



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CAMPUS FLORIANÓPOLIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DOS
MATERIAIS

Renan Augusto da Cunha

Estudo Sobre o Efeito dos Parâmetros de Processo de Nitretação a Plasma em
Escala Industrial Para o Aço SAE8620

Florianópolis

2026

Renan Augusto da Cunha

Estudo Sobre o Efeito dos Parâmetros de Processo de Nitretação a Plasma em
Escala Industrial Para o Aço SAE8620

Dissertação de mestrado submetido ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Dr. Diego Berti Salvaro

Coorientador: Dr. Roberto Binder

Florianópolis

2026

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de
Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC

Cunha, Renan Augusto

ESTUDO SOBRE O EFEITO DOS PARÂMETROS DE PROCESSO DE
NITRETAÇÃO A PLASMA EM ESCALA INDUSTRIAL PARA O AÇO
SAE8620 / Renan Augusto Cunha ; orientador, Diego Berti
Salvaro, coorientador, Roberto Binder, 2026.

84 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2026.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Materiais . 3.
Engenharia de Superfície. 4. Nitretação a Plasma. 5.
Processo. I. Salvaro, Diego Berti. II. Binder, Roberto.
III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. IV.
Título.

RENAN AUGUSTO DA CUNHA

ESTUDO SOBRE O EFEITO DOS PARÂMETROS DE PROCESSO DE
NITRETAÇÃO A PLASMA EM ESCALA INDUSTRIAL PARA O AÇO SAE8620

O presente trabalho em nível de Mestrado foi avaliado e aprovado, em 05 de dezembro de 2025, pela banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Álvaro Canto Michelotti, Dr.
Centro Universitário de Brusque, UNIFEBE

Prof. Tatiana Bendo, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Certificamos que esta é a versão original e final do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais

Coordenação do Programa de Pós-Graduação

Prof. Diego Berti Salvaro , Dr.
Orientador

Florianópolis, 2026

*Com a benção de Deus.
Dedicado à minha família e amigos.
Obrigado!*

AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi desenvolvido em uma parceria Institucional entre a Niit Nitretação a Plasma e a Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) no Laboratório de Materiais (LabMat) do Departamento de Engenharia Mecânica, por meio do Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, agradeço ao apoio destas instituições e a oportunidade de gerar conhecimentos científicos.

Agradeço aos pesquisadores do LabMat, especialmente ao Francisco Cavilha Neto e o Tainan Daniel Andrioni pelo auxílio nas análises de MEV e variação dimensional.

Meus profundos agradecimentos ao meu orientador Prof. Dr. Diego Berti Salvaro e ao meu coorientador Dr. Roberto Binder por compartilhar conhecimentos, ensinamentos e apoio para alcançar os resultados.

Ao grande especialista em reatores de nitretação a plasma Adriano Moreno, uma pessoa exemplar e extremamente resiliente, agradeço o suporte e apoio.

As pessoas especiais que me motivaram a concluir, especialmente a minha mãe Maria I. Vechter, meu pai Ediomar da Cunha, a minha parceira Catharina G. Behling, muito obrigado.

RESUMO

O estudo de tratamentos de endurecimento superficial é fundamental para o aumento da vida útil de componentes mecânicos e ferramentais. Nesse contexto, o presente trabalho investigou diferentes camadas obtidas por nitretação a plasma aplicadas ao aço SAE 8620. Essas foram caracterizadas quanto às propriedades de microdureza de superfície, espessura de camada de compostos, fases presentes na camada de compostos, microestrutura, profundidade de camada, perfil de microdureza e também avaliou-se a variação dimensional nos tratamentos. Os ciclos de nitretação a plasma tiveram suas camadas submetidas a ensaio desgaste em tribômetro do tipo recíproco com esfera de Si_3N_4 submerso em óleo e pressão de contato de 4GPa com comprimento de ensaio de 288m, após foi calculada a taxa de desgaste do corpo e contra corpo e medido o coeficiente de atrito. Nesta primeira etapa do trabalho o ciclo 2 – T5N2t6 apresentou a menor taxa de desgaste ($4,54 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ no corpo e $3,18 \times 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ na esfera), com coeficiente de atrito de 0,132 em média e uma marca de desgaste suave na superfície, sendo aproximadamente 43 vezes menor que no material sem tratamento. Esse ciclo foi selecionado para a execução da segunda etapa do trabalho, que consistiu em replicar essa camada em um reator de nitretação a plasma industrial, avaliando a estabilidade das propriedades de camada e variação dimensional com o uso de métodos estatísticos de comparação de resultados como o Kruskal-Wallis e Dunn. Para isso utilizou-se 25 amostras cilíndricas de faces retificadas e polidas, distribuídas espacialmente em posições previamente identificadas no reator de plasma. Cada amostra foi novamente caracterizada conforme as propriedades de camada avaliadas na primeira etapa, aumentando a quantidade de medições. No primeiro ciclo realizado (IND1) no reator industrial utilizando os mesmos parâmetros do ciclo da etapa laboratorial os resultados não convergiram de forma representativa, demonstrando a necessidade de alterações nos parâmetros para alcançar melhor estabilidade de processo em regiões específicas no reator. Dessa forma, realizou-se o ciclo IND2 que demonstrou similaridade estatística com a camada selecionada na etapa 1. A microdureza de superfície ($716 \pm 18 \text{ HV}_{0,3}$) no ciclo IND2 não apresentou variação estatística em relação a posição no reator, diferente de outras características como espessura de camada de compostos ($3,9 \pm 0,9 \mu\text{m}$), profundidade de camada nitretada ($0,33 \pm 0,03 \text{ mm}$), perfil de microdureza e variação dimensional ($6,8 \pm 1,2 \mu\text{m}$) que apresentaram influência da posição no reator de plasma. Ao final foi possível comprovar que o ciclo laboratorial pode ser replicado industrialmente, porém com maior variação estatística das propriedades de camada nitretada.

Palavras-chave: nitretação a plasma; SAE8620; reator industrial.

ABSTRACT

The study of surface hardening treatments is essential for increasing the service life of mechanical components and tooling. In this context, the present work investigated different layers produced by plasma nitriding applied to SAE 8620 steel. These layers were characterized in terms of surface microhardness, compound layer thickness, phases present in the compound layer, microstructure, case depth, microhardness profile, and dimensional variation during treatment. The plasma nitriding cycles were subjected to reciprocating tribometer tests using a Si_3N_4 ball submerged in oil, under a contact pressure of 4 GPa and a total sliding distance of 288 m. The wear rates of the sample and counterbody were calculated, and the coefficient of friction was evaluated. In this first stage of the study, cycle 2 (T5N2t6) presented the lowest wear rate ($4.54 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ for the sample and $3.18 \times 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ for the ball), with an average coefficient of friction of 0.132 and a smooth wear track on the surface, approximately 43 times smaller than that of the untreated material. This cycle was selected for the second stage of the study, which consisted of replicating the layer in an industrial plasma nitriding reactor and evaluating the stability of layer properties and dimensional variation using statistical comparison methods such as Kruskal–Wallis and Dunn. For this purpose, 25 cylindrical samples with ground and polished faces were distributed in predefined positions inside the reactor. Each sample was characterized as in the first stage, with an increased number of measurements; however, phase analysis of the compound layer was not performed in this stage. In the first industrial cycle (IND1), carried out using the same parameters as the laboratory cycle, the results did not show consistent convergence, indicating the need for parameter adjustments to improve process stability in specific regions of the reactor. Consequently, a second industrial cycle (IND2) was performed, which demonstrated statistical similarity to the layer selected in stage 1. The surface microhardness ($716 \pm 18 \text{ HV}_{0.3}$) in the IND2 cycle showed no significant statistical variation with respect to position inside the reactor, unlike other characteristics such as compound layer thickness ($3.9 \pm 0.9 \text{ }\mu\text{m}$), nitrided case depth ($0.33 \pm 0.03 \text{ mm}$), microhardness profile, and dimensional variation ($6.8 \pm 1.2 \text{ }\mu\text{m}$), which exhibited position-dependent behavior. In conclusion, the laboratory cycle was successfully replicated under industrial conditions; however, the statistical variation of the nitrided layer properties was higher in the industrial cycle.

Keywords: plasma nitriding; property variation; industrial reactor.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Diagrama de equilíbrio de Fe e N.	19
Figura 3.2 - Microestrutura típica de camada nitretada a plasma.....	20
Figura 3.3 - Curva de corrente-tensão e regimes de descarga elétricas.....	22
Figura 3.4 – Comportamento do potencial elétrico no plasma.	22
Figura 3.5 – Modelo de interação plasma e superfície metálica.	23
Figura 3.6 - Gráfico da influência da temperatura na densidade de íons na nitretação a plasma.	24
Figura 3.7 - Valores de camada de compostos médios dos processos de nitretação em reator industrial com carga de peças seriadas.....	26
Figura 4.1- Fluxograma da rota de desenvolvimento do projeto.	30
Figura 4.2 - Geometrias das amostras utilizadas no trabalho.	31
Figura 4.3 – Reator piloto de nitretação a plasma utilizado na etapa 1.....	33
Figura 4.4 - Fluxo de preparação de amostra para metalografia e perfil de microdureza.	34
Figura 4.5 - Exemplo de indentações para obtenção do perfil de dureza.	35
Figura 4.6 - Representação física dos parâmetros Spk, Sk e Svk.	36
Figura 4.7 - Método de medição do diâmetro das amostras.	37
Figura 4.8 – Dinâmica do ensaio em tribômetro recíproco e metodologia para obter taxa de desgaste.	38
Figura 4.9 - Representação geométrica do volume desgastado nos contracorpo esféricos.	39
Figura 4.10 - Distribuição de amostra no volume do reator de plasma industrial.	40
Figura 4.11 - Posição de medição de microdureza Vickers de superfície na Etapa 2.....	41
Figura 4.12 - Locais de medição da espessura da camada de compostos nas amostras da etapa 2.	42
Figura 4.13 - Elementos básicos que compõem o reator de nitretação a plasma industrial, modelo NIIT9030.	44
Figura 5.1 - Histograma da distribuição de valores medidos de microdureza de superfície das amostras cilíndricas do aço SAE8620 sem tratamento. Total de 120 medições.	45
Figura 5.2 – Imagens da seção transversal das camadas nitretadas por microscopia óptica.....	46
Figura 5.3- Fases presentes na camada de composto dos ciclos de nitretação a plasma ensaiados em laboratório.....	48
Figura 5.4 - Perfil de microdureza dos ciclos de nitretação a plasma etapa 1.	49
Figura 5.5 – Comportamento típico do coeficiente de atrito dos ensaios em tribômetro das amostras nitretadas a plasmas e sem tratamento.....	52
Figura 5.6 - Coeficiente de atrito médio dos processos de nitretação a plasma – Etapa 1.	53
Figura 5.7 - Valores da taxa de desgaste dos corpos (amostras) e contracorpos dos ciclos de nitretação.....	54
Figura 5.8 - Marca de desgaste analisada no MEV/EDS do ciclo 4 – T5N7t16.	55
Figura 5.9 – Marca de desgaste analisada no MEV da amostra do ciclo 2 – T5N2t6.	56
Figura 5.10 - Comparação das distribuições de valores de espessura de camada de compostos dos processos de nitretação a plasma.	58

Figura 5.11 - Comparação do perfil médio de microdureza Vickers do ciclo IND1 de todas as amostras e ciclo 2 da etapa 1.....	58
Figura 5.12 - Dados de temperatura do ciclo IND1. Curva azul posição central do plano 1 (C1) e curva amarela posição central do plano 4 (C4).	59
Figura 5.13 – Gráfico de temperatura do ciclo IND2. Curva azul posição central do plano 1 (C1) e curva amarela posição central do plano 4 (C4).	61
Figura 5.14 - Valores de microdureza de superfície do ciclo IND2 de nitretação a plasma, de acordo com a posição no reator.	63
Figura 5.15 - Distribuição de dados de espessura de camada de compostos, valores brutos medidos. a) Ciclo 2 T5N2t6 – 15 pontos. b) Ciclo IND2 – 650 pontos.	64
Figura 5.16 - Gráfico <i>boxplot</i> dos grupos de dados medidos de espessura de camada de compostos, ciclo IND2, conforme posições no reator de nitretação a plasma. Com pontos <i>outliers</i>	65
Figura 5.17 - Aspecto visual da amostra após processo de nitretação a plasma com quebra de vácuo ao final.	67
Figura 5.18 - Imagem do MEV da camada nitretada e de oxido no ciclo IND2. Camadas formadas. ...	67
Figura 5.19 - Perfil de microdureza Vickers do ciclo IND2 comparado com o ciclo 2.....	68
Figura 5.20 - Gráfico da profundidade de camada nitretada de acordo com a posição no reator de plasma no ciclo IND2. Desvio padrão amostral (DP).	69
Figura 5.21 - Perfis de microdureza do ciclo IND2 conforme posição no reator comparado com o perfil médio e desvio padrão do ciclo 2 – T5N2t6 da etapa 1.	70
Figura 5.22 - Diâmetros das amostras antes e depois do ciclo IND2.....	71
Figura 5.23 - Distribuição da variação diametral das amostras após o ciclo de nitretação a plasma IND2, conforme posição no reator.	72
Figura 8.1 – Imagens da seção transversal das camadas nitretadas por microscopia óptica.	81
Figura 8.2 – Imagens das amostra do ciclo IND2 obtida via MEV.	82

LISTA DE TABELA

Tabela 3.1 - Atmosfera dos ciclos de nitretação por plasma testados por Skonieski.	26
Tabela 4.1 - Composição química da barra laminada do aço SAE 8620 utilizado na fabricação das amostras. Corrida 194498.	31
Tabela 4.2- Parâmetros de nitretação a plasma dos ciclos realizado em laboratório. Diferencial de potencial elétrico (DDP).	32
Tabela 5.1 - Valores médios e desvios padrão das camadas de compostos dos ciclos realizados da etapa 1.....	47
Tabela 5.2 - Microdureza de superfície das amostras conforme o ciclo de nitretação a plasma do aço SAE 8620 na etapa 1.....	49
Tabela 5.3 - Profundidade de camada nitretada NHT na etapa 1.	50
Tabela 5.4 - Variação dimensional diametral dos cilindros após os ciclos de nitretação a plasma da etapa 1.....	50
Tabela 5.5 – Topografia da superfície das amostras em barras.	51
Tabela 5.6 – Parâmetros do ciclo aplicados no processo de nitretação no reator industrial (IND1) . .	57
Tabela 5.7 – Comparação da média geral da microdureza de superfície das amostras dos ciclos IND1 e ciclo 2 da etapa 1.....	57
Tabela 5.8 - Comparação dos parâmetros de processo dos ciclos IND1 e IND2 na etapa 2.....	60
Tabela 5.9 - Valores médios de parâmetros térmicos medidos nos ciclos de nitretação da etapa 2 para cada posição no reator.	62
Tabela 5.10 - Microdureza de superfície das amostras do ciclo IND2 em relação ao ciclo 2 da etapa 1.	62
Tabela 5.11 - Valores da espessura de camada de compostos do ciclo IND2 em comparação com o ciclo 2.	63
Tabela 5.12 - Profundidade de camada nitretada NHT dos ciclos IND2 e ciclo 2.	68
Tabela 9.1 - Valores de microdureza de superfície obtidos na verificação do microdurômetro utilizando o padrão de microdureza HV0.3. Padrão 743-264.	83
Tabela 9.2 - Valores de microdureza (HV0.3) no teste de repetibilidade de operadores.	84

LISTA DE SÍMBOLOS

Q-Q plot – Gráfico estatístico com dispersão de valores

ANOVA – Análise de variância

η^2 – Grau de Influência do teste Kruskal-Wallis

β – Grau de influência teste ANOVA

ϵ – Fase de nitreto (Fe_{2-3}N)

γ' – Fase de nitreto (Fe_4N)

