do tempo, como por exemplo, os aços *AISI D2* e *AISI M2*. (ARAÚJO, 2015)

O aço ferramenta para trabalho a frio tipo D2 é amplamente utilizado em diversas situações, entre elas matrizes para estamparia e forjamento, ferramentais para corte e conformação de metais por possuir uma excelente combinação entre resistência mecânica (dureza elevada) e resistência ao desgaste. (CHIAVERINI, 2008; MENDANHA et al., 2008)

O aço rápido M2 é amplamente utilizado para fabricação de ferramentas de corte de todos os tipos, tais como machos, alargadores, cossinetes, fresas e brocas. Ele também é usado em aplicações de trabalho a frio face de sua excelente tenacidade e resistência ao desgaste. (CHIAVERINI, 2008)

Os principais objetivos da indústria de transformação de produtos siderúrgicos são minimizar custos, melhorar a qualidade do produto, aperfeiçoar o processo produtivo e aumentar a produtividade. Estes objetivos são possíveis com o estudo e a busca constante de

novas tecnologias (CARDOSO; DIAS; ROCHA, 2017). Com base na necessidade da indústria, a engenharia de superfície se destaca nesse cenário com a aplicação de filmes superficiais que permitem obter melhores propriedades em materiais metálicos (DAVIS, 2001), destacando-se a nitretação que compreende diversas técnicas de aplicação de filmes nas quais se introduz nitrogênio na superfície de um material. (BALLEES et al., 2004)

Entre todas as tecnologias de engenharia de superfície que são bem comprovadas cientificamente e tecnicamente para projetar a superfície de vários componentes de engenharia, a nitretação está entre as primeiras a serem aceitas e amplamente utilizadas pela indústria (DEVI; MOHANTY, 1998). A nitretação por plasma recebe grande atenção por ser um processo que assegura baixa distorção nos componentes nitretados e não polui o meio ambiente, tratando-se de um processo termoquímico para melhorar as propriedades da superfície, como resistência ao desgaste, resistência à corrosão e resistência à fadiga de vários aços de engenharia. (LEE; PARK; PARK, 2006)

A nitretação a plasma em gaiola catódica, evolução da técnica de nitretação a plasma convencional, é um método que vem sendo utilizado para o aprimoramento de características superficiais de vários materiais (NAEEM et al., 2017). Os principais benefícios consistem em minimizar as limitações ou defeitos provenientes da nitretação convencional como efeito de borda, abertura de arcos e efeito de cátodo oco em amostras com geometria complexa (ALVES JR. et al., 2006; DE SOUSA et al., 2015a). Nessa técnica, as amostras são mantidas no interior de uma gaiola e sobre uma placa isolante. Esse mecanismo é baseado em pulverização catódica (sputtering) e redeposição do metal da gaiola. (NAEEM et al., 2017)

Outro tratamento com excelentes resultados na aplicação em ferramentas é o tratamento duplex que consiste em associar um tratamento preliminar de nitretação a plasma e a deposição física de vapor – PVD, produzindo um substrato de aço nitretado e um revestimento PVD rígido de alta dureza, resistência ao desgaste e à fadiga, aliado a

capacidade substrato nitretado em suportar ciclos de carregamentos (ROUSSEAU et al., 2015). Além disso, exibem estabilidade térmica e baixo atrito. O nitreto de titânio (TiN) é um dos revestimentos de PVD mais utilizados. O PVD tem a vantagem de ser realizado em baixa temperatura de processamento e não alterar significativamente a dimensão do substrato. (BASHIR et al., 2017)

Na indústria de transformação onde foram realizados os testes de desempenho, o processo de estampagem de pregos corresponde a 38% do custo com ferramental de desgaste e cerca de 12% do custo total de produção (FERRONORTE INDUSTRIAL, 2017). Diante disso, essa pesquisa se justifica com base no entendimento de que as grandes empresas estão cada dia mais focadas na ideia de produzir com o menor custo possível, mas com altos índices de qualidade. (CARDOSO; DIAS; ROCHA, 2017)

O trabalho proposto foi desenvolvido com a utilização do aço *AISI* M2 que possui amplo emprego como material de ferramentas de corte e conformação e do aço *AISI* D2 largamente empregado na fabricação de ferramentas de conformação, guias e rolos de tração. Ferramenta e amostras de aço *AISI* D2 e M2 temperadas e revenidas foram submetidas aos tratamentos de nitretação convencional a plasma e com gaiola catódica a 480°C. A deposição de TiN sobre amostras previamente nitretadas, foi efetuada na temperatura de 420°C por 3 h, caracterizando o tratamento duplex. As propriedades mecânicas das camadas das amostras foram obtidas por meio de microdureza superficial e perfil de microdureza Vickers. A caracterização microestrutural por MEV possibilitou a observação da camada de compostos, e a identificação das fases presentes foi realizada por Difração de Raios-X (DRX) com radiação Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1.54184 \text{ \AA}$ ). O desempenho das ferramentas foi quantificado com a produção de pregos na planta da Ferronorte Industrial e o custo de produção foi determinado com base nos preços da ferramenta e da nitretação definidos pelo fornecedor de ferramentas

da empresa. Com o resultado dos testes foi possível analisar as propriedades e composição da camada depositada nas amostras, correlacionando-as com o desempenho obtido.

O objetivo do trabalho é avaliar o efeito desses tratamentos no desempenho de ferramentas de conformação e estampagem de pregos, buscando o aumento da vida útil das ferramentas e a redução do custo de fabricação com a identificação do melhor custo-benefício entre os aços e tratamentos testados no sentido de demonstrar a viabilidade da aplicação do método no setor industrial.

---

## **CAPÍTULO 2**

### **REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

---

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 AÇOS PARA APLICAÇÃO EM FERRAMENTAS

Aços para ferramentas constituem uma das bases do desenvolvimento dos processos industriais. Com a Revolução Industrial e sua evolução ao longo do século XIX, acelerou-se a busca por ferramentas que pudessem ser utilizadas por períodos mais longos com solicitações mais exigentes e com melhor desempenho. (SILVA; MEI, 2006)

Uma seleção do aço ferramenta para trabalhar sob condições de corte, prensagem, estampagem, matrizes, punções para recalque, extrusão e outras aplicações, seja em operações a frio ou a quente (OLIVEIRA, 2018) é importante na garantia de uma maior vida da ferramenta, porém em cada caso deve ser julgada juntamente com os fatores: produtividade, facilidade de fabricação e custo. O critério final da seleção será, obviamente, o custo de ferramenta por peça por ela produzida. (SILVA; MEI, 2006)

Os aços ferramenta são classificados conforme suas características metalúrgicas principais ou conforme com sua aplicabilidade. A classificação mais utilizada é a AISI (American Iron and Steel Institute). A Tabela 1 mostra os principais tipos de aços ferramenta e o respectivo símbolo.

Tabela 1 - Classificação básica dos aços ferramenta.

<b>Classificação ASTM</b>	<b>Características</b>	<b>Símbolo</b>
<b>Aços resistente ao choque</b>	Médio Carbono	S
<b>Aços para trabalho a frio</b>	Têmpera em H <sub>2</sub> O e baixa Liga	W
	Endurecido ao óleo	O
	Endurecido ao Ar e média liga	A
	Alto C, Alto Cr para matrizes	D
<b>Aços para moldes de plástico</b>	Baixo Carbono	P
<b>Aços para trabalho a quente</b>	Ligados ao Cr e W	H
<b>Aços rápidos</b>	Ligado ao Mo	M
	Ligado ao W	T

Fonte: (MESQUITA, 2016)

Na indústria de transformação de produtos siderúrgicos, são comumente utilizados aços para ferramentas de corte e conformação. Dentre os mais conceituados e amplamente utilizados, devido ao conhecido desempenho destes na indústria, estão os aços ferramenta *AISI D2* e o *AISI M2*.

### 2.1.1 Aços Rápidos

Os aços rápidos são assim chamados devido a capacidade que possuem de resistir a ação do calor, permitindo o emprego de grandes velocidades em operações com ferramentas (CHIAVERINI, 2008). São amplamente utilizados em operações de corte por cisalhamento e usinagem, cilindros de laminação de roscas e laminas de serra devido a elevada dureza no estado temperado/revenido (SILVA; MEI, 2006). Outras aplicações dos aços rápidos são aquelas em que a resistência ao desgaste e resistência mecânica sejam requisitos (ARAÚJO FILHO et al., 2017). A característica mais importante comum aos aços rápidos é a capacidade

de manter a dureza elevada a altas temperaturas, normalmente a 58 HRC a 550° e a 55HRC a 600°C, o que lhes permite continuar ainda em operação. Outras características importantes são resistência ao desgaste e abrasão, estabilidade dimensional e boa tenacidade.

O tratamento de têmpera e revenido destes aços visa a aproveitar ao máximo todos os mecanismos de aumento da resistência disponíveis. A quantidade de carbonetos dissolvidos durante a austenitização define o potencial de reprecipitação de carbonetos durante o revenimento. Estes carbonetos são responsáveis pela ocorrência de endurecimento por precipitação, que dá origem ao endurecimento secundário observado no revenimento. (SILVA; MEI, 2006)

Existem duas classes de aços rápidos: aços rápidos ao molibdênio ou grupo M e ao tungstênio ou grupo T. Além desses, existem dois subgrupos com adição de cobalto, os do tipo W-Co e Mo-Co, que aumenta significativamente a resistência à perda de dureza (ROBERTS; KRAUSS; KENNEDY, 1998). Esses grupos são equivalentes no desempenho incluindo a capacidade de endurecimento, porém os do grupo M produzem menor custo inicial. Os aços contendo cobalto têm se tornado de aplicação restrita, devido à escassez de cobalto no mercado mundial. O aço M2 (contendo molibdenio e tungstênio) se caracterizou como um dos mais populares. (SILVA; MEI, 2006)

### 2.1.2 Aço ferramenta AISI D2

Os aços ferramenta para trabalho a frio podem ser de alta, média e baixa liga e compreendem as séries D, A, O e W. Seus altos teores de carbono potencializam os valores de dureza, aumentando a resistência ao desgaste. A principal diferença são os elementos de liga presentes, que afetam a quantidade e a distribuição dos carbonetos na matriz. (MESQUITA, 2016)



A composição química básico aço D2 é composta por: Fe-1,55%C-12,0%Cr, com adições dos elementos de liga Mo e V da ordem de 1,0% para melhorar a resposta ao tratamento térmico. A formação da austenita ( $\gamma$ ) durante a solidificação, na qual o líquido sofre uma reação eutética para:  $\gamma + M_7C_3$  é um aspecto muito importante, já que, os carbonetos eutéticos são os principais responsáveis pela elevada resistência ao desgaste e também o caracteriza com um aço “ledeburítico”. (MENDANHA et al., 2008)

O aço *AISI* D2 é um dos mais amplamente utilizados na indústria metal mecânica para a fabricação de ferramentas de conformação e corte a frio, como matrizes para estampagem, feiras para trefilação, centros para tornos, punções e outros, por combinar resistência mecânica e ao desgaste. (SILVA; MEI, 2006)

A resistência à fratura pode ser afetada pelos ciclos de tratamentos térmicos utilizados na têmpera e revenimento. A temperatura de austenitização e as condições de revenimento devem ser cuidadosamente controladas para manter a melhor combinação entre dureza, resistência ao desgaste e resistência à fratura.

Por fim, os tratamentos superficiais têm desempenhado um papel importante e crescente para engenharia de superfície de ferramentas de trabalho a frio, buscando o máximo desempenho em desgaste através de processos de tratamentos superficiais como: nitretação sob plasma, revestimento PVD ou uma combinação de ambos em tratamentos dúplex. (MENDANHA et al., 2008)

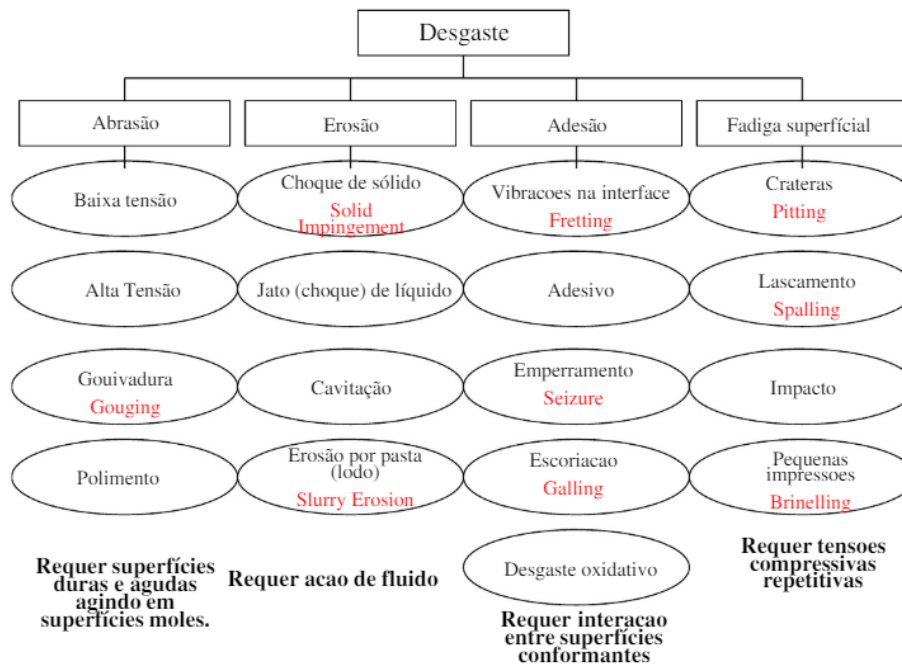
## 2.2 MODO DE FALHA DAS FERRAMENTAS

Os mecanismos de falha nas ferramentas de conformação a frio durante operações de conformação de metais são classificados basicamente em cinco tipos: deformação plástica, desgaste, lascamento, trinca catastrófica e aderência. Nesse sentido, o desempenho dessas ferramentas está relacionado a propriedades mecânicas como resistência ao desgaste, tensão

limite de escoamento, tenacidade à fratura e módulo de elasticidade. Dependendo do tipo de solicitação que ocorre nas ferramentas durante a conformação, é necessário que o material tenha propriedades como alta dureza e elevada tenacidade à fratura, já que, cargas de impacto são produzidas podendo ocasionar microtrincas internas ou superficiais e conseqüentemente a falha na ferramenta. Essas microtrincas podem ser consideradas estáveis se a tenacidade à fratura for suficientemente elevada. (BRESSAN; GILAPA; DAROS, 2007)

O desgaste pode ocorrer na forma de perda de material ou dano superficial (PAZ, 2016). Como diferentes tipos de desgaste ocorrem em máquinas e ferramentas, muitos tipos diferentes de testes de desgaste foram desenvolvidos para avaliar os efeitos do desgaste em materiais e tratamentos de superfície. Conseqüentemente, a seleção do tipo certo de teste de desgaste para cada investigação é importante para obter dados de engenharia úteis e significativos (DAVIS, 2001). Contudo, tais ensaios permitem apenas a classificação dos materiais quanto à resistência ao desgaste sob um conjunto específico de condições, mas não fornecem nenhuma informação referente ao desempenho dos materiais nas diferentes condições encontradas nas diversas aplicações. Vale ressaltar que uma variedade enorme de condições pode gerar diferentes modos de desgaste dos materiais e a solução de um problema de desgaste de um material depende fortemente da identificação da natureza deste problema, ou seja, não depende apenas do material, mas depende de todo o sistema tribológico (sistema composto pelos materiais envolvidos no processo, o tipo de movimento relativo entre os corpos e o ambiente) e dependendo dos parâmetros do sistema tribológico, diferentes mecanismos de desgaste podem ocorrer (ZEPON, 2013). A Figura 1 mostra os processos de desgaste em quatro categorias definidos por Budinski, ou seja, abrasão, erosão, adesão e fadiga superficial.

Figura 1 - Classificações dos tipos de desgaste e modos de falha, segundo Budinski (ASM, 2011).



