

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CURSO DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO E NITROCEMENTAÇÃO
POR PLASMA SOBRE A REDUÇÃO DE POROSIDADE SUPERFICIAL
EM AMOSTRAS DE FERRO PURO SINTERIZADO**

**DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA
CATARINA PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM
ENGENHARIA MECÂNICA**

ADELCI MENEZES DE OLIVEIRA

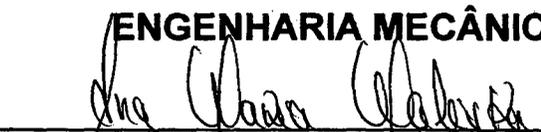
FLORIANÓPOLIS, MARÇO DE 1998.

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO E NITROCEMENTAÇÃO
POR PLASMA SOBRE A REDUÇÃO DA POROSIDADE SUPERFICIAL
EM AMOSTRAS DE FERRO PURO SINTERIZADO**

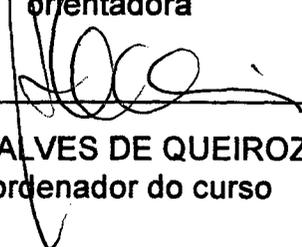
ADELCI MENEZES DE OLIVEIRA

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de mestre
em engenharia.

**ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA E APROVADA EM SUA
FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA MECÂNICA**

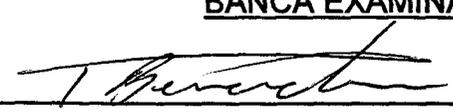


ANA MARIA MALISKA, Dra. Eng. Mec.
orientadora

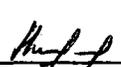


ABELARDO ALVES DE QUEIROZ, Ph.D.
Coordenador do curso

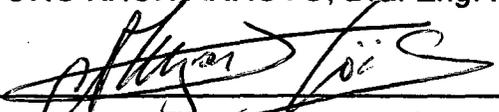
BANCA EXAMINADORA



PEDRO A. N. BERNARDINI, Dr. Eng. Mec.



INGEBORG KHÜN ARROYO, Dra. Eng. Mec.



JOEL L. R. MUZART, Dr. D'État

Aos meus pais Cícero Cesario de Oliveira e irene Menezes de Oliveira, por serem meus pais e estarem sempre comigo, em todos os momentos de minha vida.

Agradecimentos

A minha orientadora que participou ativamente no desenvolvimento deste trabalho, muitas vezes tendo sua sala “invadida” por mim, e ocupada nunca deixou de tratar de assuntos fundamentais e importantes.

Aos amigos, que sem dúvida tiveram sua contribuição, alguns sem saber que o faziam, e estimularam e acreditaram em mim.

A toda minha família, que apesar da distância sempre estiveram comigo, no meu coração.

A **DEUS**, por último para que nunca o esqueçamos, por nos permitir que caminhemos, caminhemos, caminhemos, escolhamos nossas direções e descubramos o óbvio como necessário e suficiente.

ÍNDICE

RESUMO.....	vii
ABSTRACT.....	viii
LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE QUADROS.....	x
LISTA DE TABELAS.....	xi
CAPÍTULO 01 - INTRODUÇÃO.....	01
1.1 - Aspectos gerais.....	01
1.2 - Objetivos.....	02
1.3 - Estruturação da dissertação.....	02
CAPÍTULO 02 - FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	04
2.1 - Metalurgia do pó.....	04
2.2 - Superfícies.....	05
2.3 - Descargas elétricas.....	07
2.4 - Tratamentos superficiais.....	11
2.4.1 - Processos de deposição.....	12
2.4.2 - Processos de modificação superficial.....	15
2.5 - Nitretação e nitrocementação por plasma.....	19
2.5.1 - Nitretação.....	19
2.5.2 - Nitrocementação.....	22
CAPÍTULO 03 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	25
3.1 - Preparação das amostras.....	26
3.1.1 - Peneiramento de pós.....	26
3.1.2 - Compactação e sinterização.....	27
3.2 - Nitretação e nitrocementação das amostras.....	30
3.2.1 - Parâmetros para processamento das amostras.....	30
3.3- Medidas de porosidade superficial.....	31
3.3.1 - Verificação teórica aproximada	32
3.3.2 - Verificação experimental.....	33
3.4 - Verificação de variação dimensional, após tratamento.....	37

CAPÍTULO 04 - RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	39
4.1 - Análise teórica.....	39
4.2 - Análise estatística.....	43
4.2.1 - Influência da temperatura de tratamento.....	45
4.2.2 - Influência da faixa de tamanho de partícula.....	46
4.2.3 - Influência do tratamento superficial.....	50
4.2.4 - Influência de interação entre fatores.....	51
4.3 - Análise fenomenológica.....	52
4.3.1 - Influência da temperatura de tratamento.....	52
4.3.2 - Influência da faixa de tamanho de partículas.....	60
CAPÍTULO 05 - CONCLUSÕES.....	63
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	66
ANEXO I - MEDIDAS DE POROSIDADE SUPERFICIAL	67
ANEXO II - ESPESSURA DE CAMADA BRANCA.....	77
ANEXO III - MICRODUREZA.....	81
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	86

RESUMO

Estudou-se a influência dos tratamentos de nitretação e nitrocementação por plasma sobre a redução de porosidade superficial em amostras de ferro puro sinterizado. Foram utilizadas 5 faixas de tamanho de partículas, com finalidade de verificar a dependência destes processos sobre poros de dimensões distintas.

Os tratamentos superficiais foram realizados a 540 °C, 570 °C e 600 °C por 2 horas, e 570 °C por 5 horas apenas para algumas faixas de tamanho de partículas. Utilizou-se uma mistura gasosa de 90%N₂ - 10%H₂ para nitretação e de 87,75%N₂ - 2,5%CH₄ - 9,75%H₂ para nitrocementação. Para medição de porosidade utilizou-se a técnica de análise de imagens e para caracterização geral, microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios-X e microdureza.

Observou-se uma maior redução de porosidade para amostras pertencentes a faixas de tamanho inferiores, maior eficiência para processo de nitrocementação, mas estatisticamente ficou provado nenhuma dependência com a temperatura. O mecanismo para redução de porosidade é crescimento cristalino.

ABSTRACT

It was studied the influence of the treatments of plasma nitriding and nitrocarburizing over the reduction of porosity superficial in samples of pure sintered iron. Five ranges of size of particles were used, to verify the dependence of these processes on pores of different dimensions.

The superficial treatments were done at 540 °C, 570 °C and 600 °C for 2 hours, and 570 °C for 5 hours, for only some ranges of size of particles. It was used a gaseous mixture of 90%N₂ - 10%H₂ for nitriding and of 87,7%N₂ - 2,5%CH₄ - 9,75%H₂ for nitrocarburizing. For measuring of the porosity it was used the technique of image analysis and for general characterization, optical microscopy, scanning electronic microscopy, diffraction of X-rays and microhardness.

It was noted a larger reduction of porosity for samples of the ranges of smaller size, better efficiency for nitrocarburizing treatment, but it was statistically proved there isn't any dependence on temperature. The mechanism for reduction of porosity is growth crystalline.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Perfil superficial.....	07
Figura 2 - Comportamento tensão x corrente para descargas elétricas.....	10
Figura 3 - Descarga elétrica anormal, esquemática.....	10
Figura 4 - Distribuição de potencial em uma descarga anormal.....	11
Figura 5 - Diagrama Fe-N.....	20
Figura 6 - Diagrama Fe-C-N, secção a 550 °C.....	23
Figura 7 - Célula unitária hexagonal compacta.....	23
Figura 8 - Ciclo de sinterização.....	28
Figura 9 - Amostras de faixas de tamanho distintas sinterizadas.....	29
Figura 10 - Objeto-modelo, idealizado de superfície.....	32
Figura 11 - Objeto para verificação de redução de porosidade.....	33
Figura 12 - Imagens binarizadas para análise.....	35
Figura 13 - Perfil superficial, esquemático.....	36
Figura 14 - Perfil superficial, invertido.....	36
Figura 15 - Resposta teórica para processos de deposição.....	40
Figura 16 - Respostas experimentais, nitretação a 540 °C.....	43
Figura 17 - Redução de porosidade para vários níveis de temperatura.....	46
Figura 18 - Verificação do caráter de deposição.....	47
Figura 19- Análise sobre um depósito, nitretada a 570 °C.....	48
Figura 20 - Resposta para tratamentos de nitretação e nitrocementação.....	50
Figura 21 - Difrátogramas para amostras nitretadas.....	53
Figura 22 - Difrátogramas para amostras nitrocementadas.....	54
Figura 23 - Micrografias para nitretação.....	56
Figura 24 - Efeito da presença de carbono.....	57
Figura 25 - Análise em amostras nitretadas e nitrocementadas a 570 °C por 5 horas.....	59
Figura 26 - Perfis de microdureza.....	60
Figura 27 - Aspecto de penetração de camada.....	62

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Variáveis envolvidas nos processos.....	25
--	----

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química do pó utilizado.....	26
Tabela 2 - Distribuição de tamanho de partículas.....	26
Tabela 3 - Peneiras utilizadas.....	27
Tabela 4 - Faixas de tamanho de partículas.....	27
Tabela 5 - Ampliações utilizadas.....	34
Tabela 6 - Variação dimensional.....	37
Tabela 7 - Porosidade superficial, antes e após tratamento.....	41
Tabela 8 - Variação geral de porosidade.....	42
Tabela 9 - Número de graus de liberdade.....	45
Tabela 10 - Resultado de análise estatística.....	45
Tabela 11 - Medidas de rugosidade, utilizando parâmetro R_a	48
Tabela 12 - Espessura de camada.....	55
Tabela 13 - Microdureza de camada.....	58
Tabela 14 - Espessura de camada para faixas de tamanho de partículas.....	61

INTRODUÇÃO**1.1 - Aspectos gerais**

A fabricação de componentes mecânicos pode ser por vários processos. Podem ser por processos de conformação, fundição, soldagem, usinagem e metalurgia do pó. Alguns componentes podem ser processados por mais de uma técnica, até o estado acabado, como pode ser o caso de algumas peças fundidas ou soldadas. A técnica de fabricação por metalurgia do pó (MP) é caracterizada pela possibilidade de um bom controle dimensional dos componentes, baixo consumo de matéria-prima, por ser bastante versátil, de alta produtividade e muitas vezes sem necessidade de acabamento final [47,48,51].

A técnica de metalurgia do pó é utilizada na fabricação de componentes estruturais, de filtros, de mancais auto-lubrificantes, etc. É muito utilizada na indústria automobilística, onde são fabricados componentes estruturais como árvores de manivelas, de comando de válvulas e componentes de transmissão de movimentos como engrenagens para caixas de mudanças.

Uma característica intrínseca à maioria dos produtos obtidos por esta técnica é a presença de poros, podendo ser comunicantes ou não. A presença destes poros pode ser desejável, no caso de filtros e mancais, ou indesejada, no caso de componentes com função estrutural.

Quando um componente estrutural além de estar submetido a esforços cíclicos, possa sofrer desgaste, é importante se aplicar tratamentos superficiais. Estes tratamentos adicionam resistência ao desgaste, em alguns casos induzindo tensões compressivas na superfície e melhorando a resistência à fadiga, mantendo um núcleo tenaz capaz de exercer a função estrutural a que se destina.

Existem várias técnicas de tratamentos superficiais, mas no caso de necessitar melhor controle dimensional, menor distorção, além de maior resistência à

corrosão, utilizam-se os tratamentos de nitretação e nitrocementação. Estes tratamentos, de utilização crescente, podem ser realizados em meios gasosos, líquidos, sólidos e por plasma, de utilização crescente há vários anos. Quando aplicados a produtos obtidos por MP, os tratamentos realizados em atmosfera gasosa podem penetrar pelos poros, causando a fragilização do material, e nos tratamentos realizados em meios líquidos, os sais podem impregnar nos poros corroendo o interior do material. A técnica de tratamento por plasma supera estas deficiências.

É importante, em componentes obtidos por MP, proceder-se ao selamento dos poros superficiais, principalmente quando trabalham em ambientes corrosivos e que estejam submetidos a desgaste [22]. Alguns pesquisadores [31,45] têm observado um fechamento de poros nestes componentes tratados por nitrocementação por plasma, entretanto não foram realizadas medidas quantitativas para este fenômeno.

1.2 - Objetivos

Gerais

O presente trabalho tem a finalidade de comparar os processos de tratamentos superficiais de nitretação e nitrocementação por plasma, no que se refere à eficiência de redução de porosidade superficial na superfície de amostras de ferro puro sinterizado.

Específicos

Especificamente visa-se compreender mecanismos responsáveis pela redução de porosidade superficial, dependência que possa ter com temperatura de tratamento e faixas de tamanho de partículas.

1.3 - Estruturação da dissertação

Por ser um trabalho fundamentalmente de tratamentos superficiais por plasma, em produtos obtidos por MP, uma fundamentação teórica deve ser feita sobre estes vários assuntos, não se procurando fazer estudo complexo, visto a grande existência

de literatura especializada.

No capítulo dois serão apresentados os fundamentos básicos da ciência de metalurgia do pó, aspectos elementares sobre superfícies, descargas elétricas, tratamentos de modificação superficiais, de deposição e os tratamentos de nitretação e nitrocementação por plasma.

No capítulo três são apresentados passos para preparação de amostras, a técnica utilizada para medir porosidade superficial, bem como proposição de algumas outras. Um estudo teórico de selamento para poros é feito, visando confirmar hipóteses para mecanismo responsável por este fenômeno e de transferência de massa de nitrogênio e carbono, durante a nitretação e nitrocementação por plasma. São ainda apresentados parâmetros utilizados para realização dos tratamentos por plasma.

Os resultados são apresentados e discutidos no capítulo quatro. Através de uma análise estatística é verificada a influência da temperatura do tratamento sobre o selamento dos poros para diferentes tamanhos de partículas, bem como dos tratamentos superficiais utilizados. É feita caracterização de tratamentos, de amostras, quando comparações sob aspectos fenomenológicos são enfocadas.

No capítulo cinco são apresentadas conclusões e em seguida sugestões para trabalhos futuros.

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA**2.1 - Metalurgia do pó**

O processamento de metais a partir do pó data de tempos remotos. Os incas e egípcios já utilizavam a técnica há muito tempo [47]. A técnica está fundamentada em partir-se do pó e obter componentes característicos, com propriedades desejadas. Para isto são aplicados calor e trabalho.

O pó é compactado a uma pressão, de acordo com o fim a que se destinam os elementos. Este passo inicial é útil para fornecer uma ligação inicial entre as partículas, através da deformação plástica sofrida, permitindo que possuam resistência suficiente e sejam manuseadas. Após esta fase inicial as peças são submetidas a um aquecimento, tratamento térmico denominado de sinterização, responsável pela soldagem entre partículas. O fenômeno responsável por este acontecimento é a difusão. Sendo um fenômeno termicamente ativado, quanto maior a temperatura melhor a ligação entre partículas e mais densas serão as peças obtidas por esta técnica, o que é muito importante para aplicações estruturais.

Existem algumas operações anteriores e intermediárias à compactação e sinterização, como produção do pó, mistura dos pós entre si (quando necessário), com lubrificante e caracterização, que não serão apresentadas aqui pelo fato de haver literatura especializada.

Esta técnica de produção de materiais a partir do pó apresenta vantagens sobre as convencionais de processamento:

- Pode-se tratar materiais refratários, que por outra técnica seria muito difícil ou até impossível.
- Pode-se obter produtos com controle dimensional excelente.
- Economiza-se matéria prima visto que apenas a quantidade desejada de pó será processada, não havendo cavacos ou resíduos de operação.

- Obtenção de elementos com forma complexa, que através de outra técnica seria muito difícil, muito caro, e em alguns casos, impossível.

Uma característica intrínseca dos produtos obtidos por MP (metalurgia do pó) é a existência de poros, podendo ser comunicantes ou não. Dependendo da aplicação a que se destinam as peças processadas por esta técnica, procura-se manter um certo controle sobre esta grandeza. Para aplicações estruturais, em geral, busca-se a redução de poros e naquelas em que se objetiva a condução de algum fluido procura-se controlar o tamanho, distribuição e forma dos poros [47].

Estudos têm sido desenvolvidos com a finalidade de correlacionar algumas grandezas com a porosidade existente em materiais obtidos via MP, como resistência à tração, limite de escoamento, alongamento e tenacidade à fratura, resistência à fadiga, módulo de elasticidade, dureza aparente, condutividade elétrica e térmica. Estas e outras propriedades são relacionadas à porosidade mediante resultados experimentais, visto a complexidade para o desenvolvimento de estudo teórico, em função do número de variáveis envolvidas [6,7,8,9].

Existem várias formas de alterar ou conferir determinadas propriedades aos produtos de MP. No que se refere a tratamentos superficiais, são fundamentalmente os mesmos utilizados para materiais processados por outras técnicas.

2.2 - Superfícies

As superfícies têm uma importância grande sob vários aspectos, sendo os elementos que primeiro são vistos por qualquer pessoa com visão sã. Podem ser importantes sob o ponto de vista da interação com outras superfícies (portanto necessário o estudo do comportamento quando possa estar havendo movimento relativo entre elas), são importantes quando da interação com meios corrosivos, de iniciação de trincas e falha de elementos mecânicos, bem como sob aspectos estéticos.

Inevitavelmente as superfícies fazem parte das vidas de todas as pessoas. Quando se compra algo, quer seja um utensílio doméstico, um automóvel, ou quaisquer espécies de produto, verifica-se os seguintes fatores:

- Investimento inicial.
- Custo de manutenção.
- Nível de rendimento.

Além destes fatores, inevitavelmente, averigüa-se a qualidade da superfície, se lisa ou rugosa. Enfim, preocupa-se com aspectos estéticos, além daqueles de ordem técnica.

As propriedades de resistência ao desgaste, à corrosão e à fadiga estão fundamentalmente relacionadas com as características das superfícies. Em geral superfícies de baixa dureza sofrerão desgaste mais acentuado que outra de maior, quando submetidas a movimentos relativos, quer seja contra um outro elemento mecânico, contra partículas abrasivas ou outro meio. Uma superfície de alta atividade, exposta ao ambiente pode sofrer maior corrosão que outras que possuam filmes mais estáveis com relação a tais ambientes. E, ainda, superfícies que estejam submetidas a carregamento cíclico são propensas a levar um componente mecânico a falhar por fadiga, principalmente se possuírem elementos concentradores de tensão, enquanto outras que de alguma forma possuam tensões residuais compressivas, retardariam o colapso de elementos através deste mecanismo.

As propriedades das superfícies, quer sejam mecânicas, metalúrgicas, físicas e químicas não dependem unicamente das características do substrato, mas principalmente da forma ou história de processamento sofrido pelo substrato e do ambiente em que estão localizadas. O substrato é responsável pelas propriedades mais gerais dos componentes, como resistência à tração, ductilidade, tenacidade, dentre outras e as superfícies são responsáveis pela performance dos componentes, como se pode concluir, pela verificação das características citadas [1]:

- 1 - Fricção e desgaste.
- 2 - Efetividade de lubrificação, através de sua retenção.
- 3 - Trincas que iniciam, em geral, através das superfícies.
- 4 - Condutividade térmica e elétrica.

As superfícies são compostas por várias camadas, a nível microscópico. Sobre o substrato, adjacientemente, encontra-se uma camada encruada, endurecida, proveniente de deformação plástica originada durante as etapas de seu processamento. Isto se deve ao fato de ser a parte de um corpo que primeiro entra em

contato com outros. Acima da camada deformada existe uma de óxidos, provenientes da exposição ao ambiente. Acima desta camada há uma de gases adsorvidos, que por sua vez, adjacientemente, possui uma de contaminantes, como poeira, graxas e outros resíduos de lubrificantes. Na figura 1 pode-se visualizar as várias camadas que compõem uma superfície.

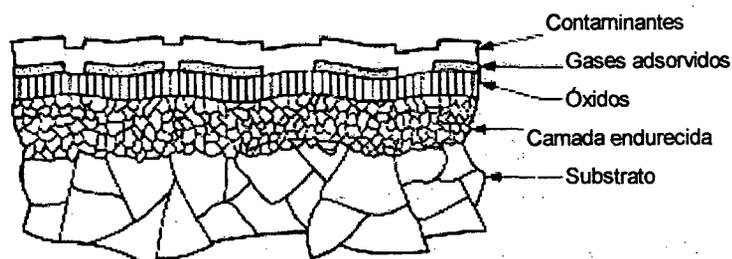


Figura 1 - Diversas camadas que compõem uma superfície [1].

Pode-se perceber a importância que têm as superfícies. Assim, havendo a necessidade de componentes que possuam boa resistência ao desgaste e/ou corrosão e/ou fadiga, faz-se necessário estudar meios de promover ou intensificar estas propriedades. Para isto várias técnicas podem ser utilizadas. Muitas delas estão fundamentadas na aplicação de uma descarga elétrica, como é o caso dos tratamentos utilizados neste trabalho.

2.3 - Descarga Elétrica

As descargas elétricas têm uma importância muito grande em processamento de materiais. Isto se deve às características que possuem:

- 1 - Ativação das reações químicas, que de outra forma seriam lentas ou impossíveis.
- 2 - Resulta-se em um ambiente limpo, proveniente da não geração de compostos ofensivos, como monóxido de carbono e cianetos.
- 3 - Baixo consumo de gases, pois de modo geral trabalha-se sob baixa pressão.
- 4 - Baixo consumo de energia, pois o aquecimento é localizado, direcionado unicamente ao material em tratamento (substrato ou catodo).

Quando se trata de gases ionizados, sabe-se que através de algum mecanismo foi possível separar um ou mais elétrons de átomos ou moléculas dos gases. Desta forma se tem um meio em que há elétrons, íons, radicais ionizados ou não, átomos neutros e/ou moléculas neutras. Quando se obtém este meio por intermédio da aplicação de uma diferença de potencial entre eletrodos e, conseqüente formação de campo elétrico, é denominado de descarga elétrica, capaz de conduzir eletricidade [2].