$^{\circ}\text{C}$ – Unidade de medida de temperatura graus Celsius

PC – Profundidade de difusão da camada nitretada

N_2^+ - Íon de nitrogênio

Ton – Tempo ligada da onda de tensão de plasma

V – Unidade de medida de volts

CV – Coeficiente de variância

NHT – sigla em inglês “Nitride Heat Treated”

LI – Limite de especificação

LS – Limite superior de especificação

DP – Desvio padrão amostral

AUP – Análise de Uniformidade de Propriedade

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	14
2	OBJETIVO.....	16
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
3.1	NITRETAÇÃO	17
3.1.1	Diagrama de Fases Fe-N.....	18
3.1.2	Camada Nitretada em Aços.....	19
3.1.3	Nitretação por Plasma	21
3.2	DESEMPENHO TRIBOLÓGICO DE CAMADAS NITRETADAS.....	25
3.3	MÉTODOS ESTATÍSTICOS PARA CONTROLE DE PROCESSO	27
4	MATERIAIS E MÉTODOS	30
4.1	DESENVOLVIMENTO EM LABORATÓRIO (ETAPA 1)	30
4.1.1	Materiais.....	30
4.1.2	Ciclos de Nitretação por Plasma	32
4.1.3	Microestrutura e Perfil de Dureza das Camadas	33
4.1.4	Topografia e Caracterização Dimensional	36
4.1.5	Caracterização Tribológica	37
4.2	DESENVOLVIMENTO INDUSTRIAL (ETAPA 2)	39
4.2.1	Estrutura do Reator de Plasma Industrial.....	43
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	45
5.1	DESENVOLVIMENTO EM LABORATORIO (ETAPA 1)	45
5.1.1	Propriedade das Camadas Nitretadas.....	45
5.1.2	Avaliação Dimensional	50
5.1.3	Avaliação Topográfica	51
5.1.4	Avaliação Tribológica	51
5.2	DESENVOLVIMENTO EM ESCALA INDUSTRIAL (ETAPA 2).....	56
5.2.1	Aplicação do Ciclo de Nitretação em Ambiente Industrial	57
5.2.2	Discussão Sobre os Parâmetros de Processo	58
5.2.3	Característica de Camada – Ciclo IND2	62
5.2.4	Avaliação Dimensional – Ciclo IND2	71
6	CONCLUSÕES	74
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	75
	REFERÊNCIAS	76
8	ANEXO A – IMAGENS EXTRAS DE MICROESTRUTURAS	81
9	ANEXO B – CONTROLE DE MEDIÇÃO DE MICRODUREZA HV	83

1 INTRODUÇÃO

Muitos trabalhos na literatura buscam estudar os fenômenos tribológicos, propriedades de materiais, tratamentos de superfície, e métodos de fabricação para melhorar sistemas submetidos a desgaste ou que necessitam atender critérios de rendimento em sua aplicação, com o objetivo principal de aumentar a vida útil do componente e reduzir o consumo de energia durante a aplicação (SALVARO, 2020; BINDER, 2020; LAMIM, 2016).

Um dos processos de tratamento de superfície mais estudado na literatura é o de nitretação a plasma, que consiste na difusão de nitrogênio na superfície de metais. Esse processo de endurecimento da superfície é aplicado em componentes mecânicos seriados, como engrenagens, bielas e também em ferramentais de estampagem e moldes de diferentes segmentos (BINDER, 2020; DALCIN, 2021; LAMI, 2016; FERREIRA, 2001).

Grande parte da produção de ferramental para indústria automobilística utiliza o processo de nitretação a plasma para melhorar as propriedades de superfície como redução de coeficiente de atrito, aumento da dureza e implementação de tensões compressivas. Entre os aspectos produtivos que são impactados estão a resistência ao riscamento, facilidade de desmoldagem, redução de trincas térmicas e incremento da durabilidade (SOUZA et al. 2020; AIZAWA et al., 2015; REIS et al., 2020; SILVA et al., 2016).

Existe ainda, a possibilidade de se reduzir o consumo de energia e o custo produtivo por processo realizado. O caminho interessante nesse sentido é através da otimização da rota de produção, com processos mais eficientes de boa repetibilidade que resultam em componentes capazes de atender os requisitos da aplicação.

Nesse contexto, o processo de nitretação a plasma é uma alternativa, visto que se trata de um processo em baixa temperatura ($\sim 520^\circ\text{C}$), que acarreta pouca variação dimensional de componentes, assim, capaz de reduzir etapas de processamento posterior como a usinagem por retificação para ajustes. Trabalhos como o de Dalcin (2021) demonstram que a nitretação a plasma é uma alternativa viável de tratamento de superfície para engrenagens, promovendo melhor desempenho do componente sem causar deformações significativas ou alteração da microestrutura do material.

Recentemente o LabMat-UFSC e a empresa Niit Nitretação a Plasma desenvolveram um projeto de pesquisa em parceria para desenvolver processos de

nitretação a plasma em componentes mecânicos fabricados em aço baixa liga e com produção seriada, como engrenagens, eixos, fusos de bombas, mancais de deslizamento, componentes de moldes e etc... No projeto foram testadas diversas condições de plasma, variando o percentual de nitrogênio na atmosfera de tratamento (25% e 75%), temperatura de tratamento (550 °C e 615 °C) e tempo de patamar de nitretação (2h e 12h).

O presente trabalho foi desenvolvido dentro do contexto do projeto citado, contudo, buscou-se aqui estudar os processos de nitretação mais promissores. Além disso, foi estudada a homogeneidade do tratamento em escala industrial, ou seja, utilizando um equipamento industrial aplicou-se uma metodologia para avaliação de uniformidade de propriedades, utilizando o material SAE 8620.

2 OBJETIVO

O presente trabalho tem como objetivo principal determinar um processo de nitretação a plasma com tempo de tratamento otimizado para o aço SAE 8620, avaliando a estabilidade do processo em reator de escala industrial. Para alcançar esse objetivo serão considerados os seguintes objetivos específicos:

- Estudo de parâmetros de processo de nitretação a plasma, em aço SAE 8620 na escala laboratorial.
- Comparar as características e propriedades das camadas formadas nos diferentes processos de nitretação aplicados e determinar o de melhor desempenho tribológico.
- Escalar a camada de nitretação a plasma selecionada para um reator de escala industrial.
- Determinar a variabilidade das propriedades do ciclo de nitretação a plasma selecionado no reator de escala industrial.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este estudo tem como foco o tratamento de superfície de aço por nitretação a plasma, envolvendo conceitos de metalurgia física, engenharia de superfície, tribologia e propriedades dos materiais. O aço utilizado no estudo foi o SAE 8620 e a avaliação da variabilidade do processo de nitretação em reator de escala industrial foi feita através de análises estatísticas.

3.1 NITRETAÇÃO

O processo de nitretação é um tratamento termoquímico de endurecimento de superfícies de aços por meio da precipitação de nitretos, e as principais tecnologias de processamento utilizadas na indústria são a nitretação por banho de sal, a gás e a plasma (ALVES, 2001).

O processo de nitretação por banho de sal é um método que utiliza sais fundidos para a difusão de nitrogênio. Este processo gera resíduos de sais que necessitam de descarte adequado. Após o processo é necessário a limpeza das peças devido a formação de carepas de sais. A presença de sais encrustados do processo podem ser extremamente prejudiciais para o comportamento tribológico do sistema, podendo resultar em falha prematura do componente (ROLINSKI et al, 2005; CALICCHIO, 2009; MALISKA et al, 2003).

A nitretação a gás é um processo que utiliza amônia em alta temperatura para difundir o nitrogênio. A camada de compostos formada pode apresentar a presença de porosidade, interferindo em sua resistência mecânica. Uma das principais vantagens deste processo reside na sua eficiência no tratamento de geometrias internas, como furos, e formação de camadas de compostos espessas.

A nitretação a plasma é um processo realizado em reatores sob atmosfera de vácuo, onde uma mistura gasosa com alta pureza contendo principalmente nitrogênio e hidrogênio é ionizada, formando o plasma. Os íons formados são acelerados por um campo elétrico e colidem com a superfície metálica das peças posicionadas sobre o eletrodo negativo (cátodo), transferindo energia e promovendo reações químicas que levam a formação de nitretos.

De acordo alguns autores (MALISKA et al, 2001; BINDER, 2020;), o processo de nitretação a plasma apresenta vantagens em relação aos processos de nitretação a líquida e gasosa, sendo as mais relevantes:

- Ausência de resíduos poluentes no processo
- Menor consumo de energia
- Facilidade de controle das variáveis de processo e formação de camada
- Menor risco de alteração dimensional das peças
- Formação de camada compactas e uniformes sem porosidade
- Possibilidade de tratamentos em menor temperatura

Em determinadas aplicações a nitretação a plasma torna-se interessante em relação às demais, e a camada formada depende da composição química do aço a ser tratado e parâmetros de processo, como tempo, temperatura e composição da atmosfera nitretante.

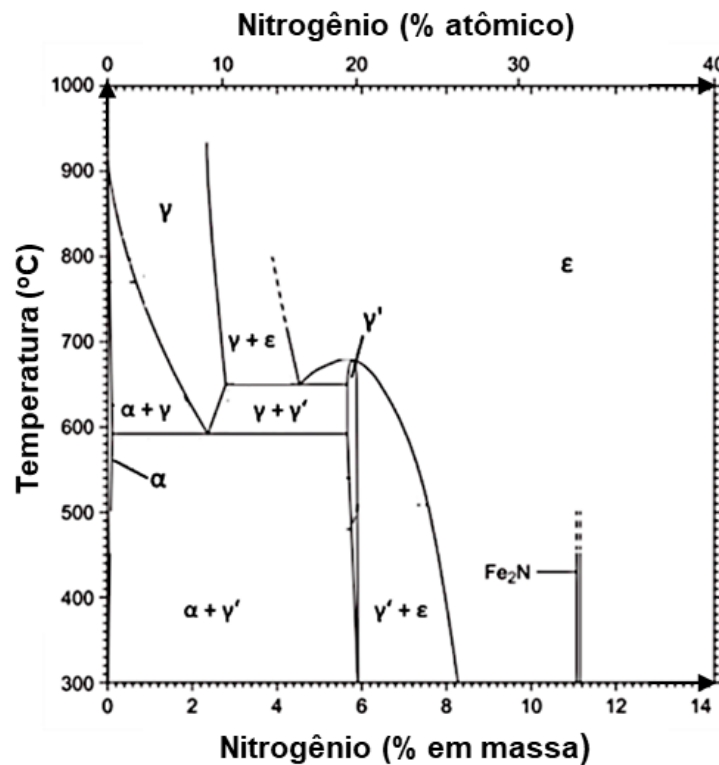
Aços com elementos de liga como o Al, Ti, Cr, Mo, Si, Mn e V, formam nitretos que conferem propriedades particulares as camadas nitretadas, por exemplo, no caso do cromo, o nitreto de cromo formado aumenta a dureza da camada, porém dificulta a difusão do nitrogênio na matriz metálica quando em percentuais mais elevados, consequentemente, a camada de difusão tende a ser menos espessas (MITTEMEIJER, 2013; FERREIRA, 2001). Em outras palavras, elementos de liga formadores de nitretos tem a capacidade amplificar a dureza da superfície dos aços, contudo eles reagem com o nitrogênio na superfície, evitando que haja uma maior difusão do elemento em direção ao núcleo do material. Camadas de compostos em aços podem atingir espessuras acima de 10 μm e a camada de difusão logo abaixo, centenas de micrometros.

3.1.1 Diagrama de Fases Fe-N

Os nitretos de ferro formados na camada nitretada são fundamentais para desempenho e determinação das propriedades da camada, no diagrama Fe-N da Figura 3.1 é possível verificar que para temperatura habitual de nitretação de 500 a 600°C e teor de nitrogênio entre 6 e 8 % é esperado a formação de uma composição das fases ϵ e γ' . A fase γ' se forma na nitretação com teores menores de nitrogênio, sua estrutura cristalina é cúbica de face centrada (CFC), tem solubilidade na faixa de 5,7 a 6,1% em massa, e sua morfologia é em formato de agulhas nas micrografias da microestrutura. A fase ϵ é formada com altos teores de nitrogênio (aproximadamente 6,1% em massa e carbono), sua solubilidade é de 11,5% em massa de nitrogênio

formando uma estrutura hexagonal compacta (JACK, 1973; JACOBS; RECHENBACH; ZACHWIEJA, 1995).

Figura 3.1 - Diagrama de equilíbrio de Fe e N.



Fonte: Adaptado de MITTEMEIJER (2013).

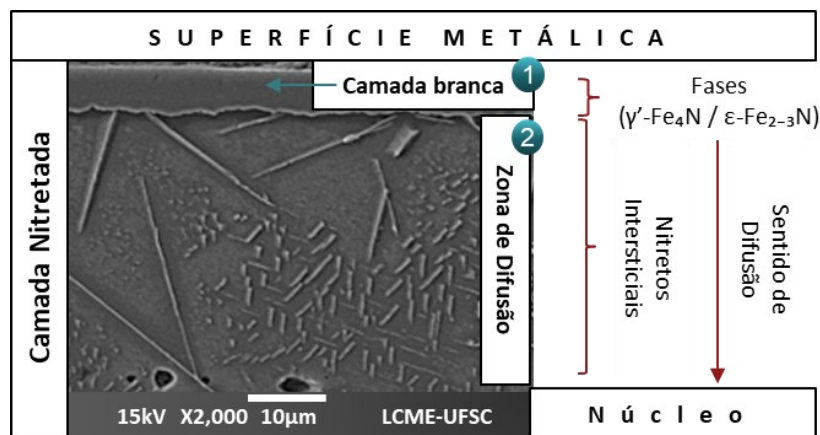
Percentuais de nitrogênio menores que 6% e temperaturas abaixo de 590°C apresentam a formação multifásica de nitreto, como exemplo o campo de nitreto α -FeN + γ' . A fase α é composta de ferro e nitrogênio em solução sólida, sendo predominante na camada de difusão, essa fase é formada com baixo percentual de nitrogênio e temperaturas acima de 500°C, conforme a Figura 3.1.

3.1.2 Camada Nitretada em Aços

A camada formada pelo processo de nitretação de aços por plasma apresenta diferentes estruturas com características particulares entre si. A Figura 3.2 mostra a microestrutura típica de uma camada nitretada, onde é possível observar duas regiões, uma na superfície do material, chamada de camada branca ou camada de compostos e outra logo abaixo chamada de zona de difusão. Cada uma delas tem as seguintes características:

1. **Camada branca ou de compostos:** trata-se da região mais superficial formada durante a nitretação, podendo apresentar estrutura monofásica — composta por fase γ' -Fe₄N ou ϵ -Fe₂₋₃N — ou multifásicas, com a presença simultânea de γ' -Fe₄N, ϵ -Fe₂₋₃N e nitretos provenientes de elementos de liga. Esta camada caracteriza-se por sua elevada dureza, sendo diretamente responsável pela melhora na resistência ao desgaste e à corrosão da superfície tratada (LAMPE; EISENBERG; LAUDIEN 1993).
2. **Zona de difusão:** localizada imediatamente abaixo da camada de compostos, esta região é resultante da difusão de nitrogênio para o interior do material, promovendo a saturação da ferrita e a formação de precipitados extremamente finos e estáveis, como α'' -Fe₁₆N₂ e γ' -Fe₄N. A presença desses precipitados, aliada à indução de tensões residuais compressivas, contribui de forma expressiva para o aumento da resistência ao desgaste e à fadiga (LAMPE; EISENBERG; LAUDIEN 1993). Nessa região o mecanismo de endurecimento é chamado de endurecimento por solução sólida, acarretado pela difusão dos átomos de nitrogênio que se alojam nos interstícios da rede cristalina do ferro (CHIAVERINI, 1984).

Figura 3.2 - Microestrutura típica de camada nitretada a plasma.