Fonte: Adaptado de Davis (2001)

Em geral o desgaste de uma ferramenta é proveniente de uma combinação de dois ou mais mecanismos de desgaste, como por exemplo, o desgaste por deslizamento e desgaste por impacto em prensas de impressão, ou desgaste erosivo e desgaste abrasivo em parafusos de máquinas de extrusão para plásticos. Apesar de existirem uma gama de mecanismos, o desgaste das ferramentas de conformação é mais frequente através dos mecanismos de deslizamento (ou adesão), por abrasão e por fadiga superficial causada por impacto. (DAVIS, 2001)

### 2.2.1 Desgaste Adesivo

O mecanismo de desgaste adesivo ocorre como movimento deslizante entre dois corpos durante o processo tribológico, ocasionando a deformação plástica da superfície mais macia e a remoção de partículas ou camadas de tamanho atômico para formar partículas de

desgaste. Esse fato faz com que o acabamento da ferramenta se torne mais grosseiro a ponto de perder seu fio de corte ou de gerar um acabamento insatisfatório na peça conformada (MISHINA; HASE, 2019). Durante o processo, sucessivas camadas do material da peça se soldam sobre a superfície da ferramenta devido à baixa temperatura e alta pressão, sendo posteriormente endurecidas devido ao encruamento (COROMANT, 1994). Quando esta estrutura é rompida por cisalhamento, produz-se uma "partícula transferida". Existe transferência mútua de material até que o elemento transferido alcance um tamanho considerável, estando composto de uma mistura de material de ambas as superfícies. Como a resistência de adesão da "partícula transferida" sobre a aspereza a qual está unida não é necessariamente tão grande como a do material base, ela pode ser removida por impacto contra as rugosidades da superfície oposta. Esta seria a etapa final, que resultaria na formação da "partícula de desgaste" e atuando como um abrasivo contra a superfície do material, gera um mecanismo de desgaste abrasivo. (BARWELL, 1983)

### 2.2.2 Desgaste Abrasivo

Quando uma superfície dura e rugosa ou uma superfície contendo partículas duras desliza sobre outra superfície mais macia, causando sulcos, ocorre o chamado desgaste abrasivo. Outro fator importante no desgaste abrasivo é o ângulo de ataque da partícula, ou seja, o desgaste pode variar de moderado para severo conforme o ângulo de ataque da partícula abrasiva (HUTCHINGS, 1992). Esta forma de desgaste em metais é muito frequentemente causada por materiais não metálicos, porém partículas metálicas também podem causar abrasão. Geralmente a superfície é severamente desgastada e arranhada por partículas duras, causando uma falha na superfície do material (PAZ, 2016). A capacidade do material da ferramenta de resistir a este mecanismo de desgaste está ligada a sua dureza à alta

temperatura e ao ponto de fusão da mesma. Com o aumento da temperatura a dureza do material da ferramenta tende a diminuir, e isto acontece quando aumenta-se a velocidade de trabalho da ferramenta (YAMAMOTO; OLSSONB; HOGMARK, 1994). Uma grande dificuldade na prevenção e controle do desgaste abrasivo é que o termo “desgaste abrasivo” não descreve precisamente o mecanismo de desgaste envolvido, isto é, não descreve de que maneira as partículas abrasivas removem o material da superfície do outro corpo (ZEPON, 2013). Os modos de falha no desgaste abrasivo podem ser por baixa tensão, alta tensão, goivagem ou polimento conforme ASM 2011. (PAZ, 2016)

### 2.2.3 Desgaste por fadiga

Nos mecanismos de adesão e abrasão não são necessários ciclos repetidos de contato entre as superfícies para gerar as partículas abrasivas. Em outros casos, existe um certo número de ciclos e o desgaste gerado depois desses ciclos é chamado de desgaste por fadiga. O desgaste por fadiga é o processo de mudança localizada, permanente e progressiva na estrutura, que ocorre no material sujeito a flutuações de tensões e deformações que pode culminar em trincas ou completa fratura depois de um número suficiente de flutuações” (ASTM E1823-13, 2013). Está aproximadamente relacionado ao fenômeno geral da fadiga e similarmente sujeito a um período de incubação antes do aparecimento dos danos. O desgaste ocorre principalmente pela remoção do material da superfície por ação mecânica. Entretanto, em muitos casos, a ação química sobre a superfície pode afetar o processo do desgaste mecânico. Quando em temperatura ambiente, denomina-se fadiga de contato e, acima de 100 graus Celsius, fadiga térmica (PAZ, 2016). Dentre os modos de falhas que fazem parte do mecanismo de desgaste por fadiga de contato, conforme classificação de Budinski, pode se destacar o modo de falha por impacto que se caracteriza como desgaste de uma superfície

sólida resultante de colisões repetidas entre essa superfície e outro corpo sólido, onde algum componente do movimento é perpendicular ao plano tangencial de contato. Esse mecanismo fornece energia cinética para impulsionar o mecanismo de abrasão. (DAVIS, 2001)

### 2.3 ENGENHARIA DE SUPERFÍCIES E PROCESSOS DE REVESTIMENTOS

Engenharia de superfície é um termo usado para definir a ampla gama de tecnologias que visam projetar e modificar as propriedades de superfície dos componentes de engenharia. As tecnologias de superfície desempenham um papel importante no aumento da vida útil dos componentes. Aplicando estes métodos, é possível produzir uma camada superficial dura e, portanto, resistente ao desgaste em um componente dúctil. Processos de modificação de superfície são aplicáveis para controlar o atrito, melhorar o desgaste da superfície e a resistência à corrosão e alterar as propriedades físicas ou mecânicas do componente. (BARSHILIA et al., 2012; SIDDIQUI, 2017)

### 2.4 NITRETAÇÃO

O processo de nitretação foi desenvolvido como um método de endurecimento superficial sem distorções para peças fabricadas em aço e envolve a difusão de nitrogênio na superfície do componente para formar nitretos. O processo é tipicamente usado para aços com elementos de liga (alumínio, molibdênio, cromo e manganês) que formam nitretos estáveis (SIDDIQUI, 2017). O tratamento é utilizado também em outros metais e ligas como as de titânio e alumínio, por exemplo (PESSIN et al., 2000). A profundidade na qual os nitretos são formados no aço depende de vários fatores, como a temperatura e o tempo

permitido para a reação. Após o processo de nitretação, o componente é resfriado lentamente. (SIDDIQUI, 2017)

A nitretação pode ser classificada em três tipos de processos, conforme o meio usado para o tratamento. Os tipos são: nitretação gasosa, nitretação líquida e nitretação a plasma (ou iônica). Na nitretação gasosa, uma atmosfera de amônia é dissociada liberando nitrogênio para difundir na peça a ser nitretada. O processo em meio líquido consiste em colocar a peça a ser nitretada em um banho de sais do tipo cianetos, que vão liberar nitrogênio. A peça é então tirada e lavada com água para remover o excesso de sais e em seguida esfriada (ALVES JR, 2001). A nitretação a plasma é realizada em uma atmosfera contendo nitrogênio a baixa pressão. Um campo elétrico é aplicado, permitindo com que o gás de trabalho seja ionizado e excitado formando um estado plasmático constituído de íons, elétrons e átomos neutros. (PESSIN et al., 2000)

A nitretação é realizada a temperaturas abaixo da temperatura de transformação dos aços ligados, de modo que, com técnicas de fabricação adequadas, há pouca ou nenhuma distorção. As peças a serem nitretadas são tratadas termicamente para se obter o nível de resistência adequado ao substrato. As partes são então expostas ao nitrogênio ativo em uma temperatura cuidadosamente controlada, tipicamente na faixa de 400 a 600 ° C. Esta temperatura está geralmente abaixo da temperatura final de revenido do aço, de modo que a nitretação não afeta as propriedades mecânicas (principalmente a tenacidade) do metal base (SIDDIQUI, 2017). Em geral a nitretação em ferramentas de aço é realizada com o objetivo de melhorar as propriedades da superfície, tais como: dureza, resistência ao desgaste, a fadiga e a corrosão. (COROMANT, 2003; DEVI; MOHANTY, 1998)

### 2.4.1 Nitretação a plasma

Entre todas as tecnologias de engenharia de superfície assistida por plasma que são bem comprovadas cientificamente e tecnicamente, a nitretação a plasma está entre as primeiras a serem aceitas e amplamente utilizadas pela indústria. As primeiras aplicações práticas da nitretação a plasma foram realizadas por Berghaus há mais de 50 anos. (DEVI; MOHANTY, 1998)

A nitretação a plasma é um tratamento de superfície termoquímico amplamente utilizado para melhorar as propriedades tribomecânicas dos componentes de engenharia pela modificação de sua microestrutura superficial. A difusão de nitrogênio modifica a microestrutura da superfície (até uma determinada profundidade), promovendo a formação de nítretos constituídos dos elementos metálicos do substrato e produzindo camadas duras com propriedades mecânicas melhoradas. Não só a dureza e resistência ao desgaste são melhoradas, mas também a resistência à corrosão e fadiga pode ser aumentada pelo mesmo tratamento. (AKBARI et al., 2010; ALPHONSA et al., 2002)

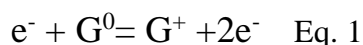
O plasma também caracterizado como "descarga elétrica", "descarga gasosa" ou "descarga luminescente" é usado para descrever uma ampla variedade de substâncias macroscopicamente neutras contendo muitos elétrons livres, íons positivos, íons negativo, átomos e moléculas que interagem e exibem comportamento coletivo devido às forças de Coulomb de longo alcance (BITTENCOURT, 2004). Na média, um plasma é eletricamente neutro, sendo que qualquer desbalanceamento de carga resultará em campos elétricos que tendem a mover as cargas de modo a restabelecer o equilíbrio.

O grau de ionização é um dos parâmetros importantes para caracterizar o plasma, o qual é a fração das espécies neutras originais que foram ionizadas. Quando seu valor é menor



que a unidade, se diz que o plasma é fracamente ionizado e também denominado de plasma frio. Este é o plasma que faz parte do processo de nitretação iônica.

Durante a geração do plasma, os elétrons e os íons são acelerados através de um campo elétrico, fazendo com que estes colidam com outras partículas, produzindo mais íons e elétrons, conforme reação da equação 1.

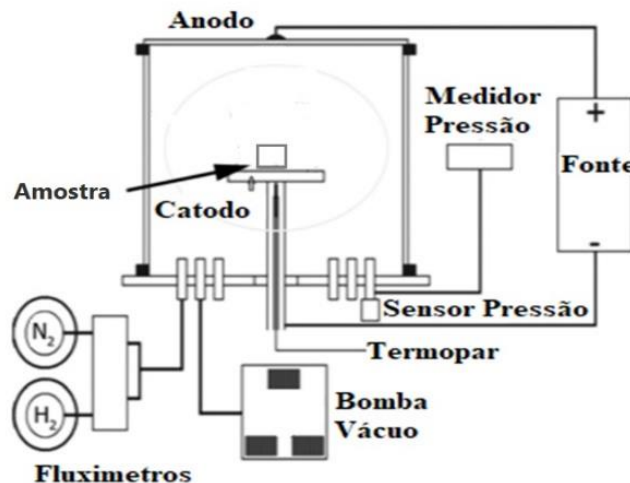


Onde  $G^0$  corresponde a uma espécie do gás no estado fundamental e  $G^+$  representa um íon do gás. (ALVES JR, 2001)

#### 2.4.1.1 Processo de nitretação

A Figura 2 mostra um esquema da disposição do equipamento necessário para a nitretação a plasma. Os principais elementos são o reator a vácuo, a fonte de tensão e o sistema de distribuição de gás com um painel de mistura de gás ou outros controles de fluxo de massa. Também é necessário um suporte de trabalho ou porta-amostra para garantir o isolamento elétrico entre a amostra e a parede do reator, saídas para medidas de pressão, temperatura e outras variáveis para o controle do processo. Sistema de aquecimento auxiliar e um sistema de resfriamento rápido também podem ser incluídos. (BALLEES et al., 2004; MAHBOUBI, 1995)

Figura 2 - Esboço de um equipamento típico de nitretação a plasma.

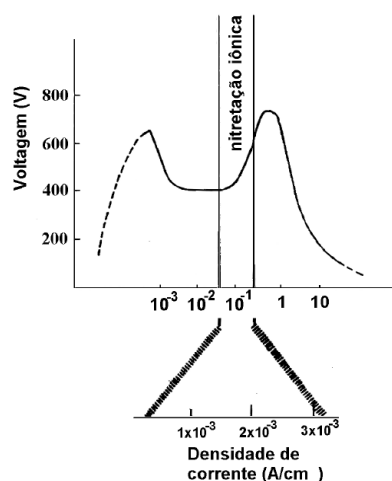


Fonte: Adaptado de (DE SOUSA et al., 2015a)

A bomba de vácuo é acionada até uma pressão de aproximadamente 0,1 torr e evacua o reator de qualquer possível contaminação de gases. No sistema, um potencial de DC que pode ter um valor de cerca de 400 a 1200 volts, é aplicado entre o porta-amostra (cátodo com potencial negativo) e a parede do reator (ânodo com potencial positivo) (MAHBOUBI, 1995). Essa corrente é capaz de fornecer energia suficiente para o aquecimento da peça a ser nitretada a uma temperatura entre 300 e 600 °C (ALVES JR, 2001). O gás nitretante é introduzido, em geral uma mistura de N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>, através do sistema de distribuição de gás, e fornece taxas de mistura e de fluxo adequadas para manter a pressão de trabalho necessária (MAHBOUBI, 1995), geralmente entre 1-20 torr. (ALVES JR, 2001)

O brilho, resultante de uma descarga elétrica, de cor rosa devido a presença do gás e do material do cátodo (geralmente aço) e de pequena intensidade em baixas pressões, fica mais intenso e localizado em torno do cátodo à medida que a pressão é aumentada. Esse ajuste permite atingir uma condição de descarga favorável à nitretação e conseqüentemente ao processo de revestimento do cátodo e da peça a ser nitretada, como é mostrada na curva de voltagem versus corrente da Figura 3.

Figura 3 - Condição onde ocorre a nitretação iônica.



Fonte: Adaptado de (ALVES JR, 2001)

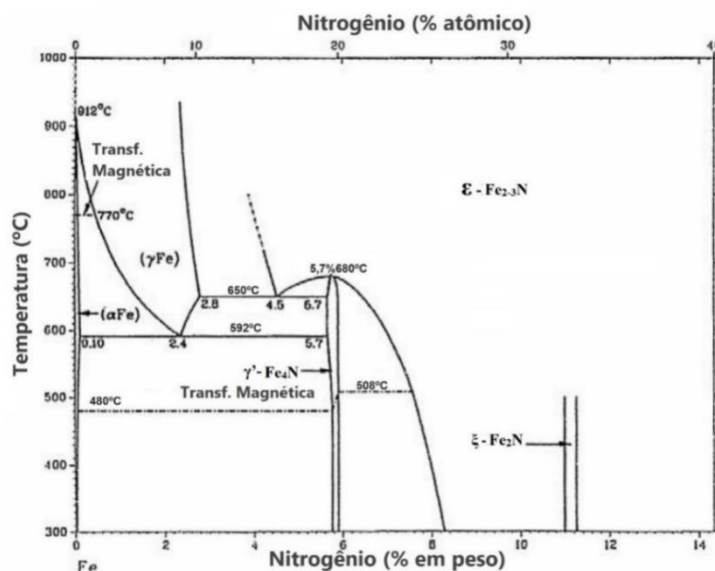
Uma vez estabelecida uma descarga de incandescência, as partículas ionizadas são aceleradas em direção ao cátodo carregado negativamente e às amostras a serem tratadas. Após colisão com as amostras, as partículas carregadas fornecem energia cinética que promove o aquecimento necessário. Esse mecanismo de aquecimento geralmente é eficiente e suficiente para anular qualquer necessidade de outra fonte de aquecimento. A temperatura é monitorada com um termopar e a polarização da fonte de alimentação pode ser ajustada de forma que as amostras permaneçam na temperatura de nitretação (HUBBARD, 2007). A partir daí é contado o tempo de duração do processo. Após este tempo, a fonte é desligada e a peça é deixada resfriar naturalmente. (ABREU, 2018)

#### 2.4.1.2 Composição da camada e zona de difusão

O nitrogênio se dissolve nos interstícios octaédricos do ferro- $\alpha$  usando uma das muitas técnicas de nitretação possíveis. Quando o conteúdo de nitrogênio da superfície atinge o limite de solubilidade de 0,1% em peso de nitrogênio, para as temperaturas normalmente

usadas na nitretação (400-500°C), então o  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N começa a precipitar, conforme expresso no diagrama Fe-N da Figura 4. (COROMANT, 2003; HUBBARD, 2007)

Figura 4– Diagrama de fase Fe-N.



Fonte: Adaptado de (SILVA; MEI, 2006)

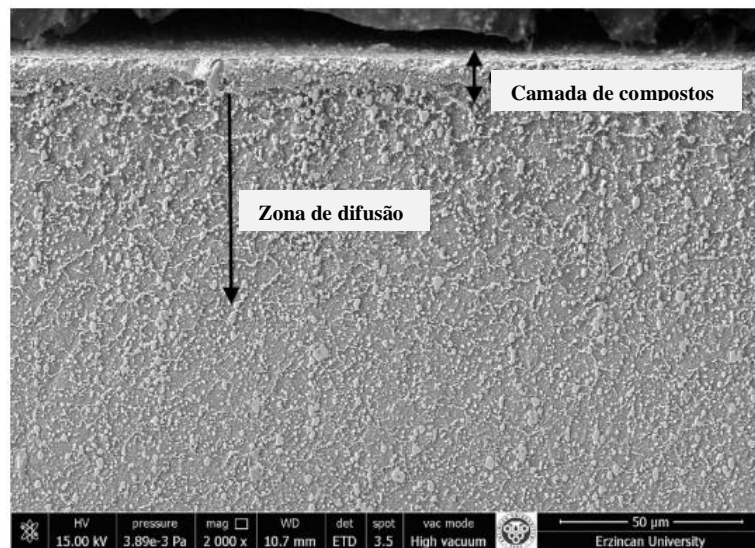
Com a maior difusão do nitrogênio, o volume de precipitados de  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N aumenta de tal forma que eventualmente a superfície forma uma camada contínua de  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N a uma concentração de nitrogênio de cerca de 5,7% em peso. Quando essa concentração é excedida, os nitretos  $\epsilon$ -Fe<sub>2.3</sub>N, de estrutura hexagonal, começaram a precipitar. Isso resulta na formação de uma fase dupla (ou composta), que consiste em  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e  $\epsilon$ -Fe<sub>2.3</sub>N e é susceptível à fratura devido a diferença entre o coeficiente de expansão térmica e a fraca adesão entre as duas fases (HUBBARD, 2007; XIAOLEI et al., 1996). Para temperaturas inferiores a 500°C e composição de nitrogênio de cerca de 11%, a fase  $\xi$ -Fe<sub>2</sub>N com célula unitária ortorrômbica, começa a se formar (EDENHOFFER, 1974). Esses são os nitretos que formam a camada de compostos ou camada branca.