Discute-se a diferença entre plasma e descarga elétrica, afirmando-se que o último assim é denominado em virtude do baixo grau de ionização envolvido, podendo ainda ser chamado de plasma frio [2]. Neste trabalho não se fará distinção de expressão, podendo-se encontrar ora uma ou outra. O grau de ionização, para gases fracamente ionizados ou descargas elétricas, está entre 10^{-6} e 10^{-4} [2].

O meio gasoso consiste, fundamentalmente, de partículas neutras, em condição inicial, no entanto existem partículas cósmicas ou radiação de fundo em qualquer meio gerando elétrons livres. Quando se aplica uma diferença de potencial entre dois eletrodos, estes elétrons livres são energizados e acelerados no meio gasoso. A transferência de energia proveniente de sua colisão com outras espécies, podendo ser neutras ou não, é responsável pela produção de outras espécies energéticas, por um número maior de partículas carregadas, ou ainda espécies meta estáveis, excitadas.

Os elétrons são acelerados em direção ao anodo, os íons positivos são em direção ao catodo, normalmente a peça que se pretende processar. Durante o deslocamento destas partículas no interior da câmara, onde está confinado o gás, outras ionizações e excitações ocorrem. As partículas excitadas em geral possuem um tempo de vida curto, sofrem decaimento com conseqüente emissão de fótons numa dada freqüência, resultando em um aspecto luminescente visualizado nas descargas elétricas.

Um plasma é considerado um meio condutor de baixa resistência elétrica, quase neutro, em que o número de íons e elétrons é considerado o mesmo. As perturbações a que pode ser submetido o plasma ocorre em pequena extensão, e em ocorrendo são imediatamente eliminadas, de forma que o potencial de plasma se mantenha relativamente constante.

Existem vários tipos de descarga, mas maior ênfase será dada à descarga luminescente anormal, que é a utilizada para os tratamentos realizados neste trabalho.

Inicialmente a câmara é evacuada a uma pressão bem inferior da de processamento, para que desta forma seja possível controlar e atingir a pressão de trabalho. Esta pressão não deve ser muito alta, pois os elétrons iniciais, submetidos a um campo elétrico, não ganhariam energia suficiente para promover ionizações quando se movimentarem em direção ao anodo, devido ao pequeno livre caminho médio (LCM). Também não deve ser muito baixa, pois assim o LCM seria muito grande e os elétrons chegariam ao anodo com pequena probabilidade de colisão e, portanto, ionização.

Ocorrendo ionização, os elétrons são acelerados em direção ao anodo e íons positivos para o catodo. O bombardeamento do catodo pelos íons positivos pode causar emissão de elétrons secundários, capazes de promover outras ionizações ao serem acelerados para o anodo, contribuindo fortemente para manutenção da descarga [3,4,5].

Descargas DC, desenvolvidas entre eletrodos possuem alguns estados, dependendo do nível de corrente envolvida. São TOWNSEND, NORMAL, ANORMAL e de ARCO [3]. A figura 2 mostra a relação corrente-voltagem, para vários tipos de descargas:

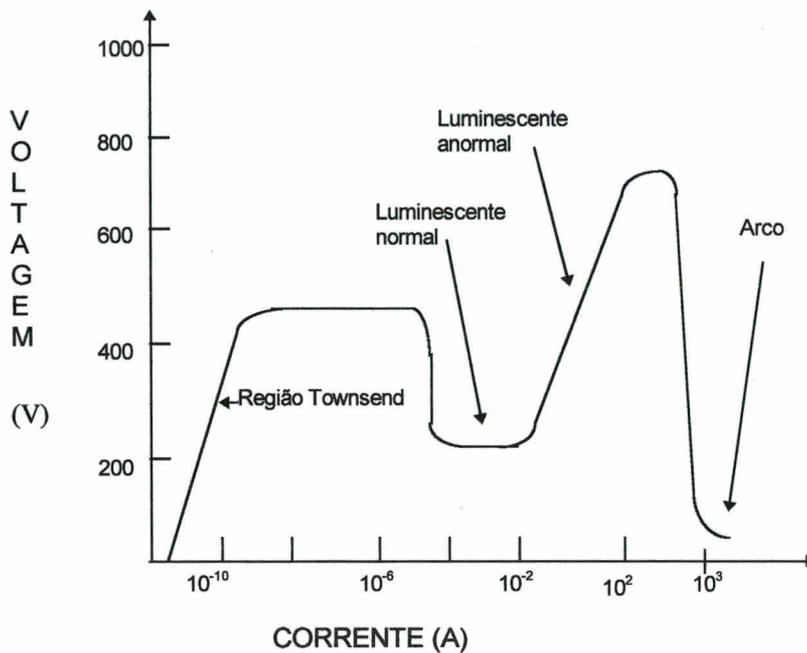


Figura 2 - comportamento tensão x corrente para descargas elétricas [3].

Na figura 3 é observada uma descarga anormal, em que fenômenos responsáveis pela manutenção da descarga, também são vistos.

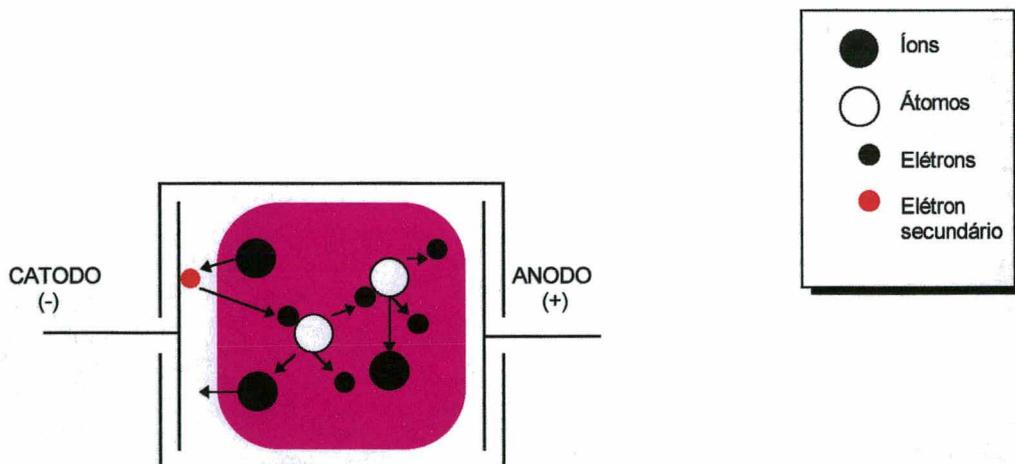


Figura 3 - Descarga elétrica anormal, esquemática [3].

Da distribuição de tensão apresentada na figura 4, percebe-se que o plasma é a região mais positiva de uma descarga, sendo considerado como composto da região luminescente numa descarga anormal. Os campos elétricos estão restritos às bainhas, e nestas regiões os elétrons e íons são fortemente acelerados, causando fenômenos muito importantes.

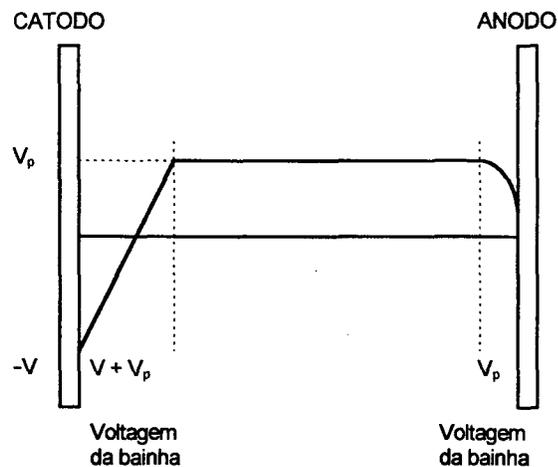


Figura 4 - Distribuição de potencial em uma descarga anormal [3].

Os íons de uma descarga, acelerados em direção ao catodo, causam o seu aquecimento local. Além de aquecer, podem promover ejeção de átomos, de elétrons secundários, causar defeitos pontuais na rede cristalina do catodo facilitando a difusão de espécies, podem causar amorfização e até implante, dependendo da intensidade de energia envolvida [3].

O bombardeamento do catodo ou peças em tratamento possibilita uma maior limpeza das superfícies. Este efeito de limpeza pode ser intensificado, utilizando-se espécies redutoras como hidrogênio e/ou pesadas como argônio. O efeito das últimas é devido ao fato de promoverem a quebra de filmes de óxidos existentes, que serão removidos continuamente, devido à renovação da atmosfera.

2.4 - Tratamentos superficiais

Existe um grande número de formas ou técnicas capazes de conferir determinadas propriedades às superfícies dos materiais. Existem aquelas caracterizadas pela modificação das superfícies em si e, ainda, aquelas pelo depósito de filmes.

Em processos de tratamento superficial há sempre um par envolvido: camada ou filme e substrato. O substrato é o elemento que se deseja alterar ou modificar propriedades superficiais, ao passo que camada ou filme são os possuidores de tais propriedades, quando depositados ou não.

Nesta secção serão apresentados alguns processos de modificação de superfícies e de deposição, pelo menos os mais utilizados ou em fase de crescente utilização. Serão abordados aspectos básicos, como características fundamentais, vantagens e desvantagens.

2.4.1 - PROCESSOS DE DEPOSIÇÃO

Deposição por sputtering

A deposição por sputtering está fundamentada na erosão sofrida por um corpo, quando bombardeado por um fluxo de íons positivos acelerados.

O processo é realizado em vácuo da ordem de 0,133 a 133 Pa (10^{-3} a 10^{-1} Torr), sob atmosfera inerte, usualmente com Argônio. Os íons positivos bombardeiam o alvo, e átomos ou grupos de átomos são ejetados e depositam sobre um substrato. É um processo em que se utiliza um plasma ou descarga luminescente para gerar fluxo de íons, responsável pelo fenômeno de ejeção.

Neste processo uma série de fenômenos pode ocorrer: liberação de átomos neutros, emissão de raios-x, geração de fóton, emissão de elétrons secundários, dessorção de gases da superfície do alvo, além de promover amorfização, implante, formação de compostos, aquecimento local e criação de defeitos.

Um parâmetro importante é a pressão no interior da câmara, que apresenta um efeito significativo sobre a taxa de deposição de filmes, bem como a aplicação de um potencial negativo no substrato.

O processo de deposição por sputtering apresenta uma série de vantagens sobre outros processos: a) uniformidade de espessura do revestimento; b) deposição de materiais refratários; c) deposição de filmes isolantes; d) utilização de alvos de grandes áreas superficiais, entre outras.

Existem várias técnicas: a) diodo sputtering; b) Rf sputtering; c) triodo sputtering; d) magnetron sputtering; e) magnetron sputtering desbalanceado e triodo magnetron sputtering (modificado) desenvolvido por Fontana em sua tese de doutorado [59].

Um dos filmes, foco de grande interesse, tem sido o TiN (nitreto de titânio), principalmente pela microdureza apresentada e a cor dourada, esteticamente interessante.

Em ferramentas de corte se tem utilizado filmes de TiN, $(\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5})\text{N}$, TiAlN, $(\text{Ti}_{0,75}\text{Al}_{0,25})\text{N}$, entre outros [3]. Para fins decorativos utiliza-se alvos de TiZr ou TiHf, que apresentam tons de ouro mais brilhantes que revestimentos de TiN.

Deposição física de vapor assistida por plasma - DFVAP (PAPVD)

Esta técnica de deposição de filmes nada é mais que a deposição física, ou de evaporação comum, auxiliada por uma descarga elétrica. Também é conhecida por **Ion Plating**.

Em muitas aplicações os processos de evaporação térmica têm sido substituídos por Ion Plating e Sputtering, em função da maior eficiência que apresentam. O processo Ion Plating, fundamentalmente, é uma combinação do bombardeamento de íons ou átomos altamente energéticos com a alta taxa de deposição dos processos de evaporação.

A utilização desta técnica apresenta algumas vantagens:

- A adesão do revestimento é aumentada, devido à limpeza superficial causada por Sputtering e pré aquecimento do substrato através do bombardeamento de íons e neutros energéticos.
- Melhor uniformidade de camada.
- Não necessidade de usinagem ou polimento final, após revestimento.
- Não poluente.
- Obtenção de depósito de alta pureza. Isto é devido ao alto vácuo utilizado, da ordem de 0,001 Pa (10^{-5} torr)
- Menores temperaturas envolvidas.

Esta técnica é utilizada principalmente para depósitos de TiN em ferramentas de corte e forjamento. Em componentes submetidos à fricção, em que ambos corpos são revestidos com TiN por DFVAP, tem-se conseguido aumento de vida, da ordem de centenas de vezes [3].

Deposição de vapor químico assistido termicamente e por plasma - DQVAT (TACVD) e DQVAP (PACVD)

É um processo caracterizado pela introdução de elementos gasosos em um reator, material sólido sendo obtido por reações químicas, sendo posteriormente depositado sobre o substrato.

Os processos de deposição de vapor químico são classificados de acordo com o meio de ativação, a pressão de trabalho e aos precursores envolvidos. No entanto serão apresentados apenas aqueles ativados termicamente e por plasma.

No início do século se utilizava a técnica DVQAT para sintetizar B, W, Ta e Mo. Depois utilizou-se para desenvolvimento de filmes resistentes ao desgaste e corrosão, bem como na produção de células solares.

Em função da alta temperatura utilizada no processo assistido termicamente, diferença entre coeficientes de expansão entre substrato e revestimento gera tensão térmica e compromete a adesão do filme depositado. A formação de compostos intermetálicos e a existência de poros na interface revestimento-substrato reduz a adesão pelo fato de que fraturas são facilmente iniciadas em elementos frágeis e concentradores de tensão.

Esta técnica pode ser empregada para permitir o crescimento de cristais simples; para produzir pós usando nucleação homogênea no vapor; produção de compósitos e para densificação de superfícies após processamento por plasma spraying e produção de filmes finos e revestimentos destinados a diversas áreas.

No processamento assistido por plasma utiliza-se uma descarga elétrica em que reações ocorrem, o que através de tratamentos convencionais aconteceriam com dificuldades, ou talvez não. Ainda se tem um melhoramento na taxa de deposição do vapor.

No processo DQVAP pode-se obter revestimentos ou filmes mais compactos e menos porosos devido ao bombardeamento de partículas energéticas.

spray térmico

É uma técnica de revestimento superficial muito versátil, visto que uma faixa grande de materiais para revestimento e substrato pode ser utilizada.

Consiste, basicamente, em aquecer um material em meio gasoso quente, e projetá-lo em direção a uma superfície previamente preparada.

Existem inúmeros processos de spray térmico. Variam segundo a forma de alimentação e do meio de aquecimento. A alimentação pode ser contínua, através de um fio ou de pós. Para aquecimento pode-se utilizar chama, arco elétrico, laser e plasma.

Esta técnica pode apresentar um inconveniente: a interação das partículas com o ambiente, durante sua projeção em direção ao substrato resulta em sua oxidação, quando realizada ao ar. Para que isto possa ser superado o processamento é realizado sob vácuo.

A preparação da superfície é muito importante para todos processos de deposição. Na técnica de deposição via spray térmico melhor adesão tem ocorrido para superfícies mais rugosas.

Esta técnica é utilizada para deposição de metais, cerâmicas e polímeros, desde alguns micrômetros a milímetros de espessura. Apresenta limitação de possuir baixa resistência ou adesão, bem como porosidade residual [3].

2.4.2 - PROCESSOS DE MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL

Os tratamentos termoquímicos superficiais apresentam algumas vantagens sobre os tratamentos térmicos convencionais em virtude de que se pode utilizar aços de baixo e médio teor de carbono, o que representa menores custos e menores probabilidades de distorção após tratamento final [46].

Os processos de modificação superficial são aqueles em que, como sugere a expressão, altera a composição da superfície, bem como suas propriedades. Podem ser classificados em difusivos e seletivos [46]. Os métodos difusivos consistem basicamente na modificação da composição química da superfície. São processos termicamente ativados, em que a profundidade da camada obtida apresenta uma

dependência do tempo e temperatura. Os processos seletivos são aqueles em que apenas uma região das peças envolvidas é submetida a tratamento, podendo ser difusivos ou não.

Implante iônico

Implante iônico, como o próprio nome sugere, é o processo de tratamento em que íons são acelerados em direção à superfície do material a ser tratado, causando o bombardeamento desta, e assim adentrando à mesma, promovendo deformação superficial, introduzindo defeitos e, conseqüentemente, aumentando a dureza superficial, além de melhorar outras propriedades [3,14]. É um processo de modificação superficial que possui várias vantagens. Por ser realizado a frio, não ocorrem mudanças metalúrgicas, nem mudanças dimensionais.

O implante iônico foi inicialmente utilizado pela indústria de componentes micro eletrônicos, porém recentemente aplica-se a materiais sólidos em geral. Procura-se com esta técnica modificar propriedades ópticas, mecânicas, elétricas e fornecer resistência à corrosão.

Consegue-se com a utilização desta técnica atingir profundidades da ordem de $1\mu\text{m}$ [3,14]. Mas combinando-a com processos de revestimento, pode-se atingir valores de espessura da ordem de vários micrômetros [3].

Utiliza-se uma descarga elétrica para gerar os íons. Em geral são confinados por campos magnéticos ou induzidos a girar em órbitas, de modo que se possa causar o maior número de colisões antes que ocorra recombinação. O feixe de íons é extraído por um campo elétrico aplicado e acelerado em direção ao material em tratamento.

Com intenção de reduzir a neutralização devido às colisões, é necessário manter uma pressão de 10^{-5} Torr ou menor [3,14].

A introdução de elementos como nitrogênio, titânio, carbono ou ítrio na superfície de um metal, mesmo para uma espessura inferior a micron, melhora a resistência ao desgaste consideravelmente. Testes de laboratório, usando uma máquina pino-disco, mostraram que doses de ítrio tão baixas quanto 10^{16} íons/cm²

junto com implantes de nitrogênio, reduziram o desgaste de aço por um fator de 160 [3].

A adição de elementos como ítrio, cério e outras terras raras têm melhorado a propriedade de resistência à corrosão. Aços inoxidáveis, com determinados teores de níquel e cromo, são utilizados para resistir à oxidação térmica até temperaturas de 900 °C. Entretanto tem-se verificado como pequenas doses de ítrio implantado ou cério podem melhorar, por um fator de até 4, o período de início de descascamento, que sofrem os inoxidáveis, quando submetidos à ciclagem térmica [3].

A utilização desta técnica na indústria, ainda, é limitada por uma questão de falta de conhecimentos específicos, assim como da disposição de equipamentos [3].

Cementação (difusivo)

É um método de endurecimento superficial que consiste da introdução de carbono na superfície de peças de aço com baixo teor de carbono.

O primeiro passo para realização da cementação é promover austenitização das peças num meio rico em carbono. Devido ao gradiente químico existente, o carbono difunde do meio de cementação para a superfície das peças, atingindo o nível de saturação permitido para a temperatura utilizada, conforme diagrama de equilíbrio. Após introdução de carbono procede-se a uma têmpera com fim de induzir à transformação martensítica, responsável pelo endurecimento superficial e introdução de tensões compressivas na superfície, responsáveis pelo aumento de resistência à fadiga.

Os princípios envolvidos no processo de cementação são constantes, porém as técnicas têm modificado ao longo do tempo. Pode-se cementar peças através de meios gasosos, líquidos, sólidos, a vácuo ou por plasma, a mais recente.

São aplicados em engrenagens, árvores de comando de válvulas, árvores de manivelas e naqueles componentes que necessitam de uma superfície dura com um núcleo tenaz.

Outros métodos de endurecimento superficial (difusivos)

Há uma série de meios para modificação superficial e conseqüente endurecimento. Existem aqueles em que se introduz nitrogênio e, ainda, carbono e nitrogênio simultaneamente.

Há ainda os métodos que utilizam alumínio, boro, cromo, silício, titânio e vanádio como agentes modificadores da composição química da superfície. O boro e o titânio são utilizados com o fim de elevar o nível de dureza, enquanto o alumínio, cromo e silício são utilizados para produção de camadas resistentes à corrosão [46].

Endurecimento por chama e indução (seletivos)

São considerados métodos de endurecimento seletivos. Isto se deve ao fato de haver a possibilidade de promover o tratamento em regiões particulares, de interesse.

No método de endurecimento por chama, austenitiza-se as peças, seguindo de resfriamento rápido afim de que se possa obter uma estrutura martensítica na superfície, com ferrita e perlita no interior. Não ocorre modificação da composição química superficial das peças ou material tratados, porém é necessário que sejam utilizados aços com teor de carbono adequado [46].

O método de endurecimento superficial por indução é muito versátil, podendo conferir uma maior uniformidade de camada. O endurecimento consiste da introdução das peças no interior de bobinas, nas quais flui corrente alternada de frequência específica, dependendo da espessura de camada desejada. Para este método de endurecimento é necessária a utilização de aços com teor de carbono adequado também [46].

Endurecimento por laser e feixe de elétrons (seletivos)

O método de endurecimento por laser consiste na emissão de feixes de alta energia em regiões definidas das peças a serem tratadas. São utilizadas para isso fontes de alta energia. Espessuras de camada da ordem de 250 μm a 750 μm são

obtidas [46]. Tem-se a obtenção da estrutura martensítica mesmo em aços baixo carbono, e isto se deve à alta taxa de resfriamento (auto resfriamento) envolvida. Normalmente é utilizado apenas no tratamento das superfícies, procedendo-se à austenitização e auto resfriamento rápido, mas há casos em que se funde a superfície e introduz-se elementos de liga, modificando-a portanto. Este método apresenta limitação pelo fato de quando as superfícies ainda frias, possuírem baixo coeficiente de absorção de energia, fazendo-se necessária utilização de revestimentos especiais.

O endurecimento por feixe de elétrons é bem semelhante ao por laser. Utiliza também uma fonte de alta energia. Para que se tenha um bom direcionamento dos feixes empregam-se lentes e bobinas eletromagnéticas. Isto é feito sob alto vácuo $1,33 \cdot 10^{-3}$ Pa (10^{-5} Torr) de forma que se possa evitar oxidação do emissor e dispersão dos elétrons. Também o fenômeno do auto resfriamento acontece, necessitando-se porém de peças de dimensões consideráveis. Apresenta vantagem sobre o método anterior por não se necessitar do emprego de revestimentos quando as superfícies estiverem frias [46].