Fonte: Adaptado de LAMIM (2016).

Alguns processos ainda podem apresentar a formação de camadas de óxido acima da camada de compostos, devido ao resfriamento do metal em alta temperatura e o contato com o oxigênio, levando ao processo de oxidação.

De acordo com Callister (2021), o transporte de nitrogênio para o interior da matriz metálica ocorre por meio da difusão no estado sólido, regida pela Primeira Lei de Fick. Essa lei estabelece que os átomos sujeitos a um gradiente de concentração

tendem a migrar de regiões com maior concentração para regiões com menor concentração. A temperatura exerce um papel fundamental nesse processo, pois influencia diretamente a mobilidade dos átomos dentro da rede cristalina. À medida que a temperatura aumenta, a rede cristalina se expande e os átomos de nitrogênio movem-se com maior facilidade entre os sítios intersticiais da estrutura metálica (CALLISTER, 2021). Além disso, assim como temperatura, o tempo de tratamento é determinante para se atingir maiores espessuras da camada de difusão. Isso se deve ao fato de que o coeficiente de difusão (D) ser fortemente dependente da temperatura, ou seja, quanto maior a temperatura e tempo de exposição da peça ao ambiente nitretante, maior será a difusão do nitrogênio, conseqüentemente, maior a espessura da camada endurecida.

A partir de dados experimentais, Lampman (1991) mostra que a profundidade da zona de difusão pode ser calculada para aços de baixa liga, como no caso do SAE 8620, com a seguinte equação:

$$PC = k\sqrt{t} \quad (1)$$

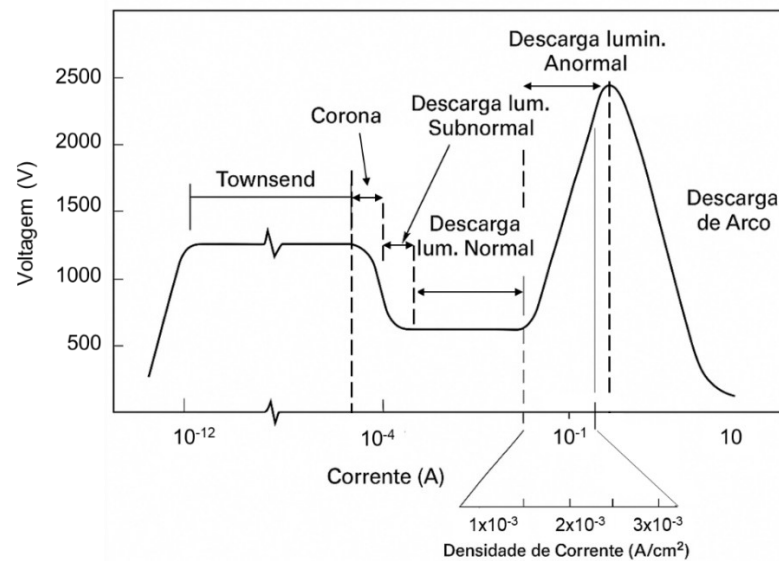
Onde PC é a profundidade de camada de difusão, k é a constante de crescimento de camada e t o tempo na temperatura de tratamento. A constante de crescimento de camada é diretamente proporcional a temperatura e teor de nitrogênio no meio nitretante, sendo assim, processos com maior temperatura e percentual de nitrogênio favorece o aumento da zona de difusão (LAMPMAN, 1991).

3.1.3 Nitretação por Plasma

Segundo Chapman (1980), o plasma é definido como um gás parcialmente ionizado, composto por uma quantidade aproximadamente igual de cargas positivas (íons) e negativas (elétrons). Esse meio ionizado é capaz de conduzir corrente elétrica, característica essencial que o distingue de gases neutros.

A ionização do gás ocorre pela aplicação de um campo elétrico gerado a partir da diferença de potencial entre o ânodo e o cátodo. Esse campo acelera os elétrons livres presentes no gás, que colidem com átomos neutros e promovem novas ionizações, sustentando o estado de plasma. A curva corrente-tensão, ilustrada na Figura 3.3, descreve os diferentes regimes de descarga elétrica que podem ser obtidos em função dos parâmetros aplicados, como pressão, distância e tensão entre eletrodos.

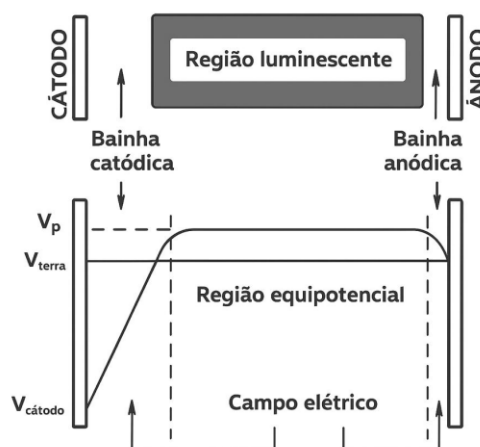
Figura 3.3 - Curva de corrente-tensão e regimes de descarga elétrica.



Fonte: Adaptado de CHAPMAN (1980).

A descarga anormal é a região comumente utilizada para a nitretação a plasma, pois a corrente aumenta proporcionalmente em relação a tensão e todo o cátodo é envolvido pelo plasma, gerando um efeito homogêneo na superfície. A Figura 3.4 mostra a região próxima ao cátodo com alto potencial elétrico que é chamada de bainha catódica, nela os íons são acelerados com alta intensidade em direção a superfície do cátodo colidindo com os átomos de ferro, provocando o efeito chamado de *sputtering* (JONES, MARTIN, STRUGES, & HUDIS, 1975).

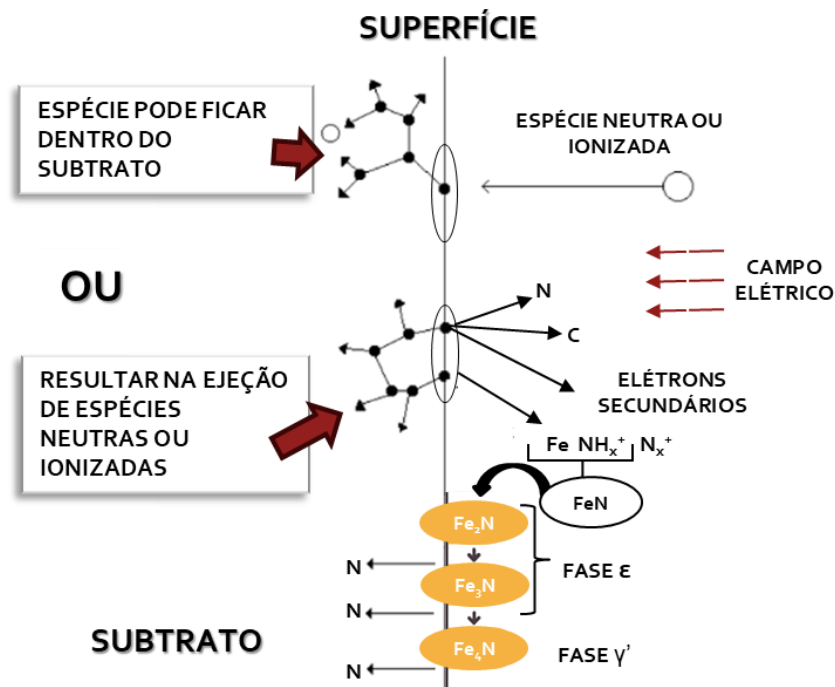
Figura 3.4 – Comportamento do potencial elétrico no plasma.



Fonte: JONES, MARTIN, STRUGES, & HUDIS (1975).

Modelos clássicos, como o de Köbel, baseados no equilíbrio termodinâmico gás metal, são adequados para a nitretação gasosa, porém necessitam adequações para os fenômenos envolvidos na nitretação a plasma. Lampe, Eisenberg e Laudien (1993) demonstram que, no plasma, a formação da camada composta é governada por um balanço cinético de processos superficiais induzidos por espécies ativas, incluindo adsorção de nitrogênio, recombinação, sputtering e difusão no estado sólido. Nesse contexto, o crescimento da camada nitretada ocorre a partir da superfície em direção ao substrato, sendo fortemente influenciado pelas condições do plasma, e não apenas pelo potencial químico de nitrogênio. A Figura 3.5 ilustra o modelo cinético de interação plasma–superfície, no qual espécies ionizadas e neutras do plasma interagem com a superfície do substrato, podendo ser incorporadas ou resultar na ejeção de átomos por sputtering. O crescimento da camada nitretada ocorre a partir da superfície em direção ao interior do material, sendo governado por um balanço entre adsorção de nitrogênio, reações superficiais, difusão no estado sólido e remoção de material.

Figura 3.5 – Modelo de interação plasma e superfície metálica.

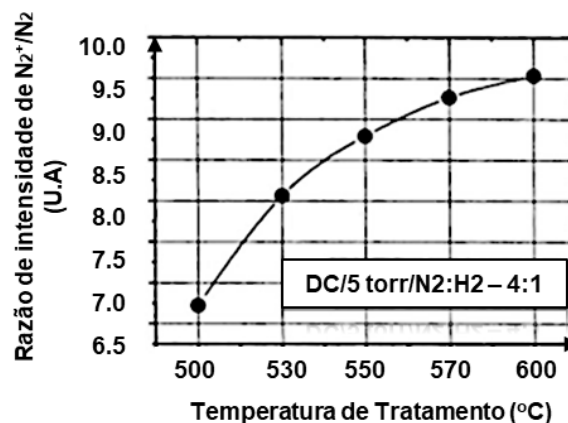


Fonte: Adaptado de ALVES, (2001).

Os autores Jeong e Kim (2001) explicam que a densidade de íons (N_2^+ / N_2) está relacionada diretamente ao aumento de temperatura do processo, conforme é

apresentado na Figura 3.6. Isso significa que a densidade de íons aumenta significativamente em função do aumento da temperatura de processo. A maior presença de íons favorece o efeito de *sputtering* e consequentemente o aumento da espessura da camada compostos.

Figura 3.6 - Gráfico da influência da temperatura na densidade de íons na nitretação a plasma.



Fonte: Adaptado de JEONG e KIM (2001).

Os gases mais utilizados no processo de nitretação a plasma são o nitrogênio e hidrogênio, podendo ser empregado gases adicionais como metano ou dióxido de carbono. Esses por sua vez, são estabilizadores da fase ϵ , portanto empregados quando se deseja obter de uma camada de compostos rica nesta fase. A medição da proporção de N_2 em misturas de $N_2 + H_2$ pode ser analisada com precisão por meio da espectroscopia de emissão óptica, a qual permite monitorar a densidade das espécies ativas de nitrogênio. Segundo Kim, Kim e Han (2002), a adição de 20% de H_2 na mistura resulta em um aumento considerável na emissão das espécies N_2^+ e N_2 . Tal comportamento é atribuído ao aumento no coeficiente de emissão de elétrons secundários, provocado por colisões de alta energia entre os átomos no plasma.

A pressão de tratamento é outro parâmetro importante no processo de nitretação por plasma. No trabalho de Jeong e Kim (2001), os autores verificaram que o aumento da pressão durante o processo leva ao espessamento da camada de compostos e da zona de difusão, sendo associada a uma elevação na emissão da espécie N_2^+ . O aumento da pressão eleva a densidade de espécies ativas na descarga, mas reduz o livre caminho médio, diminuindo sua energia cinética e

favorecendo o processo de formação de nitretos na superfície em detrimento ao bombardeamento iônico, resultando na formação de camadas nitretadas mais espessas.

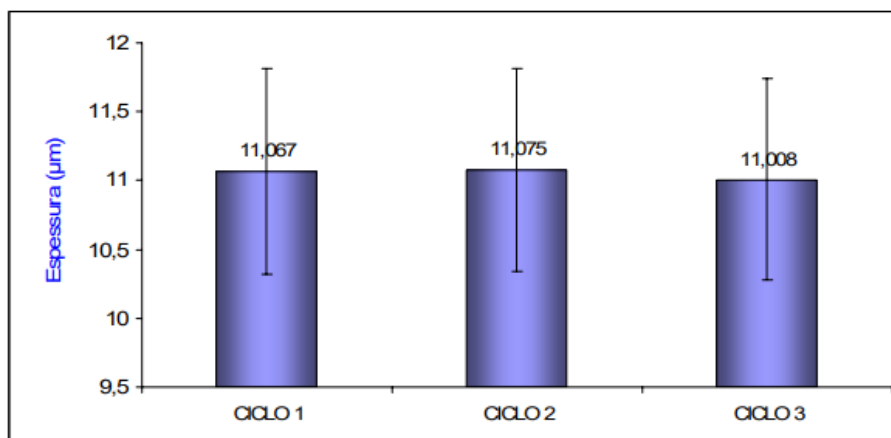
3.2 DESEMPENHO TRIBOLÓGICO DE CAMADAS NITRETADAS

Binder (2006), estudou em seu trabalho o desempenho tribológico de componentes produzidos em ferro puro sinterizado e nitretados a plasma em reator industrial. O trabalho comparou a resistência ao desgaste de camadas majoritariamente ϵ e camadas com predominância da fase γ' . Como método para avaliação de desgaste o autor utilizou ensaio de deslizamento alternado a seco e microabrasão com partículas abrasivas. No trabalho também foi estudado o efeito da escala na nitretação por plasma de peças seriadas, avaliando a homogeneidade das camadas e estabilidade dimensional dos componentes.

Para obter as camadas predominantemente de γ' , Binder (2006) utilizou temperatura de tratamento de 560°C, mistura de 20%N₂-80%H₂, pressão de 3 torr e tempo de patamar de 2 horas. Para camadas com predominância de fase ϵ a temperatura utilizada foi de 520°C, atmosfera 90%N₂-9%H₂-1%CH₄, pressão de 3 torr e tempo de patamar de 2 horas, mostrando que a temperatura e percentual de nitrogênio impacta diretamente na formação de fases na camada de compostos.

Os resultados tribológicos mostraram que camadas com predominância da fase ϵ tiveram a menor taxa de desgaste, mostrando que essa fase é a mais indicada para aplicações de desgaste abrasivo (BINDER, 2006), sendo os valores da espessura da camada de compostos apresentados na Figura 3.7. O autor ainda validou que as fases presentes na camada de compostos em todas as amostras distribuídas pelo volume da câmara de tratamento do reator são similares, portanto, demonstrando a homogeneidade do processo.

Figura 3.7 - Valores de camada de compostos médios dos processos de nitretação em reator industrial com carga de peças seriadas.



Fonte: BINDER (2006).

Do ponto de vista da atmosfera nitretante, o autor Skonieski (2008) avaliou a influência da atmosfera gasosa no comportamento da camada nitretada a plasma em aço AISI 4140 temperado. No trabalho foram avaliadas 6 atmosferas diferentes, com combinações dos gases N_2 , H_2 , CO_2 , CH_4 e Ar, mantendo o tempo e temperatura iguais, conforme apresentado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Atmosfera dos ciclos de nitretação por plasma testados por Skonieski.

Nomenclatura	CO_2 -6h	CH_4 -6h	$70N_2$ -6h	$24N_2$ -6h	$5N_2$ -6h	$5N_2$ -2h
N_2	70%	70%	70%	24%	3,3%	3,3%
H_2	27%	27%	30%	76%	63,3%	63,3%
CO_2	3%	-	-	-	-	-
CH_2	-	3%	-	-	-	-
Ar	-	-	-	-	33,3%	3,3%

Fonte: Adaptado de SKONIESKI (2008).

O autor identificou que a variação de temperatura de $25^\circ C$ impactou na espessura da camada de compostos, sendo a amostra com maior temperatura a de maior camada também, porém a camada de nitretação apresentou maiores valores de microdureza na amostra de menor temperatura. Para reduzir a variação térmica dentro do equipamento foi utilizado um sistema de aquecimento auxiliar que manteve uma diferença máxima de $\pm 10^\circ C$ dentro do reator, uniformizando as propriedades das camadas nitretadas.