Nesse sentido, a camada de compostos pode ser formada por nitretos  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N,  $\epsilon$ -Fe<sub>2.3</sub>N ou ainda pela composição das duas fases (FERKEL et al., 2003). A fase  $\epsilon$ -Fe<sub>2.3</sub>N é

melhor para aplicações onde a resistência ao desgaste e à fadiga é requerida, porém sem choque. A fase  $\gamma'$ - Fe<sub>4</sub>N apresenta menor dureza e menor resistência ao desgaste, mas com excelente tenacidade, sendo recomendada para aplicações onde se exige resistência ao choque e cargas severas (SILVA; MEI, 2006). A formação e crescimento das respectivas estruturas pode ser controlada pela composição do gás de tratamento, pela magnitude do potencial de nitrogênio e de carbono do plasma. É possível, quando desejado, eliminar camada de compostos pela redução da razão de nitrogênio e hidrogênio na mistura durante a nitretação. (PRASS; FONTANA; RECCO,2017)

Abaixo da camada de compostos está a zona de difusão, caracterizada pelo perfil de composição do elemento nitrogênio ao longo da profundidade da mesma. Uma micrografia da seção transversal de uma amostra nitretada pode ser vista na Figura 5.

Figura 5 - Micrografia óptica mostrando a microestrutura de uma camada nitretada em aço ferramenta *AISI M2*.



Fonte: Adaptado de (HACISALIOGLU; YILDIZ; ALSARAN, 2017)

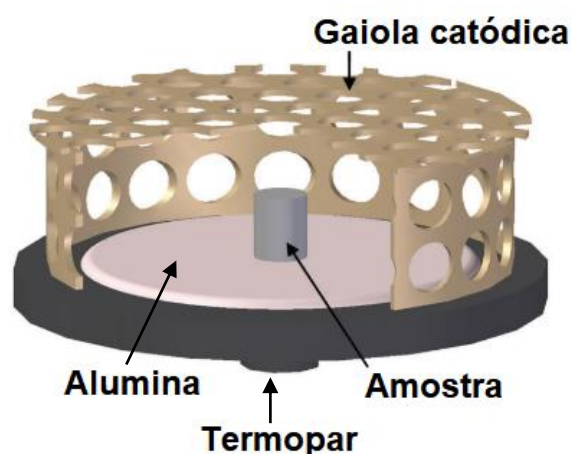
Classicamente esta zona é composta de nitrogênio intersticial dissolvido na rede Ferro-  $\alpha$ , na forma de nitretos de ferro ou de nitretos de elementos de liga finamente dispersos (HUBBARD, 2007; ZAMBON et al., 2010), os quais são consequência da presença de fortes

elementos formadores de nitreto, como Al, Cr, Mo, Ti, Mn, Si e V no substrato de aço. A dureza na zona de difusão, conforme observada por Edenhofer1976, depende da quantidade de elementos de liga no aço. Além disso, aços de alta liga produzem uma profundidade reduzida de endurecimento após tratamento de nitretação devido à precipitação de nitretos de liga que restringem ainda mais a difusão de nitrogênio no substrato. (HUBBARD, 2007)

#### 2.4.2 Nitretação em gaiola catódica

A nitretação em gaiola catódica é uma técnica que utiliza uma gaiola cilíndrica com furos igualmente espaçados e uma tampa circular com furos similares (GUIMARÃES, 2018). Em seu protótipo inicial, utilizou-se uma chapa de aço inoxidável austenítico 316 de 0,8 mm de espessura com furos de 8 mm de diâmetro e distância entre os centros de furos adjacentes de 9,2 mm (SOUSA et al., 2008). A figura 6 mostra a disposição da amostra no interior da gaiola, que permanece eletricamente isolada sobre um disco isolante de alumina.

Figura 6 - Esquema mostrando a disposição da gaiola catódica no porta-amostra e o isolamento da amostra com disco de alumina.



Fonte: Adaptado de (RIBEIRO et al., 2014)

Quando uma diferença de potencial é aplicada em relação às paredes da câmara, a gaiola funciona como um cátodo e o plasma é formado sobre toda a superfície externa da gaiola (DE SOUSA et al., 2015a). A Figura 7 mostra o aspecto visual do plasma formado sobre a gaiola com intensificação luminosa do plasma em cada furo da gaiola. Este efeito, típico do cátodo oco, apresenta um direcionamento da região luminescente do plasma para fora dos furos da gaiola e evita a formação de um campo elétrico no seu interior (ALVES JR, 2001). Este fenômeno sugere que o sputtering dos átomos colide com a superfície da gaiola, o que evita danos sobre a superfície das amostras. Dessa forma, a gaiola funciona como múltiplos cátodos cilíndricos promovendo a sobreposição das camadas depositadas e consequentemente a formação de um filme uniforme. (SOUSA et al., 2009)

Figura 7- Aspecto visual da formação do plasma na superfície da gaiola.



Fonte: Adaptado de (GUIMARÃES, 2018)

Por meio da radiação emitida pelo plasma, a amostra é aquecida até a temperatura de tratamento (DE SOUSA et al., 2015b). O gás reativo da atmosfera do plasma e os átomos arrancados da superfície da gaiola podem se combinar formando compostos que se depositam na superfície a ser nitretada. Nesse sentido, o filme depositado depende do material que foi utilizado para confecção da gaiola. (SERRA, 2018)

Essa técnica foi desenvolvida pelos pesquisadores do Laboratório de Plasma da UFRN (Patente PI0603213-3) e diferente da nitretação convencional, possibilita a nitretação

de peças com geometria complexas sem o efeito de cátodo oco. Entre outras vantagens da técnica tem-se a formação de uma camada uniforme e conseqüentemente uma menor rugosidade média. A abertura de arco e o efeito de borda também são eliminadas, já que, o plasma é formado na gaiola e não diretamente sobre a amostra. (GUIMARÃES, 2018; SERRA, 2018; SOUSA et al., 2009)

### 2.4.3 Revestimentos duplex

O revestimento duplex consiste em um processo, no qual um substrato de aço é nitretado e posteriormente recebe um revestimento PVD/CVD rígido (ROUSSEAU et al., 2015). Esses filmes finos são camadas de poucos microns e até nanômetros. Na indústria, eles são amplamente aplicados em setores, tais como, automotivo, aeroespacial, médica embalagens e outros (MACHUNO et al., 2016), podendo exibir alta dureza superficial, excelente resistência a corrosão e ao desgaste, combinados com a resistência à fadiga e ao carregamento (compressão) do substrato nitretado. (MACHUNO et al., 2016; ROUSSEAU et al., 2015)

Os dois principais grupos de técnicas de deposição são: Deposição Física de Vapor-PVD e Deposição Química de Vapor - CVD. (SERRA, 2018)

O processo de deposição física a vapor ou Physical Vapor Deposition – PVD forma uma camada no substrato por deposição física de átomos, íons ou moléculas do elemento a ser depositado, dando origem dessa forma um revestimento. As técnicas de PVD de maior destaque são: evaporação térmica, pulverização catódica (sputtering) e íons, sendo as duas primeiras mais utilizadas. O PVD é vantajoso por seu uso em baixas temperaturas, em torno de 500°C, o que traz benefícios como a obtenção de revestimentos com granulometria mais



fina; a possibilidade de revestir substratos de aço-rápido; a prevenção da formação da fase “eta” e a possibilidade de revestir cantos vivos. (SANTOS; SALES, 2007)

Deposição química de vapor ou Chemical vapour deposition (CVD) é o método de depósito sólido que forma uma película fina a partir do material de uma fase gasosa. Durante o processo, o substrato é revestido por esse material que é adicionado no reator, na forma de um vapor com uma temperatura adequada. No reator, há duas possibilidades: a reação ocorre entre o gás e o substrato ou é decomposta e depositada no substrato. O material do revestimento deve ser volátil e estável para ser facilmente convertido para a fase gasosa e depois revestir o substrato. O CVD usa altas temperaturas na faixa de 450 ° C a 1050 ° C, o que pode ser limitante para aplicação em substratos de baixo ponto de fusão ou em ferramentas tratadas e baixas temperaturas de revenimento. Hidretos como SiH<sub>4</sub>, GeH<sub>4</sub>, NH<sub>3</sub>, halogenetos, carbonilos metálicos, alquilos metálicos e alcóxidos metálicos são alguns dos precursores. A técnica CVD é muito aplicada na produção de revestimentos, semicondutores, chips, compósitos, nanomáquinas, fibras ópticas, catalisadores, etc. (SIDDIQUI, 2017)

Entre estes métodos de revestimento, o PVD é mais vantajoso devido à baixa temperatura de processamento e não alterar significativamente a dimensão do substrato. O nitreto de titânio (TiN) é um dos revestimentos de PVD mais utilizados (BASHIR et al., 2017) e apresenta uma gama de aplicações devido à sua alta dureza, boa condutividade térmica e elétrica e resistência à corrosão (NISHIMOTO et al., 2013). São importantes para revestimentos duros no campo de ferramentas de corte, moldes e matrizes, para revestimentos resistentes a produtos químicos, camadas de barreira de difusão em circuitos eletrônicos, disco de computador, circuitos integrados, superfícies biocompatíveis, lentes de contato, embalagem adesiva de polímeros e dispositivos biomédicos. (BASHIR et al., 2017; NISHIMOTO et al., 2013)

As duas camadas obtidas a partir da combinação da nitretação com a deposição de nitreto de titânio por PVD, apresentam funções distintas e permitem aplicações em que ferramentas podem ser submetidas a diferentes solicitações mecânicas. Algumas propriedades, tanto do revestimento independente quanto do tratamento duplex, podem ser observadas na Figura 8.

Figura 8 – Propriedades funcionais de revestimentos dúplex obtidos por nitretação a plasma e PVD-TiN.

Revestimento de TiN - PVD	fina espessura excelente resistência ao desgaste alta dureza estabilidade térmica	<b>Revestimento duplex</b>  Compartilha as funcionalidades e propriedades do revestimento de TiN-camada nitretada-substrato
Camada nitretada	zona de endurecimento profunda boa resistência a fadiga alta dureza	
Substrato	substrato não nitretado tenaz	

Fonte: (HÖCK et al., 1997)

No trabalho de Rousseau et al., foram comparados os tempos de vida operacional de brocas M2 HSS tratadas com PVD, nitretadas e tratadas em duplex. Dentro de um processo duplex de ciclo único (sem interrupção no vácuo), a nitretação a plasma de baixa pressão e baixa tensão resultou em uma zona de difusão resistente a fraturas no M2 HSS sem evidência de uma camada composta ou precipitação no limite de grão. As brocas testadas dobraram sua vida útil em relação às brocas apenas com revestimento TiAlN. Não foi observado deformação plástica na broca tratada em duplex e o deslocamento foi significativamente reduzido. Esses resultados mostram que um processo de ciclo único de escala industrial pode ser usado para melhorar o desempenho de desgaste e a vida útil operacional das brocas HSS. (ROUSSEAU et al., 2015)

De acordo com Serra, em seu trabalho com brocas de aço rápido de HSS (*AISI M2*), o tratamento duplex (Nitretação a 500°C por 5h mais deposição a 500°C por 5h), apresentou o maior valor para a dureza superficial média, alcançando a média de 1030,6 HV, com aumento percentual de 33,50% com relação ao material de partida, porém apresentou o pior resultado de desempenho entre as brocas avaliadas. Segundo ele esse resultado pode estar associado a uma má adesão do filme ou à rugosidade superficial da broca duplex (originada na primeira etapa do tratamento), que foi sugerida através do grande desvio padrão nos ensaios de microdureza, reduzindo assim a resistência ao desgaste abrasivo. (SERRA, 2018)

Franco Júnior, Pinedo e Tschiptschin realizaram tratamento duplex em um aço H13 e após testes de desgaste microabrasivo, concluíram que o uso de longos tempos de nitretação não contribui para aumentar a resistência ao desgaste das camadas nitretadas e, conseqüentemente, dos respectivos revestimentos dúplex. A presença de uma camada preta na interface camada de TiN/camada nitretada prejudica a resistência ao desgaste microabrasivo dos revestimentos dúplex, uma vez que esta intercamada é facilmente indentada e sulcada pelo abrasivo. (FRANCO JUNIOR; PINEDO; TSCHIPTSCHIN, 2009)

---

## **CAPÍTULO 3**

### **MATERIAIS E MÉTODOS**

---

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS

Na composição do estudo foi utilizado os aços ferramenta *AISI D2* e *AISI M2* (aço rápido), com composição química nominal indicada na Tabela 2. Os aços utilizados foram adquiridos na VILLARES METALS, porém as amostras/ferramentas usinadas e termicamente tratadas foram fornecidas pela empresa THADIG Indústria Mecânica.

Tabela 2 - Composição química nominal dos aços utilizados no estudo (% massa).

Elemento	C	Mn	Cr	Mo	W	V
% Massa M2	0,90	0,30	4,20	5,00	6,20	1,80
% Massa D2	1,50	0,35	12,0	0,78	-	0,80

Fonte: (VILLARES, 2018)

#### 3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS E FERRAMENTAS

##### 3.2.1 Obtenção e preparação das amostras

As amostras utilizadas para os tratamentos foram obtidas a partir de barras de 22 mm de diâmetro e 50 mm de comprimento. As barras foram cortadas, com cortadeira constantemente refrigerada, em 4 discos de aproximadamente 6 mm de espessura e posteriormente divididas ao meio, compondo um conjunto de 4 amostras para cada tipo de aço. A Tabela 3 mostra a composição da amostragem.

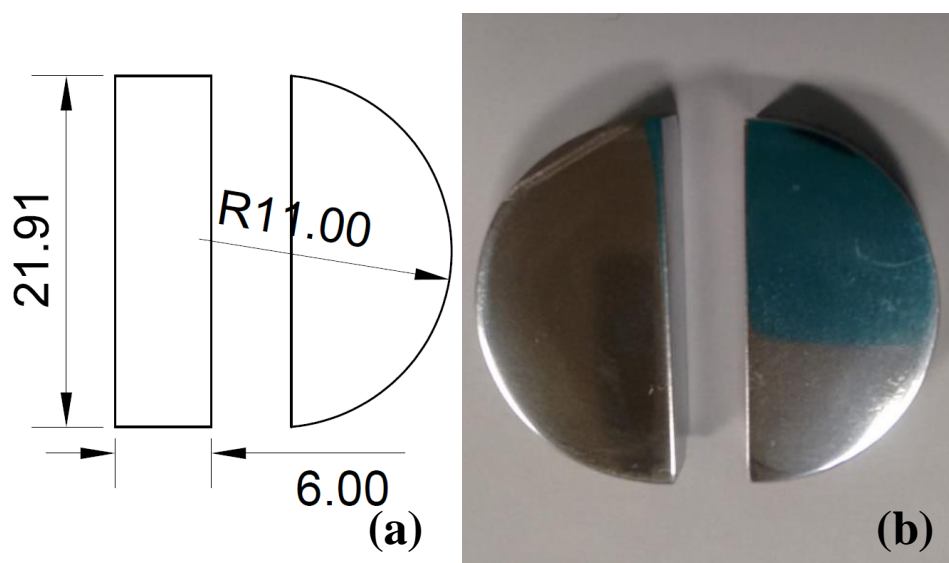
Tabela 3 – Composição da amostragem conforme fornecida.

Aço	Tratamento Térmico	Temperatura de Revenimento° C	Dureza fornecida HRC	Microdureza HV
M2	Têmpera sub-zero e revenimento	550	63	984
D2	Têmpera e revenimento	500	58	661

Fonte: Aatoria própria (2018)

As dimensões e imagens das amostras utilizadas são mostradas na Figura 9.

Figura 9 – Amostras: (a) dimensões e (b) conforme utilizadas para o tratamento.



Fonte: Aatoria própria (2018)

As amostras foram lixadas e polidas no Laboratório de Metalografia do departamento de engenharia mecânica da UFPI com a finalidade de remover todas as imperfeições do processo de corte. Utilizaram-se lixas d'água abrasivas com granulometria de 100, 220, 400, 600 e 1200 mesh para retirada das imperfeições. O polimento foi realizado utilizando alumina em suspensão (1 $\mu$ m) com o auxílio de uma máquina politriz. Após o polimento, as amostras

foram lavadas com água e acetona, secas e armazenadas com uma proteção de vaselina líquida para evitar a oxidação.