2.5 - Nitretação e nitrocementação por plasma

2.5.1 - Nitretação

O tratamento termoquímico de nitretação é aquele em que se introduz nitrogênio atômico na superfície de alguns tipos de aços. É um tratamento desenvolvido na fase ferrítica, normalmente, entre 495 °C e 595 °C [14,46]. É um processo difusivo [53].

Em geral utilizam-se aços, para nitretação, que possuam elementos formadores de nitretos como Alumínio, Cromo, Vanádio e Molibdênio.

O tratamento de nitretação é um processo de endurecimento superficial que, por ser desenvolvido na fase ferrítica, não apresenta o grau de deformação decorrente da transformação austenita-ferrita, como no caso da cementação, por exemplo.

Componentes nitretados apresentam duas regiões distintas: a zona de compostos e a zona de difusão. A primeira é caracterizada por compostos intermetálicos duros, responsáveis pelas propriedades tribológicas e de resistência à

corrosão. A segunda por resistência à fadiga. Os nitretos precipitados na matriz metálica expandem, o núcleo oferece resistência a esta expansão, resultando na indução de tensões compressivas na superfície, responsáveis pelo aumento da resistência à fadiga.

A zona de compostos também conhecida por camada branca, pelo aspecto óptico que apresenta, é constituída principalmente pelos nitretos (ϵ) e (γ'). Suas composições e estruturas são respectivamente $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ (HC) e Fe_4N (CFC).

A zona de compostos é formada a partir do momento em que o potencial nitretante é atingido [15]. Na nitretação por plasma, quanto maior a razão N_2/H_2 maior será o potencial nitretante e, conseqüentemente, menor será o período de incubação.

As fases (ϵ) e (γ') são formadas, preferencialmente, de acordo com o potencial nitretante. Potenciais mais elevados favorecem a formação de (ϵ), bem como a utilização de temperaturas menores [15,17]. Isto pode ser verificado na figura 5.

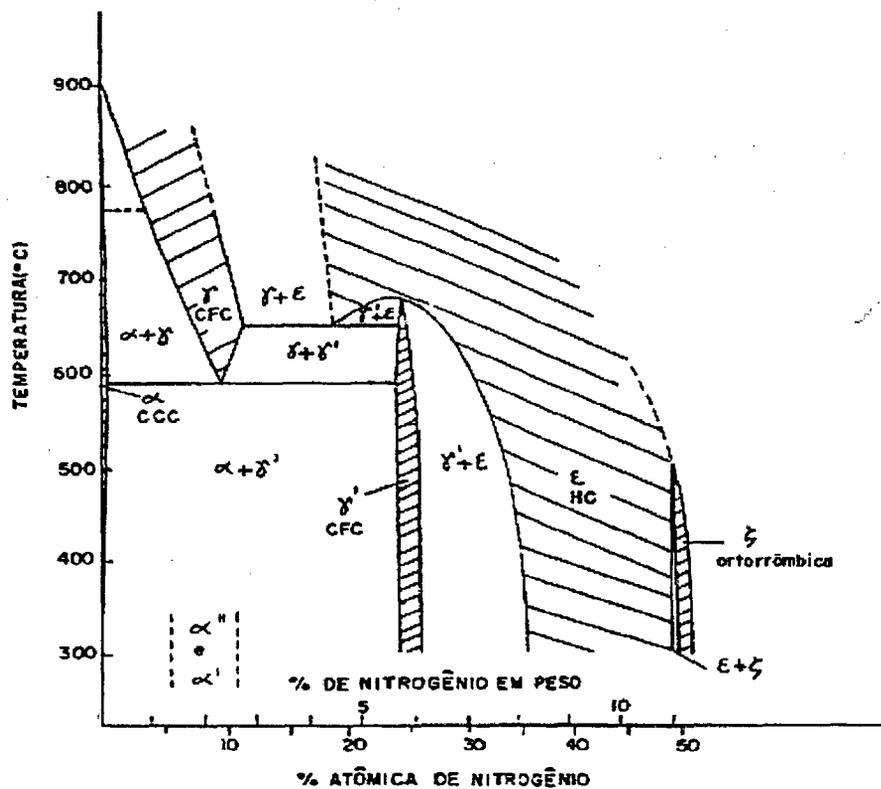


Figura 5 - Diagrama Fe-N [48].

A fase (ϵ) é a maior responsável pela propriedade de resistência ao desgaste e anti-engripamento [16,57]. No entanto é mais frágil que a fase (γ'), que pode ser utilizada em situações de carregamento mais intenso [18].

Normalmente a fase (γ') está adjacente ao substrato e a (ϵ) acima de (γ'). Mas dependendo do fluxo de gases, da mistura gasosa ou quantidade de N_2 , pode-se obter fase única ou ausência completa da zona de compostos [21].

A nitretação por plasma apresenta vantagem sobre os processos convencionais. Na nitretação líquida a retenção de sais nos poros, em produtos da MP, representa um inconveniente, sendo sua remoção uma operação onerosa. Na gasosa, a infiltração dos gases nitretantes no interior das peças promove a nitretação interna, levando à fragilização das mesmas. No entanto a nitretação por plasma supera estas limitações [16,18,19].

Em produtos da MP a camada de compostos é desenvolvida internamente aos poros, na superfície, o que aumenta a resistência ao desgaste destes produtos [22].

Existe uma série de proposições para explicar os mecanismos de desenvolvimento da nitretação por plasma. Estas propostas apresentam limitações e deixam dúvidas quanto à validade em função de afirmações diversas e antagônicas. Staines A.M. e Bell T. [17] apresentam os mecanismos propostos:

- Segundo Kölbel (1965) o bombardeamento da superfície do catodo promove sputtering de átomos de ferro, que combinam ou reagem com nitrogênio ativo formando FeN, que são retroespalhado para superfície do catodo, devido ao bombardeamento destes com íons e neutros energéticos. Este nitreto é instável na temperatura de tratamento, e decompõe em outros menos instáveis: $FeN \Rightarrow Fe_2N \Rightarrow Fe_3N \Rightarrow Fe_4N$.
- Hudis [23] afirma que a transferência de nitrogênio, durante a nitretação por plasma, resulta do bombardeamento do catodo pelos íons NH^+ e NH_2^+ , parcialmente dissociados.
- Tibbets, apesar da afirmação de Hudis estar fundamentada experimentalmente, declara, também fundamentado em experimentos próprios, que nitrogênio atômico (N) seria o responsável pela transferência de nitrogênio.

- Trabalhos, no entanto, desenvolvidos pela Wolson Plasma Processing Unit foram desenvolvidos utilizando-se descargas de nitrogênio puro, aplicadas a um aço com 3% Cr. Não se verificou qualquer efeito de endurecimento. Isto levaria portanto a afirmar-se que as espécies N-H seriam, realmente, responsáveis pela transferência de nitrogênio, mas este resultado obtido pode ser devido à barreira energética conferida por óxidos de cromo, dificultando a formação de nitretos.

2.5.2 - Nitrocementação

O processo de nitrocementação fornece ou modifica as propriedades mecânicas das superfícies metálicas, mediante a introdução simultânea de carbono e nitrogênio, e formação de compostos intermetálicos. Difere da nitretação, basicamente, pelas espécies presentes na atmosfera de tratamento.

Na nitretação as propriedades de resistência à corrosão e ao desgaste são conferidas por nitretos. Na nitrocementação existe a contribuição de nitretos e carbonitretos.

As características fundamentais deste processo de tratamento são semelhantes às da nitretação: as mesmas regiões existem, as fases são basicamente as mesmas, podendo ainda coexistir alguma quantidade de cementita.

Este tratamento é realizado normalmente em temperaturas abaixo de 570 °C, na zona ferrítica, permitindo menores níveis de distorção dimensional e de forma, quando comparado aos austeníticos.

A camada de compostos, pode ser constituída por nitretos e carbonitretos, os últimos predominando [27,34,40,41,43]. A formação da fase ϵ é favorecida em virtude da maior estabilidade que possui, após à ocupação dos interstícios de sua célula, pelo elemento carbono adicionado em quantidades suficientes. Pode-se observar a influência da presença do carbono, numas das seções do diagrama ternário Fe-C-N, sobre a estabilidade de ϵ , na figura 6. Pode-se observar na figura 7 os interstícios da célula HC, ocupadas pelo carbono, na nitrocementação.

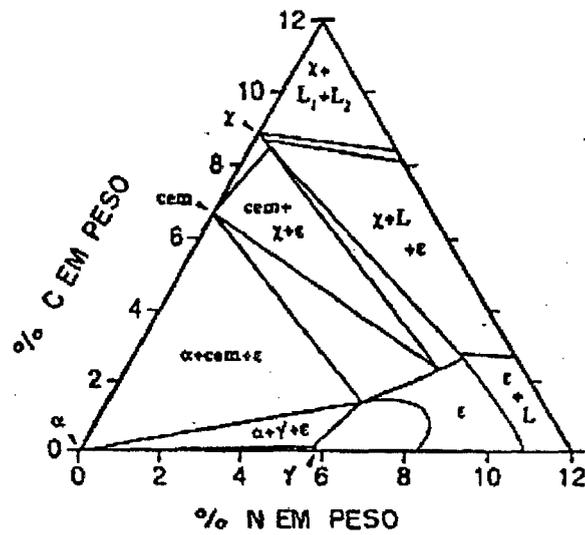


Figura 6 - Diagrama Fe-C-N, secção a 550 °C [48].

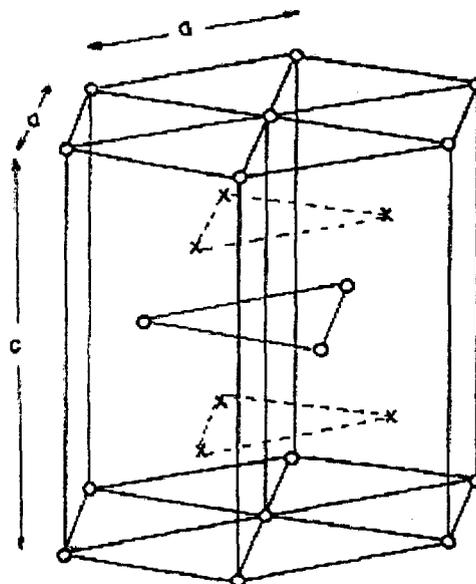


Figura 7 - Célula unitária para fase ε. (o): átomo da rede. (x) interstícios ocupados por átomo de nitrogênio e carbono, na nitrocementação [49].

A fase ε possui excelentes propriedades e portanto é a mais desejada em processos de nitrocementação [28,35,41,42,43,44].

O processo de nitrocementação pode ser realizado através de vários meios. Podem ser sólido, gasoso, líquido e por plasma [42, 43]. As características básicas do processo de nitrocementação via gás, banho de sais, sólido e plasma são as mesmas da nitretação, diferenciando apenas pelo fato de que, na atmosfera, há uma substância fornecedora de carbono.

Admite-se, neste trabalho, como hipótese que o mecanismo responsável pelo desenvolvimento dos processos por plasma (processo de interesse) seja o proposto por Kölbel [24]. Assim o estudo teórico desenvolvido, com a finalidade de compreender os mecanismos responsáveis pela redução de porosidade em produtos sinterizados, tem utilidade tanto para nitretação por plasma, quanto para nitrocementação.

No tratamento de nitrocementação, em produtos da MP, tem-se verificado redução de porosidade superficial [31,45].

Bochini e colaboradores [21] observaram que maiores espessuras de camada de compostos não resulta em significantes vantagens, no que se refere à resistência ao desgaste. Dawes e colaboradores [54], após centenas de medições, verificaram variação dimensional, de aproximadamente 25 % da espessura da camada de compostos, para nitretação a 570 °C em aço com 0,15 % C, não ligado, por duas horas. Afirmam que esta variação é decorrente de crescimento de cristais. Rosso e colaboradores [31] propõem como mecanismo para redução de porosidade superficial, na nitrocementação por plasma, o crescimento de cristais, também. No processo gasoso isto não acontece em decorrência da presença de reagentes gasosos como amônia, ou da presença de cianetos no processo líquido.

CAPÍTULO 03

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

São apresentadas as variáveis que podem exercer influência sobre redução de porosidade superficial, quais foram mantidas constantes, quais foram variadas e os valores adotados. No quadro 1 estas variáveis podem ser visualizadas.

Quadro 1 - Variáveis envolvidas nos processos.

VARIÁVEIS E CONDIÇÃO DE ESTUDO SOBRE REDUÇÃO DE POROSIDADE SUPERFICIAL.	
VARIÁVEIS	CONDIÇÃO DE ESTUDO
1 - Tratamento	(nitretação e nitrocementação por plasma)
2 - Tamanho de partículas	(5 níveis) faixa 1 ($d < 45 \mu\text{m}$) faixa 2 ($45 \mu\text{m} \leq d < 75 \mu\text{m}$) faixa 3 (pó de origem, não fracionado) faixa 4 ($75 \mu\text{m} \leq d < 150 \mu\text{m}$) faixa 5 ($d \geq 150 \mu\text{m}$)
3 - Temperatura de tratamento	(3 níveis) 540, 570 e 600 °C, todos por 2 horas 570 °C por 5 horas
4 - Pressão de compactação	600 MPa
5 - Temperatura e tempo de sinterização	1150 °C por 1 hora
6 - Composição de amostras	ferro puro
7 - Atmosfera de tratamento	90 % N ₂ - 10 % H ₂ 87,75 % N ₂ - 9,75 % H ₂ - 2,5 % CH ₄
8 - Pressão e fluxo de gases	400 Pa e $3 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$

3.1 - Preparação das Amostras

Para produção de amostras utilizou-se um pó de ferro, produzido por atomização. O pó utilizado é do tipo 1000B, da HOEGANAES. Na tabela 1 apresenta-se suas características, fornecidas pelo fabricante.

composição química (% em peso):

Tabela 1 - Composição química do pó utilizado.

C	O	N	S	P	Si	Mn	Cr	Cu	Ni
< 0,01	0,09	0,001	0,009	0,005	< 0,01	0,10	0,03	0,05	0,05

A fração complementar é Ferro.

densidade aparente (g/cm³): 2,92

distribuição de tamanho (% em peso):

Tabela 2 - Distribuição de tamanho de partículas.

d ≥ 250 μm	250 μm > d ≥ 150 μm	150 μm > d ≥ 45 μm	d < 45 μm
Traços	12	67	21

3.1.1 - Peneiramento de pó

Com objetivo de produzir amostras com diferentes tamanho de poros, procurou-se, através de peneiramento, obter 4 faixas de tamanho de partículas. Utilizando, ainda, o pó completo na condição original, uma faixa adicional foi obtida, denominada de faixa 3.

Foram utilizadas 3 peneiras, com abertura entre fios conhecidas, de forma que fosse possível fazer um fracionamento, obtendo faixas de tamanho compreendidas entre valores na tabela 2, fornecida pelo fabricante do pó.

As peneiras utilizadas foram:

Tabela 3 - Peneiras utilizadas.

Número de fios por polegada	Abertura entre fios (μm)
Mesh 100	150
Mesh 170	75
Mesh 325	45

As faixas de tamanho utilizadas são apresentadas na tabela 4.

Tabela 4 - Faixas de tamanho de partículas.

Faixas de tamanho	Quantitativos (μm)
Faixa 1	($d < 45$)
Faixa 2	($45 \leq d < 75$)
Faixa 3	Pó de origem
Faixa 4	($75 \leq d < 150$)
Faixa 5	($d \geq 150$)

As peneiras foram dispostas em ordem decrescente de abertura entre fios, ou seja, a de abertura 150 μm na parte superior e as demais seguidamente abaixo. Abaixo de todas havia um recipiente para recolhimento do pó com tamanho de partículas inferior a 45 μm . O pó todo foi colocado sobre a peneira superior, o conjunto posto para vibrar numa dada frequência, por uma hora.

3.1.2 - Compactação e Sinterização

Após fracionamento do pó, os pós foram misturados com um lubrificante, estearato de zinco, capaz de promover melhor compactação e melhor remoção das amostras da matriz. Para isto 0,8% de estearato foi adicionado, em seguida colocado em um misturador tipo Y e posto a girar, por uma hora, numa frequência de 13,5 Hz.

Após a mistura dos pós realizou-se a compactação. Os corpos de prova foram compactados à pressão de 600 MPa, numa matriz de diâmetro interno de 9,5 mm, de duplo efeito.

Depois de compactados os corpos de prova, foram sinterizados. Procurou-se sinterizar corpos de prova de mesma faixa de tamanho com finalidade de evitar

corridas diferentes e, eventualmente, condições distintas. A sinterização foi realizada num forno resistivo, marca JUNG, de potência 2 KW.

Durante o processo de sinterização das amostras duas fases são executadas, uma de remoção do lubrificante (estearato de zinco), a 480 °C por 30 min, conhecido por Dewaxing e outra, denominada de sinterização propriamente dita, realizada a 1150 °C por uma hora.

As amostras foram sinterizadas em atmosfera de hidrogênio comercial, com fim de promover a redução de óxidos presentes bem como de evitar a formação dos mesmos.

Procurou-se manter constantes as taxas de resfriamento e aquecimento, durante o processo de sinterização. Para garantir mesma condição de aquecimento, procedeu-se a uma elevação de temperatura no modo manual, sempre introduzindo ação controladora 10 °C abaixo da temperatura desejada. Já para taxa de resfriamento procurou-se movimentar o tubo de sinterização, de forma lenta e gradual, controlando a velocidade linear de remoção do mesmo.

Na figura 8 apresenta-se o ciclo de sinterização realizado para produção das amostras , e na figura 9 as imagens das 5 faixas de tamanho utilizadas.

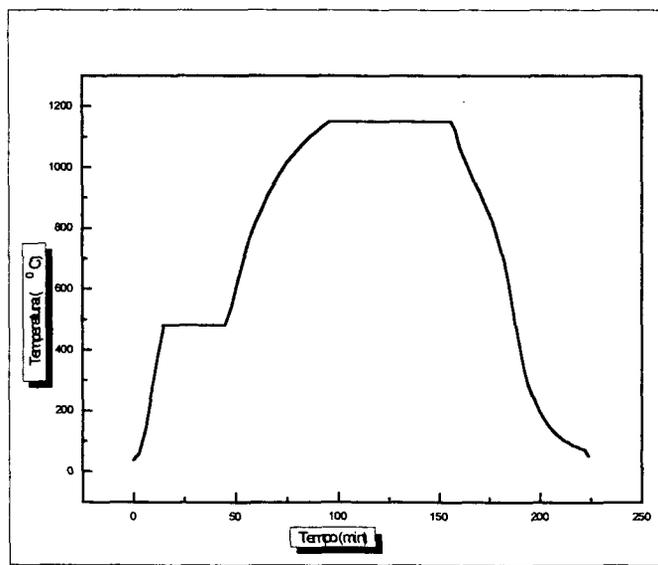
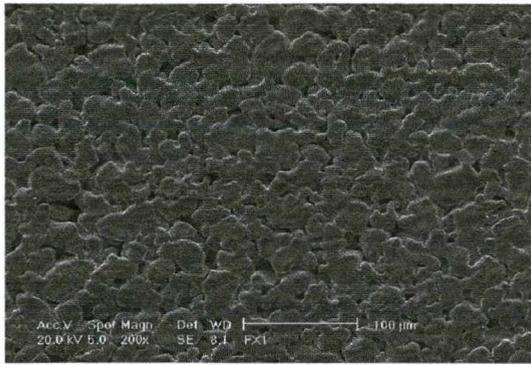
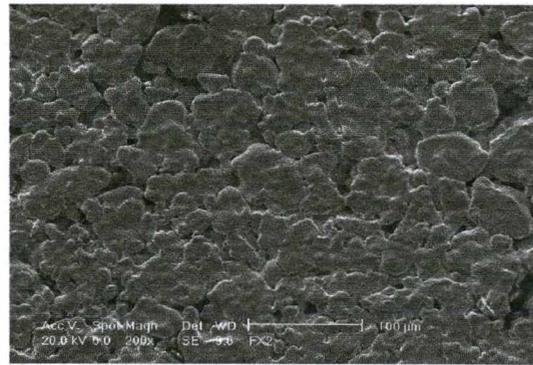


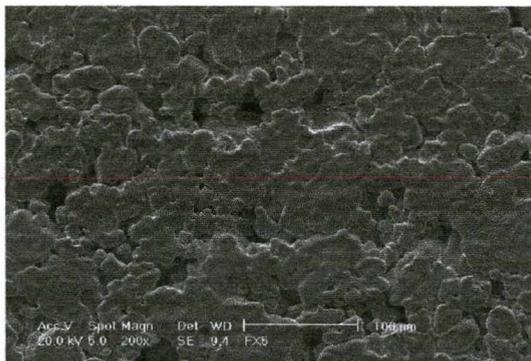
Figura 8 - Ciclo de sinterização.



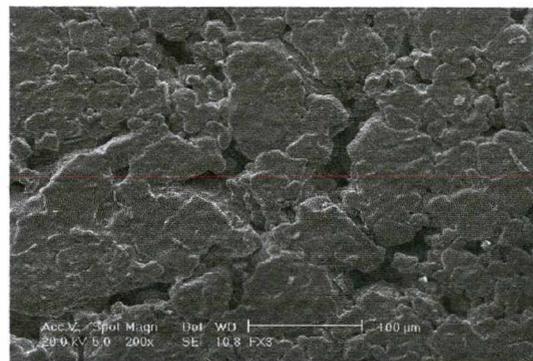
a)



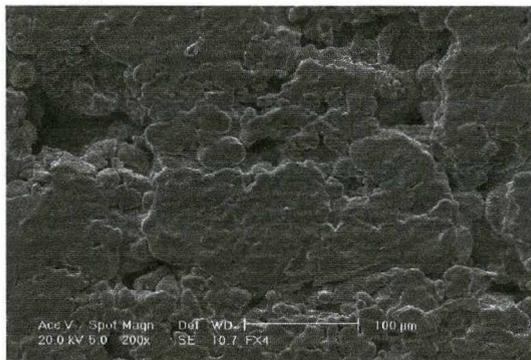
b)



c)



d)



e)

Figura 9 - Microestruturas de amostras sinterizadas, com faixas de tamanho de partículas distintas. a) faixa 1; b) faixa 2; c) faixa 3 (pó de origem); d) faixa 4; e) faixa 5.