Ao realizar os ciclos da Tabela 3.1, Skonieski (2008) identificou relação entre a concentração de nitrogênio e a espessura da camada de compostos, sendo os processos com maior nitrogênio resultando em maior espessura.

Outra característica encontrada nas diferentes composições atmosféricas realizadas pelo autor foi a redução da espessura da camada de compostos devido a utilização do gás CH_4 , e sua adição favoreceu ao aumento da microdureza de superfície, quando comparado com o mesmo ciclo apenas com H_2 e N_2 . (SKONIESKI, 2008).

Dalcin (2021) estudou a nitretação a plasma como tratamento para melhorar a resistência ao desgaste em engrenagem forjadas de aço bainítico DIN 18MnCrSiMo₆₋₄. Foram realizados ensaios em equipamento de simulação de engrenamento, onde a superfície em contato é submetida a esforços cíclicos. O autor identificou que camadas nitretadas com predominância da fase γ' -Fe₄N apresentam melhor resultado para desgastes de fadiga de contato. No trabalho, Dalcin (2021), determina que a espessura mínima de camada nitretada para as engrenagens abordadas no seu estudo é aproximadamente de 0,2 mm, de modo que o ponto da maior tensão cisalhante do contato esteja localizado no interior da camada. Dessa forma, as tensões compressivas induzidas pela nitretação mitigam a probabilidade de nucleação e propagação de trincas, consequentemente aumentando a vida em fadiga de contato.

O tipo de fase presente na camada de compostos é crucial para o sucesso na aplicação, visto que para desgaste abrasivos fases como ϵ podem ser mais indicadas, enquanto para aplicações com mecanismos de desgaste de fadiga de contato a fase γ' pode retornar melhor desempenho.

3.3 MÉTODOS ESTATÍSTICOS PARA CONTROLE DE PROCESSO

Empresas que fornecem serviços de tratamento térmicos e termoquímicos que atendem o setor automotivo comumente são solicitadas a atender normas específicas, como por exemplo a norma CQI 9 (*Special Process – Heat Treat System Assessment – HTSA*), sendo uma diretriz fundamental desenvolvida pela AIAG (*Automotive Industry Action Group*) com o objetivo de garantir a qualidade e consistência dos tratamentos de peças automotivas, por meio de requisitos e controle de processo (AIAG, 2020). A nitretação a plasma é considerado um processo especial

pelo setor automotivo, devido à dificuldade de medir as propriedades nas peças sem testes destrutivos, portanto, necessitando em muitos casos, que a liberação da produção seja por meio de parâmetros de processo, análise amostral e controles experimentais de validação de equipamento e processo.

O teste de análise de uniformidade de propriedades (AUP) realizado nesse trabalho é um procedimento de controle experimental que busca mostrar a variação de um processo para um dado lote de produção industrial. O processo avaliado é a nitretação a plasma e o lote de produção industrial é a batelada de componentes tratada no reator. No AUP análises estatísticas são empregadas para validação do processo.

Dentre os modelos estatísticos que buscam retratar a dispersão de resultados por meio do comportamento da frequência de ocorrência, existe o gráfico de histograma de frequência, onde são relacionados grupos de valores medidos pela frequência que se repetem (SOARES, 2002). Segundo Torman (2012), as distribuições de frequência são na verdade distribuições de probabilidade de ocorrência, onde é possível determinar qual a probabilidade para ocorrer um valor dentro do universo estudado. A distribuição de probabilidade de ocorrência Gaussiana também chamada de distribuição normal é a mais comum, sendo adequada para representar vários eventos distintos. Já o gráfico Q-Q *plot* (*Quantil-Quantil*) é utilizado para verificar a normalidade dos dados, ou seja, indica se os dados podem ser representados pela distribuição Gaussiana. Nesse gráfico o eixo horizontal representa os valores observados e no eixo vertical os valores esperados em distribuição Normal. Os pontos devem formar aproximadamente uma linha reta, com baixa dispersão. Quando não apresentam uma distribuição normal os pontos são dispersos e afastados da linha de referência, principalmente nos extremos.

Para uma análise de normalidade mais quantitativa recorre-se ao auxílio de teste de normalidade como o Shapiro-Wilk, que se baseia no valor do nível de significância desejado (valor-p), caso esse seja menor que 0,05 (para 95% de significância) a hipótese de normalidade é rejeitada (D'AGOSTINO, 1986; THODE, 2002). Segundo Torman (2012), o sucesso dos testes de normalidades está relacionado ao número total de medições, ou seja, quanto maior o campo amostral mais confiável é a conclusão do tipo de distribuição.

Pontes (2000) explica que existem duas divisões importantes, sendo essas a Estatística Paramétrica, quando os dados possuem uma distribuição normal com

homogeneidade de variância e a Estatística Não-Paramétrica quando os dados não respeitam a distribuição normal e possui variação heterogênea ou até mesmo quando um dos grupos são qualitativos. Vários testes estatísticos paramétricos dependem das hipóteses de distribuição normal para assegurar resultados concretos, dentre eles estão o teste de Análise de Variância (ANOVA), teste t de *Student*, correlação linear de Pearson e regressão linear (TORMAN, 2012).

Enquanto testes Não-Paramétricos devem ser empregados em distribuições diferentes da normal, como exemplo o teste de variância de Kruskal-Wallis e Fredman. Esses testes determinam a existência ou não de diferença entre os grupos de dados. Para uma conclusão robusta, é necessário a realização de teste de comparação múltipla para complementar os testes de variâncias, de forma a mostrar quais grupos são diferentes. Os métodos de comparação múltiplas mais usados são o Teste Tukey, Teste F, Teste Duncan e o Scheffé (PONTES, 2000). Segundo Tomczak & Tomczak (2014), os testes de variância Kruskal-Wallis e ANOVA também apresentam como resultado o grau de influência de cada fator entre os grupos de dados, mostrando percentualmente a influência da variável ensaiada. Para ANOVA o grau de influência (β) é calculado baseado na soma dos quadrados do tratamento (SQ_t) e na soma dos quadrados dos resíduos (SQ_r), formado pela equação (2).

$$\beta = \frac{SQ_t}{SQ_t + SQ_r} \quad (2)$$

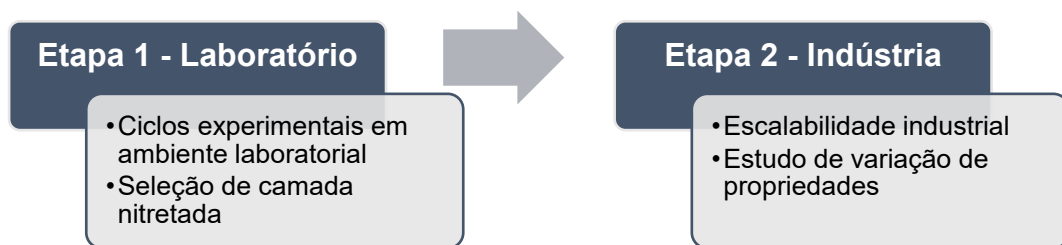
O grau de influência para o teste Kruskal-Wallis é determinado pela equação (3), representado pelo η^2 (Eta-quadrado), que utiliza o valor H (estatística de teste), a quantidade de grupos (k) e o número total de dados (n).

$$\eta^2 = \frac{H - k + 1}{n - k} \quad (3)$$

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O projeto foi desenvolvido em duas etapas conforme apresentado na rota de desenvolvimento na Figura 4.1. A etapa 1 consistiu em desenvolver conjuntos de parâmetros de processamento por plasma em escala laboratorial e caracterizações de camadas geradas. Todos os ciclos foram realizados em ambiente laboratorial utilizando o reator piloto do LabMat – UFSC. Na etapa 2 estudou-se a escalabilidade da solução mais promissora, com o desenvolvimento sendo realizado em ambiente industrial, avaliando a variabilidade do processo e adequações necessárias para o equipamento industrial da empresa Niit Plasma.

Figura 4.1- Fluxograma da rota de desenvolvimento do projeto.



Fonte: Autor, 2025.

4.1 DESENVOLVIMENTO EM LABORATÓRIO (ETAPA 1)

4.1.1 Materiais

O material utilizado para fabricar as amostras foi o aço SAE 8620. Esse material apresenta elementos de liga favoráveis à formação de nitretos, como o Cr, Ni, Mo e Mn, como pode ser observado na Tabela 4.1.

A Tabela 4.1 foi construída a partir de dados fornecidos pelo fornecedor do material (Diferro Aços Especiais) e dados da norma SAE 8620. Observa-se a presença de alguns elementos químicos que não são informados limites na norma SAE, como é o caso do cobre (Cu), alumínio (Al) e vanádio (V) e também que o material atende os requisitos de composição química da norma SAE.

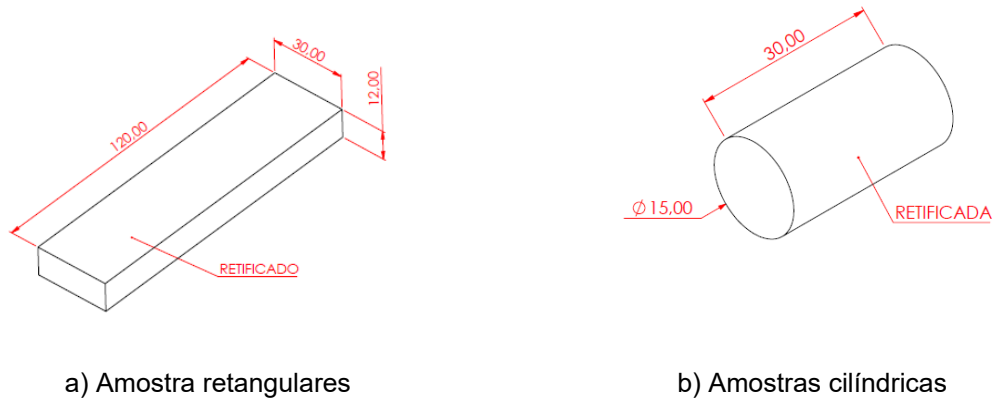
Tabela 4.1 - Composição química da barra laminada do aço SAE 8620 utilizado na fabricação das amostras. Corrida 194498.

Elemento	Norma SAE 8620	Fornecedor
C	0,18 – 0,23 %	0,220 %
Mn	0,70 – 0,90 %	0,850 %
Si	0,15 – 0,35 %	0,240 %
P	máx. 0,035 %	0,013 %
S	máx. 0,040 %	0,006 %
Cu	–	0,090 %
Cr	0,40 – 0,60 %	0,550 %
Ni	0,40 – 0,70 %	0,660 %
Mo	0,15 – 0,25 %	0,180 %
Al	–	0,030 %
V	–	0,010 %

Fonte: Adaptado de DIFERRO AÇOS ESPECIAIS (2025) e SAE INTERNATIONAL (2014).

Foram confeccionadas duas geometria distintas de amostras. Uma na forma de paralelepípedo com dimensões de 30 mm x 120 mm x 12 mm, conforme Figura 4.2a) e outra na forma de cilindro com dimensões de Ø15 mm e altura 30mm (Figura 4.2b).

Figura 4.2 - Geometrias das amostras utilizadas no trabalho.



Fonte: Autor, 2025.

As amostras na forma de paralelepípedo foram utilizadas para a avaliação tribológica, enquanto as cilíndricas foram utilizadas para avaliação das propriedades das camadas formadas e avaliação dimensional. As superfícies das amostras foram retificadas de modo a uniformizar a topografia antes dos ciclos de nitretação.

4.1.2 Ciclos de Nitretação por Plasma

Nesta etapa foram definidos 4 conjuntos de parâmetros de nitretação, onde foram variados o tempo de patamar, temperatura de patamar e proporção de gases na atmosfera, conforme apresentado na Tabela 4.2. Todos os ciclos passaram primeiramente pela fase de limpeza por plasma, submetidos a 1,5h ao plasma de 90%H2 e 10% de argônio, pressão de 1,5 torr, tensão de 550V e temperatura de 480°C em média.

Tabela 4.2- Parâmetros de nitretação a plasma dos ciclos realizado em laboratório. Diferencial de potencial elétrico (DDP).

	Ciclo	T (°C)	%N2/H2	t (h)	P (torr)	DDP (V)	Ton (µs)
1	T6N7t6	615	75-25	6	1,5	500	120
2	T5N2t6	520	25-75	6	1,5	500	120
3	T5N7t12	520	75-25	12	1,5	500	120
4	T5N7t16	500	75-25	16	1,5	500	120

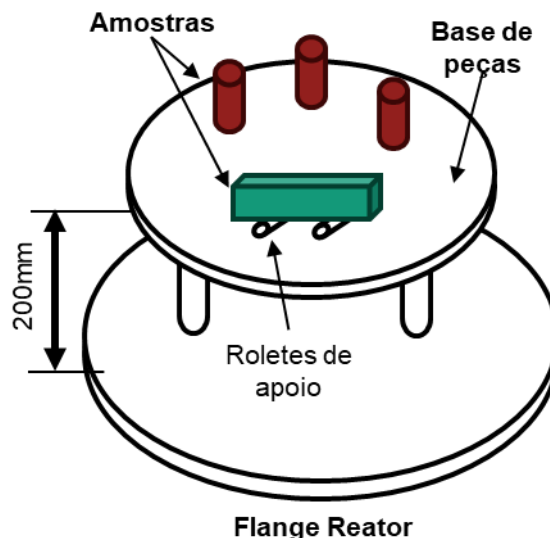
Fonte: Autor, 2025.

A câmara de vácuo do reator utilizado para realização dos ciclos possui 800 mm de diâmetro por 1200 mm de altura com aquecimento resistivo para controle do ciclo térmico. A Figura 4.3 mostra o equipamento e forma de montagem de carga das amostras para realização dos ciclos. Todas as amostras foram posicionadas no mesmo plano de altura e próximas umas das outras respeitando a distância de 25mm.

Figura 4.3 – Reator piloto de nitretação a plasma utilizado na etapa 1.



a) Reator de plasma do LabMat UFSC



b) Montagem de peças dentro do reator de plasma.

Fonte: Autor, 2025.

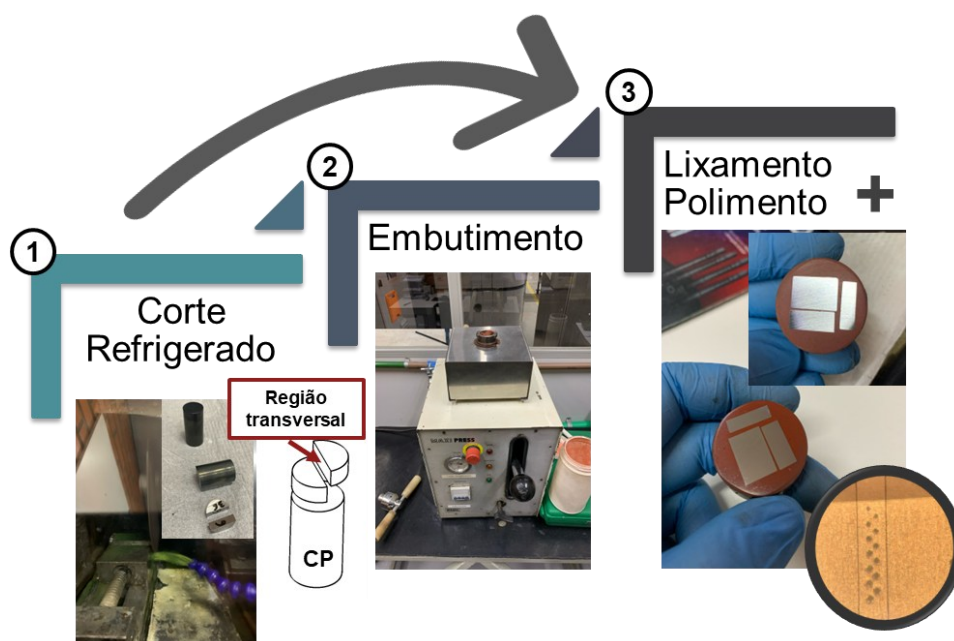
As amostras de aço SAE 8620 cilíndricas e na forma de paralelepípedos foram posicionadas sobre o cátodo conforme a Figura 4.3b). Em cada ciclo foram colocadas 1 amostra retangular e 3 cilíndricas, sendo uma delas utilizada para medição de temperatura, ou seja, realizou-se a furação de 1,5 mm de diâmetro por 10mm de profundidade no centro de uma amostra cilíndrica para encaixe do termopar do tipo K. Antes de serem posicionadas sobre o cátodo as amostras foram limpas em banho de acetona com ultrassom por 15 min para eliminar sujidades sobre a sua superfície.