### 3.2.2 Obtenção e preparação das ferramentas

As ferramentas de conformação (ou punções de estampagens de pregos), fabricadas em aço *AISI D2* e *AISI M2*, termicamente tratadas nas mesmas condições de suas respectivas amostras evidenciadas na Tabela 3, foram disponibilizadas pela empresa Ferronorte Industrial. O custo de aquisição das ferramentas utilizadas no estudo e de outras ferramentas adquiridas pode ser visto na Tabela 4.

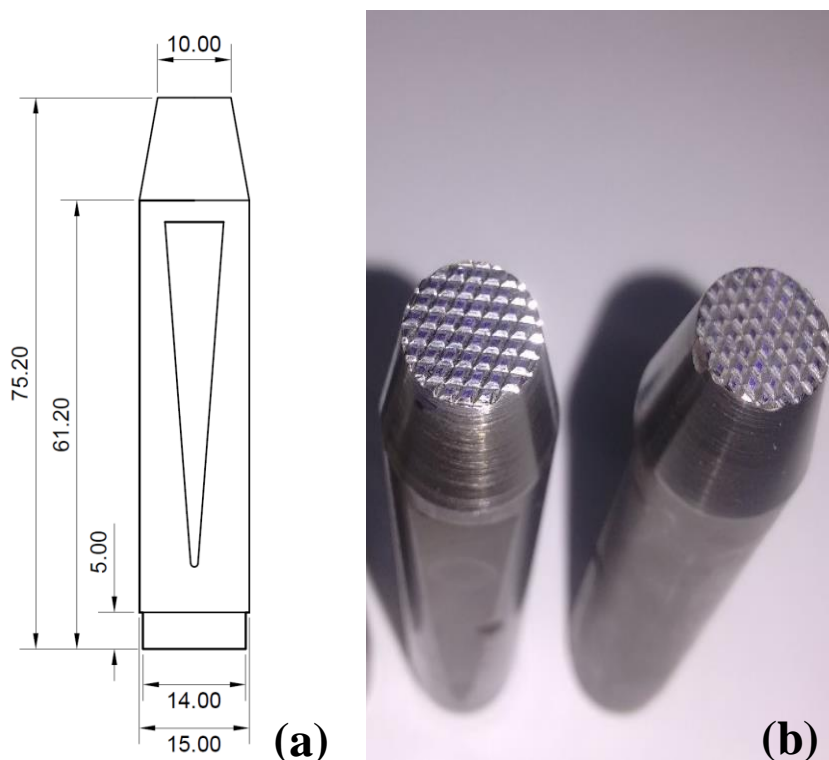
Tabela 4 – Custos de ferramentas adquiridas pela Ferronorte Industrial.

<b>Aço</b>	<b>Tratamento</b>	<b>Preço (R\$)</b>
M2	Sub-Zero	295,00
M2	Têmpera convencional	265,00
D2	Nitretado	255,00
D2	Têmpera convencional	220,00

Fonte: Orçamento 1514/18 do fabricante Thadig.

Essas ferramentas apresentam frisos na superfície de trabalho e, portanto, foram lixadas com lixas de granulometrias 1200 mesh para melhor aderência do filme. Posteriormente foram lavadas e secas com secador convencional. As dimensões são conforme a Figura 10.

Figura 10 – Ferramenta de estampagem:(a) desenho técnico e suas principais dimensões e (b) imagem com detalhe da face de trabalho.



Fonte: Autoria própria (2018)

### 3.3 GAIOLAS UTILIZADAS

Nos procedimentos foram utilizadas quatro gaiolas catódicas; duas confeccionadas em inox e duas gaiolas de titânio. As dimensões podem ser vistas na Tabela 5 e a Figura 11 mostra as gaiolas utilizadas para nitretação e deposição de filmes finos.

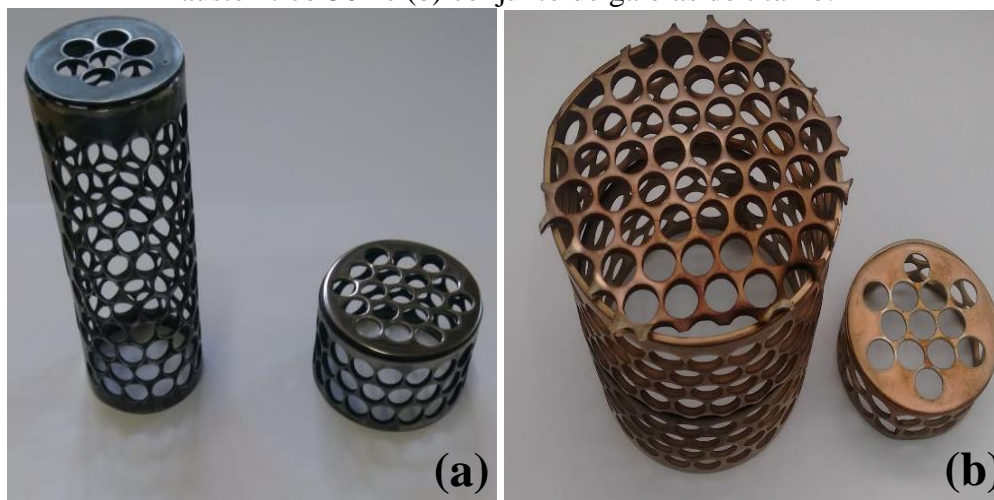
Tabela 5 – Dimensões das gaiolas utilizadas no experimento.

Material	Gaiola	Altura (mm)	Diâmetro Externo (mm)	Espessura (mm)	Diâmetro do furo (mm)
Aço 304	1	100	40	2	8
	2	30	50	2	8
Titânio	1	100	70	2	8
	2	20	45	2	8

Fonte: Autoria própria (2018)



Figura 11– Gaiolas utilizadas no experimento: (a) conjunto de gaiolas de aço inoxidável austenítico 304 e (b) conjunto de gaiolas de titânio.



Fonte: Autoria própria (2018)

### 3.3.1 Preparação da gaiola

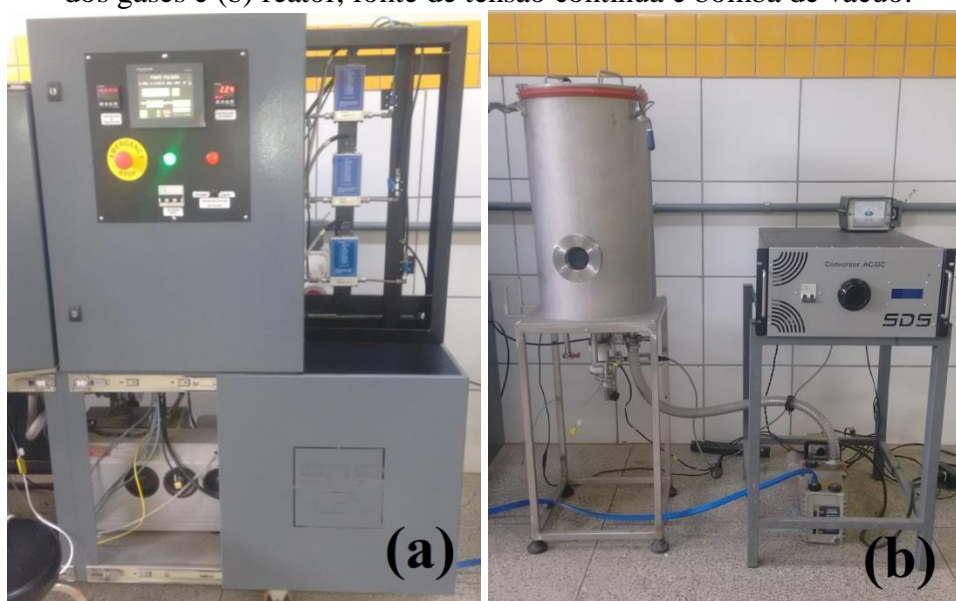
Nos processos com a utilização de gaiola catódica, foi necessário realizar limpeza previa da gaiola. Inicialmente a gaiola foi lixada com lixa d'água de 220 mesh para retirar os resíduos provenientes de tratamentos anteriores. A gaiola foi então lavada com água e sabão e seca com secador convencional de ar quente. Posteriormente uma limpeza final para retirada dos resíduos foi realizada com acetona em um aparelho de ultrassom por um período de 10 min e seca antes da utilização. Todas as gaiolas utilizadas seguiram o mesmo procedimento.

## 3.4 DISPOSITIVO DE DEPOSIÇÃO E NITRETAÇÃO POR PLASMA

A nitretação e deposição foram realizadas no reator de plasma instalado no Laboratório de Plasma da Universidade Federal do Piauí – UFPI. O equipamento utilizado para o tratamento é constituído de vários componentes dentre os quais pode-se destacar o reator confeccionado em aço inoxidável austenítico, com 300 mm de diâmetro e 500 mm de profundidade, uma bomba de vácuo modelo E2M5 com uma capacidade máxima de 0,2

mbar, uma fonte de tensão com saída D.C e uma voltagem máxima de 1200V de corrente capaz de fornecer energia suficiente para que a amostra seja aquecida a uma temperatura de aproximadamente 600°C e um sistema de controle de fluxo de gases do fabricante SDS Plasma com capacidade de controle de até 200 sccm. A Figura 12 mostra o reator e seus principais componentes.

Figura 12 – Equipamento utilizado na deposição por plasma: (a) controle e monitoramento dos gases e (b) reator, fonte de tensão contínua e bomba de vácuo.

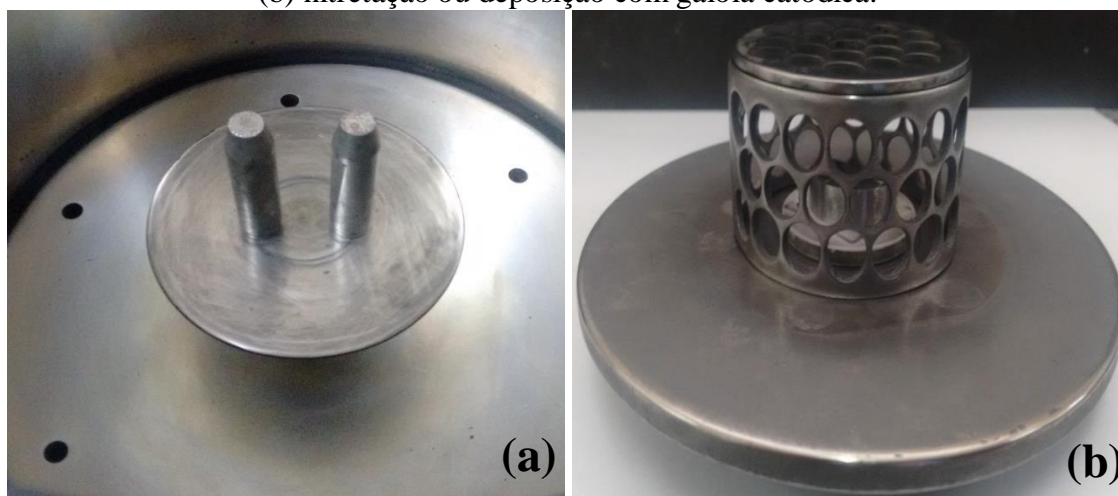


Fonte: Autoria própria (2019)

### 3.5 NITRETAÇÃO E DEPOSIÇÃO POR PLASMA

Antes de iniciar cada processo, as ferramentas e amostras passaram por uma limpeza por ultrassom em meio líquido de acetona durante 10 minutos, foram secas e dispostas no reator de plasma. Para os tratamentos com utilização de gaiola, a amostra foi centralizada sobre um disco de alumina com 32 mm de diâmetro e 3mm de espessura e a gaiola posicionada sobre a amostra e o porta-amostras.

Figura 13 - Disposição sobre o porta-amostras: (a) nitretação convencional em ferramentas e (b) nitretação ou deposição com gaiola catódica.



Fonte: Autoria própria (2018)

A primeira etapa de nitretação é a limpeza por plasma ou pré-sputtering que objetiva a remoção de óxidos e outros contaminantes da superfície da amostra em teste, bem como ativar a superfície para facilitar a difusão. O pré-sputtering foi realizado a 350°C, uma atmosfera gasosa de 50% H<sub>2</sub> e 50% Ar para os tratamentos com gaiola e duplex, com fluxo de 15 Scm. Durante a nitretação convencional utilizou-se 100% H<sub>2</sub> e fluxo de 20 sccm. A pressão foi entre 0,8 e 1,3 mbar por um período de 1 h para todos os tratamentos. Durante a fase de sputtering, a corrente foi então aumentada até atingir a temperatura desejada e mantida estável pelo tempo determinado para cada tratamento. Em seguida o reator foi desligado e as amostras resfriadas no interior da câmara de vácuo até atingirem a temperatura ambiente.

Buscando identificar o melhor tratamento para o aço AISI D2, Sousa et al concluiu que as melhores condições para a nitretação em gaiola catódica desse aço foram a 480 °C, por 3 horas (SOUSA et al., 2009). Araújo realizou nitretação a plasma convencional em ferramentas de corte e Abreu nitretou punções de aço M2 utilizando as técnicas de gaiola catódica e nitretação convencional. Ambos encontraram excelentes resultados utilizando

temperaturas entre 450 e 500°C por 4 horas (ABREU, 2018; ARAÚJO, 2015). Com base nessas pesquisas foram propostos os parâmetros de nitretação para cada tipo de aço utilizado.

### 3.5.1 Parâmetro do tratamento de nitretação convencional

Tabela 6 - Parâmetros de nitretação convencional.

<b>Código da Amostra</b>	<b>Aço</b>	<b>Atmosfera (sccm)</b>	<b>Pressão (mbar)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Tempo (h)</b>
M2C	M2	24 H <sub>2</sub> / 6 N <sub>2</sub>	3	480	4
D2C	D2		3		3

Fonte: Autoria própria (2018)

### 3.5.2 Parâmetros do tratamento de nitretação com gaiola

Tabela 7 - Parâmetros de nitretação com gaiola de aço inoxidável austenítico 304.

<b>Código da Amostra</b>	<b>Aço</b>	<b>Atmosfera (sccm)</b>	<b>Pressão (mbar)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Tempo (h)</b>
M2G	M2	24 N <sub>2</sub> / 6 H <sub>2</sub>	3	480	4
M2D			3		4
D2G	D2		3		3
D2D			3		3

Fonte: Autoria própria (2018)

### 3.5.3 Parâmetros do tratamento de deposição com gaiola

Na deposição realizada com gaiola de titânio, utilizou-se uma amostra e uma ferramenta de cada tipo de aço. As amostras/ferramentas de códigos M2D e D2D foram previamente tratadas com nitretação em gaiola catódica de inox conforme parâmetros da Tabela 7 e posteriormente foi feita deposição utilizando gaiola de titânio, permitindo a obtenção de um tratamento duplex. A deposição seguiu os parâmetros da Tabela 8.

Tabela 8 - Parâmetros da deposição com gaiola de titânio.

<b>Código da Amostra</b>	<b>Aço</b>	<b>Atmosfera (sccm)</b>	<b>Pressão (mbar)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Tempo (h)</b>
M2D	M2	24 H <sub>2</sub> /8 N <sub>2</sub>	1,5	420	3
D2D	D2		1,5		3

Fonte: Autoria própria (2018)

### 3.6 ANÁLISE DAS AMOSTRAS E FERRAMENTAS

As amostras tratadas foram caracterizadas por ensaio de microdureza da superfície, perfil de microdureza da camada, Difração de Raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As ferramentas tiveram suas produtividades avaliadas através do teste de desempenho.

#### 3.6.1 Microdureza

Os ensaios de microdureza na superfície das amostras com e sem nitretação foram feitos utilizando o padrão Vickers (HV). Esse método utiliza um penetrador de diamante, que possibilita medir qualquer valor de dureza, incluindo desde os materiais mais duros até os mais moles em uma única escala. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Metalografia do departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Piauí (UFPI) em um microdurômetro de marca INSIZE modelo ISH-TDV 1000A-B. Devido a fina camada depositada, a carga utilizada foi de 50 gf. Na avaliação da camada superficial, realizou-se cinco indentações em cada amostra, possibilitando o cálculo da média e o desvio padrão dos resultados. Para a avaliação do perfil de microdureza, as amostras foram embutidas em baquelite e preparadas conforme item 3.2.1. As indentações foram realizadas a

20, 30, 60, 90, 120, 150 e 220, 330 e 500  $\mu\text{m}$  de profundidade, partindo da superfície e seguindo ao longo da seção transversal da amostra.