A porosidade para as várias faixas de tamanho de partículas em (%) é:

Faixa 1 $13,48 \pm 0,02$

Faixa 2 $12,41 \pm 0,03$

Faixa 3 $12,49 \pm 0,02$

Faixa 4 $12,02 \pm 0,02$

Faixa 5 $12,35 \pm 0,01$

Para obtenção de valor, para cada faixa, foram utilizadas 10 amostras. A maior porosidade para amostras pertencentes às faixas inferiores é devido ao fato de partículas menores apresentarem compactabilidade inferior às maiores.

3.2 - Nitretação e nitrocementação das amostras

As amostras depois de sinterizadas foram submetidas a tratamento superficial por plasma.

3.2.1 - Parâmetros para Processamento das Amostras

As amostras foram limpas em ultra-som, em banho de acetona PA, por um período de 15 minutos. Os componentes internos do reator também foram limpos em ultra-som, após serem lixados, com fim de remover sujeira de ciclos anteriores.

Para processamento das amostras, por plasma, um reator com uma câmara delimitada por uma campânula de PYREX (Borossilicato), de 300 mm de diâmetro por 300 mm de altura, montada sobre uma base de aço inoxidável, foi utilizado. Os elementos, principais, que compõem o reator são fluxímetros, medidores de pressão (Baratron), bomba de vácuo, fonte de corrente contínua, Sensor de temperatura (termopar de cromel-alumel protegido por uma cápsula de aço inoxidável) além das válvulas de admissão e exaustão de gases. As características destes elementos são:

- 1 - Bomba de vácuo 2 estágios, 1,61 m³/s.
- 2 - Baratron ou sensor de pressão, 0-1330 Pa (0-10 Torr).
- 3 - Transformador monofásico 220V/1000V (fonte retificadora de onda completa).
- 4 - Fluxímetros de 10 sccm e 200 sccm, para mistura CH₄ e N₂/H₂ respectivamente.

Após limpas e montadas, as amostras, no reator fazia-se vácuo até 8 Pa (6.10⁻² Torr), quando então introduzia-se Hidrogênio ultra puro e abria-se uma descarga elétrica, com objetivo de se fazer outra limpeza, agora juntamente de amostras e elementos internos do reator, por um período de 15 minutos. A descarga para limpeza é caracterizada pelos seguintes parâmetros:

- Temperatura de limpeza: 300 °C
- Tensão de alimentação correspondente a esta temperatura: 368 V
- Fluxo de gases: $3 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ (3 cm³/s)
- Pressão interna de gases: 400 Pa (3 Torr)

Após esta última limpeza, em que o bombardeamento iônico contribui para remoção de óxidos presentes, procedeu-se ao tratamento de nitretação e nitrocementação. Os parâmetros utilizados foram:

(fluxo de $3 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ e pressão de 8 Pa)

540 °C ± 5 °C

- 375 V (nitretação e nitrocementação)
- 0,11 mA/mm² (nitretação e nitrocementação)

570 °C ± 5 °C

- 400 V (nitretação e nitrocementação)
- 0,13 mA/mm² (nitretação e nitrocementação)

600 °C ± 5 °C

- 440 V (nitretação e nitrocementação)
- 0,16 mA/mm² (nitretação e nitrocementação)

Os tratamentos foram realizados por 2 horas a 540, 570 e 600 °C. Para temperatura de 570 °C, ainda, realizou-se tratamentos por 5 horas

3.3 - Medidas de Porosidade Superficial

Aqui será apresentada a técnica utilizada para medir a porosidade superficial.

Foram feitas medidas experimentais com finalidade de obtenção dos valores relativos (redução de porosidade). Expressão para redução de porosidade, teórica, é desenvolvida com finalidade de compreender mecanismos responsáveis por este fenômeno.

3.3.1 - Verificação Teórica Aproximada para variação de porosidade

Para desenvolvimento de estudo teórico, parte-se de uma configuração simplificada: poro com fator de forma unitário, esféricos.

Para relacionar dimensão de poros com partículas, parte-se da configuração representada pela figura 10, admitindo empacotamento simples entre partículas.

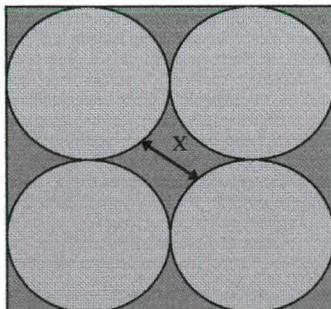


Figura 10 - Objeto-modelo, idealizado de uma superfície porosa, para verificar relação entre partículas e dimensão de poros.

Admitindo as partículas perfeitamente esféricas, com diâmetro (d), a distância entre partículas opostas (na figura 10), será:

$$X = D(\sqrt{2} - 1) \quad (1)$$

Da equação (1) fica provado que a utilização de partículas maiores resultará em poros de dimensões maiores. Estabelecida a função (1) verifica-se para poros com fator de forma unitário (figura 11), submetidos a tratamentos de deposição, o comportamento desta função para redução de porosidade, quando se varia a dimensão dos poros.

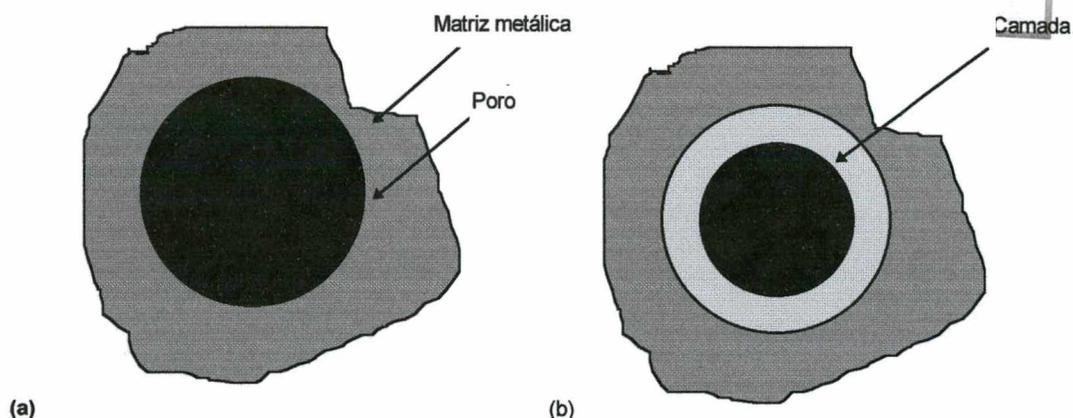


Figura 11 - Objeto para verificação de redução de porosidade superficial. (a) - antes tratamento e (b) - após tratamento de deposição.

$$\text{Fazendo a porosidade superficial igual a } \Delta P(\%) = \frac{A_0 - A}{A_0} 100 \quad (2)$$

Onde:

A_0 - Área do poro inicial, antes do tratamento.

A - Área do poro após tratamento de deposição.

Através de análise geométrica, de variação da área do poro após deposição de camada, Tem-se:

$$\Delta P(\%) = \left[1 - \left(1 - \frac{2e}{X} \right)^2 \right] 100 \quad (3)$$

Onde:

e - espessura da camada depositada.

X - diâmetro do poro, inicial.

3.3.2 - Verificação Experimental da redução de porosidade superficial

Objetivando verificar a influência dos tratamentos de nitretação e nitrocementação por plasma sobre a redução da porosidade superficial, pode-se utilizar as técnicas de análise de imagens e rugosidade. Para a primeira técnica podem ser utilizadas seções transversais e longitudinais, antes e após tratamento. Para a última técnica pode-se medir rugosidade antes e após o tratamento também. No presente trabalho foi utilizada apenas a técnica de análise em seções transversais. As técnicas são:

1 - Análise de imagens

1.1 - em seções transversais polidas (5 faixas)

1.2 - em seções longitudinais

2 - Medição de rugosidade

1.1 - Análise de imagens em seções transversais (5 faixas)

Esta técnica consiste, fundamentalmente, em analisar uma superfície plana, antes e após o tratamento.

Uma superfície plana de cada amostra foi lixada e polida. Foram usadas lixas de granulação 180, 220, 320, 400 e 600 de forma seqüenciada. Uma preocupação foi garantir o mesmo nível de acabamento, e para isso procurou-se manter o mesmo período, para cada amostra, na fase de polimento. Com este procedimento procurou-se evitar a falta de definição de bordas entre as fases presentes. Neste caso a definição fica mais nítida.

Durante a fase de polimento, procurou-se sistematizar o tempo empregado para alumina 1 μm e 0,3 μm , para cada amostra, de forma que se pudesse reduzir erros experimentais. Este método de preparação apresenta um inconveniente, pelo fato de se exercer esforço diferenciado sobre cada amostra. E por este fato foram feitas 10 imagens em cada amostra, antes e após tratamento.

As ampliações utilizadas para cada faixa são apresentadas na tabela 5.

Tabela 5 - Ampliações utilizadas.

Faixas de tamanho	Ampliação Utilizada
1	200 vezes
2	200 vezes
3	200 vezes
4	100 vezes
5	100 vezes

Com esta técnica, mede-se a razão entre área de pontos escuros (poros) e área total (pontos escuros mais pontos brancos), que representa uma medida da

porosidade superficial. Na figura 12 são apresentadas imagens, binarizadas (imagens definidas por códigos binários, 0 ou 1), utilizadas para medição, através desta técnica.

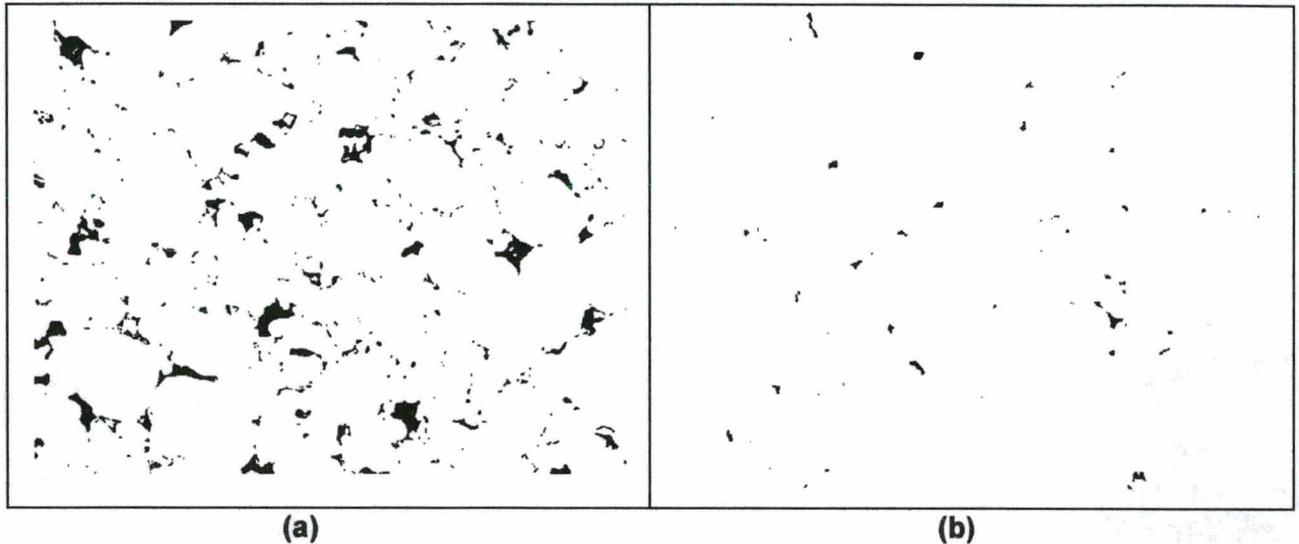


Figura 12 - Imagens binarizadas para análise. (a) antes do tratamento e (b) nitrocementada a 570 °C por 2 horas (faixa 3).

1.2 - Análise de imagens em secções longitudinais

É uma técnica apontada como possibilidade para medir porosidade superficial. Está fundamentada em se medir comprimento da linha que contorna os poros (comprimento l), por toda extensão da amostra, numa secção longitudinal, ao longo de uma linha (comprimento l_0) definida pelo diâmetro da secção transversal. A variação relativa entre estes comprimentos é uma representação da porosidade, visto que princípios estereológicos permitem quantificação de determinadas grandezas através da medição de outras, normalmente de ordem ligeiramente inferior. Por exemplo, para quantificação de elementos de volume (3D) mede-se uma superfície (2D), e para elementos superficiais (2D), mede-se uma linha (1D). Na figura 13, pode-se observar um esboço esquemático para aplicação desta técnica.

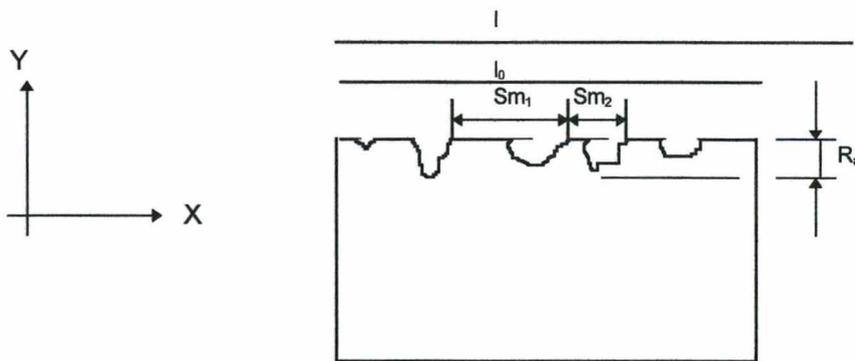


Figura 13 - Esboço superficial, esquemático.

2 - Medição de rugosidade

Também uma técnica apontada como possibilidade para medição de porosidade superficial. Está fundamenta em medir-se a rugosidade antes e após tratamentos, procurando correlacionar-se parâmetros horizontais com dimensões de poros. Na figura 13, pode-se visualizar dois parâmetros com os quais se possam encontrar relação, conforme definição dos mesmos nas equações (4) e (5), com porosidade.

$$S_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n S_{mi} \tag{4}$$

$$R_a = \frac{1}{l_0} \int_0^{l_0} |y(x)| dx \tag{5}$$

Alguns teste iniciais foram feitos, utilizando esta técnica, medindo parâmetro R_a . Na figura 14 pode-se observar os perfis superficiais, invertidos, obtidos em amostras sinterizadas.

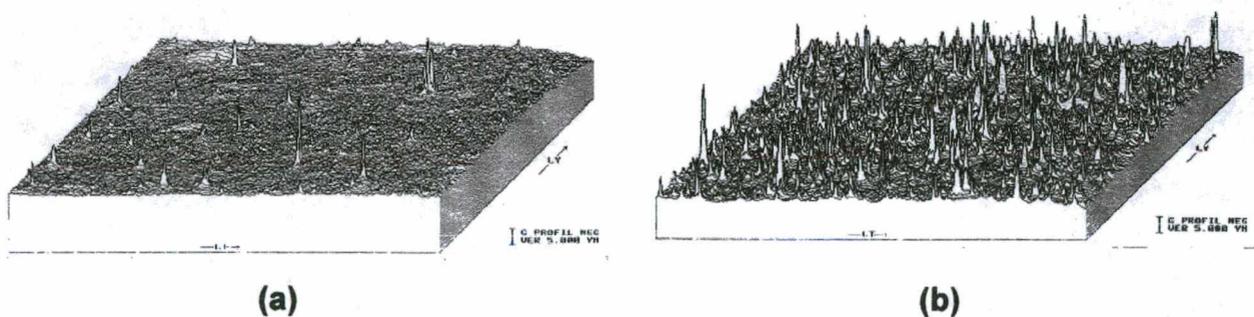


Figura 14 - Perfil superficial, invertido. Em (a) - faixa 1 e (b) - faixa 5.

Para obtenção desses perfis foram feitas medidas de rugosidade. Foram feitas medições paralelas numa região da superfície das amostras. Os picos salientes observados na figura 14 representam aspecto poroso da superfície.

3.4 - Verificação de variação dimensional, após tratamentos.

Foram realizadas medições de diâmetro, das amostras, antes e após tratamentos de nitretação e nitrocementação por plasma. Foram feitas duas medidas, defasadas de 90°, utilizando um MICRÔMETRO DIGITAL RC-1382 (incerteza de 2 μm). Os valores de variação dimensional podem ser verificados na tabela 6.

Tabela 6 - Variação dimensional.

Medições (μm)					
nitretação					
SINTERIZADAS					
temperatura	Posição 0°	Posição 90°	Média		
faixa 1	9,511	9,514	9,512		
faixa 2	9,521	9,520	9,520		
faixa 4	9,524	9,525	9,524		
faixa 5	9,522	9,524	9,523		
TRATADAS					
temperatura	Posição 0°	Posição 90°	Média	Variação	
540 °C					
faixa 1	9,517	9,516	9,516	0,042	
faixa 2	9,519	9,520	9,520	0	
faixa 4	9,521	9,522	9,522		
faixa 5	9,520	9,523	9,522		
570 °C					
faixa 1	9,512	9,513	9,512	0	
faixa 2	9,519	9,519	9,519		
faixa 4	9,524	9,524	9,524	0	
faixa 5	9,520	9,521	9,520		
600 °C					
faixa 1	9,521	9,522	9,522	0,105	
faixa 2	9,558	9,556	9,557	0,389	
faixa 4	9,527	9,528	9,528	0,042	
faixa 5	9,528	9,523	9,526	0,032	

nitrocementação				
540 °C				
faixa 1	9,512	9,511	9,512	0
faixa 2	9,522	9,524	9,523	0,032
faixa 4	9,524	9,524	9,524	0
faixa 5	9,523	9,522	9,522	
570 °C				
faixa 1	9,514	9,514	9,514	0,021
faixa 2	9,526	9,524	9,525	0,052
faixa 4	9,522	9,524	9,523	
faixa 5	9,525	9,526	9,526	0,032
600 °C				
faixa 1	9,520	9,519	9,520	0,084
faixa 2	9,531	9,528	9,530	0,105
faixa 4	9,522	9,521	9,522	
faixa 5	9,530	9,530	9,530	0,074

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados resultados obtidos experimentalmente. Discussões serão realizadas no sentido de explicar a ocorrência dos fenômenos. Este capítulo está dividido basicamente em 3 secções: uma que trata de análise teórica, procurando verificar o caráter de deposição dos processos, uma segunda em que análise estatística é feita, devido introdução de erros por limitações experimentais; e finalmente, análise fenomenológica procurando-se associar melhores resultados para redução de porosidade superficial com propriedades mecânicas.

Admite-se como hipóteses para efeitos de redução de porosidade superficial:

Hipótese 1

Que acontece via deposição de intermetálicos.

Hipótese 2

Via crescimento de cristais.

Hipótese 3

Acontece por bombardeamento do substrato.

4.1 - Análise Teórica

Apresenta-se resposta para o modelamento teórico, de redução de poros, desenvolvido no capítulo 3. Com a equação (3) procedeu-se a uma simulação para redução de porosidade, com camadas de espessuras 5 μm , 15 μm e 30 μm . A resposta é visualizada na figura 15.

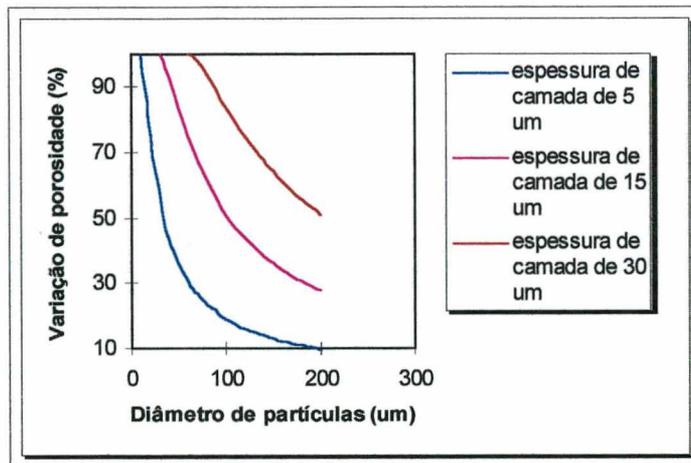


Figura 15 - Resposta teórica para processos de deposição.

Para amostras submetidas a tratamento de deposição, conforme hipóteses admitidas, ocorre um selamento de poros a partir de uma espessura de camada mínima. Quanto menor o diâmetro das partículas, menor esse valor de espessura requerido, como verificado na figura 15.

Na tabela 7 são apresentados valores de porosidade superficial, antes e após tratamentos. Na tabela 8 são apresentados os valores de variação de porosidade para os tratamentos de nitretação e nitrocementação por plasma, derivados da tabela 7.

Tabela 7 - Porosidade superficial, antes e após tratamentos.

POROSIDADE SUPERFICIAL ANTES E APÓS TRATAMENTO (%)								
AT - ANTES DE SOFRER TRATAMENTO SUPERFICIAL								
PT - APÓS SOFRER TRATAMENTO SUPERFICIAL								
NITRETAÇÃO	540 °C		570 °C		600 °C		570 °C/ 5h	
Faixa	AT	PT	AT	PT	AT	PT	AT	PT
1 - ($d < 45 \mu\text{m}$)	7,26	2,06	5,69	1,26	3,79	0,89		
2 - ($45 \mu\text{m} \leq d < 75 \mu\text{m}$)	4,95	1,69	7,24	3,79	6,35	2,47		
3 - (pó de origem)	8,9	4,07	8,30	3,73	6,80	3,26	5,18	2,09
4 - ($75 \mu\text{m} \leq d < 150 \mu\text{m}$)	7,59	3,66	8,64	4,48	5,48	2,63	4,77	3,48
5 - ($d \geq 150 \mu\text{m}$)	8,36	5,24	7,16	5,89	7,27	5,48	4,95	3,76
NITROCEMENTAÇÃO	540 °C		570 °C		600 °C		570 °C/ 5h	
Faixa	AT	PT	AT	PT	AT	PT	AT	PT
1 - ($d < 45 \mu\text{m}$)	4,78	2,00	5,60	1,94	5,26	1,63		
2 - ($45 \mu\text{m} \leq d < 75 \mu\text{m}$)	5,83	2,50	5,20	2,77	5,76	2,01	4,15	0,46
3 - (pó de origem)	7,60	3,58	8,29	2,97	7,82	1,46		
4 - ($75 \mu\text{m} \leq d < 150 \mu\text{m}$)	7,28	3,61	5,56	3,00	6,40	2,83	6,94	1,80
5 - ($d \geq 150 \mu\text{m}$)	7,40	4,83	9,50	4,57	10,39	3,19	8,91	3,62

Tabela 8 - Variação geral de porosidade.