Foi permitido a entrada de ar no reator (quebra do vácuo) quando o processo chegou ao final do tempo de nitretação, permitindo assim a entrada do ar atmosférico para dentro da câmara levando à oxidação das amostras. Então, após as amostras atingirem a temperatura ambiente, elas foram acondicionadas em dessecador a vácuo.

4.1.3 Microestrutura e Perfil de Dureza das Camadas

Após a nitretação das amostras, as de geometria cilíndrica foram cortadas transversalmente com disco diamantado em uma cortadeira metalográfica refrigerada a água. Então, os pedaços gerados pelo corte foram embutidos em baquelite de alta densidade com pressão de 150 kgf/cm³, conforme apresentado na Figura 4.4. Assim, foi possível proceder o lixamento e polimento das amostras.

Figura 4.4 - Fluxo de preparação de amostra para metalografia e perfil de microdureza.



Fonte: Autor, 2025.

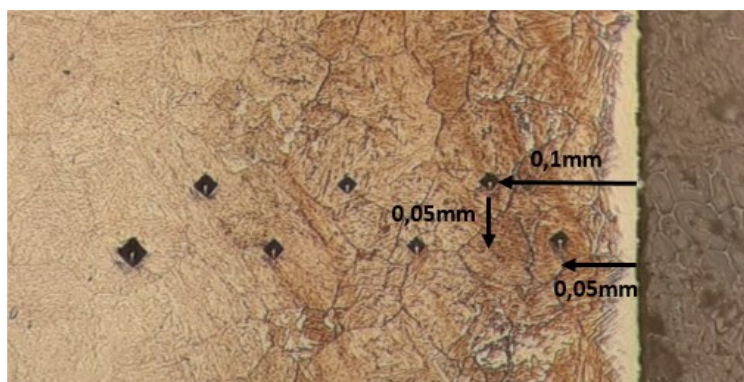
O lixamento foi realizado em lixadeira rotativa (600 rpm) com lixas gradativas de 220, 320, 400, 600 e 1200 *mesh*, sendo que a cada troca de lixa o sentido de lixamento era rotacionado em 90° até que toda marca da lixa anterior fosse removida. Na sequência, a amostra foi submetida ao processo de polimento com pasta de diamante (1µm) em pano de polimento rotativo (300 rpm) com lubrificação com álcool 92%, removendo riscos da etapa anterior e alcançando uma superfície espelhada. Então as amostras foram colocadas em banho ultrassônico com álcool PA para limpeza das superfícies e secas com fluxo de ar quente.

As superfícies polida das amostras foram atacadas em solução de nital 3% por cerca de 20 segundos para revelar o contorno de grão e detalhes microestruturais das amostras. Com a preparação metalográfica, realizou-se a análise da microestrutura via microscopia ótica (LEICA DM4000 M LED), observando principalmente a camada de compostos e características da zona de difusão. Nessas análises foi possível medir a espessura da camada de compostos, sendo medidos cinco pontos em três regiões diferentes, totalizando quinze medições por amostra.

As superfícies preparadas metalograficamente foram utilizadas para medição dos perfis de microdureza das camadas nitretadas. Esse processo foi realizado em um microdurômetro da marca Leco modelo LM100AT com uma força normal aplicada de 300g (HV_{0,3}). As indentações foram posicionadas em um padrão de “zig-zag” a

partir da superfície de modo a manter uma distância entre elas de ao menos duas vezes a diagonal da indentação (Figura 4.5). As indentações foram realizadas até uma certa distância da superfície nitretada na qual se observa uma dureza similar a dureza do núcleo do material. Cada amostra teve 3 perfis de microdureza medidos em diferentes locais. A profundidade de camada foi baseada no perfil de indentações, usando com referência a norma DIN 50190 NHT que determina a profundidade da camada nitretada baseada na microdureza de núcleo mais 50 HV como linha de corte, utilizou-se da técnica de interpolação linear para auxiliar identificar a profundidade de camada nitretada.

Figura 4.5 - Exemplo de indentações para obtenção do perfil de dureza.



Fonte: Autor, 2025.

Foram também realizadas medições de microdureza de superfície através de indentações diretamente na superfície nitretada das amostras utilizando a mesma força normal de 300g das medições de perfil de microdureza. Foram medidos 3 pontos por amostra em posições aleatórias.

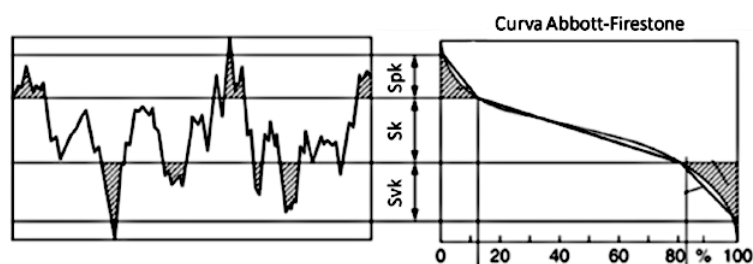
Para determinação das fases presentes nas camadas de composto as superfícies das amostras foram analisadas por difratometria de raio - X (DRX). Nesse caso foi utilizado um difratômetro Philips X'Pert MPD com ânodo de cobre, radiação $K\alpha$ ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$). A configuração utilizada foi a geometria Bragg-Bretano, com potência de 40 kV e 30 mA. No caminho ótico foram utilizadas fendas Soller e Divergente de 1° e $\frac{1}{4}^\circ$, respectivamente, rotacionador de amostras (60 rpm), colimador, e monocromador com monocristal plano de grafite. A análise de fases foi realizada com o auxílio do programa computacional Philips - PC Identify 2.1 e do banco de dados ICDD PDF-2 2001.

4.1.4 Topografia e Caracterização Dimensional

A avaliação da topografia das amostras e consequentemente do efeito dos parâmetros de plasma na modificação dessa topografia foi feita através de interferometria óptica de luz branca. O equipamento utilizado para aquisição dos dados foi o da marca Zygo modelo NewView 7300 com ampliação de 200 vezes em uma área de 100 mm². O software MountainsMap® 7.1 foi empregado para o tratamento desses dados e geração da projeção tridimensional das topografias para posterior cálculo dos parâmetros topográficos. Esse processo consistiu em preencher pontos não medidos por meio de interpolação suave, nivelamento, remoção de forma e separação de rugosidade e ondulação com filtro gaussiano de 80µm. Assim, foi possível determinar seguintes parâmetros topográficos:

- **Sa** – Média aritmética dos valores absolutos das variações da altura do perfil em relação à linha média, ao longo do perfil.
- **Spk** – Altura média dos picos proeminentes.
- **Sk** – Altura da zona central (núcleo) da rugosidade, que representa a parte estável da superfície em contato, como mostrado na representação física da Figura 4.6.
- **Svk** – Profundidade média dos vales mais pronunciados, que podem armazenar lubrificante, como mostrado na representação física da Figura 4.6.

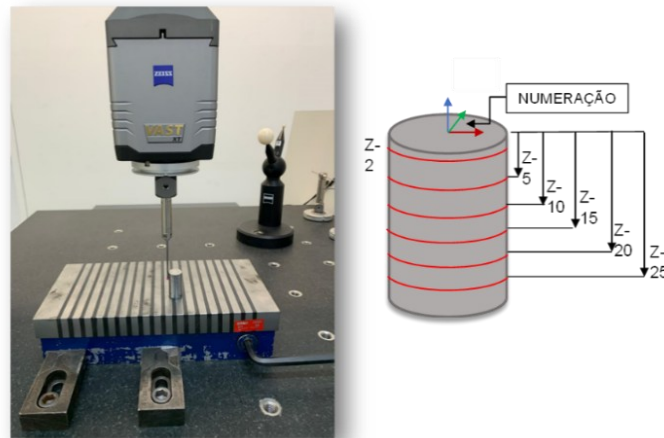
Figura 4.6 - Representação física dos parâmetros Spk, Sk e Svk.



Fonte: Adaptado de HORST; SEEWIG (2013)

As análises dimensionais das amostras foram realizadas em uma máquina de medição por coordenadas marca Calypso Zeiss modelo Micura com resolução de 0,1 µm. Para cada amostra cilíndrica realizou-se a medição do diâmetro antes e depois do tratamento de nitretação. As medições seguiram um procedimento que consistiu em medir seis diâmetros em alturas igualmente espaçadas ao longo das superfícies cilíndricas, conforme apresentado na Figura 4.7.

Figura 4.7 - Método de medição do diâmetro das amostras.



Fonte: Autor, 2025.

Com os dados dos diâmetros foi possível determinar tendências de modificação geométrica das amostras com a determinação da média, desvio padrão.

4.1.5 Caracterização Tribológica

As propriedades tribológicas das camadas nitretadas foram avaliadas por meio de ensaios recíproco do tipo esfera sobre plano em tribômetro CETR UMT-3MO com os seguintes parâmetros de ensaio:

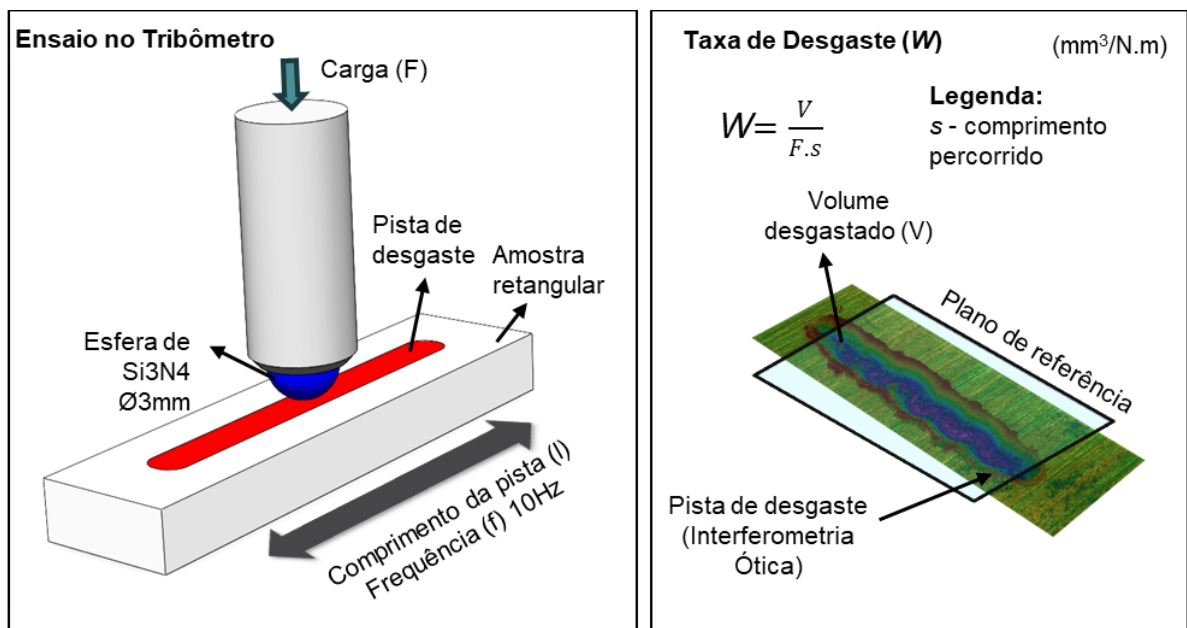
- Contracorpo esférico de Si_3N_4 com diâmetro de 3 mm
- Comprimento da pista de desgaste de 4 mm
- Força normal constante de 42 N (4 GPa)
- Frequência de oscilação do movimento de 10 Hz
- Distância de deslizamento 288 m
- Temperatura ambiente de $20 \pm 2^\circ\text{C}$
- Umidade relativa do ar de 40%
- Contato submerso em óleo Uni Multigerol API GL-5, 75W90. Com viscosidade em 40°C 97.3 cSt e em 100°C de 15,5 cSt (UNI LUBRIFICANTES, 2024).

A Figura 4.8 é uma representação esquemática do ensaio tribológico. Para cada amostra realizou-se 3 ensaios mantendo a direção de deslizamento perpendicular as marcas de retificação (acabamento da superfície). Além disso, de

um ensaio para outro era feito um reposicionamento do contracorpo (giro da esfera) para garantir que sempre uma superfície nova fosse utilizada. O óleo lubrificante foi trocado antes do início de cada um dos ensaios, mantendo o mesmo volume inicial (150ml) de forma a manter o contato submerso até o final do ciclo. O tribômetro possui uma célula de carga tridimensional que media os esforços gerados no contato tribológico, assim foi possível determinar o comportamento do coeficiente de atrito durante todo o ensaio.

Ao final dos ensaios foram avaliadas as pistas de desgaste. Para determinar o volume desgastado utilizou-se interferometria ótica de luz branca, realizando a aquisição de dados de uma área que continha a pista, ver Figura 4.8. A partir desses dados foi possível via software MountainsMap® 7.1 traçar um plano de referência representando a superfície da amostra e calcular o volume abaixo do plano, assim, determinando o volume desgastado da amostra.

Figura 4.8 – Dinâmica do ensaio em tribômetro recíproco e metodologia para obter taxa de desgaste.

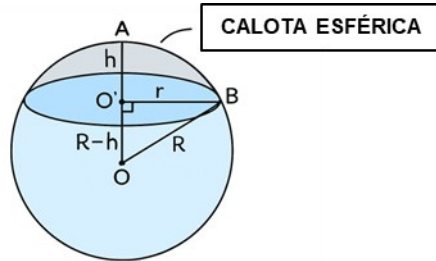


Fonte: Autor, 2025.

A taxa de desgaste é uma relação entre o volume desgastado, força normal e distância de deslizamento (mm³/Nm). Portanto, foram calculadas as taxas de desgaste das condições de nitretação produzidas. Além das amostras, também foi calculada a taxa de desgaste dos contracorpos. Esse processo foi feito medindo-se o diâmetro da calota de desgaste no microscópio ótico, assim, foi determinado o valor de r (raio da

calota de desgaste) e considerando o valor de R de 1,5 mm (diâmetro da esfera 3 mm) foi possível determinar o volume desgastado (calota esférica) (Figura 4.9).

Figura 4.9 - Representação geométrica do volume desgastado nos contracorpo esféricos.



Fonte: Autor, 2025.

O cálculo do volume da calota esférica é dado pela Equação 4, onde V é o volume da calota esférica, h é o segmento de reta (O'A) que pode ser determinado por teorema de Pitágoras.

$$V = \frac{\pi h^2}{3} (3r - h) \quad (4)$$

As pistas de desgaste foram analisadas via MEV no modo de elétrons secundários (SE) para observar a morfologia da superfície desgastada e no modo elétrons retroespalhados (BSE) para detectar variações de composição química. O microscópio utilizado conta com detector para análises por EDS que foi empregado para análises químicas das superfícies e identificação da formação de tribocamadas. O MEV utilizado é da marca Tescan, modelo Vega 3, com filamento de tungstênio. As tensões utilizadas para aceleração do feixe de elétrons foram de 15 kV. Nas investigações para detecção de tribocamadas foi utilizada tensão de 10 kV para diminuir a influência do material abaixo da tribocamada.