### 3.6.2 Análise de Difração de Raios-X (DRX)

A determinação das fases presentes foi feita por análise de difração de Raios-X, no laboratório de materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, em um difratômetro de Raios-X da marca BRUKER (modelo D2 PHASER, radiação  $\text{Cu-K}\alpha$  ( $\lambda = 1.54184 \text{ \AA}$ ), com geometria theta-2 theta (bragg-bretano). As condições de operação foram:

- tensão: 30,0KV;
- corrente: 10,0mA;
- ângulo de varredura ( $2\theta$ ): de  $20^\circ$  a  $80^\circ$ ;
- passo angular:  $0,02^\circ$ .

### 3.6.3 Desempenho das ferramentas

As ferramentas de estampagens foram testadas em uma máquina de fabricação de prego Vitari modelo V14-R com capacidade produtiva de 720 pregos por minuto (aproximadamente 55 Kg/h). A figura 14 mostra a máquina utilizada para realização dos testes.

Figura 14 – Máquina utilizada na fabricação de pregos comuns com cabeça: (a) Máquina Vitari modelo V14-R e (b) detalhe do desbobinador e arame utilizado.



Fonte: A autoria própria (2018)

A avaliação foi realizada durante a produção do prego 1 x ¼ x 13 (polegada x BWG) que é fabricado a partir de um arame de aço SAE 1015Cr trefilado com diâmetro de 2,41 mm, limite médio de resistência de 98Kgf/mm<sup>2</sup> (961 MPa) e limite de escoamento de 93 Kgf/mm<sup>2</sup> (912 MPa).

No processo de produção, o arame é disposto em um carretel rotativo que fica localizado em frente a máquina. O arame passa por um conjunto de roldanas de endireitamento sendo puxado por um conjunto móvel acionado por uma biela, no qual contém um “puxador” de metal duro. O arame entra no conjunto de corte e conformação. Um par de mordentes fixa o arame e um punção conforma a cabeça do prego ao mesmo tempo em que um par de navalhas realiza o corte da ponta. Os pregos são coletados por um “vagonete” de aço e colocados em uma máquina de polimento. Após o polimento, os pregos são levados para a empacotadeira automática e em seguida embalados.

Visando garantir a qualidade do produto e evitar perdas produtivas, a avaliação visual do prego é realizada no máximo a cada 10 minutos. Nessa avaliação, verifica-se a qualidade

do corte da ponta, o formato e a impressão da cabeça. Nesse sentido, a avaliação se baseou em quantificar a produtividade, em kg, ocorrida entre o início de uso da ferramenta e o momento em que fosse possível observar a deformação na região de impressão da cabeça do prego, a qual ocorre após o desgaste dos frisos de contato com o arame, indicando que a vida útil da ferramenta chegou ao fim.

#### 3.6.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microestrutura das amostras e a espessura da camada de compostos formada durante o processo de nitretação e deposição a plasma foi avaliada na Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), com utilização do microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Hitachi, modelo TM3000, utilizando aumentos de 100 a 2000 vezes.



---

## **CAPÍTULO 4**

### **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

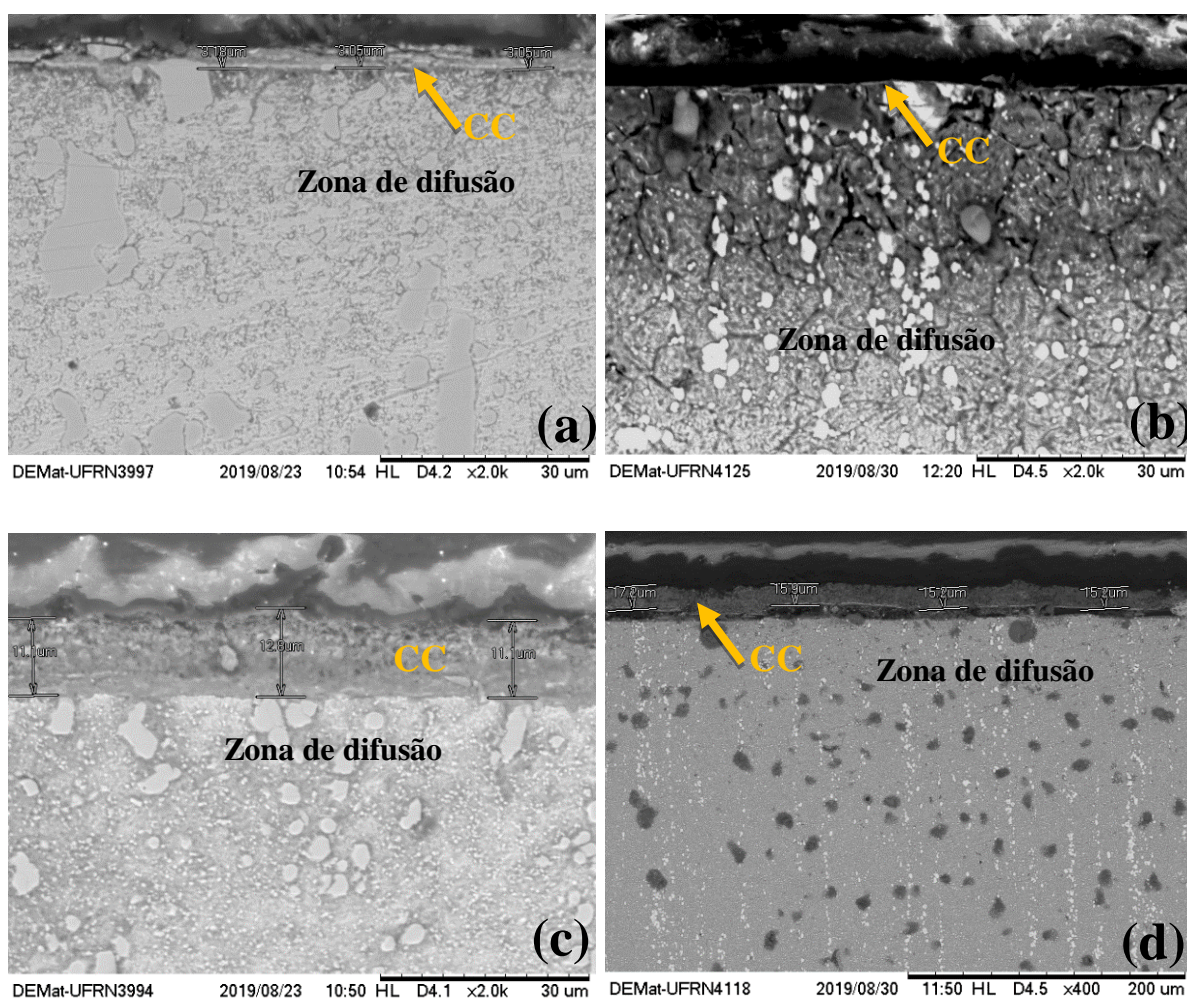
---

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Os perfis das amostras de aço AISI D2 e M2 submetidas a diferentes tratamentos podem ser observados na Figura 15 de (a) à (d).

Figura 15 - Micrografias por MEV do perfil das amostras submetidas a nitretação a 480°C, por 3 horas no aço D2 e 4 horas no aço M2. (a) Nitretação convencional do aço D2, (b) nitretação convencional do aço M2, (c) nitretação em gaiola do aço D2 e (d) nitretação em gaiola do aço M2.



Fonte: Autoria própria (2019)

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura das amostras observadas em (a) e (b) correspondem a nitretação convencional e (c) e (d) realizadas com utilização de gaiola catódica. As nitretações foram todas realizadas em uma temperatura de 480°C.

Conformes imagens c e d da Figura 15, é possível observar que as amostras tratadas em gaiola catódica apresentaram espessuras de camada consideravelmente superior aquelas encontradas na nitretação convencional. As amostras de aço D2 nitretadas com a técnica de nitretação convencional e em gaiola apresentaram camada de compostos de cerca de 3 e 12  $\mu\text{m}$  respectivamente, confirmando o efeito de deposição e a ausência do sputtering ativo na superfície das amostras que compete com a difusão durante a nitretação convencional (ALVES JR. et al., 2006; DE SOUSA et al., 2008), destacando-se também, a uniformidade da camada de compostos das amostras tratadas por nitretação em gaiola. Algo semelhante ocorreu com aço M2 que apresentou médias de 0,6  $\mu\text{m}$  para nitretação convencional e 15,8  $\mu\text{m}$  para nitretação em gaiola, porém a amostra de M2 nitretada em gaiola apresentou uma camada com aspecto poroso e diferente da camada densa formada nas outras amostras. A presença de uma faixa contínua entre o substrato e a camada, como se localizasse em outro plano, foi detectada, portanto a hipótese de que houve um possível desprendimento de massa dessa região durante a preparação da amostra devido à baixa resistência mecânica da faixa ou o deslocamento da camada de baixa adesão é conveniente.

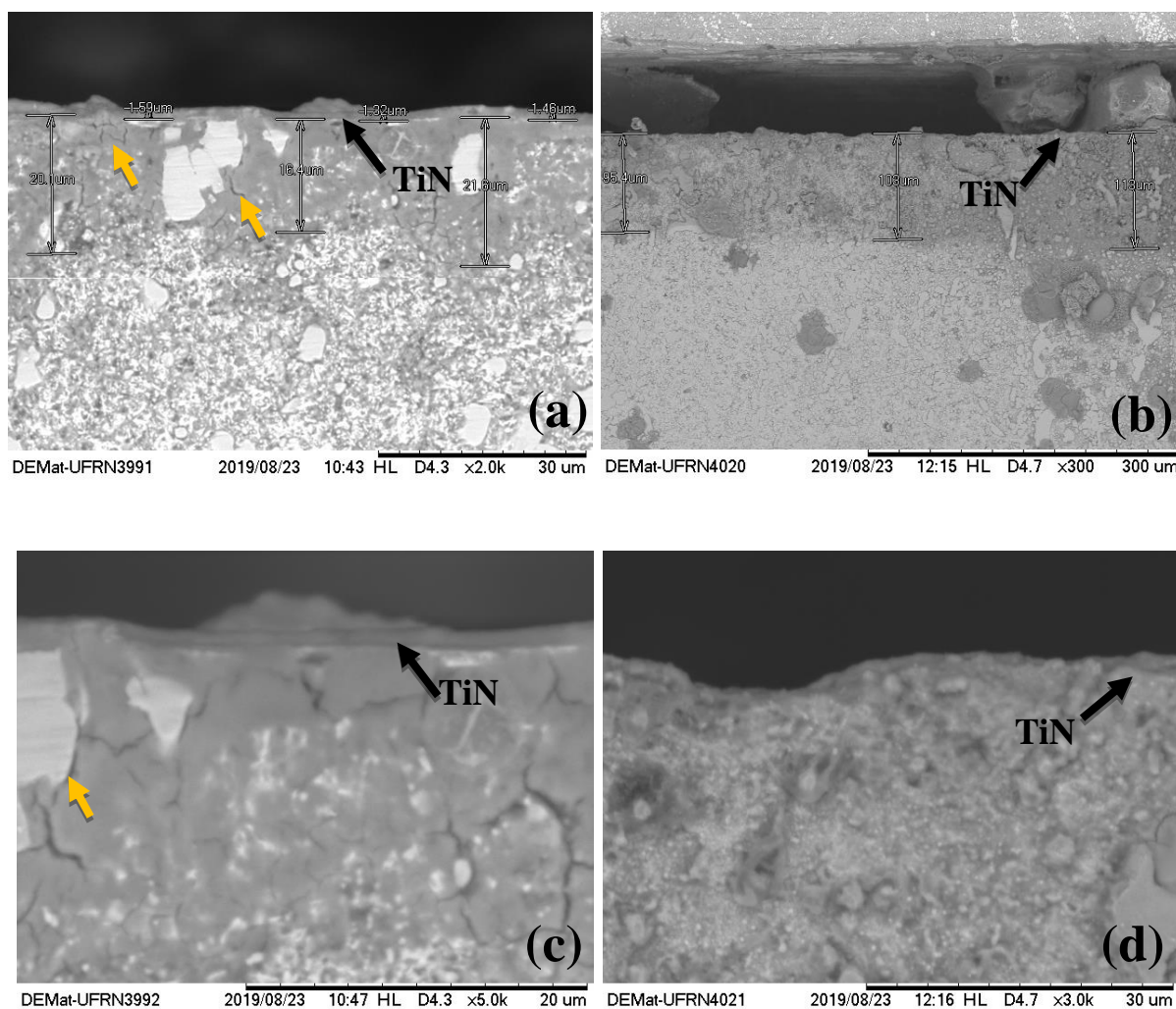
Comparando-se os dois aços em relação a mesma técnica, observa-se que com a nitretação convencional o aço D2 aparentou camada de compostos mais espessa, já o aço M2 exhibe uma zona de difusão que se estende para além de 50  $\mu\text{m}$  de profundidade, o que pôde ser confirmado a partir do perfil de microdureza. Esse fenômeno pode ser explicado da seguinte forma: a profundidade da zona de difusão é dependente do tempo de tratamento (FRANCO JR.; OSPINA; TSCHIPTSCHIN, 2004; SUN; BELL, 1991), que foi mais prolongado nas amostras de aço M2; quanto maior o teor de carbono (superior no aço D2),

maior será a camada de compostos ocasionada pela formação da fase  $\epsilon$ , que possui maior faixa de solubilidade em comparação a fase  $\gamma'$  e se transforma em carbonitreto de ferro. (ALVES JR, 2001; CHO; LEE, 1980); a partir de uma determinada quantidade, o carbono dificulta a difusão do nitrogênio durante a dissolução de carbonetos no estágio de formação de carbonitretos contribuindo para diminuição da zona de difusão e aumento da camada de compostos (CHO; LEE, 1980); o cromo com percentual mais elevado no aço D2 é um forte formador de nitreto, essa reação dificulta a difusão do nitrogênio para maiores profundidades (KOLOZVARY; PLASMATERM, 2002); o nitrogênio intersticial possui maior dificuldade em se difundir através dos nitretos, ou seja, camadas de compostos mais espessas tende a dificultar a difusão do nitrogênio. (SOMERS; MITTEMEIJER, 1995; TIER et al., 2006)

No caso da nitretação em gaiola catódica, não foi possível evidenciar a zona de difusão, porém o contrário do que ocorreu na nitretação convencional, a camada foi superior para o aço M2 (Figura 15-d). Nessa técnica, além da difusão, a deposição por sputtering da superfície do cátodo nos furos da gaiola é um fator muito influente, aliado ao fato de que em geral a camada cresce proporcionalmente a raiz quadrada do tempo (SOUSA et al., 2008). Nesse caso, acredita-se que a influência do tempo foi o fator determinante para a maior espessura da camada do aço M2.

Amostras nitretadas em gaiola, submetida ao tratamento duplex com deposição de TiN realizada a 420°C por 3 horas, são mostradas na Figura 16.

Figura 16 - Micrografias por MEV do perfil das amostras com deposição de nitreto de titânio a 420°C, por 3 horas. (a) Aço D2, (b) aço M2, (c) detalhe do filme no aço D2 e (d) detalhe do filme no aço M2.



Fonte: Autoria própria (2019)

Para os dois aços, pode ser observado um fino filme depositado sobre a camada nitretada. Foi encontrado um filme médio de 1,4  $\mu\text{m}$  na amostra de aço D2 e 1,6  $\mu\text{m}$  na amostra M2, o que é condizente com as espessuras médias citadas na literatura. As zonas de nitretação observadas são maiores após a deposição do TiN, demonstrando a continuidade da

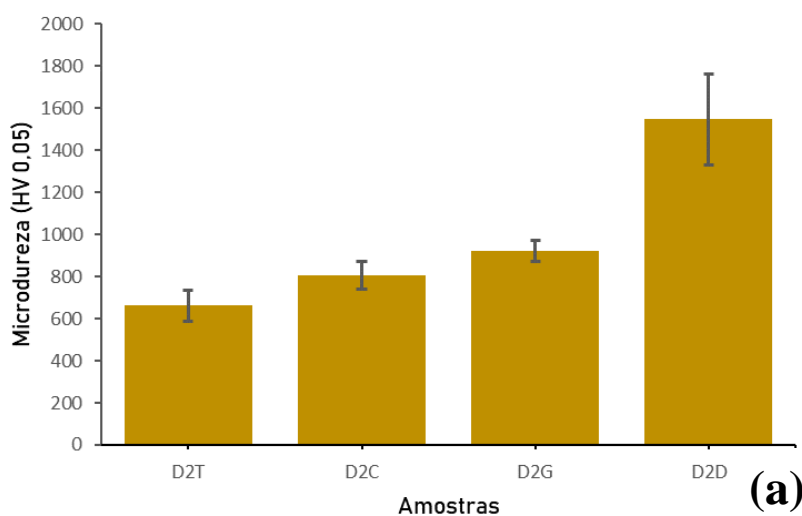
difusão durante o tratamento. Logo abaixo do filme de TiN, fraturas intergranulares foram observadas na camada de nitretação da amostra de aço D2. Isso pode ter ocorrido durante a preparação da amostra e é provável que houve precipitação de carbonetos e/ou nitretos em contornos de grãos na região entre o revestimento de TiN e o substrato, o que contribui para fragilização desses contornos, reduzindo dessa forma, a possibilidade do sucesso do filme aplicado. (SUN; BELL, 1991)

## 4.2 MICRODUREZAS DAS AMOSTRAS

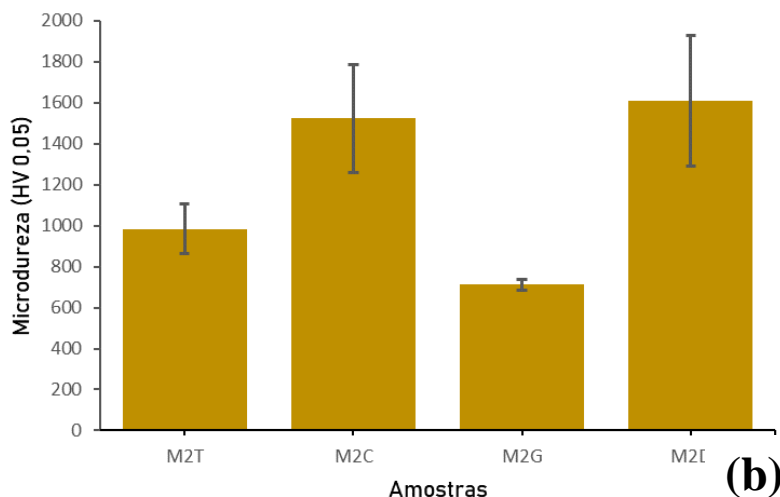
### 4.2.1 Microdureza superficial

A Figura 17 apresenta o gráfico da variação de microdureza Vickers da superfície das amostras em função do tipo de tratamento aplicado. Os gráficos (a) e (b) mostram os resultados obtidos com os aços D2 e M2 respectivamente, para nitretação convencional, nitretação com gaiola e tratamento duplex. As amostras D2T e M2T representam as amostras de partida.