VARIAÇÃO GERAL				
NITRETAÇÃO				
Faixa	Variação (%) 540 °C	Variação (%) 570 °C	Variação (%) 600 °C	Variação (%) 570 °C/ 5h
1 - ($d < 45 \mu\text{m}$)	71,63	77,86	76,52	
2 - ($45 \mu\text{m} \leq d < 75 \mu\text{m}$)	65,86	47,65	61,1	
3 - (pó de origem)	54,27	55,06	52,06	59,65
4 - ($75 \mu\text{m} \leq d < 150 \mu\text{m}$)	51,78	48,15	52,01	27,04
5 - ($d \geq 150 \mu\text{m}$)	37,32	17,74	24,62	24,04
NITROCEMENTAÇÃO				
Faixa	Variação (%) 540 °C	Variação (%) 570 °C	Variação (%) 600 °C	Variação (%) 570 °C/ 5h
1 - ($d < 45 \mu\text{m}$)	58,16	65,36	69,01	
2 - ($45 \mu\text{m} \leq d < 75 \mu\text{m}$)	57,12	46,73	65,1	88,92
3 - (pó de origem)	52,89	64,17	81,33	
4 - ($75 \mu\text{m} \leq d < 150 \mu\text{m}$)	50,41	46,04	55,78	74,06
5 - ($d \geq 150 \mu\text{m}$)	34,73	51,89	69,3	59,37

Pode-se observar que efetivamente ocorre uma redução da porosidade em produtos sinterizados, quando submetidos a tratamento superficial de nitretação e nitrocementação por plasma. Na figura 16 pode-se visualizar o comportamento para redução de porosidade, para processos de nitretação por plasma. De uma comparação das figuras 15 e 16, ficam evidenciadas as tendências de deposição, dos processos.

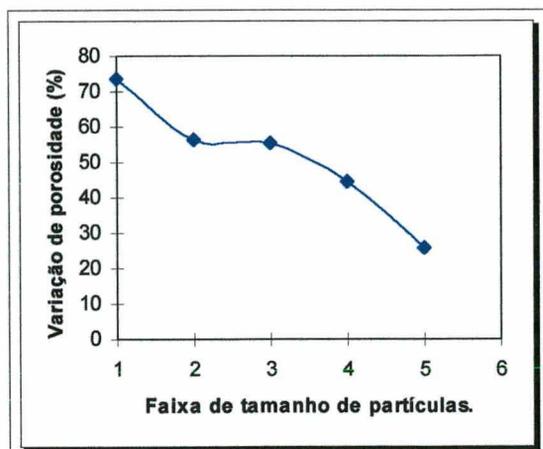


Figura 16 - Resposta experimental para nitretação a 570 °C por 2 horas.

4.2 - Análise estatística

Faz-se uma análise estatística com a finalidade de verificar a possível existência de interação entre fatores envolvidos e se efetivamente, os fatores principais são significativos.

Os fatores são:

- (A) - Fator temperatura, incluindo tratamentos por 5 horas.
- (B) - Fator faixa de tamanho de partículas.
- (C) - Fator tratamento superficial.

Os elementos que faltam na tabela 8, para análise estatística, foram estimados via métodos de minimização de erro experimental :

$$x = \frac{ay'_{i.} + by'_{.j} - y''_{..}}{(a-1)(b-1)} \quad (6)$$

Onde (x) - Valor a ser determinado.

(y'_{i.}) - Somatório dos elementos da i-ésima linha.

(y'_{.j}) - Somatório dos elementos da j-ésima coluna.

(y''_{..}) - Somatório de todos elementos.

(a) - Número de níveis do fator A.

(b) - Número de níveis do fator B.

Após uma série de iterações encontrou-se os valores:

$$y_{411} = 68,57 ; y_{421} = 51,44 ; y_{412} = 85,28 \text{ e } y_{432} = 87,24$$

Como hipóteses nulas,

$$H_0 : \tau_1 = \tau_2 = \dots = \tau_a = 0$$

$$H_0 : \beta_1 = \beta_2 = \dots \beta_b = 0$$

$$H_0 : \gamma_1 = \gamma_2 = \dots \gamma_c = 0$$

$$H_0 : (\tau\beta)_{ij} = 0$$

$$H_0 : (\tau\gamma)_{ik} = 0$$

$$H_0 : (\beta\gamma)_{jk} = 0$$

$$H_0 : (t\beta\gamma)_{ijk} = 0$$

Estas hipóteses são de que todos fatores apresentam a mesma influência e não existe interação de qualquer ordem entre os mesmos. Isto significa que as respostas para redução de porosidade seriam estatisticamente iguais, independente do tratamento utilizado, das condições utilizadas ou faixa de tamanho de partículas.

Aplica-se o método para design fatorial. Tendo-se única replicação, desconsidera-se a interação de mais alta ordem, podendo-se assim contabilizar a contribuição do erro experimental [50].

O parâmetro F, para análise de variância, calculado para todos os fatores e interações entre eles é:

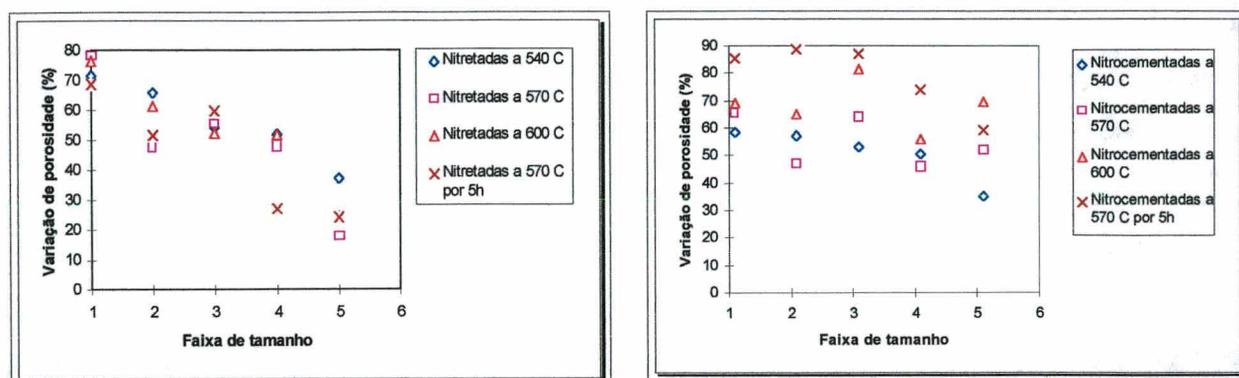
$$F = \frac{MS_{fator}}{MSE}, v_1, v_2 \quad (7)$$

onde

$$MS_{fator} = \frac{SS_{fator}}{v_{fator}} \quad (8)$$

(MS_{fator}) - Média quadrada dos fatores considerados.

temperaturas utilizados, 540 °C, 570 °C, 600 °C, cada um por 2 horas ou 570 °C por 5 horas. Na figura 17 pode-se observar esta característica.



(a)

(b)

Figura 17 - Redução de porosidade para vários níveis de temperatura, (a) nitretação e (b) nitrocementação.

Na figura 17b é visualizada maior eficiência para tratamento a 570 °C por 05 horas. Isto se deve a efeito de interação entre fatores, que será tratada na secção 4.2.4.

4.2.2 - Influência da faixa de tamanho de partícula

Pode-se perceber, como é esperado, um efeito significativo do tamanho de partículas, através de observação nas figuras 15 (resposta teórica), 16 e 17 (experimentais). O caráter de deposição ficaria evidenciado, a partir da análise destas figuras, se fosse o único mecanismo responsável pela redução de porosidade superficial. No entanto isto não pode ser afirmado, pelo fato de haver crescimento de cristais também. O efeito do crescimento de cristais é atribuído à variação dimensional observada para amostras, após tratamento.

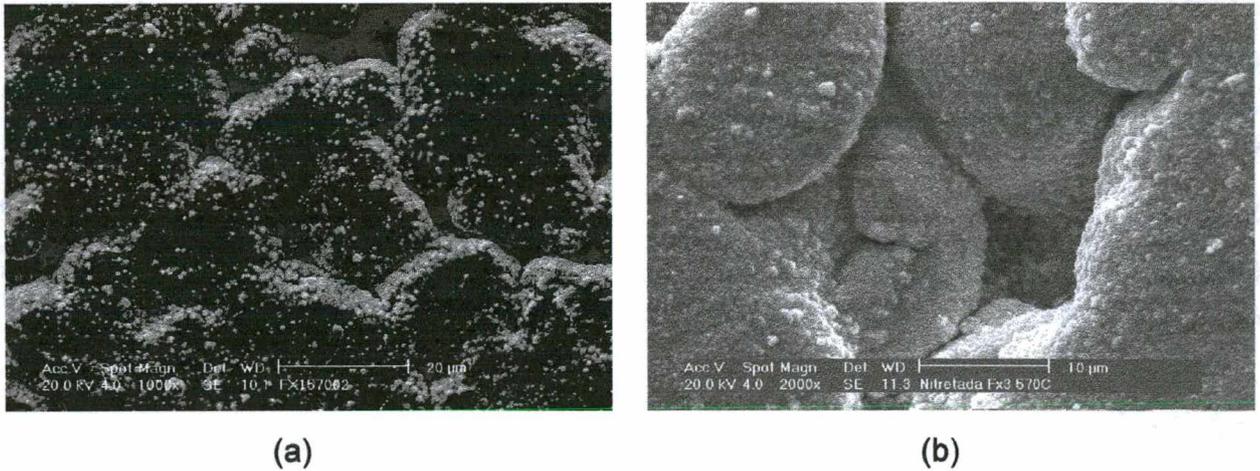


Figura 18 - Amostra nitretada a 570 °C. (a) enfatiza o caráter de deposição e (b) apresenta deposição em regiões internas, em amostra nitretada a 570 °C.

Pode-se observar partículas distribuídas não uniformemente em toda superfície, na figura 18a. Na figura 18b são apresentadas partículas, internamente aos poros, de mesma natureza das da 18a. Na figura 18a há maior concentração de partículas na interface partícula-poro. Análise feita sobre estas partículas mostra que são nitretos, conforme se pode ver na figura 19, através de análise por energia dispersiva de raios-X.

Em processos de deposição, inicialmente depósitos localizam-se em superfícies regulares ou mais estáveis, difundindo a seguir para as mais energéticas [3]. Exemplos destas regiões podem ser arestas, pontos ou ainda contornos. Uma maior concentração de depósitos, se houver deposição, deve ocorrer nas bordas de poros de dimensões menores, visto à maior instabilidade energética em relação aos poros maiores.

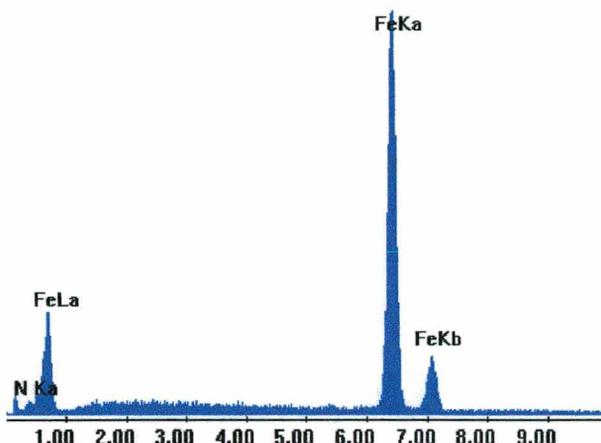


Figura 19 - Análise sobre um depósito, amostra nitretada a 570 °C.

Uma outra verificação destas partículas foi feita através de medição de rugosidade. Foram feitas medições de rugosidade em amostras, polidas, antes e após nitretação a 570 °C por 2 horas, usando fator R_a . Na tabela 11 estão apresentados os valores medidos.

Tabela 11 - Medidas de rugosidade, utilizando parâmetro R_a .

Antes de nitretação		Após nitretação
Faixa	Rugosidade	Rugosidade
1	0,12	0,24
2	0,17	0,34
4	0,34	0,44
5	0,53	0,64

De um ponto de vista lógico esperava-se que a rugosidade após tratamento fosse reduzida (devido redução de porosidade superficial após tratamento), no entanto isto não acontece como pode ser observado na tabela 11. Aumento de rugosidade também foi observado por Li e colaboradores [24]. Este aumento de rugosidade é atribuído à presença das partículas nas superfícies, quando tratamentos de nitretação e nitrocementação por plasma são realizados. Li e colaboradores [24] reforçam o

mecanismo proposto por Kölbel, em virtude da observação destas partículas. O caráter de deposição também foi confirmado por Metin e Inal [51].

Analisando a presença destas partículas sobre outra ótica: os íons e neutros energéticos bombardeiam as superfícies das amostras (catodo), átomos de ferro são ejetados, combinam com nitrogênio e formam nitretos FeN, que na temperatura de tratamento são instáveis, decompõem e os átomos de ferro voltam a condição inicial, quando ejetados. Estes átomos de ferro colidem com espécies energizadas e são retroespalhados em direção à superfície das amostras. Por difusão superficial, migram para as bordas dos poros e em seguida toda superfície é tratada, formando nitretos ou carbonitretos. Assim as partículas observadas podem ser nitretos, mas formados seguindo caminho diferente do proposto por Kölbel. A partir desta análise, não se pode afirmar ou reforçar o mecanismo proposto por Kölbel, para nitretação e nitrocementação por plasma. Pode-se, ainda, atribuir à presença destas partículas, o crescimento de intermetálicos. Isto em função da diferença, pontual, de energia na superfície das amostras, favorecendo crescimento localizado e, portanto sua visualização como mostrado na figura 18 e maior rugosidade após tratamentos.

Conclui-se da influência da faixa de tamanho de partículas:

- maior selamento ocorre para faixas inferiores, confirmando com modelo desenvolvido para processo de deposição.
- através da observação da presença de partículas de nitretos e carbonitretos, concentradas nas bordas dos poros e maior rugosidade observada, após tratamento por plasma, não se pode reforçar mecanismo proposto por Kölbel, nem que a presença destas partículas se deva a mecanismo de deposição.

4.2.3 - Influência dos tratamentos superficiais

Estatisticamente fica evidenciada uma maior efetividade, quanto a redução de porosidade superficial, para o tratamento de nitrocementação. Isto pode ser verificado na figura 20.

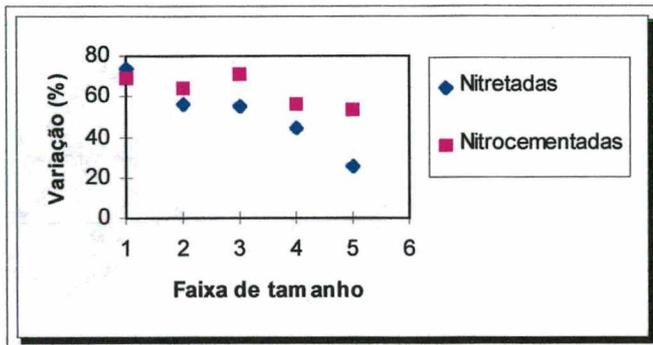


Figura 20 - Variação de porosidade para processos de nitretação e nitrocementação, a partir de conclusão da insignificância de temperatura de tratamento.

Alguns pesquisadores discutem a efetividade dos processos de nitrocementação por plasma quanto à redução de porosidade superficial, como é o caso de Rie e colaboradores [45], Bocchini e colaboradores [21] e Rosso e colaboradores [31]. Rie afirma que é possível fechar poros na superfície, ao passo que Bocchini e Rosso afirmam de redução ou selamento parcial. Com relação à nitretação por plasma, Brunatto [48] e Maliska [58] verificaram que não ocorre fechamento de poros na superfície de sinterizados, não mencionando se o processo contribui para redução de porosidade.

Camadas de compostos obtidas por nitrocementação são maiores que na nitretação. Procurando verificar a influência da espessura de camada, mediu-se diâmetros de amostras antes e após tratamentos no intuito de observar variação dimensional. Isto foi feito para amostras nitretadas e nitrocementadas, observando maior variação dimensional (0,10%) para amostras nitrocementadas, conforme apresentado no capítulo 3. Isto reflete uma contribuição maior da nitrocementação para selamento de poros na superfície de sinterizados. Este efeito verificado é atribuído ao crescimento de cristais em direção ao interior dos poros, partindo dos

contornos, conforme verificado por Dawes e colaboradores [54] e Rosso e colaboradores [31].

Admitindo mesma relação entre variação dimensional e espessura de camada de compostos (25%) verificada por Dawes, para nitrocementação, ficaria explicada a razão de sua maior eficiência, confirmando com resultados obtidos, neste trabalho. Assim hipótese 2, que redução de porosidade superficial ocorre via crescimento de cristais, fica confirmada.

O fenômeno de selamento de poros superficiais, em sinterizados, ocorre através do mecanismo de crescimento de cristais. Com relação à hipótese de deposição de intermetálicos nada se pode afirmar, visto questionamentos quanto à presença de partículas observadas.

A hipótese 3 não tem sido verificada, imaginando-se em pouca influência de bombardeamento do substrato, em tratamentos por plasma para os níveis de temperatura utilizados. Isto devido à insignificância da temperatura de tratamento, diretamente relacionada com a energia de bombardeamento iônico. No entanto, sugere-se estudos no sentido de, efetivamente, confirmar este caráter.

Conclui-se da influência dos tratamentos superficiais:

- o processo de nitrocementação é mais eficiente que nitretação, no que se refere à redução de porosidade, apresentando uma maior eficiência de aproximadamente 30%, para faixa 3.
- o mecanismo responsável, verificado, é crescimento cristalino. Com relação à hipótese de deposição, não se pode garantir sua confirmação em virtude de dúvidas quanto à origem das partículas observadas.

4.2.4 - Influência da interação entre fatores

Estatisticamente é verificada interação entre fatores (A) e (C), temperatura e tratamento superficial. Maior eficiência ocorre para nitrocementação, de aproximadamente 46%, quando comparados tratamentos realizados por 5 horas. No entanto para nitretação ocorre o contrário.

A maior eficiência para nitrocementação realizada a 570 °C por 5 horas, poderia ser explicada através de fenômeno de deposição, mas não é confirmado este caráter. Se houvesse realmente deposição, uma maior quantidade de depósitos ocorreria, admitindo taxa de deposição constante, para tempos maiores (se mecanismo de deposição fosse confirmado). Esta maior eficiência é atribuída ao fenômeno de crescimento de cristais, visto espessura de camada maior para nitrocementação.

A menor eficiência para nitretação realizada a 570 °C por 5 horas pode estar relacionada à menor espessura de camada, em virtude da formação de uma camada escura estrutural. Talvez a causa da menor espessura de camada seja devido ao sputtering sofrido por longo tempo. Este efeito de sputtering também ocorreria para nitrocementação, mas sua contribuição em relação à nitretação seria menor, visto a estabilidade da camada de compostos, conferida pela presença do carbono na atmosfera.

4.3 - Análise fenomenológica

Nesta secção são analisados, fenomenologicamente, os tratamentos superficiais em relação às técnicas usadas e os diferentes níveis de temperatura empregados.

4.3.1 - influência da temperatura de tratamento

formação de fases

A formação de fases durante os tratamentos de nitretação e nitrocementação, depende fortemente da temperatura em que se realizam os tratamentos e da quantidade de nitrogênio na atmosfera. Nas figuras 21 e 22 pode-se observar nos difratogramas, para as várias temperaturas utilizadas, a existência das fases ϵ e γ' para nitretação.

Para nitretação realizada a 540 °C predomina a fase ϵ , de acordo com diagrama Fe-N.

Para nitretação e nitrocementação realizada a 570 °C por 5 horas, observa-se predominância da fase ϵ . Isto pode acontecer em virtude da existência de oxi-nitretos na superfície, impedindo o crescimento da fase γ' , para longos tempos .