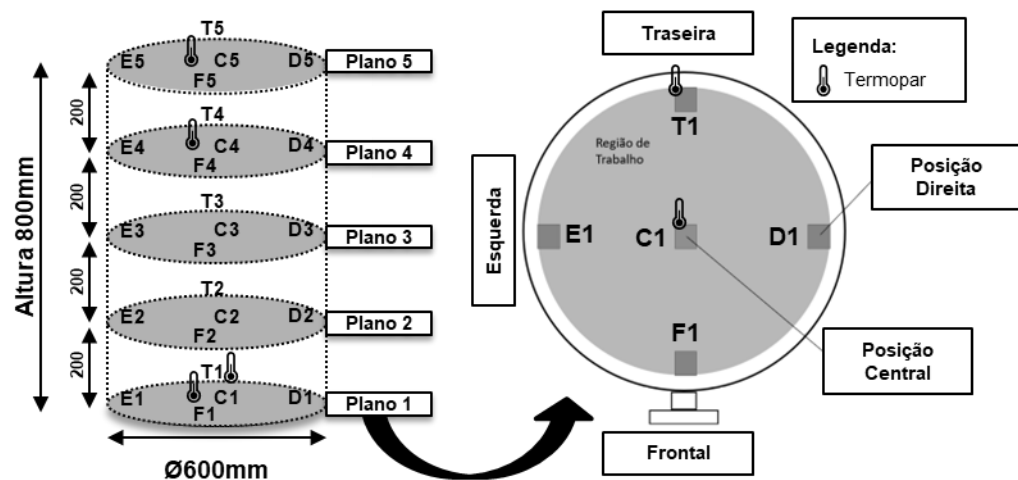
4.2 DESENVOLVIMENTO INDUSTRIAL (ETAPA 2)

Na segunda etapa do trabalho foi realizado o estudo de escalabilidade da solução de nitretação a plasma de melhor desempenho na etapa 1, ou seja, foi avaliada a repetibilidade e estabilidade do processo, considerando o volume de câmara de tratamento de 1 m³. A condição de nitretação selecionada levou em conta características microestruturais, de microdureza, além de resultados de estabilidade dimensional e desempenho tribológico.

Nesse estudo foi utilizado um reator industrial localizado na empresa Niit Nitretação a Plasma em Araquari, Santa Catarina. O volume do reator foi dividido em 5 planos horizontais equidistantes espaçados na vertical em 200 mm. Em cada plano foram definidas 5 posições diferentes para posicionamento de amostras, conforme é apresentado na Figura 4.10. Amostras cilíndricas com a mesma geometria utilizada na etapa 1 foram posicionadas estrategicamente de modo a mapear regiões extremas e intermediárias do volume da câmara de tratamento. No total, cada ciclo de tratamento continha 25 amostras. A nomenclatura adotada para identificação das posições considerou tanto a localização no plano horizontal, em relação ao visor frontal do equipamento, quanto a posição na vertical (plano). Sendo essas posições denominadas como:

- Posição C: o local central no plano.
- Posição F: localizado na frente, onde está o visor do equipamento.
- Posição D: a direita do visor.
- Posição T: local oposto ao visor, na parte de trás do equipamento.
- Posição E: à esquerda do visor.

Figura 4.10 - Distribuição de amostra no volume do reator de plasma industrial.



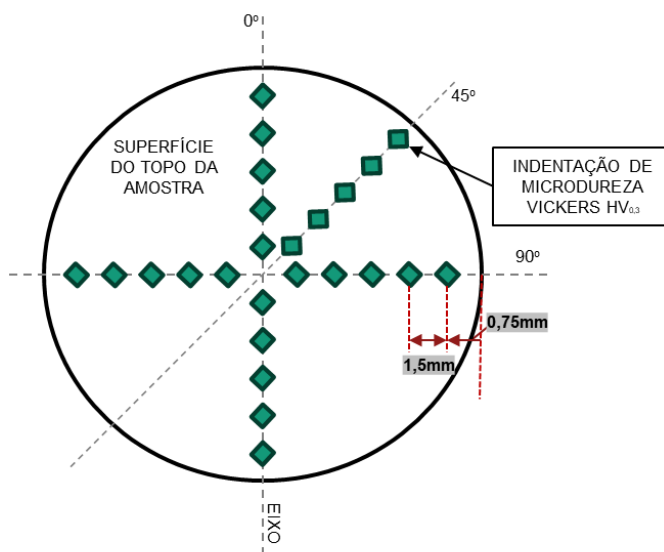
Fonte: Autor, 2025.

Para controle de processo e medição de temperatura utilizou-se termopares tipo k calibrados em classe especial, posicionados nos locais C1 e C4. Utilizou-se também termopares de monitoramento posicionados em T1 e na posição C5. Como corpo de prova de temperatura utilizaram-se peças com a mesma geometria das

amostras, mas contendo uma furação de $\varnothing 1,8\text{mm}$ e profundidade de 10mm para encaixe do termopar.

Em uma das faces planas das amostras foi gravada a nomenclatura da sua posição, enquanto a outra face plana foi lixada e polida de forma similar ao procedimento realizado na etapa 1 para análises por microscopia óptica. Antes de serem posicionadas no reator, todas as amostras foram limpas em banho aquecido a 50°C com sabão desengraxante Motoclear X10 em lavadora de ultrassom por 15 minutos. Após o banho ultrassônico, as amostras foram enxaguadas com álcool PA e posicionadas no reator com a face polida para cima. Esse polimento foi realizado para análise de microdureza Vickers da superfície após a nitretação. Em cada amostra realizaram-se 25 indentações com carga de 300g ($\text{HV}_{0,3}$) utilizando o microdurômetro Mitutoyo MVK-G1 com calibração CAL-3814.0123.0, as posições das indentações estão ilustradas na Figura 4.11.

Figura 4.11 - Posição de medição de microdureza Vickers de superfície na Etapa 2.



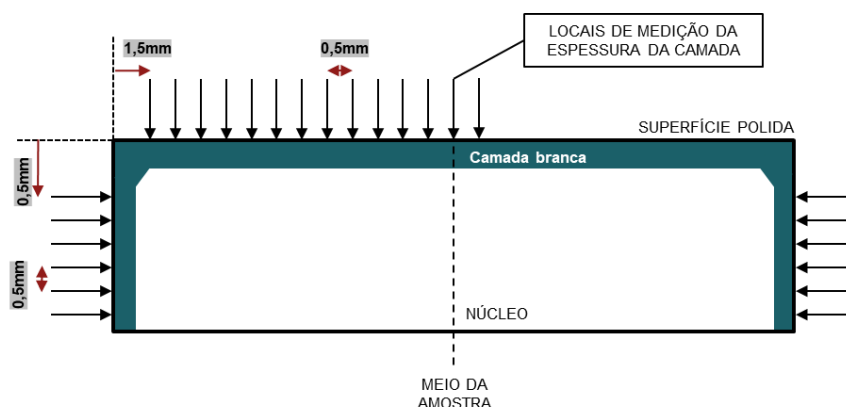
Fonte: Autor, 2025.

A análise dimensional foi feita através da medição de circunferências na parte cilíndrica das amostras antes e após os ciclos de nitretação, seguindo a mesma metodologia e equipamento empregados na etapa 1 (Seção 4.1.4).

Com a conclusão da parte dimensional, as amostras passaram por preparação metalográfica típica seguindo os mesmos critérios e procedimentos descritos na Seção 4.1.3 da etapa 1. Todas as 25 amostras foram preparadas para análises de

espessura de camada via microscopia óptica e perfil de microdureza Vickers. Os procedimentos adotados para essas medições também foram os mesmos da etapa 1. Contudo, para análise de espessura de camada de compostos foram realizadas 26 medições por amostra, seguindo as posições apresentadas na Figura 4.12.

Figura 4.12 - Locais de medição da espessura da camada de compostos nas amostras da etapa 2.



Fonte: Autor, 2025.

Do ponto de vista da análise estatística dos dados, avaliou-se a estabilidade e variação das propriedades de camada e variação dimensional das amostras em relação ao volume do equipamento por meio do teste AUP (Análise de Uniformidade de Propriedades). Os parâmetros de nitretação por plasma utilizados para o tratamento no teste AUP foram os mesmos do ciclo selecionado na etapa 1 deste projeto, ou seja, aplicando os mesmos procedimentos no que se refere a etapa de aquecimento em plasma, fluxo de gases, composição de N_2 e H_2 na atmosfera nitretante, pressão de vácuo, tensão de plasma, temperatura e modulação de onda. Assim como na etapa 1 a “quebra” do vácuo foi realizada após o fim do patamar de nitretação.

Para analisar as propriedades com menor quantidade de medições como a espessura da camada nitretada foram realizados a média dos 3 perfis de microdureza e o desvio padrão. Enquanto que para propriedades com maior quantidade de medições como por exemplo espessura da camada compostos, microdureza de superfície e variação diametral foram empregados métodos estatísticos como o ANOVA seguido do teste Turkey para distribuições norma, e Kruskal–Wallis seguido do método Dunn’s caso os dados apresentem distribuição não normal. A normalidade dos resultado foram avaliados via método Shapiro-Wilk, com fator decisivo $p=0,05$.

Todos os métodos estatístico foram empregados com o auxílio do software PAST 4.03 (Hammer et al., 2001).

4.2.1 Estrutura do Reator de Plasma Industrial

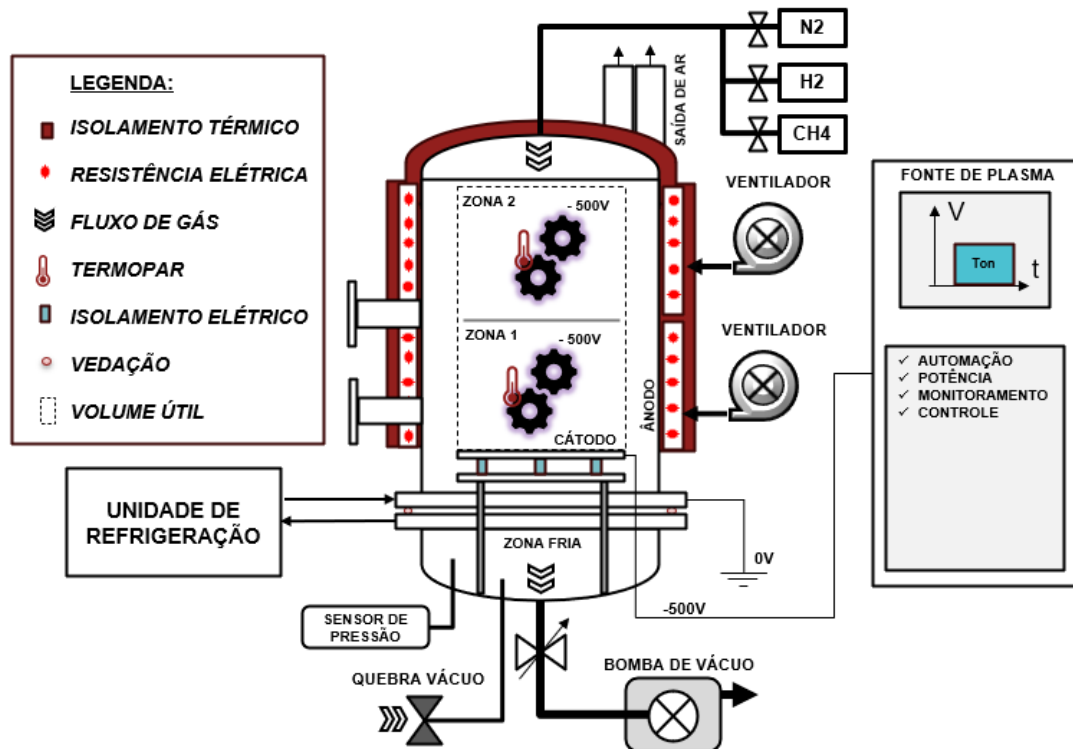
Para replicar o processo em outro equipamento é fundamental entender o funcionamento do reator industrial utilizado, sendo esse um reator de nitretação a plasma de parede quente, com seus componentes apresentados na ilustração da Figura 4.13.

Uma das características mais importantes do equipamento é o seu volume útil, que consiste na região onde o processo é estável e homogêneo, ou seja, nesse volume o equipamento consegue estabilizar a temperatura do processo e o plasma. Outra região importante do interior do equipamento é chamada de zona fria, que serve para aquisição de dados de pressão da câmara de vácuo e fornecer uma interface de entrada e saída de elementos de dentro da câmara sem danificar as vedações poliméricas (elastômero) por estar refrigerada com camisa d'água.

O reator de parede quente, possui zonas de aquecimento auxiliares independentes que atuam conforme a necessidade da temperatura interna nessa região, ou seja, caso o termopar interno na zona indique a necessidade de aumentar a temperatura automaticamente, as resistências externas são ativadas para aquecer essa região. Caso a temperatura ultrapasse o valor estipulado para o processo, são ligados ventiladores para resfriar o sistema e evitar o sobreaquecimento dos componentes em tratamento.

No cátodo, onde são posicionadas as peças, ocorrem as principais reações do processo de nitretação a plasma, pois é nessa região que os íons são acelerados em direção a superfícies tratadas. Ao colidirem com os átomos da superfície, provocam o efeito de *sputtering*, que remove átomos ligados, permitindo a recombinação com espécies reativas presentes na atmosfera de plasma e a formação de nitretos. Esses nitretos, por sua vez, difundem-se para o interior do material devido à temperatura do processo, onde se precipitam e modificam as propriedades da camada superficial (CHAPMAN, 1980; ALVES, 2001). O bombardeio iônico gera aquecimento no cátodo provocando heterogeneidade na distribuição de temperatura conforme a geometria e massa das peças. O aquecimento por plasma é influenciado por vários fatores como taxa de ionização, pressão, tipo de gás presente no processo, tensão, tempo ligado (Ton da fonte de tensão pulsada) e principalmente da potência resultante do plasma.

Figura 4.13 - Elementos básicos que compõem o reator de nitretação a plasma industrial, modelo NIIT9030.



Fonte: Autor, 2025.

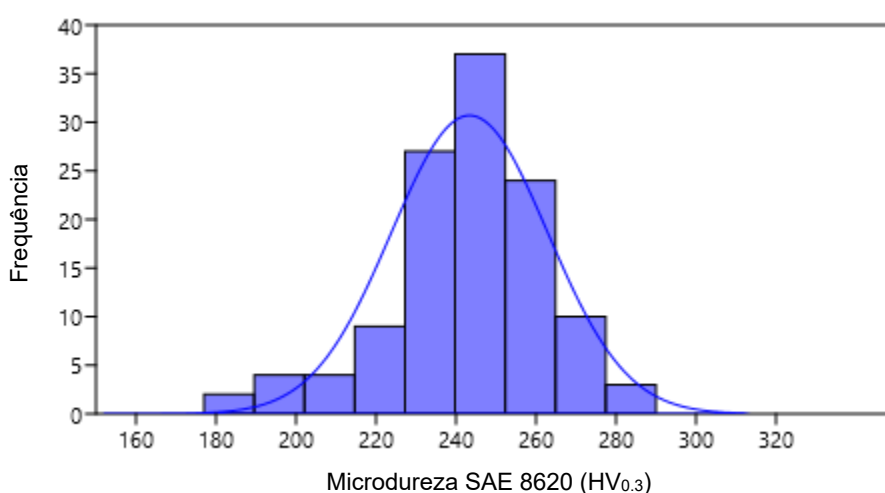
A vantagem de utilizar reatores de parede quente para processamento industrial é a possibilidade de redução da potência de plasma, diminuindo o efeito de aquecimento heterogêneo, e homogeneizando com o aquecimento resistivo auxiliar, visto que são distribuídos vários elementos de mesma resistividade ao longo da altura da câmara de tratamento.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 DESENVOLVIMENTO EM LABORATORIO (ETAPA 1)

A Figura 5.1 mostra o histograma com os valores de microdureza medidos em diferentes amostras do aço SAE 8620 sem tratamento de nitretação. O gráfico mostra que 95% dos valores estão dentro do intervalo 243 ± 39 HV_{0,3} e também apresenta uma amplitude de variação de 110 HV_{0,3}.