Figura 17 - Gráficos de microdurezas das amostras. (a) Aço AISI D2 e (b) Aço AISI M2.



[Resultados: D2T=661,46 ± 71; D2C=804,2 ± 265; D2G=922,57 ± 49; D2D=1546,5 ± 218]



[Resultados: M2T=984,98 ± 119; M2C=1524,3 ± 264; M2G=712 ± 26; M2D=1607,6± 318]

Fonte: Autoria própria

Com base nos resultados observados na Figura 17, houve aumento de microdureza para todos os tratamentos realizados, exceto para amostra M2 tratada em gaiola catódica que exibiu uma redução da microdureza superficial. Essa redução pode estar relacionada à baixa disponibilidade de nitrogênio na superfície da amostra. (PYE, 2017)

A microdureza média da amostra de aço D2 nitretada com o uso de gaiola foi de 922,57 HV, um aumento de 39,5% quando comparado com 661,46HV da amostra apenas temperada e revenida. O aço M2 chegou a 1524,3 HV para a nitretação convencional, um aumento de 54,8%.

A microdureza das amostras nitretadas em gaiola catódica apresentaram menor desvio padrão. Isso pode ser atribuído a melhor uniformidade e menor rugosidade da camada, o que comprova que não há bombardeamento iônico diretamente na superfície da amostra nitretada em gaiola catódica (RIBEIRO et al., 2014; SOUSA et al., 2009).

Os melhores resultados foram verificados no tratamento duplex, com 1607,6HV para amostra de aço M2, um acréscimo de 63,2% e 1546,5HV para o aço D2, que aumentou em 133%, o que indica a efetividade da formação da camada de compostos de TiN. Assim como ocorreu no recente trabalho de Serra, o filme de TiN apresentou um desvio padrão fora do

esperado para esse tipo de revestimento, conforme observado na barra de erro (SERRA, 2018), já que, a aplicação de revestimentos de TiN reduz a rugosidade (ALI; HAMZAH; TOFF, 2008). Esse resultado pode estar relacionado a possibilidade do indentador ultrapassar o fino filme depositado e registrar as medições da camada nitretada.

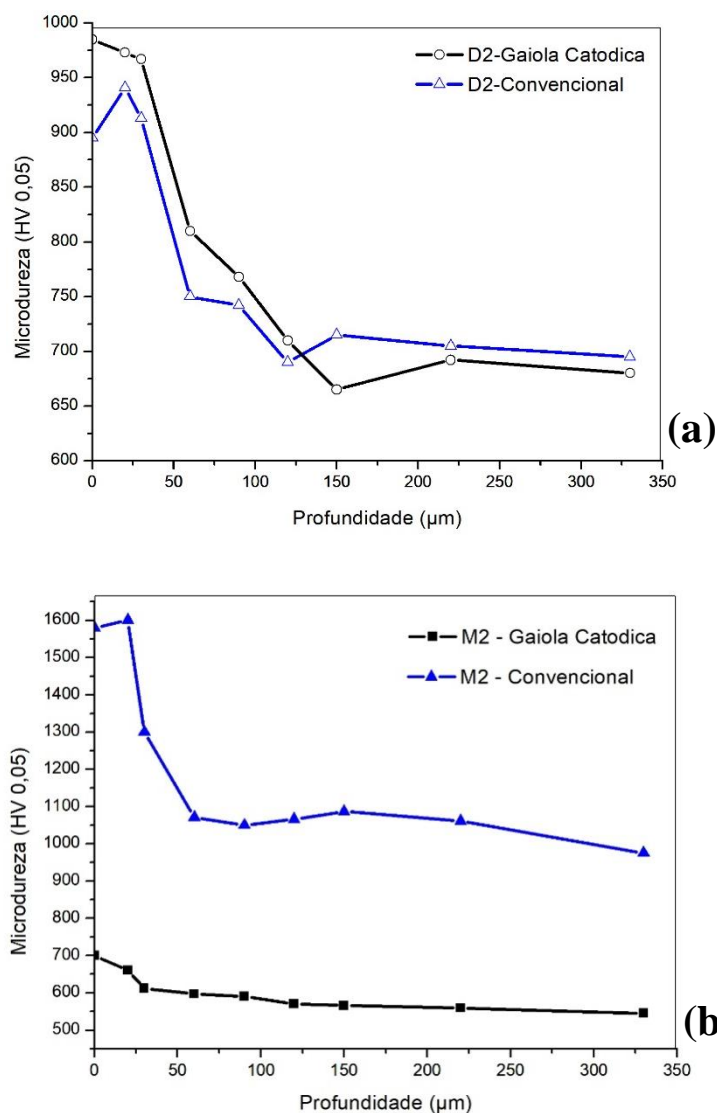
O aumento absoluto de microdureza no aço M2 nitretado de forma convencional foi 2 vezes superior ao do aço D2. Quanto aos tratamentos duplex, os resultados semelhantes e incrementos totalmente diferentes em relação ao pré-tratamento de nitretação, demonstram que a microdureza do filme de TiN depositado nas mesmas condições, independe da microdureza da superfície nitretada.

#### 4.2.2 Perfil de microdureza

A Figura 18 apresenta os perfis de microdureza das amostras de aços M2 e D2 nitretadas a plasma convencional e com utilização de gaiola catódica. A microdureza foi medida na secção transversal da amostra e evidencia a profundidade da camada nitretada, onde foram observados aumentos de microdureza até cerca de 90  $\mu\text{m}$  de profundidade para o aço D2 (Figura 18-a) quando utilizadas as duas técnicas, porém com maior dispersão dos resultados para a amostra com nitretação convencional, já a profundidade de endurecimento da camada da amostra de aço M2 com nitretação convencional alcançou cerca de 150  $\mu\text{m}$ .



Figura 18 – Perfil de microdureza das amostras nitretadas com diferentes técnicas, a 480°C:(a) D2 nitretado por 3 horas e (b) M2 nitretado por 4 horas.

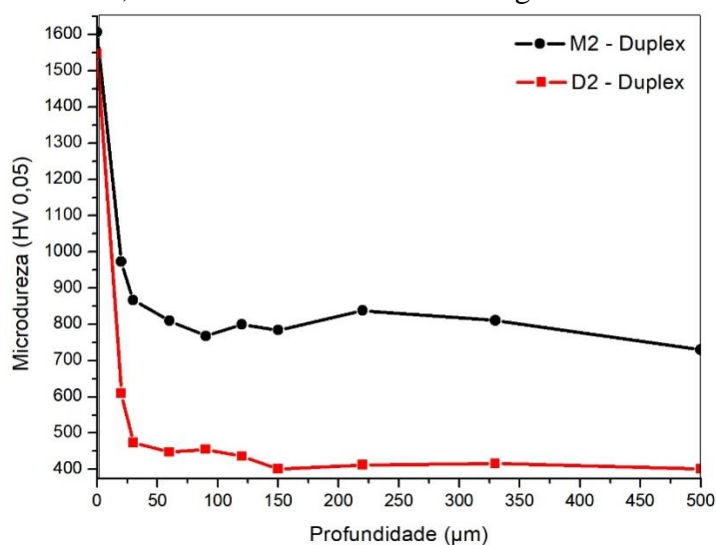


Fonte: Autoria própria

A nitretação do aço M2 realizada em gaiola catódica apresentou um resultado inesperado, considerando que a dureza da camada nitretada iniciou-se com valores menores que a microdureza do substrato termicamente tratado e caiu para valores inferiores a 550HV. Esse resultado demonstra que houve o amolecimento do substrato, associado à fragilização por revenido (SERRA, 2018), porém precisa ser melhor investigado, pois a composição da camada observada por MEV não foi totalmente esclarecida.

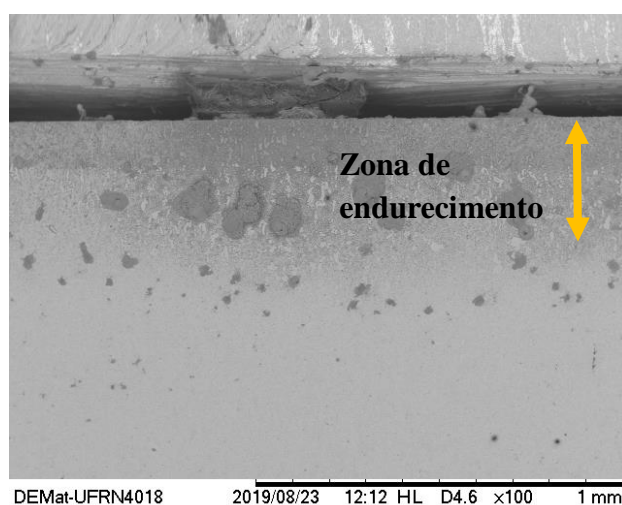
O perfil de microdureza observado na Figura 19 mostra o comportamento das amostras submetidas ao tratamento duplex. A profundidade da camada endurecida, no aço M2, chegou a cerca de 330  $\mu\text{m}$  conforme perfil de microdureza e micrografia da Figura 20, levando em conta, a redução da microdureza do substrato original de 984 HV para cerca 730 HV, conforme observado na profundidade de 500  $\mu\text{m}$ .

Figura 19 – Perfil de microdureza das amostras de aços D2 e M2, com deposição de TiN, a 420°C, sobre amostras nitretadas em gaiola catódica.



Fonte: Autoria própria (2019)

Figura 20 – Micrografia por MEV do perfil das amostras de aço M2 com deposição de nitreto de titânio a 420°C, por 3 horas, comprovando a profundidade da zona endurecida.



Fonte: Autoria própria (2019)

A amostra de aço D2 apresentou resultados inferiores ao previsto para região de difusão e substrato, após a deposição de nitreto de titânio. Observado uma redução para valores abaixo de 500HV a partir de uma profundidade de 30  $\mu\text{m}$ .

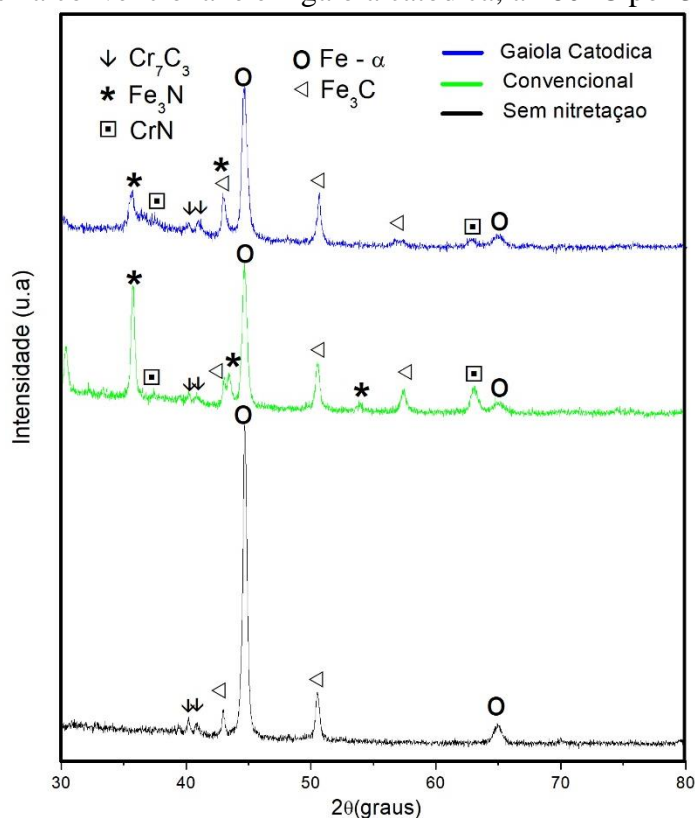
O amolecimento do substrato se acentuou após o segundo tratamento (deposição de TiN), provavelmente devido ao prolongamento do tempo de tratamento e/ou o superaquecimento das amostras a temperaturas superiores à medida. Já o menor efeito sobre o substrato do aço M2 pode ser atribuído a uma maior quantidade de molibdenio que reduz o tamanho do grão da matensita e é um forte formador de carbonetos estáveis e resistentes ao calor. (LIEN et al., 2007; VALES et al., 2015). As reduções na microdureza dos substratos em cerca de 26% para o M2 e 39% para o D2 precisam ser melhor investigadas.

### 4.3 ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

#### 4.3.1 Difração das amostras nitretadas

A Figura 21 mostra os padrões de difração de Raios-X de amostras de aço AISI D2 sem nitretação, com nitretação a plasma convencional e nitretação em gaiola catódica, utilizando fluxo com 20% e 80%  $\text{N}_2$  respectivamente, conduzidas a 480°C por 3 horas. No material de base, picos relacionados às fases de ferro alfa ( $\alpha\text{-Fe}$ ) e carboneto de cromo ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ) foram observados na superfície, representando as principais fases do aço D2 (CHO et al., 2014). Os resultados mostraram presença das fases  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$  e CrN para os dois métodos de tratamento, sugerindo a formação de uma camada de compostos.

Figura 21 – Difração de Raios-X das amostras do aço AISI D2 sem nitretação, nitretadas a plasma convencional e em gaiola catódica, a 480 °C por 3 horas.



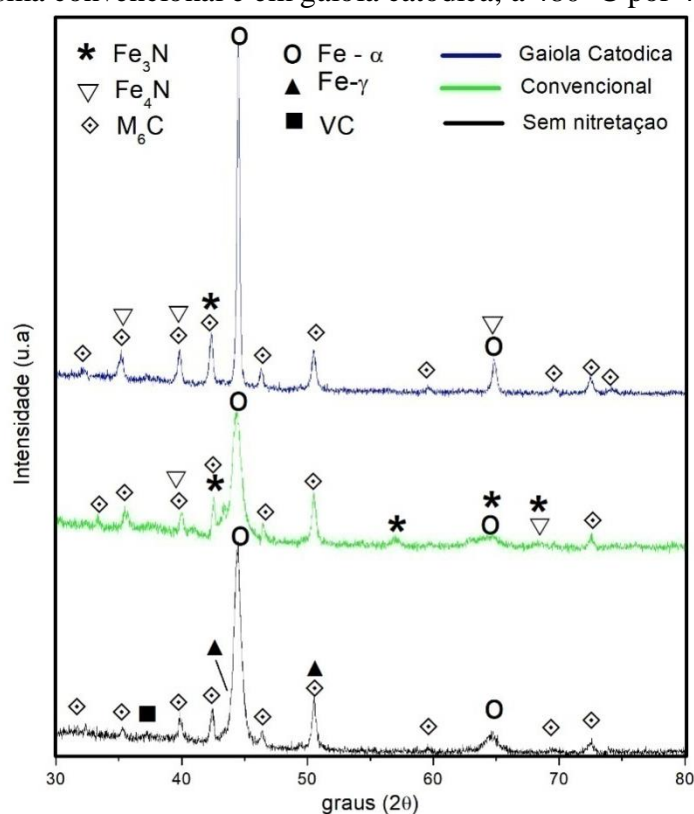
Fonte: Autoria própria

A presença do carboneto  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  nos dois tipos de tratamentos conduzidos por 3 h a 480°C, evidencia que não houve a dissolução total desses carbonetos para o tempo de tratamento, conforme relatado por SOUSA et al., (2009), porém observa-se que as intensidades desses picos de carbonetos são menores para o tratamento com maior quantidade e/ou intensidade dos picos relacionados ao  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$  e  $\text{CrN}$ , demonstrando que a formação de parte dos nitretos ocorre às custas da dissolução dos carbonetos (GARZÓN; FRANCO JR; TSCHIPTSCHIN, 2017). Não foi evidenciada a presença de  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ , isso pode estar relacionado ao fato de que uma maior quantidade de carbono no aço estabiliza da fase  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$  e demonstra que a fase  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  é mais facilmente obtida para maiores temperaturas (DÍAZ-GUILLÉN et al., 2013) e tempos de tratamento. (DEVI; MOHANTY, 1998)

A figura 22 mostra a difração realizada nas amostras de aço AISI M2 na condição temperada e revenida sem nitretação, com nitretação a plasma convencional e nitretação em

gaiola catódica, utilizando fluxo com 20% e 80% N<sub>2</sub> respectivamente, conduzidas a 480°C por 4 horas. A amostra sem nitretação apresentou picos de M<sub>6</sub>C, VC, martensita ( $\alpha$ -Fe) e austenita retida (Fe- $\gamma$ ), que são típicos desse aço no estado temperado e revenido. (AKBARI et al., 2010)

Figura 22 – Difração de Raios-X das amostras do aço AISI M2 sem nitretação, nitretadas a plasma convencional e em gaiola catódica, a 480 °C por 4 horas.