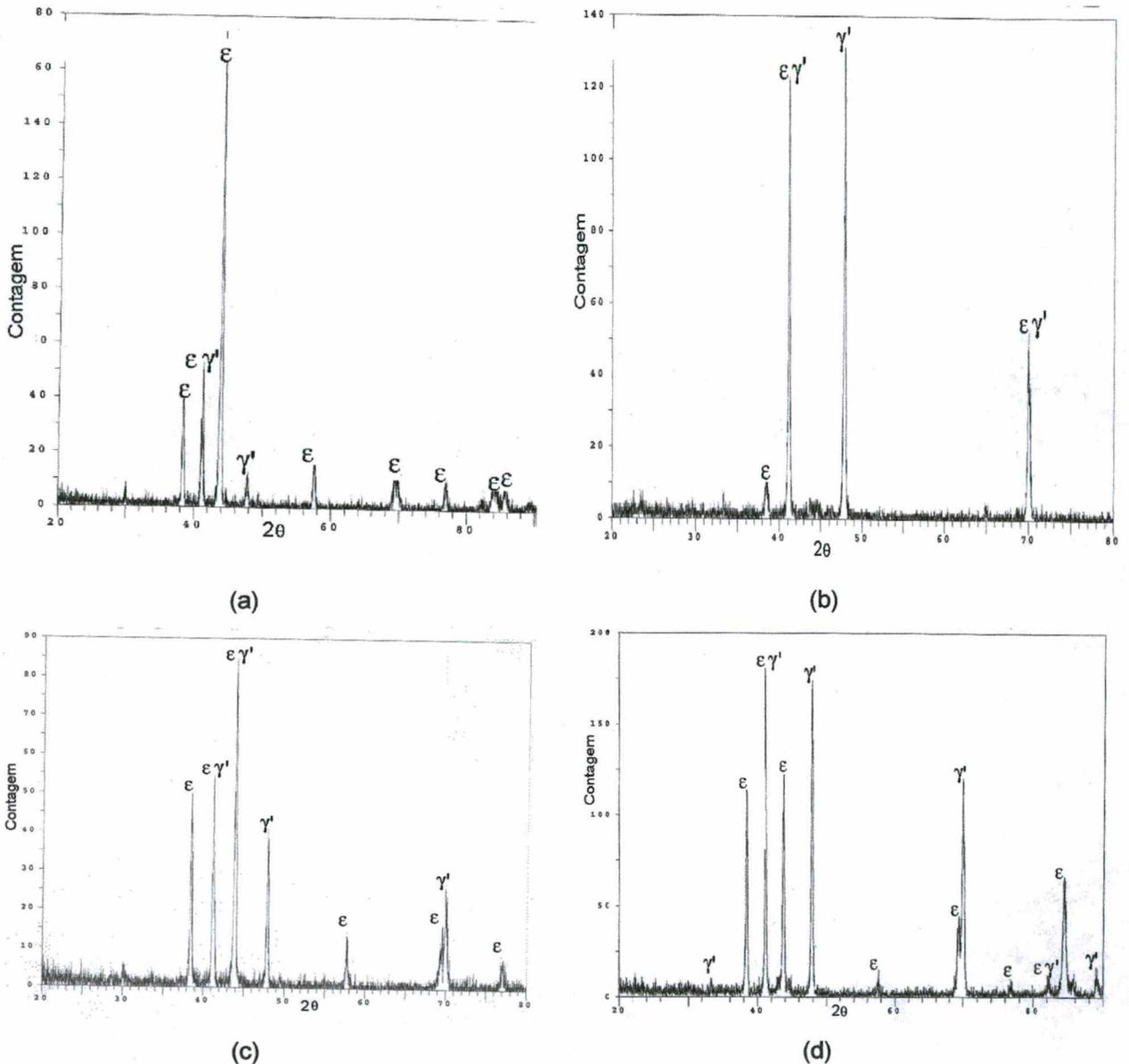


Figura 21 - Difratogramas de amostras nitretadas. (a) - nitretação a 540 °C, (b) - nitretação a 570 °C, (c) - nitretação a 600 °C e (d) - nitretação a 570 °C por 5 horas.

Para nitrocementação uma maior quantidade de ϵ ocorre para tratamentos realizados a 600 °C, confirmando com resultados obtidos por Rosso e Scavino [32].

Isto pode acontecer em virtude da maior solubilidade de carbono, que estabiliza esta fase. Como γ' tem solubilidade restrita para carbono [41], a fase ϵ predomina, mas alguma cementita também é formada, provavelmente devido à quantidade de carbono elevada, na atmosfera, para nitrocementação realizada a 540 °C e 570 °C por 02 horas. Isto pode ser observado na figura 22.

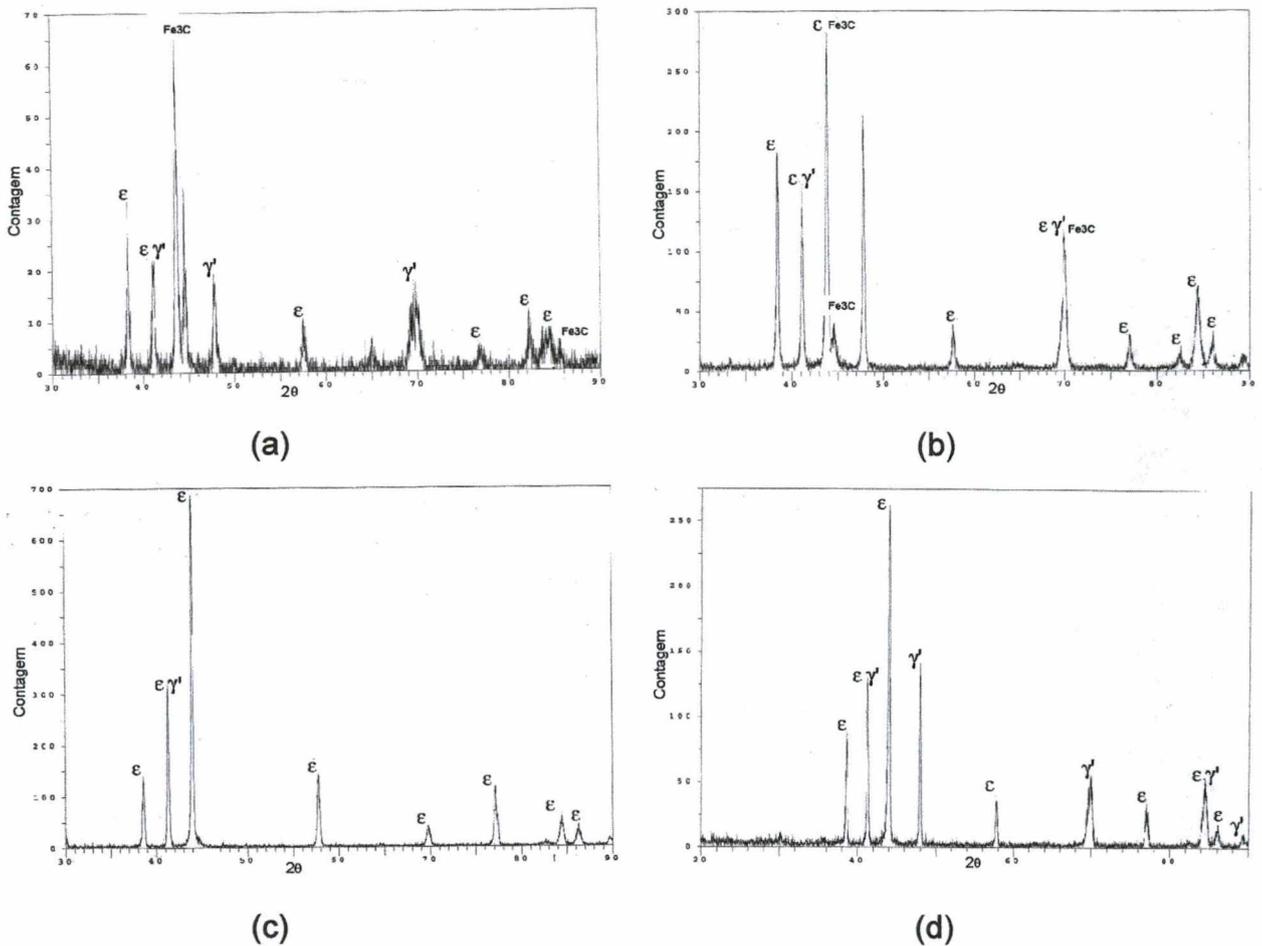


Figura 22 - Difratogramas de amostras nitrocementadas. (a) - nitrocementação a 540 °C, (b) - nitrocementação a 570 °C, (c) - nitrocementação a 600 °C e (d) - nitrocementação a 570 °C por 5 horas.

Com relação à dependência da formação de fases com a temperatura de tratamento, pode-se concluir:

- para nitretação, camada de compostos constituída de ϵ e γ' , é formada.

- para nitrocementação, ε é mais estável para temperaturas mais elevadas.
- para ambos tratamentos, maior tempo favorece a formação de ε , com pouca quantidade de γ' .

espessura de camada

Pelo fato dos tratamentos superficiais serem considerados fundamentalmente difusivos, poderia se esperar a que espessura de camada crescesse indefinidamente com aumento de temperatura. No entanto isto não foi observado, para mesmo tempo de tratamento. Pode-se observar os valores de espessura de camadas obtidas, para tratamentos de nitretação e nitrocementação, para temperaturas utilizadas, na tabela 12. Demais valores para espessura de camada podem ser observados em anexo II.

Tabela 12 - Espessura de camada (para faixa 03).

Temperatura	Nitretação		Nitrocementação	
540 °C	CB 6,03±0,61 μm		CB 8,65±0,48	
570 °C	CB 6,44±0,42 μm		CB 13,21±2,09	
600 °C	CB 5,52±0,84	CB+CE 15,30±1,00	CB 25,27±4,36	CB + CE 30,59 ±0,33
570 °C (5 horas)	CB 5,28±0,60	CB+CE 8,56±0,81	CB (faixa 04) 18,06±2,47	

De acordo com tabela 12, pode-se observar formação de camada escura (CE), além de uma camada branca (CB), para nitretação, e nitrocementação apenas para 600 °C. Isto confirma com resultados obtidos por vários pesquisadores [32,49,56]. Esta camada escura é equivalente (por analogia) à perlita no sistema Fe-C, sendo que no sistema Fe-N ela é formada via decomposição de nitroaustenita, em nitroferrita e γ' .

Fontana [49] tem observado que esta fase escura (estrutural) começa a formar acima de 570 °C, sendo favorecida para longos tempos de nitretação por plasma,

confirmando resultados obtidos no presente trabalho. A espessura de camada branca cresce até temperatura de 570 °C, diminuindo para temperatura superior. Isto confirma com resultados obtidos por outros pesquisadores [45,49,56], sendo este fato atribuído à formação da camada escura. Na figura 23 pode-se observar os tipos de camada formada, escura e branca.

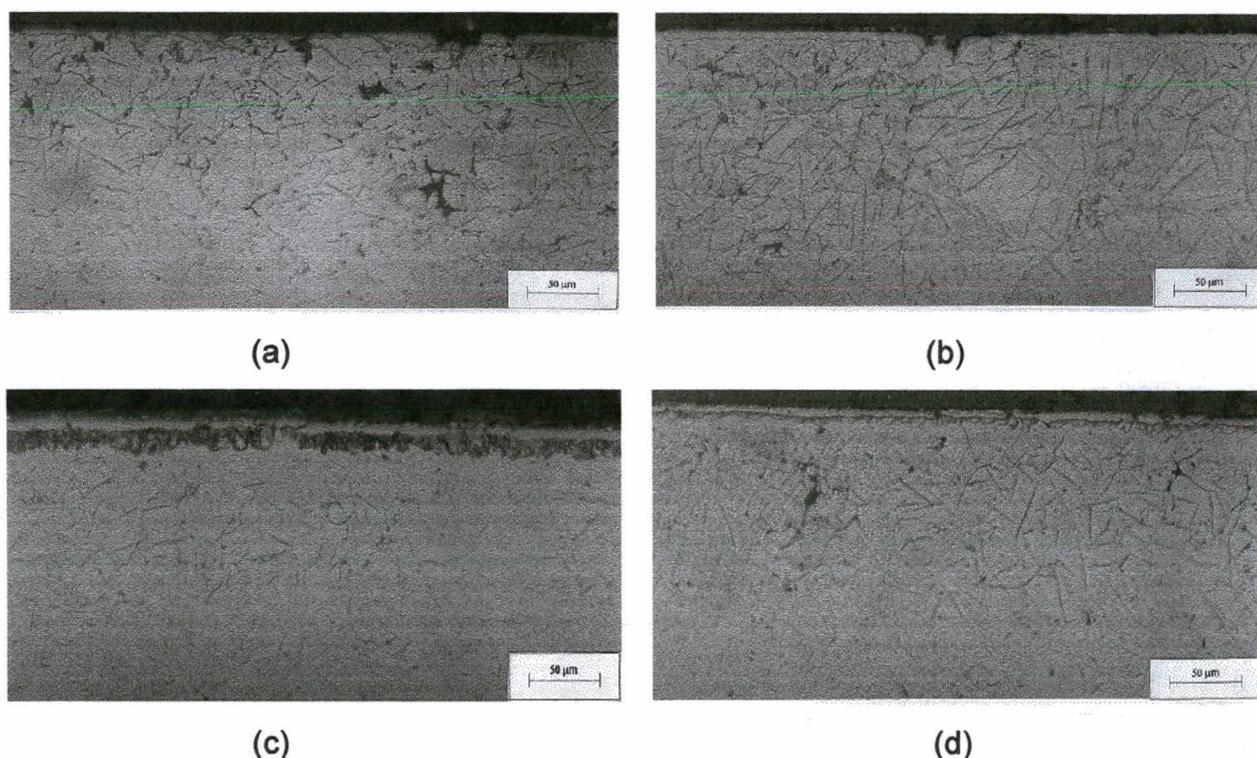


Figura 23 - Micrografias para nitretação. (a) - nitretação a 540 °C; (b) - Nitretação a 570 °C; (c) - nitretação a 600 °C e (d) - nitretação a 570 ° por 5 horas.

O aumento de espessura de camada observado para o processo de nitrocementação, com aumento de temperatura, é atribuído à maior difusão de carbono, estabilizando a fase ϵ e, portanto, seu crescimento. O mesmo não é observado para nitretação, em decorrência da formação de uma camada escura estrutural.

A espessura de camada cresce com a temperatura de tratamento. Isto é associado à maior estabilidade da fase ϵ , para temperaturas elevadas [54]. A formação da camada de compostos é favorecida pela presença de carbono [54], confirmando com dados obtidos, na tabela 12.

Maior espessura de camada é obtida, para tempos maiores de nitrocementação, quando comparados mesma temperatura de tratamento. Na figura 24 verifica-se o efeito da presença de carbono sobre o desenvolvimento da camada de compostos.

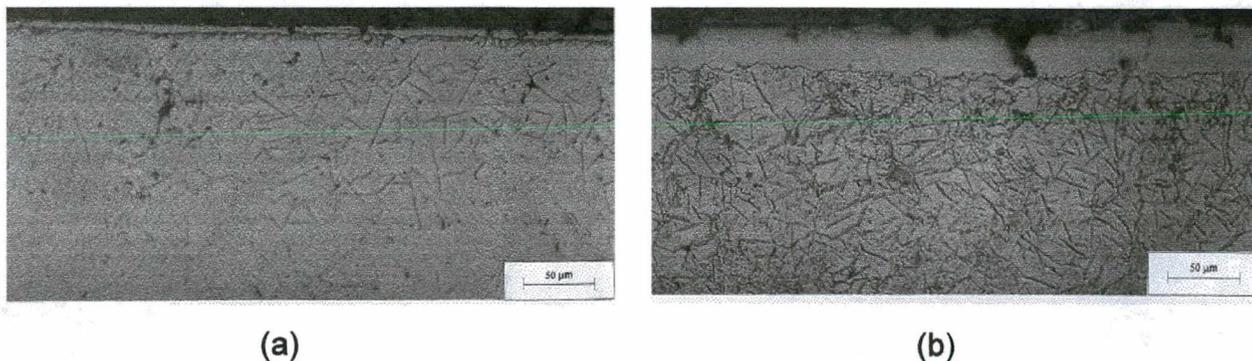


Figura 24 - Efeito do carbono. (a) - nitretação a 570 °C por 05 horas e (b) - nitrocementação a 570 °C por 5 horas.

Conclui-se para dependência da espessura de camada com relação à temperatura:

- para nitretação realizada a 600 °C e 570 °C por 5 horas, há formação de uma camada escura, além da branca.
- para nitrocementação realizada a 600 °C há formação de camada escura.
- a espessura de camada branca cresce até temperatura de 570 °C, diminuindo para temperatura superior, na nitretação.
- a espessura de camada branca é crescente, atingindo maior valor para tratamento realizado a 600 °C, na nitrocementação.
- tempo maior de tratamento, na nitretação, favorece menor espessura de camada branca. Para nitrocementação é verificado um crescimento, para tempo maior.

Obs: Talvez a camada escura formada durante nitretação a 570 °C, por longo tempo, tenha natureza diferente da formada por decomposição da nitroaustenita, a não ser que tenha ocorrido aumento de temperatura localizadamente, atingindo a temperatura

eutetóide para sistema Fe-N. Fontana [48] verificou a formação desta camada, mas não investigou causa de formação.

microdureza

Na nitretação as propriedades da camada são conferidas pelo nitretos formados, ao passo que na nitrocementação por nitretos e carbonitretos. Assim maiores valores de microdureza na camada de compostos é verificada para nitrocementação, conforme observado na tabela 13. Demais valores para microdureza podem ser observados em anexo III.

Tabela 13 - Microdureza da camada.

Temperatura	Nitretação	Nitrocementação
540 °C	648 ± 16	666 ± 30
570 °C	599 ± 58	722 ± 62
600 °C	620 ± 106	703 ± 74
570 °C(05 horas)	630 ± 73	827 ± 63

Maiores valores de microdureza são observados para tratamento realizado em tempos maiores. Pode-se acreditar que isto seja explicado através da estabilização da fase ϵ , sendo mais dura que γ' . Brunatto [48] verificou influência contrária, para nitretação, atribuindo que o efeito de redução de microdureza pode ser devido à degradação da camada de compostos. Análise, no entanto, em amostras nitretadas e nitrocementadas a 570 °C, tanto por 2 horas como 5 horas, revela a existência de cromo na superfície das tratadas por tempo superior (1,88% de Cr para nitretação e 1,91% de Cr para nitrocementação). A presença de cromo pode ser observada na figura 25, através de análise por energia dispersiva de raios-X.

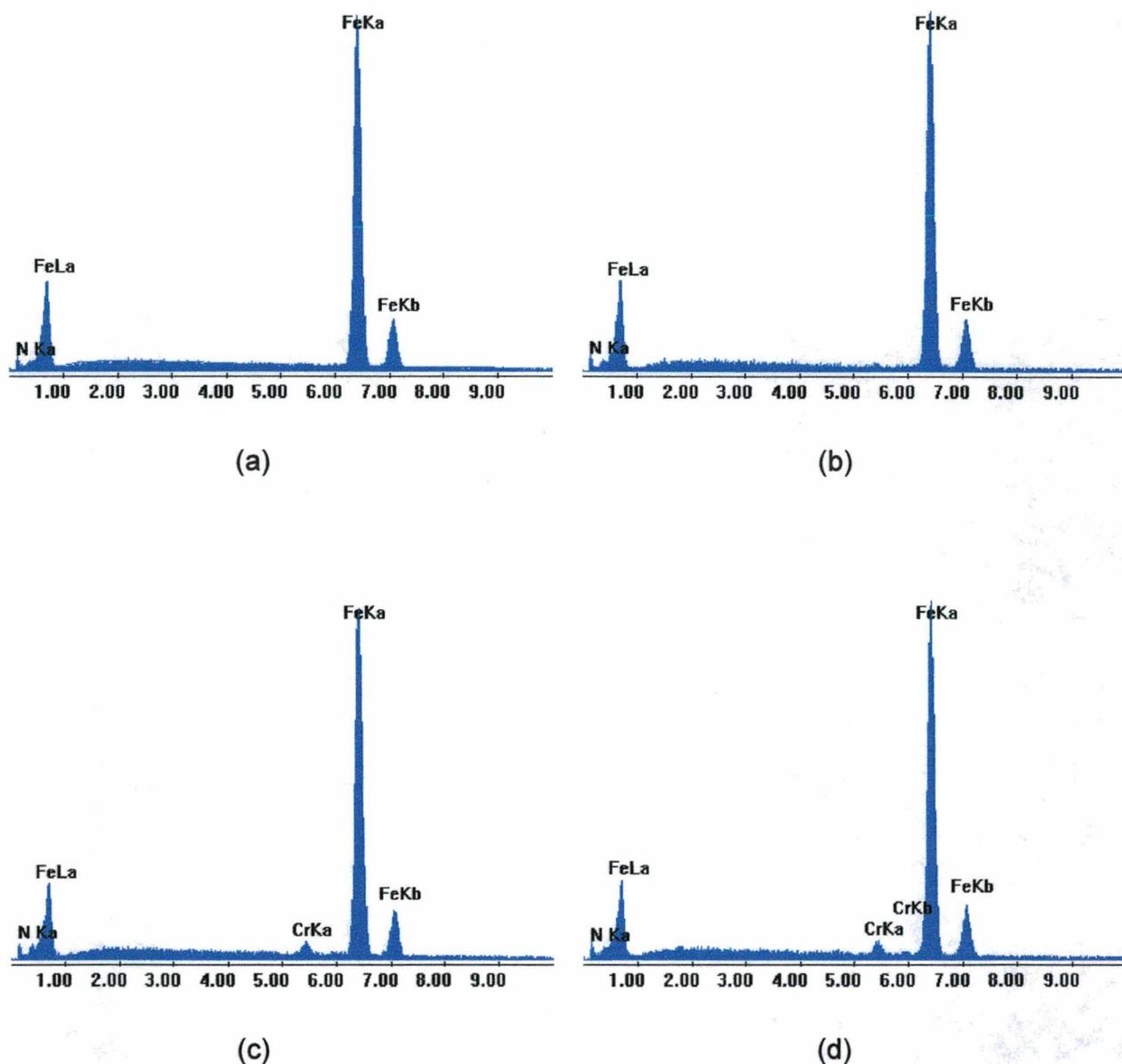


Figura 25 - Análise em amostras nitretadas e nitrocementadas. (a) - nitretada a 570 °C por 2 horas; (b) - nitrocementadas a 570 °C por 2 horas; (c) - nitretada a 570 °C por 5 horas e (d) - nitrocementada a 570 °C por 5 horas.

A maior microdureza para tratamentos realizados por tempos maiores, pode ser atribuída à presença de cromo, proveniente dos suportes das amostras no interior do reator de plasma (aço inoxidável). O efeito de bombardeamento por tempo longo, via sputtering, promoveu este fenômeno. O cromo pode ter combinado com nitrogênio, formando nitretos de cromo, apesar de não identificado por difração de raios-X.

Estudos, no sentido de observar melhor este fenômeno, devem ser desenvolvidos, visto o fato de trabalhos anteriores, realizados com mesmo reator e mesmo laboratório, não terem identificado este acontecimento.

Do perfil de microdureza na figura 26 pode-se verificar queda brusca, a partir da camada até início da zona de difusão, de 720 a 200 MHV10. Isto também foi verificado por Brunatto [48], para produtos sinterizados nitretados por plasma.