Figura 5.1 - Histograma da distribuição de valores medidos de microdureza de superfície das amostras cilíndricas do aço SAE8620 sem tratamento. Total de 120 medições.



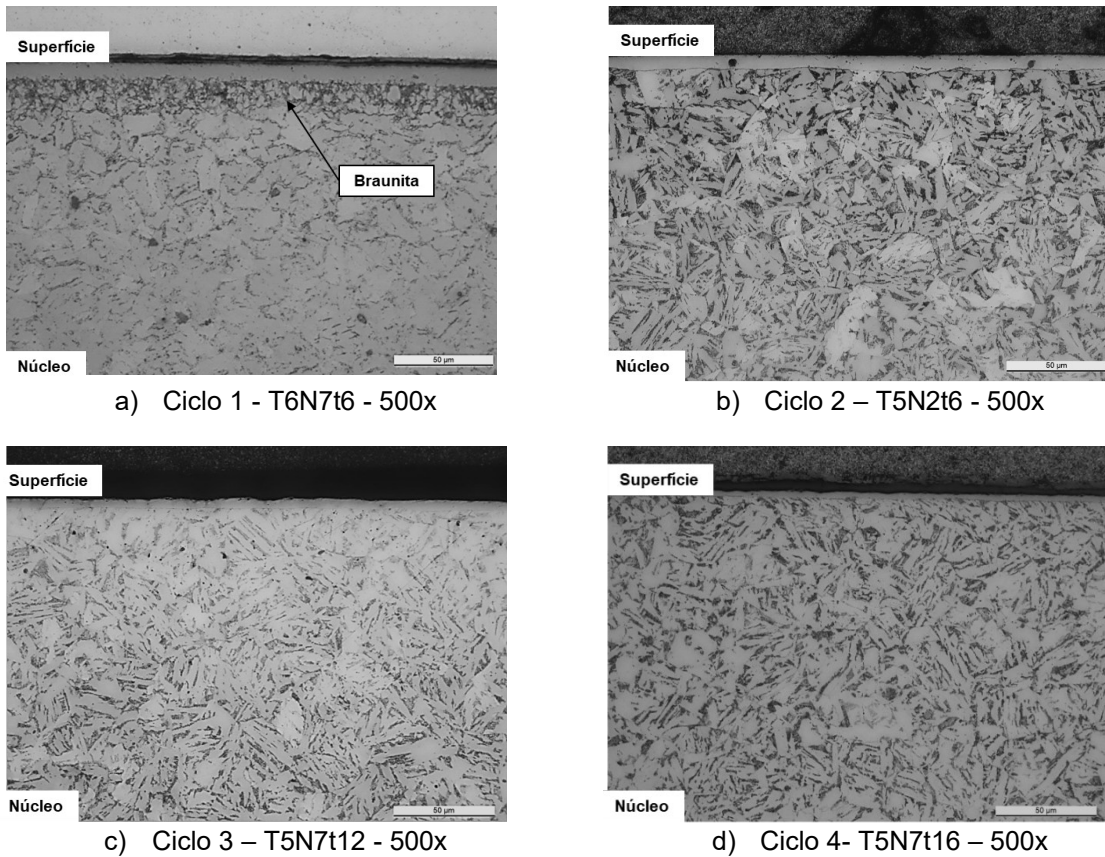
Fonte: Autor, 2025.

Desa forma é possível entender o comportamento estático da microdureza do material base, demonstrando que essa propriedade possui uma variação considerável.

5.1.1 Propriedade das Camadas Nitretadas

A camada de compostos dos processos de nitretação a plasma realizados na etapa 1 foram avaliadas via microscopia ótica, sendo medida sua espessura. A Figura 5.2 apresenta a microestrutura típicas das camadas, mostrando a formação de camadas compactas, sem presença de porosidades e sem formação de nitretos em rede abaixo da camada de compostos. Outras imagens de microestrutura das camada são apresentadas no Anexo A na Tabela 9.1 - Valores de microdureza de superfície obtidos na verificação do microdurômetro utilizando o padrão de microdureza HV0.3. Padrão 743-264.

Figura 5.2 – Imagens da seção transversal das camadas nitretadas por microscopia óptica.



Fonte: Autor, 2025.

O ciclo 1 apresentou a formação de uma microestrutura logo abaixo da camada de compostos (espessura de 16µm) que não foi observada nos demais ciclos, essa camada foi identificada como braunita (Figura 5.2a). A nitretação nesse ciclo ocorreu em temperatura de 615 °C, portanto, acima do limite de transformação austenítica (592°C). Esse fator, associado com um teor de N na matriz de 2,35% em peso e resfriamento lento, favorece a formação da fase braunita que também é conhecida como perlita de nitrogênio. Ela possui uma estrutura lamelar composta pela fase $\alpha\text{-Fe} + \gamma'$ (WRIEDT et al, 1987; GODZSAK et al, 2016; WINTER et al, 2013). A braunita é considerada uma microestrutura frágil e em muitos casos, prejudicial as propriedades tribológicas, devido ao potencial de nucleação de trincas (KOVACI et al, 2016; LAMIM et al 2021; BINDER, 2020). As espessuras das camadas de compostos estão apresentadas na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 - Valores médios e desvios padrão das camadas de compostos dos ciclos realizados da etapa 1.

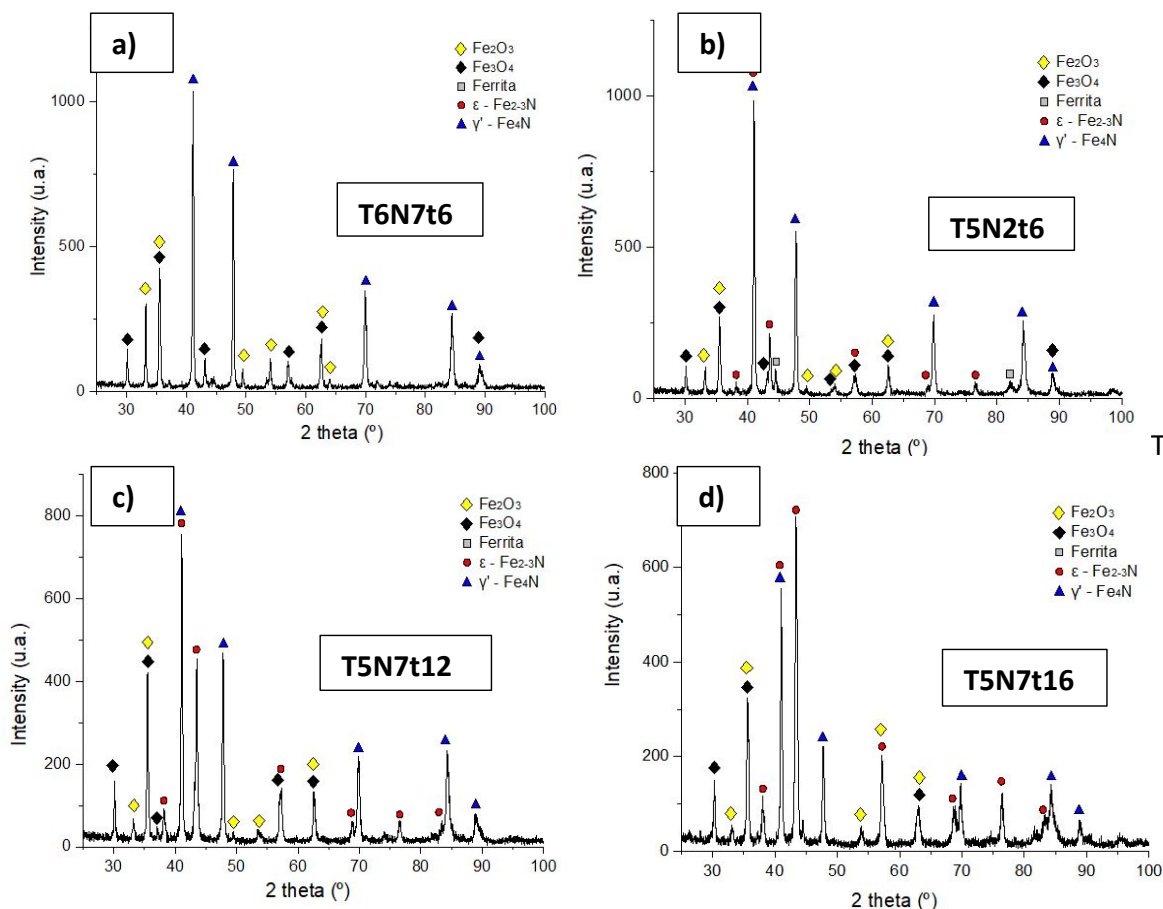
Ciclo	Espessura de Camada de Compostos (μm)	Desvio Padrão (μm)
Ciclo 1 – T6N7t6	8,9	$\pm 0,9$
Ciclo 2 – T5N2t6	3,9	$\pm 0,6$
Ciclo 3 – T5N7t12	4,4	$\pm 0,4$
Ciclo 4 – T5N7t16	3,1	$\pm 0,7$

Fonte: Autor, 2015.

O ciclo 1 apresenta a maior espessura de camada, sendo este o de maior temperatura, com o mesmo percentual de nitrogênio dos ciclos 3 e 4 e tempo igual ao ciclo 2. Mostrando que a temperatura é um fator de alto impacto em alcançar maiores espessuras. Comparando o ciclo 2 com o ciclo 4, percebe-se que os dois processos apresentaram camadas de compostos com espessura similares, porém, na média, o ciclo 2 gerou uma camada levemente mais espessa, o que pode favorecer a resistência ao desgaste. O maior tempo de patamar do ciclo 4 favoreceu a difusão dos nitretos da camada de compostos para a camada de difusão logo abaixo, reduzindo assim a espessura da camada de compostos.

As fases de nitretos presentes na camada de compostos dos ciclos foram avaliadas via técnica de difração de raio-x e os resultados são apresentados na Figura 5.3. Ao avaliar os gráficos percebe-se que o ciclo 1 apresenta a formação proeminente de picos γ' (Fe_4N), relacionada com a temperatura alta de processo e atmosfera rica em N_2 . Os demais processos, realizados em menor temperatura, encontram-se na região de formação bifásica, em conformidade com o diagrama de equilíbrio F - N da Figura 3.1. A presença de fases de óxido de ferro é detectada em todas as amostras, possivelmente formada após a nitretação devido o resfriamento ter ocorrido ao ar calmo.

Figura 5.3- Fases presentes na camada de composto dos ciclos de nitretação a plasma ensaiados em laboratório.



Fonte: Autor, 2025.

Os resultados de medição de microdureza de superfície são apresentados na Tabela 5.2. Os ciclos 2 e 3 apresentam os maiores valores de microdureza de superfície. Enquanto o ciclo 1 apresenta maior dispersão de valores de microdureza e menor média. Já os ciclos 2 e 3 resultaram em valores semelhantes, e ambos distintos do ciclo 4 que apresentou média levemente menor. Ou seja, os ciclos com temperatura de patamar de 520 °C apresentaram maiores durezas de superfície, com valores estatisticamente iguais, independentemente do percentual de nitrogênio na atmosfera e do tempo de patamar. Isso se deve a formação da fase ε (Fe₂₋₃N) na camada, como mostram os difratogramas da Figura 5.3.

No Anexo B - Tabela 9.2 é apresentado a validação do equipamento e operador no ensaio de microdureza Vickers (HV0.3) usando como referência o padrão de microdureza calibrado.

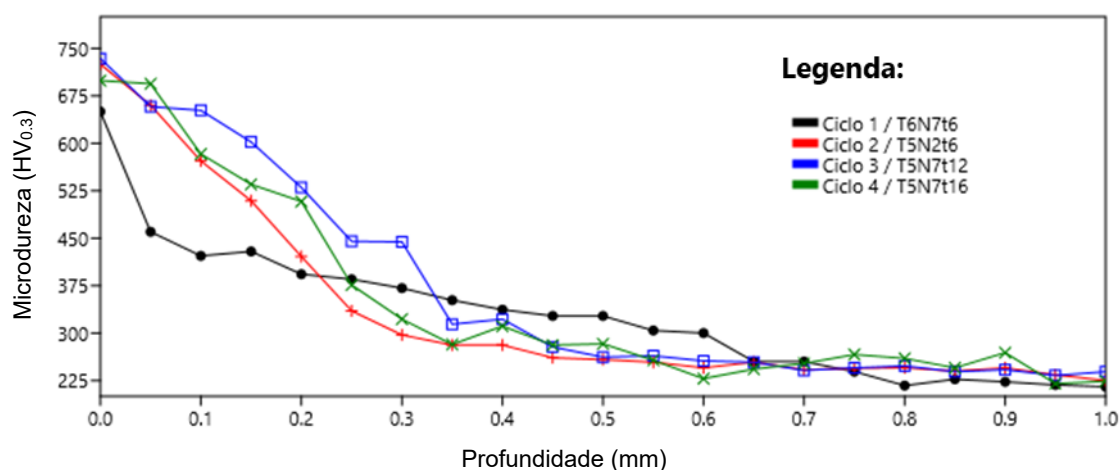
Tabela 5.2 - Microdureza de superfície das amostras conforme o ciclo de nitretação a plasma do aço SAE 8620 na etapa 1.

Processo	Microdureza de Superfície (HV _{0,3})	Desvio Padrão (HV _{0,3})
Ciclo 1 - T6N7t6	650	± 56
Ciclo 2 – T5N2t6	725	± 30
Ciclo 3 – T5N7t12	734	± 22
Ciclo 4 – T5N7t16	699	± 34

Fonte: Autor, 2025.

Os perfis médios de microdureza estão apresentados na Figura 5.4. Em termos de perfil de camada, o ciclo 3 (T5N7t12) apresentou maior microdureza entre 0,1 mm e 0,3 mm. O ciclo 4 (T5N7t16) obteve um perfil médio próximo ao ciclo 2 (T5N2t6), porém com valores levemente superior e com a microdureza de superfície se mantendo até uma profundidade de aproximadamente 0,05 mm. O ciclo 1, de maior temperatura de patamar, apresentou um perfil com maior profundidade, porém com uma rápida queda de microdureza entre a superfície e a profundidade 0,05 mm.

Figura 5.4 - Perfil de microdureza dos ciclos de nitretação a plasma etapa 1.



Fonte: Autor, 2025.

Complementando a análise, as profundidades da camada NHT são apresentadas na Tabela 5.3 com seus respectivos valores de desvio padrão. O ciclo 1 é o de maior profundidade e com a maior temperatura de processo, o que favoreceu a difusão do nitrogênio devido a dilatação do reticulado cristalino do material base. Os demais ciclos possuem temperatura de nitretação semelhantes e tempos de patamar distintos, resultaram em diferentes profundidades de camadas. O ciclo 4 possui 25%

mais tempo de patamar que o ciclo 3, porém a profundidade da camada formada é apenas 8% maior, mostrando que a difusão do nitrogênio não é linear com o tempo de tratamento, conforme apresentado na Equação (1).

Tabela 5.3 - Profundidade de camada nitretada NHT na etapa 1.

Processo	Profundidade NHT (mm)	Desvio Padrão (mm)
Ciclo 1 - T6N7t6	0,63	$\pm 0,01$
Ciclo 2 - T5N2t6	0,32	$\pm 0,03$
Ciclo 3 - T5N7t12	0,44	$\pm 0,01$
Ciclo 4 - T5N7t16	0,48	$\pm 0,03$

Fonte: Autor, 2025.