Fonte: Autoria própria (2019)

Para os dois tratamentos, foi possível identificar a formação dos nitretos do tipo  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, responsáveis pelo aumento da dureza e do nível de desgaste de superfícies nitretadas (SOUSA et al., 2008; VALES et al., 2015). Houve a redução da quantidade dos picos de M<sub>6</sub>C, porém a forte presença desses carbonetos demonstra a formação de uma fina e/ou descontínua camada de compostos.

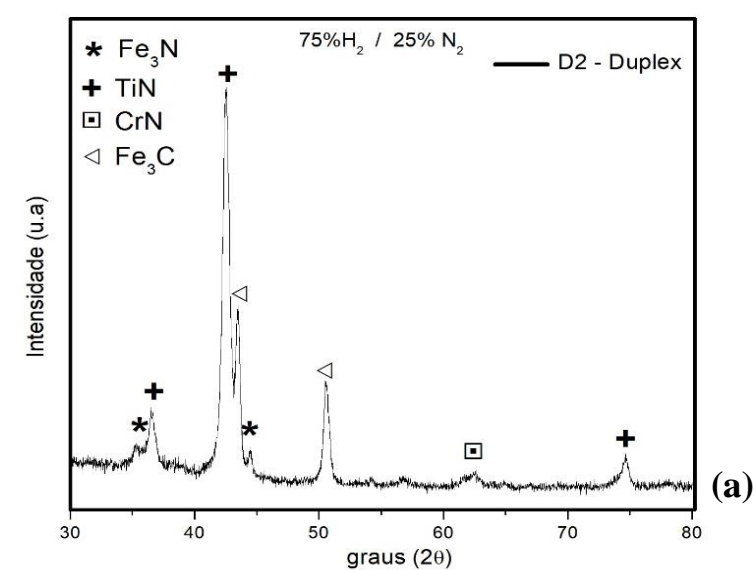
As fases  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N detectadas na amostra nitretada em gaiola catódica não corroboram com a redução superficial de dureza observada na Figura 17-b. Após um

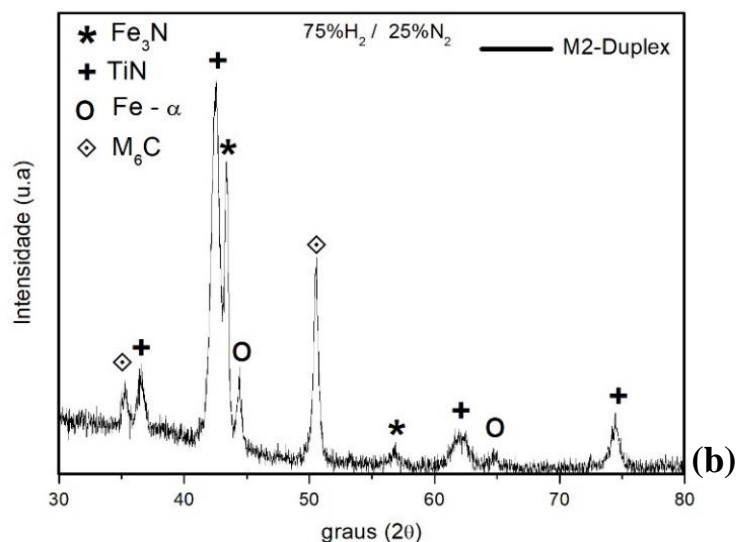
processo de nitretação, há um considerável alargamento do pico Fe-  $\alpha$  devido a presença de tensões não uniformes (AKBARI et al., 2010; MOHAMMADZADEH; AKBARI; DROUET, 2014) conforme comprovado pelo difractograma da amostra submetida a nitretação convencional, porém houve o efeito inverso com o estreitamento e o aumento da intensidade do pico de difração após o tratamento com gaiola, o que pode explicar a diminuição de microdureza, provavelmente devido à redução de tensões internas e uma possível fração fase Fe-  $\alpha$  na camada de compostos.

#### 4.3.2 Difração em tratamento duplex

Os padrões de Difração de Raios-X da Figura 23, apresentam os resultados obtidos com a análise das amostras de aço AISI D2 e M2 com deposição de nitreto de titânio, previamente nitretadas.

Figura 23 – Difração de Raios-X dos filmes obtidos por deposição de TiN a 420°C por 3h em amostras nitretadas: (a) D2 previamente nitretado em gaiola catódica, a 480°C por 3h e (b)M2 previamente nitretado em gaiola catódica, a 480°C por 4h.





Fonte: Autoria própria (2019)

Os intensos picos identificados para as duas amostras evidenciam a formação do filme de TiN, responsáveis pela sua elevada dureza, sendo uma das principais características desse tipo de revestimento (BASHIR et al., 2017). Fases detectadas como CrN e Fe<sub>3</sub>N contidas na camada nitretada demonstram a fina espessura do revestimento. Não foi evidenciada a presença da fase composta pelas fases  $\gamma'+\epsilon$  a qual é mais susceptível à fratura devido a adesão fraca entre as fases e a diferença de coeficientes de expansão térmica, (SPIES; DALKE, 2014) porém a fase Fe<sub>3</sub>C encontrada na camada da amostra de aço D2 pode estar relacionada com a fragilização dos contornos observada na micrografia da Figura 16-a.

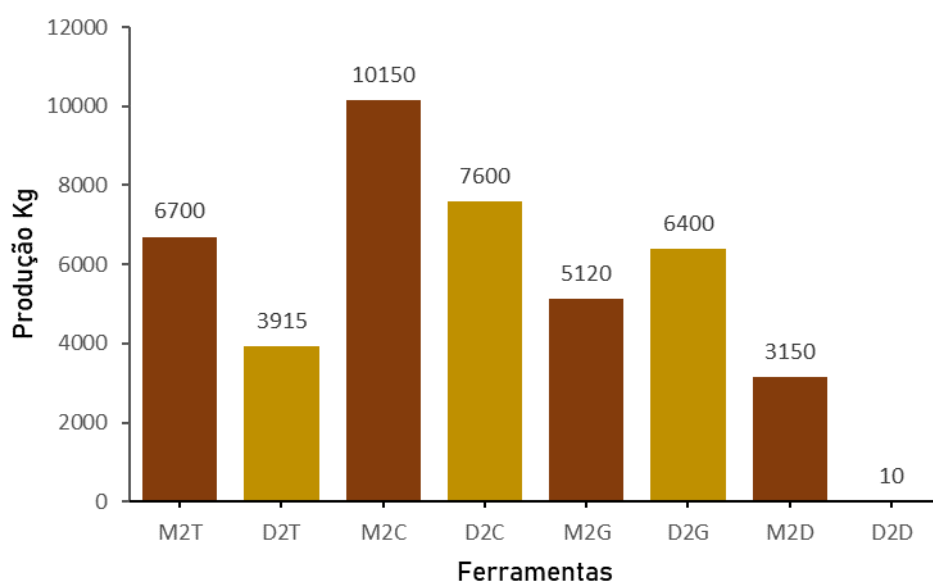
#### 4.4 AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

##### 4.4.1 Produtividade

A Figura 24 mostra a produtividade, em Kg, das ferramentas submetidas ao teste de desempenho. As ferramentas de códigos M2T e D2T conforme recebidas (Termicamente

tratadas com têmpera e revenimento) foram inicialmente testadas. A ferramenta de aço M2 atualmente utilizada na fábrica produziu 6700 kg, 71,1% a mais do que a ferramenta de aço D2 adquirida exclusivamente para elaboração deste trabalho.

Figura 24 – Gráfico de produtividade em kg das ferramentas D2 versus M2.



Fonte: Aatoria própria (2019)

A ferramenta de aço M2 que recebeu uma camada de nitretação realizada de forma convencional, alcançou uma produção de 10150 Kg, representando uma melhora de 51,5% em seu desempenho, principalmente devido ao aumento da microdureza superficial e excelente profundidade da zona de difusão. A ferramenta M2 nitretada em gaiola catódica teve sua produtividade comprometida, chegando a reduzir o desempenho em 24% em relação a ferramenta de partida. Esse fato pode ser explicado pela redução da microdureza superficial e o amolecimento do substrato após a nitretação, conforme observado no gráfico de perfil de microdureza.

A ferramenta de aço AISI D2 tratada com gaiola catódica produziu 2485 Kg a mais, representando um ganho de 63,5% em produtividade, enquanto que a ferramenta com a

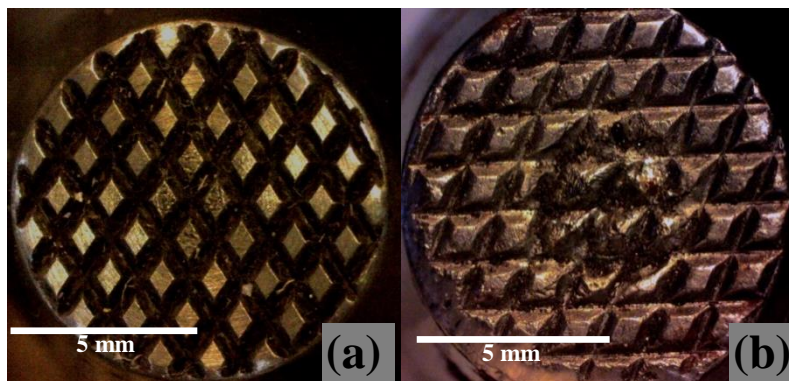


aplicação da nitretação convencional proporcionou um ganho 94,2%. O fato mostra que uma fina camada de compostos, como é o caso da ferramenta com nitretação convencional já é adequada para a redução do desgaste adesivo, principalmente para ferramentas onde existe impacto. (DAS et al., 2016; PESSIN et al., 2000)

Com os tratamentos duplex obteve-se resultados completamente diferentes com os testes dos dois aços. A ferramenta de aço M2 com tratamento duplex produziu 3150 Kg, o que corresponde a apenas 47% da produção obtida com ferramenta sem tratamento superficial. Esse resultado está relacionado a fraca adesão entre o filme de TiN e a camada nitretada com formação de uma camada de compostos obtida durante a nitretação em gaiola catódica, conforme comprova a Difração de Raios-X da Figura 23-b. Na camada de compostos ocorre transformações de fases durante o pré-sputtering no PVD comprometendo as propriedades mecânicas na interface (FRANCO JUNIOR; PINEDO; TSCHIPTSCHIN, 2009; LEE; PARK; PARK, 2006; NICKEL et al., 2000; ROUSSEAU et al., 2015; SERRA, 2018). A produtividade foi consideravelmente comprometida quando comparada à obtida pela ferramenta apenas nitretada em gaiola catódica (com menor microdureza da superfície e do substrato), o que sugere que o lascamento do filme de alta dureza pode ter potencializado desgaste abrasivo, contribuindo para um pior desempenho dessa ferramenta.

Os testes seguiram o modo de desgaste evidenciado na ferramenta de aço D2 nitretada em gaiola catódica como mostrado na Figura 25.

Figura 25 – Aspecto da superfície de trabalho da ferramenta de aço D2:(a)antes da nitretação e teste de desempenho e (b) nitretada e após o teste de desempenho.

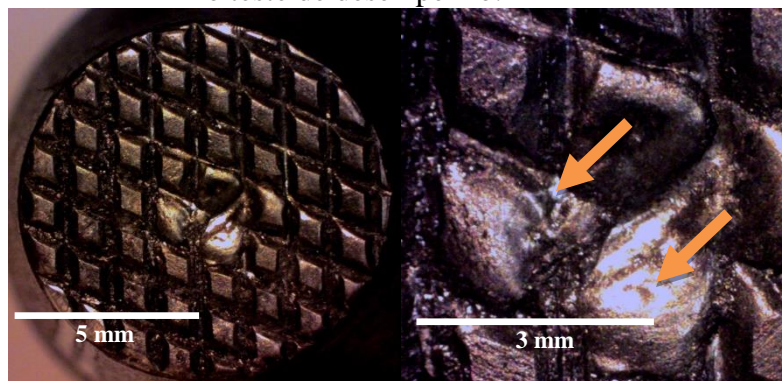


Fonte: Autoria própria (2019)

A falha nesse tipo de ferramenta ocorre basicamente devido a adesão mecânica do metal conformado, geralmente um aço de baixo carbono, sobre a superfície irregular da ferramenta que combina alta velocidade de conformação e considerável temperatura, facilitando o processo de adesão. Esse mecanismo gera partículas altamente encruadas e de elevada dureza. Tais partículas se desprendem, facilitando o desgaste abrasivo que é potencializado em um processo isento de lubrificação. Os repetidos ciclos de carregamento causam tensões cíclicas na superfície, formando regiões de alta energia, propícias a nucleação e propagação de micro trincas internas que provocam o deslocamento do metal, podendo levar a fadiga superficial localizada. As partículas que se desprendem passam a compor o mecanismo de desgaste por abrasão. (STACHOWIAK; BATCHELOR, 2013)

A ferramenta de aço D2 com deposição de TiN praticamente não registou produção. O resultado corrobora com a queda abrupta de microdureza logo abaixo do filme, conforme perfil de microdureza obtido para esse tratamento e comprova a perda da capacidade de carregamento do substrato.

Figura 26 – Aspecto da superfície de trabalho da ferramenta D2 com tratamento duplex após o teste de desempenho.



Fonte: Autoria própria (2019)

A falha da ferramenta observada na Figura 26, mostra que apesar da ação de outros mecanismos de desgaste, a maior contribuição foi da deformação plástica facilitada pela baixa dureza do substrato. (HUTCHINGS, 1992)

#### 4.4.2 Custo de produção

Para determinar o custo de produção das ferramentas testadas, considerou-se o preço da nitretação definido pelo fornecedor das ferramentas, tendo em vista o custo real que seria adicionado para aplicação do método. No orçamento da Tabela 4 é possível mensurar o preço de uma nitretação. A Tabela 9 mostra o custo de produção por tonelada para cada ferramenta submetida ao teste de desempenho. O custo atual de produção é de R\$ 44,03, considerando a ferramenta confeccionada em aço AISI M2 termicamente tratada.

Tabela 9 – Custo de produção.

<b>Amostra</b>	<b>Aço AISI</b>	<b>Custo de aquisição</b>	<b>Custo da Nitretação</b>	<b>Produção t</b>	<b>Custo/tonelada (R\$)</b>
M2T	M2	R\$ 295,00	R\$0,00	6,700	R\$44,03
D2T	D2	R\$ 220,00	R\$0,00	3,915	R\$56,19
M2C	M2	R\$ 295,00	R\$35,00	10,150	R\$32,51
D2C	D2	R\$ 220,00	R\$35,00	7,600	R\$33,55
M2G	M2	R\$ 295,00	R\$35,00	5,120	R\$64,45
D2G	D2	R\$ 220,00	R\$35,00	6,400	R\$39,84
M2D	M2	R\$ 295,00	R\$35,00	3,150	R\$104,76
D2D	D2	R\$ 220,00	R\$35,00	0,001	--

Fonte: Autoria própria

Os resultados dos testes de desempenho mostraram que foi possível reduzir em cerca de 26% o custo atual de produção com a utilização da ferramenta de aço M2 e em 23,5% utilizando a ferramenta de aço D2, ambas submetidas a nitretação a plasma convencional. Com a ferramenta de aço D2 nitretada em gaiola, obteve-se uma redução de 9,5%.

As ferramentas de aço M2 nitretada em gaiola e M2 submetida ao duplex registraram aumento do custo de produção devido seus baixos desempenhos. Não foi plausível quantificar o custo de produção da ferramenta de aço D2 com aplicação do duplex.

As paradas para troca da ferramenta não foram levadas em consideração, já que, esse tipo de ferramenta dispõe de um tempo de set-up muito baixo e não afeta de forma significativa a produtividade da máquina.