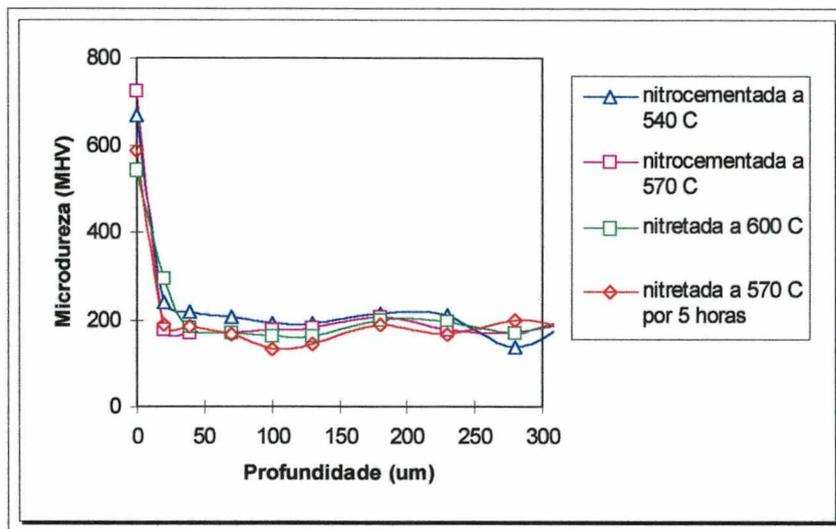


Figura 26 - Perfil de microdureza para amostras nitretadas e nitrocementadas.

Conclui-se da influência sobre microdureza:

- maior microdureza é obtida para nitrocementação.
- Para tratamentos por plasma, a microdureza diminui de forma intensa da camada para o interior do substrato.
- maior microdureza é obtida para tratamentos realizados em tempos longos, podendo ser atribuída à presença de cromo nas amostras ou maior estabilidade da fase ϵ .

4.3.2 - influência da faixa de tamanho de partículas

O tipo de fase formada independe da faixa de tamanho de partículas utilizadas ou da densidade, confirmando com resultados de Bochini [21]. Isto é evidente, visto que este é um processo metalúrgico que depende apenas da atmosfera utilizada, composição de substrato, da temperatura e tempo empregados.

Com relação à espessura de camada, verificou-se maiores valores para amostras pertencentes às faixas inferiores de tamanho de partículas. É verificado na tabela 14, para nitrocementação.

Tabela 14 - Espessura de camada para faixas de tamanho de partículas (nitrocementação).

Faixas de tamanho	Espessura de camada (μm)			
	540 °C	570 °C	600 °C	570 °C/5h
1	12 ± 1	17 ± 2	27 ± 2	
2	10 ± 1	14 ± 1	27 ± 2	23 ± 2
3	9	13 ± 2	25 ± 4	
4	10 ± 1	12 ± 1	26 ± 3	18 ± 2
5	9 ± 1	10 ± 1	223 ± 2	19 ± 2

Bochini e colaboradores [21] e Brunatto [48] verificaram efeitos semelhantes, maiores espessuras de camadas para materiais menos densos. No caso em estudo, as faixas de tamanho de partículas inferiores possuem menores densidades. Bochini supõe que este fenômeno aconteça devido ao aumento da densidade de corrente, real, quando maiores porosidades são envolvidas.

Tosic e colaboradores têm verificado que no processo de nitretação por plasma, a camada de compostos contorna os poros [22]. Isto tem sido verificado por Brunatto [48], confirmado neste trabalho através de observação da figura 23b.

Observa-se uma maior penetração da camada para amostras pertencentes às faixas superiores, conforme figura 27. Isto se deve a uma maior penetração da atmosfera nitretante, envolvendo toda superfície efetiva, sendo contribuída por processo difusivo.



Figura 27 - Penetração de camada. nitrocementada a 540 °C, faixa 3.

Para influência do tamanho de partículas conclui-se:

- a formação de fases independe do tamanho de partículas.
- maiores espessuras de camada são obtidas para faixas de partículas inferiores.
- a camada de compostos penetra mais em amostras com dimensões de poros maiores.
- maior eficiência para redução de porosidade superficial ocorre para amostras pertencentes à faixa de tamanho inferior.
- Apesar de ser desenvolvida uma maior espessura de camada de compostos, para faixas de tamanho de partículas menores, não há influência significativa sobre perfil de microdureza. Isto se deve ao fato da diferença de espessura ser de 1 ou 2 μm , o que não é representativo, de um ponto de vista prático.

CAPÍTULO 05

CONCLUSÕES**1 - ANÁLISE TEÓRICA E ESTATÍSTICA**

Foi observada redução de porosidade superficial para ambos tratamentos, sendo a nitrocementação mais eficiente que nitretação.

Da influência da temperatura de tratamento, conclui-se que:

- para os níveis de temperatura utilizados não há significância, estatisticamente, com relação à redução de porosidade superficial.

Da influência da faixa de tamanho de partículas, conclui-se que:

- maior redução de porosidade superficial é verificada para menores faixas de tamanho de partículas.
- não se pode reforçar mecanismo proposto por Kölbl, nem caráter de deposição para tratamentos realizados por plasma.

Da influência do tratamento superficial, conclui-se que:

- maior redução de porosidade superficial ocorre para nitrocementação por plasma, apresentando uma eficiência de aproximadamente 30%, para faixa 3, em relação à nitretação.
- o mecanismo responsável, verificado, pela redução de porosidade superficial é crescimento cristalino. O crescimento cristalino evidencia a maior eficiência da nitrocementação, em função de serem desenvolvidas maiores camadas.

Da influência da interação entre fatores, conclui-se que:

- maior redução de porosidade superficial para nitrocementação realizada a 570 °C por 5 horas, é atribuída à fenômeno de crescimento de cristais. Uma eficiência de 46% é verificada, sobre a nitretação por 5 horas.
- menor eficiência para nitretação, por 5 horas, pode ser atribuída à decomposição da camada de compostos.

2 - ANÁLISE FENOMENOLÓGICA

Da análise metalúrgica desenvolvida vários aspectos ou parâmetros foram verificados.

Da influência da temperatura de tratamento, conclui-se:

- há formação de ϵ e γ' , para menores temperaturas de tratamento, predominando ϵ .
- a fase ϵ é mais estável para temperaturas mais elevadas para nitrocementação.
- para ambos tratamentos, maior tempo favorece a formação de ϵ , com pouca quantidade de γ' .

Da influência da temperatura sobre espessura de camada, conclui-se:

- para nitretação realizada a 600 °C e 570 °C por 5 horas, há formação de uma camada escura, além da branca. Na nitrocementação, apenas para tratamento a 600 °C, há formação de camada escura.
- a espessura de camada cresce até temperatura de 570 °C, diminuindo para temperatura superior, na nitretação.

- a espessura de camada é crescente, atingindo maior valor para tratamento realizado a 600 °C, na nitrocementação.
- tempo maior de tratamento, na nitretação, favorece desenvolvimento de camada com menores espessuras. Para nitrocementação é verificado o contrário.

Da influência da temperatura sobre microdureza, conclui-se que:

- maior microdureza é obtida para nitrocementação.
- para tratamentos por plasma, a microdureza diminui de forma intensa da camada para o interior do substrato.
- maior microdureza é obtida para tratamentos realizados em tempos longos, contrariando resultados obtidos por Brunatto [48]. Isto se deve à presença de cromo nas amostras.

Da influência da faixa de tamanho de partículas, conclui-se que:

- a formação de fases independe do tamanho de partículas.
- maiores espessuras de camada são obtidas para faixas de partículas inferiores.
- camada de compostos penetra mais em amostras porosas, com poros de dimensões maiores.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se para trabalhos futuros, nesta mesma linha de estudos da influência sobre selamento superficial:

- realizar experimentos sob atmosfera de gás inerte, com objetivo de verificar contribuição de bombardeamento sobre redução de porosidade superficial. Estes experimentos deveriam ser realizados sob mesmas condições utilizadas para nitretação e nitrocementação, de fluxo, pressão, temperatura e tempo.
- utilizar técnica de medição de rugosidade, para quantificar variação de porosidade, aplicando parâmetro horizontal tipo S_m .
- sugere-se simular superfície porosa, afim de verificar modelo teórico desenvolvido (sob aspectos quantitativos e, não apenas qualitativo, como realizados no presente trabalho) para poros com fator de forma unitário. Isto poderia ser feito mediante desenvolvimento de furos através de laser ou usinarem mecânica, em superfícies metálicas.
- verificar influência da redução de porosidade, de sinterizados tratados superficialmente, sobre resistência ao desgaste.
- estudar tratamentos de nitretação e nitrocementação por tempos maiores que cinco horas, com fim de compreender melhor interação entre fatores.
- estudar causas responsáveis pela deposição de cromo nas superfícies das amostras. Estudar sob que condições isto é favorecido, em descarga anormal.
- estudar a formação e natureza da camada escura, em nitretações a temperatura abaixo da eutetóide por longo tempo.

ANEXO I

MEDIDAS DE POROSIDADE SUPERFICIAL**SINTERIZADAS PARA NITRETAÇÃO**

ANÁLISE DE POROSIDADE (SECÇÃO TRANSVERSAL)					
Amostras Sinterizadas Para Nitretação					
540 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	6,16	4,84	8,85	6,96	7,8
	5,12	4,69	9,4	7,43	9,67
	5,25	5,19	7,93	3,67	7,27
	4,39	3,49	9,26	8,4	7,5
	8,44	3,1	9,49	9,44	5,94
	8,45	5,7	8,25	7,74	9,43
	8,61	4,68	9,43	7,65	12,16
	8,26	6,4	8,69	9,65	9,37
	7,85	5,38	9,72	6,63	7,51
	10,11	5,99	8,39	8,28	6,98
Média	7,26±1,3	4,95±0,73	8,9±0,43	7,59±1,18	8,36±1,27
Desvio	1,89	1,04	0,61	1,68	1,80
570 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	5,7	6,1	7,24	7,43	10,29
	4,85	7,19	8,95	7,86	5,94
	6,94	6,13	7,44	6,94	3,18
	5,19	9,45	10,4	8,38	7,66
	5,46	5,58	9,02	9,25	8,3
	5,67	6,99	6,62	9,28	6,34
	5,62	7,93	8,65	9,08	5,88
	5,59	7,92	9,08	8,88	9,5
	5,6	7,04	7,57	10,19	8,9
	6,3	8,06	7,99	9,15	5,65
Média	5,69±0,40	7,24±0,81	8,30±0,80	8,64±0,69	7,16±1,52
Desvio	0,57	1,15	1,13	0,98	2,15

600 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	3,25	6,45	6,72	5,26	10,44
	2,96	6,57	5,37	6,15	6,04
	3,5	5,89	6,01	6,05	3,24
	3,61	7,2	9,45	5,86	7,71
	4,39	6	6,93	4,61	8,43
	4,19	6,34	6,59	5,41	6,47
	3,32	7,31	5,42	4,49	5,97
	3,95	6,89	7,83	4,99	9,64
	4,31	5,66	7,09	5,77	9,03
	4,44	5,2	6,6	6,17	5,76
Média	3,79±0,37	6,35±0,48	6,80±0,84	5,48±0,44	7,27±1,54
Desvio	0,53	0,68	1,19	0,62	2,18
570 °C (05 horas)					
	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05		
	4,33	5,25	5,49		
	4,41	4,77	3,77		
	4,24	4,54	5,56		
	4,81	4,88	5,58		
	5,87	5,13	3,76		
	4,92	4,74	4,94		
	5,59	4,55	5,41		
	5,9	5,59	5,71		
	5,71	3,65	3,8		
	6	4,56	5,45		
Média	5,18±0,50	4,77±0,37	4,95±0,58		
Desvio	0,71	0,52	0,83		

SINTERIZADAS PARA NITROCEMENTAÇÃO

ANÁLISE DE POROSIDADE (SECÇÃO TRANSVERSAL)					
Amostras Sinterizadas Para Nitrocementação					
540 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	3,81	6,04	7,2	7,95	7,45
	3,92	5,12	6,93	5,55	6,4
	3,9	4,83	5,75	4,59	5,85
	4,19	6,01	7,93	7,48	7,37
	5,07	6,2	8,58	7,84	8,24
	4,84	6,32	7,39	7,88	7,12
	4,84	6,57	8,28	7,53	6,16
	5,52	6,47	6,92	7,76	9,14
	4,89	5,97	8,4	8,87	7,89
	6,79	4,74	8,61	7,33	8,42
Média (%)	4,78±0,64	5,83±0,48	7,60±0,66	7,28±0,89	7,40±0,75
Desvio (%)	0,91	0,68	0,93	1,26	1,06
570 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	5,66	4,95	8,5	5,86	11,4
	5,35	4,3	6,83	6,01	9,65
	5,42	4,57	8,57	5,41	7,76
	5,6	5,54	8,49	4,58	9,1
	6,03	5,58	7,4	7,01	10,71
	5,46	4,78	10,01	4,94	9,72
	5,28	5,45	8,1	6,11	8,45
	5,69	5,09	9,44	6,05	9,06
	6,06	6,69	8,57	4,86	9,13
	5,4	5,01	6,98	4,78	10,04
Média (%)	5,60±0,19	5,20±0,47	8,29±0,71	5,56±0,54	9,50±0,75
Desvio (%)	0,27	0,67	1,01	0,77	1,06
600 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	5,78	6,23	6,1	6,82	8,86
	5,51	5,62	7,97	6,25	9,78
	5,04	6,22	7,27	5,84	9,63
	5,61	5,78	7,43	6,29	10,19
	5,72	4,78	8,47	6,55	11,49

	5,92	5,87	7,95	6,9	11,06
	5,38	5,72	9,41	5,48	10,92
	4,96	5,87	8,03	6,94	10,87
	5,23	6,01	7,65	6,56	9,73
	5,01	5,48	7,92	6,39	11,34
Média (%)	5,26±0,25	5,76±0,30	7,82±0,33	6,40±0,61	10,39±0,64
Desvio (%)	0,35	0,42	0,85	0,47	0,87
570 °C (05 horas)					
	Faixa 02	Faixa 04	Faixa 05		
	4,14	7,03	9,09		
	4,7	6,13	7,07		
	3,89	5,27	8,26		
	4,15	7,16	9,59		
	4,08	8,01	8,6		
	4,19	6,97	9,2		
	3,74	6,62	8,9		
	3,57	7,83	9,16		
	4,09	7,04	7,98		
	4,91	7,32	11,22		
Média (%)	4,15±0,28	6,94±0,56	8,91±0,77		
Desvio (%)	0,40	0,80	1,09		

NITRETADAS

ANÁLISE DE POROSIDADE (SECÇÃO TRANSVERSAL)					
Amostras Nitretadas					
540 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	2,09	1,78	4,69	3,37	4,49
	2,3	1,57	3,84	3,38	5,31
	1,87	2,19	3,71	3,93	7,2
	2,43	1,54	4,03	3,51	5,19
	2,56	1,89	3,34	3,04	6,21
	1,88	1,52	4,19	4,42	4,07
	1,84	2,48	3,67	3,79	5,09
	1,67	1,78	4,02	4,82	4,18
	2,12	1,11	4,47	3,28	5,06
	1,79	1,02	4,74	3,1	5,58
Média(%)	2,06±0,21	1,69±0,31	4,07±0,32	3,66±0,41	5,24±0,66
Desvio (%)	0,30	0,44	0,46	0,58	0,94
570 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	1,55	3,45	3,32	6,6	5,13
	1,2	2,94	3,11	4,14	5,85
	1,07	3,5	3,96	4,58	6,46
	1,34	3,34	3,27	4,02	6,46
	1,23	4,72	4,34	3,45	6,46
	1,3	3,19	4,48	3,94	6,46
	1,23	3,79	3,88	4,17	6,46

	1,31	4,62	4,25	3,71	6,46
	1,21	4,51	3,14	4,32	6,46
	1,18	3,85	3,55	5,82	2,72
Média (%)	1,26±0,09	3,79±0,44	3,73±0,37	4,48±0,69	5,89±0,85
Desvio (%)	0,13	0,63	0,52	0,98	1,20
600 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	0,8	2,73	2,42	3,37	6,94
	0,69	2,99	3,4	2,97	7
	0,53	2,13	3,1	2,75	6,17
	0,86	2,55	3,12	2,01	5,19
	0,93	2,02	2,72	2,34	6,31
	0,79	2,52	3,49	3,01	4,26
	0,97	2,6	3,28	1,98	4,87
	1,36	2,29	3,83	2,71	4,24
	1,11	2,26	3,51	3,02	4,35
		2,56	3,7	2,1	
Média (%)	0,89±0,17	2,47±0,20	3,26±0,30	2,63±0,34	5,48±0,80
Desvio (%)	0,24	0,29	0,43	0,49	1,14
570 °C (05 horas)					
		Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05	
		2,07	4,56	3,81	
		2,39	2,9	4,65	
		1,66	3,06	4,67	
		1,96	3,77	4,43	
		1,67	3	3,08	

		2,14	3,49	3,79	
		2,33	3,52	3,4	
		2,07	4,26	3,84	
		2,4	3,29	3,17	
		2,2	2,99	2,74	
Média (%)		2,09±0,19	3,48±0,40	3,76±0,47	
Desvio (%)		0,27	0,57	0,67	

NITROCEMENTADAS

ANÁLISE DE POROSIDADE (SECÇÃO TRANSVERSAL)					
Amostras Nitrocementadas					
540 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	1,49	3,07	2,99	4,55	4,29
	2,01	3	4,12	4,03	4,15
	1,80	2,27	3,38	3,17	3,81
	1,84	2,68	3,59	4,18	5,93
	1,82	2,54	3,1	3,33	4,63
	2,27	2,12	3,34	3,94	6,68
	1,95	2,56	4,57	3,58	6,44
	2,17	2,15	2,89	3,63	3,8
	2,41	2,62	2,59	2,12	3,72
	2,28	1,99	5,22	3,58	4,87
Média (%)	2,00±0,20	2,5±0,26	3,58±0,58	3,61±0,47	4,83±0,79
Desvio (%)	0,28	0,37	0,82	0,67	1,12
570 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	1,65	2,52	3,69	4,06	4,36
	1,84	2,28	2,41	2,79	4,19
	2,03	2,88	3,5	2,77	3,74
	1,95	3,11	2,91	3,3	5,76
	1,68	2,92	2,7	2,51	5,52
	2,01	2,37	3,6	2,67	4,61
	1,97	2,63	1,99	2,24	3,87

	2,3	3,93	2,95	3,5	3,99
	2	3,15	3,16	2,9	4,76
	1,96	1,93	2,77	3,23	4,88
Média (%)	1,94±0,13	2,77±0,39	2,97±0,38	3,00±0,37	4,57±0,48
Desvio (%)	0,19	0,56	0,54	0,53	0,68
600 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	1,93	1,96	1,41	2,96	4
	2,02	1,71	1,17	3,39	3,37
	1,55	3,2	1,77	2,96	3,99
	1,87	2,13	1,36	3,1	1,97
	1,28	2,28	2,34	2,64	2,97
	1,57	1,79	0,68	2,82	2,44
	1,56	1,64	1,7	3,36	2,94
	1,36	1,67	1,47	2,85	2,44
	1,43	1,7	1,29	2,14	3,55
	1,69	2	1,43	2,03	4,18
Média (%)	1,63±0,18	2,01±0,33	1,46±0,30	2,83±0,32	3,19±0,54
Desvio (%)	0,25	0,47	0,43	0,45	0,76
570 °C (05 horas)					
	Faixa 02	Faixa 04	Faixa 05		
	0,47	2,31	3,17		
	0,41	2,71	3,01		
	0,53	1,58	2,99		
	0,3	2,23	3,52		
	0,67	1,26	3,88		

	0,52	1,39	4,17		
	0,35	1,22	4,02		
	0,38	1,56	3,92		
	0,51	1,69	3,23		
	0,44	2,09	4,24		
Média (%)	0,46±0,08	1,80±0,35	3,62±0,34		
Desvio (%)	0,11	0,50	0,49		

ANEXO II

ESPESSURA DE CAMADA

AMOSTRAS NITRETADAS						
CB - Camada branca						
CE - Camada escura						
540 °C						
	Faixa 03	Faixa 03	Faixa 03			
	CB (µm)	CB (µm)	CB (µm)	CB+CE (µm)		
	5	5,3	2,9	15,1		
	6,6	6,2	5,5	14,9		
	6,3	6,9	4,4	12,1		
	7,9	6,5	5,7	16,2		
	5,7	6,9	6,3	15		
	6,7	6,9	5,9	15,9		
	5,9	7,1	5,8	15,4		
	5,2	6,7	6,8	15,7		
	5,3	5,7	6,4	17,4		
	5,7	6,2				
Média (µm)	6,03±0,61	6,44±0,42	5,52±0,84	15,30±1,00		
Desvio (µm)	0,87	0,59	1,19	1,43		
570 °C (05 horas)						
	Faixa 03		Faixa 04		Faixa 05	
	CB (µm)	CB+CE (µm)	CB (µm)	CB+CE (µm)	CB (µm)	CB+CE (µm)
	5,5	9,9	6,2	9	7,8	9,7
	5,9	9,9	7	7,1	7,3	9,6
	4,3	7,3	7,8		7	9,3
	4,5	8,1	8	9,3	7,4	10,1
	6	8,6	6,4		7,5	10,4
	4,9	8,3	7,4		6,5	9,8
	6,9	10,5	7,7		7,9	10,6
	4,6	7,6	7,8	9,2	6,6	9,1
	4,5	7,4	7,5	10,4	6,6	9,5
	5,7	8	6,7		7,6	10,7

Média (μm)	5,28 \pm 0,60	8,56 \pm 0,81	7,25 \pm 0,45	9 \pm 0,84	7,22 \pm 0,37	9,88 \pm 0,39
Desvio (μm)	0,85	1,15	0,64	1,19	0,52	0,55

ESPESSURA DE CAMADA

AMOSTRAS NITROCEMENTADAS					
540 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	11,9	12,1	9,5	9	7,9
	10,9	9,1	7,9	8,7	7,4
	12,1	10,3	8,5	12,3	9,2
	9,5	12,2	7,8	10,7	11,1
	11,2	11,9	9	11,4	8,2
	13,1	10,3	9,8	9,9	7
	14,5	9,7	9,1	12,9	9,6
	11,9	9,4	8,6	8	8,6
	11,8	11,3	8,1	9,2	8,2
	12,5	9,2	8,2	9,7	9,9
Média (µm)	11,94±0,94	10,55±0,87	8,65±0,48	10,18±1,14	8,71±0,88
Desvio (µm)	1,33	1,23	0,68	1,61	1,25
570 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	12,6	16,5	10,6	14,7	8,7
	20	11,4	16,8	13,4	11,5
	19,6	12,2	18,6	11	10,2
	18,7	15,5	14,1	13	9,2
	17,4	13,9	14,8	11,7	8,5
	14,4	13,8	10,1	9,7	12,6
	21,2	13,9	11,8	10,4	8,7
	16,3	12,6	12,2	11,5	9,4
	16,2	15,9	9,4	10,6	9
	15,7	13,9	13,7	11	13,1
Média (µm)	17,21±1,90	13,96±1,16	13,21±2,09	11,7±1,09	10,09±1,20
Desvio (µm)	2,69	1,64	2,97	1,55	1,71
600 °C					
	Faixa 01	Faixa 02	Faixa 03	Faixa 04	Faixa 05
	21,9	29,8	36,7	32,5	27,8
	23,9	28,7	24,6	24,2	22,6
	27,5	31,1	25,8	24,7	20
	27,2	25,5	27,5	34,6	23,2
	25,8	25,1	34,6	24,9	20,3
	27,8	26,3	20,1	24,4	20,3
	28,3	23,3	23,9	23	24,3

	28,1	23,6	18,3	23,1	20,3
	30,2	27,8	19,9	24,2	22,7
	30	34,1	21,3	21,9	25,1
Média (µm)	27,07±1,82	27,53±2,43	25,27±4,36	25,75±2,99	22,66±1,80
	2,58	3,45	6,19	4,24	2,56
570 °C (05 horas)					
	Faixa 02	Faixa 04	Faixa 05		
	28,2	27,2	13,4		
	27	17,8	24,9		
	20,4	16,5	19,4		
	18,3	15,8	18,6		
	22,5	18,6	16,9		
	19,8	15,9	20,5		
	25,8	16,2	19		
	25,2	19,7	19,5		
	23,2	17,8	17,4		
	23	15,1	18,4		
Média (µm)	23,34±2,28	18,06±2,47	18,8±2,04		
Desvio (µm)	3,23	3,51	2,90		

ANEXO III

MICRODUREZA

MICRODUREZA						
AMOSTRAS NITRETADAS						
MDPH - Microdureza em posição horizontal						
PV - Posição vertical						
540 °C						
PV (μm)	MDPH 01 (MHV10)	MDPH 02 (MHV10)	MDPH 03 (MHV10)	Média (MHV10)	Desvio (MHV10)	camada
0				648	22,45	672
20	163	197	160	173,33	20,55	660
40	171	174	137	160,67	20,55	624
70	193	201	203	199,00	5,29	660
100	129	201	209	179,67	44,06	624
130	151	207	199	185,67	30,29	
180	212	176	219	202,33	23,07	
230	179	126	223	176,00	48,57	
280	145	173	193	170,33	24,11	
330	150	163	214	175,67	33,83	
380	143	173	151	155,67	15,53	
430	223	137	212	190,67	46,80	
480	203	185	242	210,00	29,14	
580	189	216	236	213,67	23,59	
680	178	142	154	158,00	18,33	
780	166	212	195	191,00	23,26	
880	187	178	116	160,33	38,66	
980	181	199	101	160,33	52,17	
1080	143	143	191	159,00	27,71	
1200	150	165	158	157,67	7,51	
570 °C						
PV (μm)	MDPH 01 (MHV10)	MDPH 02 (MHV10)	MDPH 03 (MHV10)	Média (MHV10)	Desvio (MHV10)	camada
0				599	81,27	613
20	214	234	214	220,67	11,55	712

40	168	197	205	190,00	19,47	532
70	183	228	185	198,67	25,42	602
100	189	173	176	179,33	8,50	523
130	226	150	197	191,00	38,35	727
180	191	187	158	178,67	18,01	541
230	205	201	114	173,33	51,42	542
280	207	126	185	172,67	41,88	
330	228	140	214	194,00	47,29	
380	189	153	157	166,33	19,73	
430	141	171	199	170,33	29,01	
480	209	161	183	184,33	24,03	
580	176	169	158	167,67	9,07	
680	203	141	181	175,00	31,43	
780	179	195	185	186,33	8,08	
880	195	181	146	174,00	25,24	
980	135	137	127	133,00	5,29	
1080	228	163	149	180,00	42,15	
1200	153	142	139	144,67	7,37	

600 °C

PV (μm)	MDPH 01 (MHV10)	MDPH 02 (MHV10)	MDPH 03 (MHV10)	Média (MHV10)	Desvio (MHV10)	camada
0				618,71	150,85	
20	203	407	275	295	103,46	453
40	165	201	171	179	19,29	727
70	145	201	165	170,33	28,38	857
100	176	156	150	160,67	13,61	699
130	203	150	126	159,67	39,40	602
180	189	189	219	199,00	17,32	541
230	212	221	150	194,33	38,66	
280	174	143	187	168,00	22,61	
330	226	205	169	200,00	28,83	
380	193	169	126	162,67	33,95	
430	203	201	176	193,33	15,04	
480	189	195	126	170,00	38,22	
580	228	239	146	204,33	50,82	
680	209	207	165	193,67	24,85	
780	183	179	242	201,33	35,28	
880	139	135	163	145,67	15,14	
980	178	173	169	173,33	4,51	
1080	191	151	189	177,00	22,54	
1200	140	134	201	158,33	37,07	

570 °C (05 horas)						
PV (µm)	MDPH 01 (MHV10)	MDPH 02 (MHV10)	MDPH 03 (MHV10)	Média (MHV10)	Desvio (MHV10)	camada
0				630,25	103,23	685
20	168	183	214	188,33	23,46	613
40	173	156	216	181,67	30,92	452
70	132	140	221	164,33	49,24	699
100	99.5	93.9	199	130,80	59,13	523
130	114	109	201	141,33	51,73	602
180	173	187	205	188,33	16,04	756
230	104	179	212	165,00	55,34	712
280	197	201	195	197,67	3,06	
330	166	179	189	178,00	11,53	
380	135	214	199	182,67	41,96	
430	140	165	140	148,33	14,43	
480	95.2	231	253	193,07	85,47	
580	150	173	158	160,33	11,68	
680	84	212	101	132,33	69,51	
780	158	168	187	171,00	14,73	
880	173	136	174	161,00	21,66	
980	181	122	157	153,33	29,67	
1080	141	96.6	181	139,53	42,22	
1200	150	111	179	146,67	34,12	

AMOSTRAS NITROCEMENTADAS

540 °C						
PV (µm)	MDPH 01 (MHV10)	MDPH 02 (MHV10)	MDPH 03 (MHV10)	Média (MHV10)	Desvio (MHV10)	camada
0				666,40	41,82	699
20	216	223	282	240,33	36,25	602
40	226	221	201	216,00	13,23	647
70	216	189	214	206,33	15,04	699
100	234	199	142	191,67	46,44	685
130	191	179	205	191,67	13,01	
180	223	214	199	212,00	12,12	
230	168	168	293	209,67	72,17	
280	143	127	137	135,67	8,08	
330	189	191	221	200,33	17,93	
380	156	244	158	186,00	50,24	
430	216	193	183	197,33	16,92	
480	147	219	214	193,33	40,20	
580	160	176	135	157,00	20,66	

680	147	226	201	191,33	40,38	
780	135	187	113	145,00	38,00	
880	156	139	171	155,33	16,01	
980	122	163	165	150,00	24,27	
1080	120	146	141	135,67	13,80	
1200	163	178	166	169,00	7,94	
570 °C						
PV (μm)	MDPH 01 (MHV10)	MDPH 02 (MHV10)	MDPH 03 (MHV10)	Média (MHV10)	Desvio (MHV10)	camada
0				721,5	87,51	591
20	195	165	168	176	16,52	672
40	143	195	173	170,33	26,10	756
70	121	183	199	167,67	41,20	821
100	161	212	160	177,67	29,74	788
130	203	161	174	179,33	21,50	613
180	219	195	201	205,00	12,49	727
230	197	171	160	176,00	19,00	804
280	191	185	125	167,00	36,50	
330	189	228	181	199,33	25,15	
380	171	221	187	193,00	25,53	
430	145	178	183	168,67	20,65	
480	236	205	174	205,00	31,00	
580	179	176	166	173,67	6,81	
680	214	125	179	172,67	44,84	
780	156	185	183	174,67	16,20	
880	168	120	166	151,33	27,15	
980	176	128	151	151,67	24,01	
1080	166	147	146	153,00	11,27	
1200	163	165	119	149,00	26,00	
600 °C						
PV (μm)	MDPH 01 (MHV10)	MDPH 02 (MHV10)	MDPH 03 (MHV10)	Média (MHV10)	Desvio (MHV10)	camada
0				702,88	105,40	741
20	389	373	256	339,33	72,61	788
40	130	228	179	179,00	49,00	647
70	171	265	209	215,00	47,29	672
100	205	191	205	200,33	8,08	857
130	183	216	228	209,00	23,30	647
180	203	247	176	208,67	35,84	756
230	189	212	262	221,00	37,32	515
280	143	226	174	181,00	41,94	
330	197	216	207	206,67	9,50	

380	219	250	207	225,33	22,19	
430	168	205	219	197,33	26,35	
480	191	219	160	190,00	29,51	
580	135	160	231	175,33	49,80	
680	169	145	163	159,00	12,49	
780	149	145	181	158,33	19,73	
880	101	161	199	153,67	49,41	
980	150	145	205	166,67	33,29	
1080	203	125	160	162,67	39,07	
1200	165	134	181	160,00	23,90	
570 C⁰(05 horas)						
PV (μm)	MDPH 01 (MHV10)	MDPH 02 (MHV10)	MDPH 03 (MHV10)	Média (MHV10)	Desvio (MHV10)	camada
0				827,17	89,13	957
20	193	150		171,50	30,41	915
40	209	146	214	189,67	37,90	772
70	151	142	181	158,00	20,42	788
100	140	157	165	154,00	12,77	727
130	101	171	183	151,67	44,29	804
180	185	161	199	181,67	19,22	
230	176	197	189	187,33	10,60	
280	189	203	176	189,33	13,50	
330	195	166	228	196,33	31,02	
380	143	140	189	157,33	27,47	
430	201	113	195	169,67	49,17	
480	165	140	168	157,67	15,37	
580	216	216	187	206,33	16,74	
680	209	214	146	189,67	37,90	
780	174	139	111	141,33	31,56	
880	156	116	179	150,33	31,88	
980	199	121	118	146,00	45,92	
1080	169	165	142	158,67	14,57	
1200	113	153	128	131,33	20,21	

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - KALPAJIAN, Serope. Manufacturing engineering and technology. third edition, Addison - Wesley publishing company, 1995. 1271p. p. 953-1011.
- 2 - CHERRINGTON, Blake E. Gaseous electronics and gas lasers. 1st ed. Pergamon Press, 1980. 266 p. p.1-20.
- 3 - RICKERBY, D. S. & MATHEWS, A. Advanced surface coatings: a handbook of surface engineering. First published, New York: Blackie & son ltd, 1991. 367p. p. 1-276.
- 4 - ENGEL, A. VON. Ionized gases. American vacuum society classics, 1994. 325p. p. 217-257.
- 5 - CHAPMAN, Brian N. Glow discharge processes. New York : John Wiley & Sons, 1980. 406p. p. 1-132.
- 6 - HAMIUDDIN, Md. Correlation between mechanical properties and porosity of sintered iron and steels - A review. Powder metallurgy international, v.18, n. 2, p. 73-76, 1986.
- 7 - BOCCHINI, G. F. Influences of porosity on the characteristics of sintered materials. MPR, p. 829-832, nov 1986.
- 8 - SALAK, A.; MISKOVIC, V.; DUDROVA E.; RUDNAYOVA E. The dependence of mechanical properties of sintered iron compacts upon porosity. Powder Metallurgy International, v. 6, n. 3, p. 128-132, 1974.

- 9 - HAYNES, R.; EGEDIEGE, J.T. Effect of porosity and sintering conditions on elastic constant of sintered irons. *Powder Metallurgy*, v. 32, n. 1, p. 47-52, 1989.
- 10 - WHITE, Donald G. Exploring new P/M horizons. *The international journal of powder metallurgy*, v. 28, n. 3, p. 229-232, 1992.
- 11 - POHL, D.; REDLINGER, F. Metallographic measurement of pore shape and its significance for mechanical properties of sintered iron. *Powder Metallurgy International*, v. 9, n. 4, p. 164-167, 1977.
- 12 - KOHNO, T.; WATANABE, R.; SHINOHARA, K.; NOGAMI, S. Powder metallurgy in Japan. *The International Journal of Powder Metallurgy*, v. 28, n. 1, p. 87-92, 1992.
- 13 - JOHNSON, Peter K. Powder Metallurgy Technology review - 1991. *The International Journal of Powder Metallurgy*, v. 27, n. 2, p. 163-167, 1991.
- 14 - SMITH, WILLIAM F. Structures and properties of engineering alloys. 2nd. ed., McGraw-Hill, p. 591-611, 1993.
- 15 - SUN, Y.; BELL, T. Plasma surface engineering of low alloy steel. *Materials Science and Engineering*, p. 419-434, 1991.
- 16 - BELL, T. Surface treatment and coating of PM components. *Powder Metallurgy*, v. 34, n. 4, p. 253-258, 1991.
- 17 - STAINES, A. M.; BELL, T. Technological importance of plasma-induced nitrided and carburized layers on steel. *Thin solid films*, v. 86, p. 201-211, 1981.
- 18 - O'BRIEN, J.; GOODMAN, D. Plasma (ion) nitriding. *ASM International*, v. 4, p. 420-424, 1994.

- 19 - BAS, Juan A.; MOLINS, C. Nitriding applied to P/M parts. PM 86, International Powder metallurgy and exhibition. Dusseldorf, Germany, "Horizons of powder metallurgy", Part 1 - Verlag Schimid GmbH, Freiburg, p. 365-368, 1986.
- 20 - EDENHOFER, B. Physical and metallurgy aspects of ionitriding. Heat Treatment of Metals, p. 59-67, 1974.
- 21 - BOCCHINI, G. F.; MOLINARI, A.; TESI, B.; BACCI, T. Ion-nitriding of sintered steels - Present situation and perspectives. MPR, p. 772-778, 1990.
- 22 - TOSIC, M. M.; TERZIC, I.; GLIGORIJEVIC', R. Plasma nitriding of powder metal steel. Vacuum, v. 40, n. 1-2, p. 131-134, 1990.
- 23 - HUDIS, M. Study of ion - nitriding. Journal Applied Physical, v. 44, n. 4, p. 1489-1496, apr. 1973.
- 24 - LI, Shi; MANORY, Rafael R. Surface morphology and compound layer pores of plasma nitrocarburized low carbon steel. Metallurgical and materials transactions A, v. 27A, P. 135-143, jan. 1996.
- 25 - DU, H.; AGREN J. Kinetics of compound layer growth during nitrocarburizing. Materials science forum, v. 102-104, p. 243-248, 1992.
- 26 - WAHL, Georg; ALWART, Sharon. Improved corrosion resistance obtained through replacement of chromium with nitrocarburizing. Proceedings of the AESF annual technical conference 1996, v. 83, p. 875-882, 1996.
- 27 - ROSSO, M.; SCAVINO, G.; UBERTALLI, G. Plasma and gaseous nitrocarburizing of sintered steels. Conference : advances in PM parts production, Amsterdam, the netherlands, 6-8 nov, 1989.
- 28 - REMBGES, W.; OPPEL, W. Process control of plasma nitriding and plasma nitrocarburizing in industry. Surface and coatings technology, v. 59, p. 129-134, 1993.

- 29 - REMBGES, Wolfgang; LÜHR, Jens. Plasma (Ion) nitriding and plasma (Ion) nitrocarburizing units, applications and experiences. Ion nitriding and ion carburizing. Conference Proceedings, p. 147-156, 1989.
- 30 - ROSSO, M.; SCAVINO, G.; REGE, A. de et al. Characteristics of nitrocarburizing Ni, Mo alloyed P/M steel samples. Advanced in powder metallurgy and particulate materials, v. 2, p. 8.27-8.28, 1995.
- 31 - ROSSO, M.; SCAVINO, G.; UBERTALLI, G. Properties of plasma nitrocarburized sintered steels. The minerals, metals & materials society, p. 461-469, 1991.
- 32 - ROSSO, M.; SCAVINO, G. Ion - nitrocarburizing of PM steels - Influence of temperature on surface layer constitution and characteristics. PM'94 second operation, p. 2181-2184, 1994.
- 33 - SPROGE, L.; MIDEA, S.J. Analysis and control of nitriding and nitrocarburizing atmospheres. Proceedings of the second international conference on carburizing and nitriding with atmospheres, 6-8 dec. 1995, Cleveland, Ohio. p. 303-307, 1995.
- 34 - GEORG, Wahl; ALWART, Sharon. Improvement of tribological properties through nitrocarburizing. Proceedings of the AESF annual technical conference 1996, v. 83, p. 11-20, 1996.
- 35 - STRATTON, Paul. Surface engineering with carbon and nitrogen. Surface treatment, p. 530-533, 1995.
- 36 - HARUMAN, E.; BELL, T.; SUN, Y. Compound layer characteristics resulting from plasma nitrocarburising in atmospheres containing carbon dioxide gas additions. Surface engineering, v. 8, n. 4, p. 275-282, 1992.

- 37 - FIRRAO, D.; ROSSO, M.; PRINCIPI, G.; FRATTINI, R. The influence of carbon on nitrogen substitution in iron ϵ - phases. *Journal of materials science*, v.17, p. 1773-1788, 1982.
- 38 - SOMERS, Marcel A. J.; COLIJN, Pieter F.; SLOOF, Willem G.; MITTEMEIJER, Eric J. Microstructural and compositional evolution of iron carbonitride compound layers during salt bath nitrocarburizing. *Z. Metallkde*, p. 33-43, 1990.
- 39 - DU, Hong; HILLERT, Mats. An assessment of the Fe-C-N system. *Z. Metallkde*, v. 82, n. 4, p. 310-316, 1991.
- 40 - ROSSO, M. Nitrocarburizing ferrous PM materials at low temperatures. *PM special feature*, p. 42-47, 1992.
- 41 - BELL, T. Gaseous and plasma nitrocarburizing. *ASM International*, v. 4, p. 425-435, 1994.
- 42 - SLYCKE, J.; SPROGE L. Kinetics of the gaseous nitrocarburising process. *Surface engineering*, v. 5, n. 2, p. 125-140, 1989.
- 43 - SHI, Li; MANORY, R.; HENSLER, John H. Compound layer growth and compound layer porosity of austenite plasma nitrocarburised non-alloyed steel. *Surface and coatings technology*, v. 71, p. 112-120, 1995.
- 44 - HUSNAIN, Ghulam. How to improve plasma nitrocarburizing. *Advanced materials & process 7/95*, p. 48AA-48CC, 1995.
- 45 - RIE K. T.; LAMPE, Th.; EISENBERG, St. Surface treatment of PM-materials by plasma nitrocarburizing. *PM 86, international powder metallurgy conference and exhibition. Dusseldorf, Germany, Part 1 - Verlag Schmid GmbH, Freiburg*, p. 361-364, 1986.

- 46 - LAMPMAN, S. Introduction to surface hardening of steels. ASM International, v. 4, p. 259-267, 1994.
- 47 - GERMAN, Randall M. Powder metallurgy science. Princeton: MPIF, 2nd ed. p.13-393, 1994.
- 48 - BRUNATTO, Silvio Francisco. Nitretação por plasma de ferro sinterizado. Dissertação de mestrado (CPGEM). Santa Catarina: Universidade Federal de Santa Catarina, 1993.
- 49 - FONTANA, Luis César. Nitretação iônica em aços baixo carbono. Dissertação de mestrado (CPGFQ). Santa Catarina: Universidade Federal de Santa Catarina, 1991.
- 50 - MONTGOMERY, Douglas C. Design and analysis of experiments. 2nd. Edition, John Wiley & Sons, 1984. 536p.
- 51 - METIN, E.; INAL O. T. Formation and growth of iron nitrides during ion-nitriding. Journal of materials Science, v. 22, p. 2782-2788, 1987.
- 52 - BRUNATTO, S. F.; MUZART, J. L. R.; KLEIN A. N. Nitretação por plasma de ferro sinterizado. Anais X CBECIMAT, UNICAMP, Águas de Lindóia - SP, Dez. 1992.
- 53 - STAINES A. M. A new development in gaseous nitriding. Heat treatments of metals, p. 72-74, 1994.
- 54 - DAWES C.; TRANTER D. F.; SMITH C. G. Nitriding non-alloy steel components. Heat treatment of metals, p. 1-4, 1980.

- 55 - STRYDOM L. R.; WELLS A.; FERREIRA N.P. Surface layers on Fe formed during plasma nitriding studied by XPS and reflection EELS. Surface and interface analysis, v. 12, p. 211-217, 1988.
- 56 - LAWALL, I.T; MUZART, J.L.; ARROYO, I. K.; SOUZA, A . R. Macroscopic characteristic of plasma nitrided AISI 4340 steel. Journal of Materials Science, 28:5036-5039, 1993.
- 57 - WAHL, G. Modified process parameter in nitrocarburizing improve component properties and give greater economy. ASM heat treatment and surface engineering 1, materials science forum, v. 102-104, p.285-300, 1992.
- 58 - MALISKA, ANA MARIA. Influência de elementos de liga e do oxigênio no processo de nitretação por plasma em aços sinterizados. Tese de Doutorado (CPGEM). Santa Catarina: Universidade Federal de Santa Catarina, 1995.
- 59 - FONTANA, L.C. Deposição de filmes de Ti e TiN e desenvolvimento do sistema modificado triodo magnetron sputtering. Tese de Doutorado (CPGEM). Santa Catarina: Universidade Federal de Santa Catarina, 1997.