---

## **CAPÍTULO 5**

### **CONCLUSÕES**

---

## 5 CONCLUSÕES

Apesar do menor preço da ferramenta e excelente resistência ao desgaste quando aplicado em rolos, roletes e guias para laminação de arames, o uso do aço AISI D2 (termicamente tratado) para essa aplicação, foi pouco eficiente comparado ao aço AISI M2 atualmente utilizado pela empresa.

Os resultados obtidos evidenciaram que a aplicação da nitretação convencional e em gaiola catódica, a 480°C, são efetivas para aumento da vida útil das ferramentas de estampagem e conformação de pregos devido à redução do desgaste adesivo e abrasivo, ocasionada pela formação de nitretos do tipo  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e o consequente aumento da microdureza superficial.

O controle da temperatura do processo sobre as ferramentas deve ser tratado de forma cuidadosa para evitar a redução acentuada da dureza do substrato e sua capacidade de carregamento, assim como ocorreu com as amostras M2G e D2D.

O tratamento duplex apresentou as maiores microdurezas superficiais, porém a baixa produtividade das ferramentas comprova que a aplicação do tratamento nas condições propostas não é uma boa opção para ferramentas de conformação, devida a fraca adesão do revestimento sobre uma espessa camada de compostos obtida por nitretação em gaiola catódica.

A melhor resposta ao tratamento de superfície foi obtida para o aço AISI D2 com aplicação da nitretação convencional, que chegou a um aumento de 94,2% na produtividade da ferramenta nitretada em relação a ferramenta de termicamente tratada.

A aplicação da nitretação a plasma se mostrou viável na redução do custo atual de produção para os dois aços testados, sendo que o melhor custo-benefício foi conseguido com a nitretação convencional na ferramenta de aço AISI M2 a 480°C por 4h, chegando a uma

redução de 26% no custo de produção com essa ferramenta e cerca 3,5% sobre o custo total de produção o que fornece uma projeção, sobre as 2160 toneladas em volume anual de produção de pregos da fábrica, de uma economia de R\$ 24.900,00/ano apenas para esse tipo de ferramenta.

---

## **CAPÍTULO 6**

## **REFERÊNCIAS**

---



## 6 REFERÊNCIAS

ABREU, L. H. P. DE. **Nitretação a Plasma em Gaiola Catódica: Caracterização e Avaliação do Desempenho da Camada Nitretada em Ferramentas de Conformação**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Piauí, 2018.

AKBARI, A. et al. Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high speed steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 204, n. 24, p. 4114–4120, 2010.

ALI, M.; HAMZAH, E.; TOFF, M. R. Friction coefficient and surface roughness of TiN-coated HSS deposited using cathodic arc evaporation PVD technique. **Industrial Lubrication and Tribology**, v. 60, n. 3, p. 121–130, 2008.

ALPHONSA, I. et al. A study of martensitic stainless steel AISI 420 modified using plasma nitriding. v. 150, p. 263–268, 2002.

ALVES JR., C. et al. Use of cathodic cage in plasma nitriding. **Surface & Coatings Technology**, v. 201, p. 2450–2454, 2006.

ALVES JR, C. **Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações**. 1ª ed. Natal, 2001.

ARAÚJO, A. G. F. **Influência da Temperatura na Nitretação Iônica Aplicada a Ferramentas de Corte de Aço AISI M2**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Piauí, 2015.

ARAÚJO FILHO, O. O. et al. Secondary hardening of an AISI M3:2 high speed steel sinter 23 hot isostatic pressed. **Materials Science Forum**, v. 899, p. 361–365, 2017.

ASTM E1823-13. **Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing**, 2013.

BALLES, A. C. et al. Nitretação a Plasma Como Meio Alternativo ou Complementar à Oxidação Negra na Proteção à Corrosão do Aço de Baixo Teor de Carbono. **Revista Matériaria**, v. 9, n. 4, p. 360–369, 2004.

BARSHILIA, H. C. et al. Sputter deposited low-friction and tough Cr e Si 3 N 4

nanocomposite coatings on plasma nitrided M2 steel. **Vaccum**, v. 86, n. 8, p. 1118–1125, 2012.

BARWELL, F. T. The contribution of particle analysis to the study of wear of metals. **Wear**, v. 90, n. 1, p. 167–181, 1983.

BASHIR, M. I. et al. Enhanced surface properties of aluminum by PVD-TiN coating combined with cathodic cage plasma nitriding. **Surface & Coatings Technology j**, v. 327, p. 59–65, 2017.

BITTENCOURT, J. A. **fundamentals Of Plasma Physics**. 3rd. ed. São José dos Campos: Springer Science Business Media, LLC, 2004.

BOURITHIS, L.; PAPADIMITRIOU, G. D.; SIDERIS, J. Comparison of wear properties of tool steels AISI D2 and O1 with the same hardness. **Tribology International**, v. 39, p. 479–489, 2006.

BRESSAN, J. D.; GILAPA, L. M.; DAROS, D. P. Influência do Revenimento na Resistência ao Desgaste do Aço Villares D2. **Encontro da Cadeia de Ferramentas, Moldes e Matrizes, São Paulo: ABM**, v. V.4, p. 53–58, 2007.

CARDOSO, G. D. S.; DIAS, V. W.; ROCHA, A. D. S. Os efeitos do processo de corte cisalhante em barras oriundas do processo de trefilação combinada. **Revista Matéria**, v. 22, n. 03, 2017.

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**. 7<sup>a</sup> Ed. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2008.

CHO, K. S.; LEE, C. . The Effects of Carbon on Ion- Nitriding. **Journal of Engineering Materials and Technology**, v. 102, p. 229–233, 1980.

CHO, T. K. et al. Enhanced surface hardening of AISI D2 steel by atomic attrition during ion nitriding. **Surface & Coatings Technology**, v. 251, p. 115–121, 2014.

COROMANT, S. **Modern Metal Cutting: a Practical Handbook**. 1<sup>a</sup> ed. North American Edition, 1994.

COROMANT, S. Effect of different surface states before plasma nitriding on properties and

machining behavior of M2 high-speed steel. v. 165, p. 176–185, 2003.

DAS, K. et al. Microstructure and wear behaviour of pulsed plasma nitrided AISI H13 tool steel. **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 55, n. 4, p. 402–408, 2016.

DAVIS, J. R. **Surface engineering for corrosion and wear resistance**. 1<sup>a</sup> ed. ASM International, 2001.

DE SOUSA, R. R. M. et al. Uniformity of temperature in cathodic cage technique in nitriding of austenitic stainless steel AISI 316. **Surface Engineering**, v. 24, n. 4, p. 313–318, 2008.

DE SOUSA, R. R. M. et al. Cathodic cage plasma deposition of TiN and TiO<sub>2</sub> thin films on silicon substrates. **American Vacuum Society**, v. 33, n. 4, p. 041502-1-041502-5, 2015a.

DE SOUSA, R. R. M. et al. Cathodic cage plasma deposition of TiN and TiO<sub>2</sub> thin films on silicon substrates. **Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 33, n. 4, p. 041502, 2015b.

DEVI, M. U.; MOHANTY, O. N. Plasma-nitriding of tool steels for combined percussive impact and rolling fatigue wear applications. v. 107, p. 55–64, 1998.

DÍAZ-GUILLÉN, C. . et al. Electrochemical Corrosion Performance of AISI D2 Tool Steel Surface Hardened by Pulsed Plasma Nitriding. v. 8, p. 973–982, 2013.

EDENHOFFER, B., "Physical and metallurgical aspects of ionitriding Part 2", Heat Treatment of Metals, vol. 2, (1974), 59-67.

FERKEL, H. et al. RF nitriding of severely deformed Armco iron and St2K50. **Surface and Coatings Technology**, v. 174–175, p. 1164–1170, 2003.

FERRONORTE INDUSTRIAL. **Centro de custo: Custo de produção de pregos comuns com cabeça**. Teresina, Piauí, Brasil, 2017.

FRANCO JR., A. R.; OSPINA, C. M. G.; TSCHIPTSCHIN, A. P. Análise Numérica e Experimental da Cinética de Nitretação a Plasma de Aços ferramenta. **Revista ABM**, v. 1, n. 1, p. 6–11, 2004.

FRANCO JUNIOR, A. R.; PINEDO, C. E.; TSCHIPTSCHIN, A. P. Utilização da nitretação sob plasma como pré-tratamento ao revestimento TiN-PVD na geração de superfícies dúplex

no aço AISI H13. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 5, n. 3, p. 179–185, 2009.

GARZÓN, C. M.; FRANCO JR, A. R.; TSCHIPTSCHIN, A. P. Thermodynamic Analysis of M 7 C 3 Carbide Dissolution during Plasma Nitriding of an AISI D2 Tool Steel. v. 57, p. 737–745, 2017.

GUIMARÃES, F. E. DA S. **Deposição de TiCN e Tratamento Dúplex Simultâneo Através do Uso de Gaiola Catódica: Estudo Comparativo**. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal do Piauí, 2018.

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**, v. 384–385, p. 159–168, 2017.

HÖCK, K. et al. Wear resistance of prenitrided hardcoated steels for tools and machine components. **Surface and Coatings Technology**, v. 88, n. 1–3, p. 44–49, 1997.

HUBBARD, P. **Characterisation of a Commercial Active Screen Plasma Nitriding System**. Degree of Doctor. RMIT University Australia, 2007.

HUTCHINGS, I. M. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. London: Edward Arnold, 1992.

KOLOZVARY, Z.; PLASMATERM, S. C. **Residual Stresses in Nitriding. Handbook of Residual Stress Deformation and of Steel**. 1<sup>a</sup> ed. United States of America: ASM International, 2002.

LEE, I.; PARK, Y.-H.; PARK, I. The Characteristics of Surface Layers Produced on SKD 61 Steel by Plasma Radical Nitriding Compared with Conventional Plasma Ion Nitriding. **Solid State Phenomena**, v. 118, p. 155–160, 2006.

LIEN, T. S. et al. In-service performance of components treated with plasma nitriding and arc ion plating duplex coatings. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 184, n. 1–3, p. 401–406, 2007.

MACHUNO, L. G. et al. Desenvolvimento e avaliação de uma fonte DC de alta tensão para utilização em sistema de deposição de filmes finos por pulverização catódica. **Revista**

**Matéria**, v. 21, n. 02, p. 492–500, 2016.

MAHBOUBI, F. **The influence of the mode of plasma generation on the plasma nitriding behaviour of a micoralloyed [i.e. microalloyed] steel**. Doctoral thesis. University of Wollongong, 1995.

MENDANHA, A. et al. Principais parâmetros metalúrgicos e suas influências na qualidade e desempenho do aço para trabalho a frio AISI D2. **Encontro ABM, 2008; Encontro da Cadeia de Ferramentas, Moldes e Matrizes**, 6, v. 2, p. 166–185, 2008.

MESQUITA, R. A. **Tool Steels: Properties and performance**. 1<sup>a</sup> ed. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2016.

MISHINA, H.; HASE, A. Effect of the adhesion force on the equation of adhesive wear and the generation process of wear elements in adhesive wear of metals. **Wear**, v. 432–433, n. June, p. 202936, 2019.

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**, v. 258, p. 566–573, 2014.

NAEEM, M. et al. Novel duplex cathodic cage plasma nitriding of non-alloyed steel using aluminum and austenite steel cathodic cages. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 721, p. 307–311, 2017.

NICKEL, J. et al. Evaluation of the wear of plasma-nitrided and TiN-coated HSS drills using conventional and Micro-PIXE techniques. **Wear**, v. 239, n. 2, p. 155–167, 2000.

NISHIMOTO, A. et al. Simultaneous duplex process of TiN coating and nitriding by active screen plasma nitriding. **Surface & Coatings Technology**, v. 228, p. S558–S562, 2013.

OLIVEIRA, W. C. **Estudo Da Viabilidade de Uso do Aço Ferramenta AISI D6 para Corte de Placas de Baterias Chumbo-Ácido**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Campina Grande, 2018.

PAZ, V. DE F. **Estudo e caracterização metalográfica da resistência ao desgaste em aços ferramenta sinterizados, temperados a vácuo, utilizados em matrizes de estampagem**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2016.

PRASS, A. R.; FONTANA, L. C.; RECCO, A. C. A. Nitretação por plasma com revenimento simultâneo do aço ferramenta VF 800AT. *Revista Matéria*, v. 22, n. 2, 2017.

PESSIN, M. A. et al. The effects of plasma nitriding process parameters on the wear characteristics of AISI M2 tool steel. *Tribology Letters*, v. 8, n. 4, p. 223–228, 2000.

PINEDO, C. E. Revestimento PVD e nitretação sob plasma aplicados em ferramentas para conformação e corte a frio. **Encontro ABM, 2011; Encontro da Cadeia de Ferramentas, Moldes e Matrizes**, 9, n. 1984–9893, p. 99–108, 2011.

PYE, D. Soluções de problemas para processos de nitretação - Parte II. **Revista Industrial Heating**, p. 50–53, 2017.

RIBEIRO, R. et al. Nitriding of AISI 1020 Steel: Comparison Between Conventional Nitriding and Nitriding with Cathodic Cage. **Materials Research**, v. 17, n. 3, n. 1516–1439, p. 708–713, 2014.

ROBERTS, G.; KRAUSS, G.; KENNEDY, R. **Tool Steels**. 5<sup>a</sup> ed. ASM International, 1998.

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**, v. 272, p. 403–408, 2015.

SANTOS, S. C.; SALES, W. F. **Aspectos Tribológicos da Usinagem dos Materiais**. 1. ed. Editora Artliber, 2007.

SERRA, P. L. C. **Aplicação de Nitretação e Tratamento Duplex em Brocas de Aço Rápido - HSS**. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal do Piauí, 2018.

SIDDIQUI, S. A. **Investigation of the tribological performance of wear resistant surface layers produced on automotive tool steel by duplex heat treatments Consultant** : Master of Science - University of Miskolc, 2017.

SILVA, A. L. V. DA C.; MEI, P. R. **Aços e ligas Especiais**. 2<sup>a</sup> ed. São Paulo - SP: Editora Edgard Blücher, 2006.

SOMERS, M. A. J.; MITTEMEIJER, E. J. Layer-growth kinetics on gaseous nitriding of pure iron: Evaluation of diffusion coefficients for nitrogen in iron nitrides. **Metallurgical**

**and Materials Transactions A**, v. 26, n. 1, p. 57–74, 1995.

SOUSA, R. M. et al. Nitretação em gaiola catódica: influência do tempo de tratamento. **Revista Matéria**, v. 13, n. 1, p. 119–124, 2008.

SOUSA, R. R. M. et al. Nitretação iônica em gaiola catódica do aço ferramenta tipo AISI D2 para trabalho a frio. **Revista Matéria**, v. 14, n. 2, p. 861–868, 2009.

SPIES, H.-J.; DALKE, A. **Comprehensive Materials Processing**. 1ª ed. Elsevier, 2014.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. 4. ed. Elsevier, 2013.

SUN, Y.; BELL, T. Plasma surface engineering of low alloy steel. **Materials Science and Engineering**, v. 140, p. 419–434, 1991.

TIER, M. A. et al. A study of carbon redistribution during plasma nitriding of steel. **International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress 2006**, v. 15, n. February 2016, p. 193–199, 2006.

VALES, S. D. S. et al. Effect of low temperature nitriding of 100Cr6 substrates on TiN coatings deposited by IBAD. **Materials Research**, v. 18, n. 1, p. 54–58, 2015.

VILLARES. **Villares Metals: Aços rápidos & Aços para trabalho a frio**. Site Disponível em: <http://www.villaresmetals.com.br>. Acesso em: 27 setembro 2018., , 2018.

XIAOLEI, X. U. et al. Transmission electron microscopy study on the cross-sectional microstructure of an ion-nitriding layer. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 27, n. 5, p. 1347–1352, 1996.

YAMAMOTO, T.; OLSSONB, M.; HOGMARK, S. Three-body abrasive wear of ceramic materials. v. 174, p. 21–31, 1994.

ZAMBON, M. F. et al. Influência da Temperatura na Nitretação Iônica dos Aços DIN16MnCr5, AISI-420 E SAE-4140. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 29, n.2, p. 77–80, 2010.

ZEPON, G. **Desenvolvimento do Aço Inoxidável Supermartensítico Resistente ao Desgaste Por Conformação por Spray para Aplicação em “Risers”**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de São Carlos, 2013.



## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Avaliar o efeito da deposição de nitreto de titânio em ferramentas de aço *AISI* D2 e M2, previamente nitretadas a plasma convencional em tempos inferiores a 2 horas.
2. Estudar a aplicação da nitretação em ferramentas de conformação e estampagens de pregos confeccionadas em aço D6.
3. Estudar as temperaturas críticas que possam resultar no amolecimento do substrato do aço *AISI* M2 (termicamente tratado), durante tratamentos de deposição e nitretação a plasma em gaiola catódica.
4. Avaliar o comportamento do aço D2 nitretado a 400, 450 e 500°C na aplicação de ferramentas de conformação e estampagens de pregos.
5. Realizar aplicação de outros revestimentos no processo de deposição em ferramentas de conformação de pregos.