5.1.2 Avaliação Dimensional

A Tabela 5.4, apresenta os valores de variação dimensional dos diâmetros das amostras cilíndricas conforme o ciclo de nitretação da etapa 1. O ciclo 2 obteve menor variação dimensional média, com apenas $7,4 \pm 0,6 \mu\text{m}$ de variação. Na indústria, esse nível de tolerância é considerado bastante apertado, demonstrando que a nitretação por plasma pode ser uma solução interessante para componentes com baixa tolerância dimensional. No ciclo 1, a variação dimensional foi praticamente o dobro da do ciclo 2 ($15,7 \pm 1,2 \mu\text{m}$), além disso, com maior desvio padrão das medições. Isso mostra que a temperatura de processo é um parâmetro crucial para estabilidade dimensional. As variações dimensionais encontradas nos ciclos 3 e 4 são intermediárias e semelhantes.

Tabela 5.4 - Variação dimensional diametral dos cilindros após os ciclos de nitretação a plasma da etapa 1.

Amostra	Variação Diametral (μm)	Desvio Padrão (μm)
Ciclo 1 - T6N7t6	+15,7	$\pm 1,2$
Ciclo 2 - T5N2t6	+7,4	$\pm 0,6$
Ciclo 3 - T5N7t12	+8,8	$\pm 0,8$
Ciclo 4 - T5N7t16	+8,2	$\pm 1,1$

Fonte: Autor, 2025.

Todos os processos de nitretação a plasma apresentaram variação positiva do diâmetro, indicando uma expansão das amostras. Isso se explica pelo fato de os

nitretos de ferro serem fases cerâmicas, portanto, com menor densidade que a ferrita e austenita. Além disso, a temperatura é outro fator crucial para proporcionar deformações dimensionais.

5.1.3 Avaliação Topográfica

A análise por interferometria ótica foi utilizada para analisar a morfologia das superfícies das amostras. Os valores dos parâmetros topográficos para cada um dos ciclos estão na Tabela 5.5.

Tabela 5.5 – Topografia da superfície das amostras em barras.

Amostra	Sa (μm)	Sq (μm)	Sk (μm)	Spk (μm)	Svk (μm)
Ciclo 1 - T6N7t6	0,59 $\pm$ 0,02	0,79 $\pm$ 0,07	1,81 $\pm$ 0,10	0,79 $\pm$ 0,16	0,99 $\pm$ 0,11
Ciclo 2 - T5N2t6	0,54 $\pm$ 0,03	0,69 $\pm$ 0,04	1,69 $\pm$ 0,06	0,73 $\pm$ 0,06	0,82 $\pm$ 0,12
Ciclo 3 - T5N7t12	0,52 $\pm$ 0,03	0,70 $\pm$ 0,03	1,62 $\pm$ 0,13	0,88 $\pm$ 0,26	0,83 $\pm$ 0,15
Ciclo 4 - T5N7t16	0,62 $\pm$ 0,07	0,80 $\pm$ 0,09	1,96 $\pm$ 0,21	0,89 $\pm$ 0,14	0,91 $\pm$ 0,12
Sem Tratamento	0,53 $\pm$ 0,07	0,68 $\pm$ 0,07	1,45 $\pm$ 0,22	0,64 $\pm$ 0,05	1,04 $\pm$ 0,08

Fonte: Autor, 2025.

Todos os parâmetros topográficos apresentaram valores similares, sem uma tendência de alterações significativas entre os ciclos. No ciclo 4 (T5N7t16), com maior tempo de patamar, foi observada uma leve tendência de aumento dos parâmetros topográficos, mas nada que pudesse levar a alguma nova conclusão. Basicamente, os resultados apontam que o processo de retificação escolhido gerou uma rugosidade elevada o suficiente para que as mudanças topográficas induzidas pela nitretação não fossem significativas.

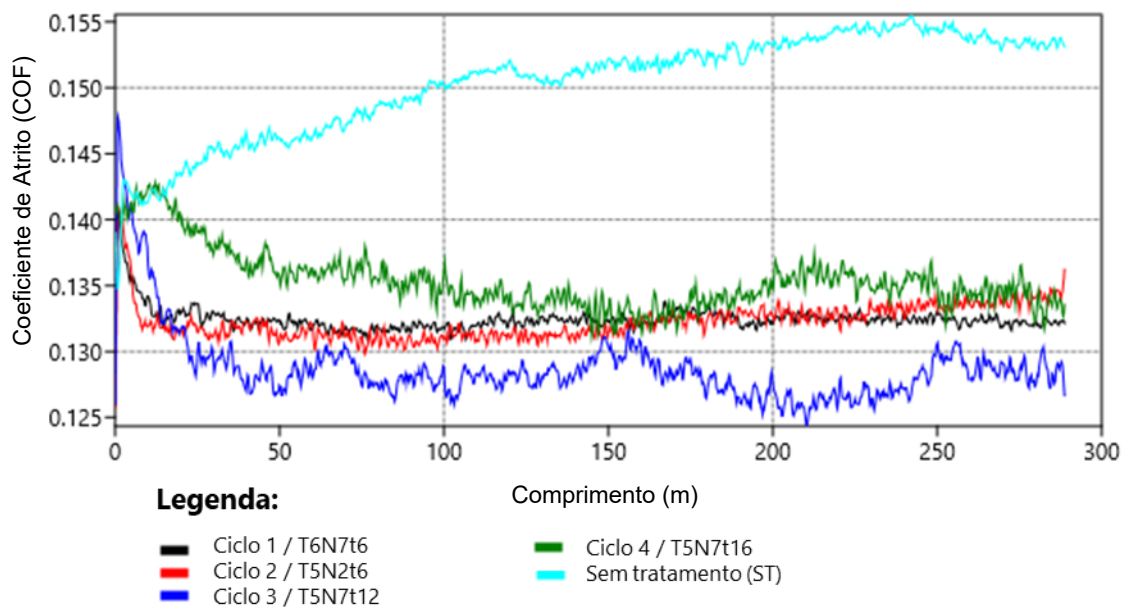
5.1.4 Avaliação Tribológica

Os ensaios em tribômetro foram utilizados para comparar o desempenho das camadas obtidas nos ciclos realizados na etapa 1, avaliando o comportamento do coeficiente de atrito e a taxa de desgaste. O comportamento do coeficiente de atrito (COF) dos testes em tribômetro está apresentado na Figura 5.5.

A curva do coeficiente de atrito na amostra sem tratamento apresentou tendência de aumento ao decorrer do ensaio, enquanto que para o ciclo 3, o COF apresentou uma tendência decrescente, seguida de um regime mais estável, com

valor entre 0,12 e 0,13, sendo este o ciclo com melhor desempenho. Aliás, os ciclos de nitretação a plasma com menor temperatura (ciclos 2 e 3) apresentaram COF menores em relação ao de maior temperatura (ciclo 1). Esse resultado é associado à maior dureza das superfícies devido à formação de fase ϵ (Fe_{2-3}N).

Figura 5.5 – Comportamento típico do coeficiente de atrito dos ensaios em tribômetro das amostras nitretadas a plasmas e sem tratamento.

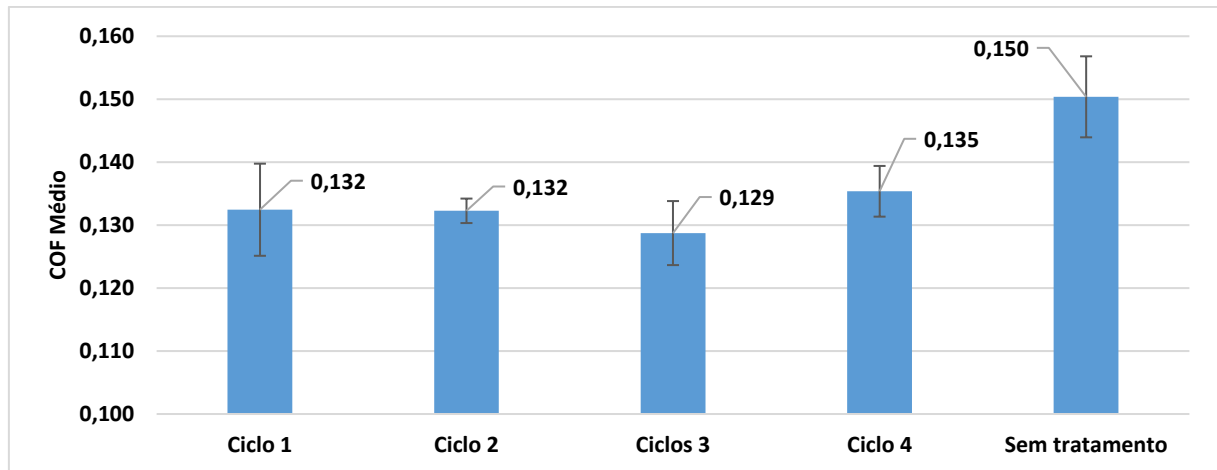


Fonte: Autor, 2025.

A literatura mostra que o coeficiente de atrito de sistemas tribológicos envolvendo camadas nitretadas geralmente apresentam esse tipo de comportamento, onde o COF é elevado nos primeiros metros de ensaio devido aos picos da rugosidades que se ancoram no contracorpo, mas que após a remoção desses picos mais proeminentes, o COF reduz progressivamente até a estabilização (ÇOMAKLI et al., 2019; DÍAZ-GUILLÉN et al., 2020; DALCIN et al., 2020). O coeficiente de atrito não é uma propriedade dos materiais em contato, mas sim uma característica específica do sistema tribológico.

Para realização de uma comparação direta entre os ciclos realizou-se o cálculo da média do coeficiente de atrito do sistema, apresentado na Figura 5.6.

Figura 5.6 - Coeficiente de atrito médio dos processos de nitretação a plasma – Etapa 1.

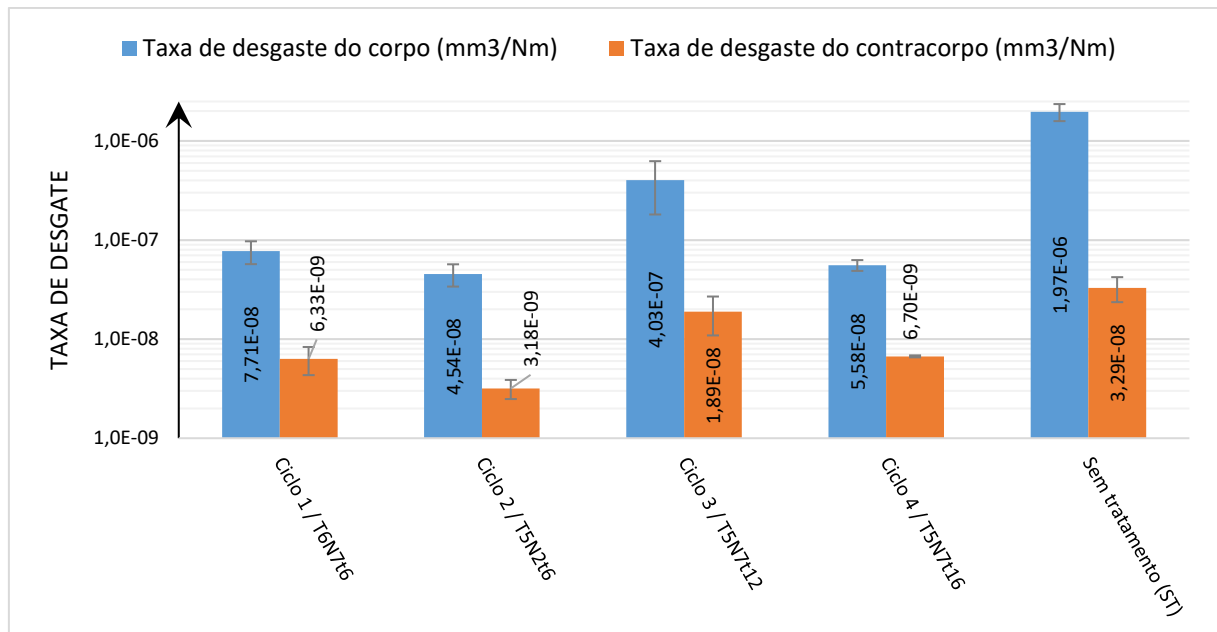


Fonte: Autor, 2025.

Como mencionado, o ciclo 3 apresentou o menor COF em média, porém considerando os desvios padrão, todos os processos de nitretação tiveram resultados estatisticamente similares. Contudo, comparando os ciclos de nitretação com a amostra sem tratamento, percebe-se que a nitretação leva a uma redução do COF de aproximadamente 12%. Esse percentual representa uma redução de dissipação de energia no contato tribológico, portanto está diretamente relacionado à eficiência energética do sistema onde está inserido. Esse resultado mostra a importância do tratamento de nitretação por plasma em componentes, mesmo que trabalhem sobre lubrificação, como no caso de engrenagens, mancais de deslizamento, bielas e outros.

Realizando a análise da taxa de desgaste das amostras e respectivos contracorpos (Figura 5.7), observa-se que o ciclo 2 promoveu uma menor taxa de desgaste em ambos ($4,54 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ e $3,18 \times 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ respectivamente). O ciclo 4 obteve resultado similar para a amostra ($5,58 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$), mas o contracorpo apresentou um desgaste mais elevado ($6,70 \times 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$). Os demais ciclos induziram um aumento na resistência ao desgaste do material em relação a amostra sem tratamento (ciclo 1 - $7,71 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ e ciclo 3 - $4,03 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$).

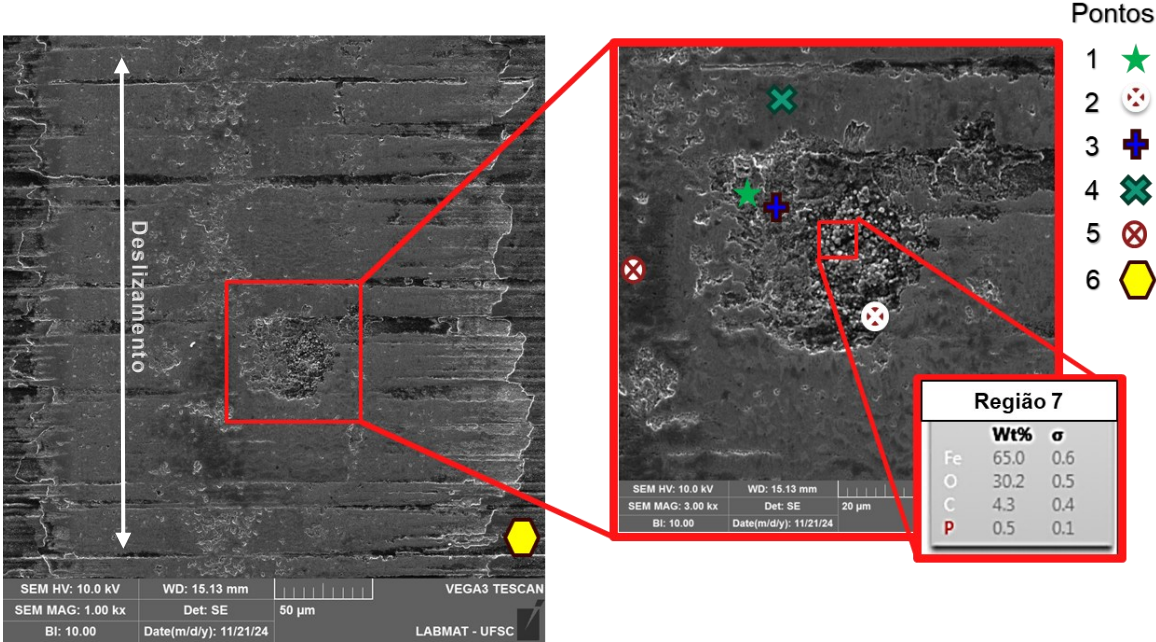
Figura 5.7 - Valores da taxa de desgaste dos corpos (amostras) e contracorpos dos ciclos de nitretação.



Fonte: Autor, 2025

As marcas de desgaste das amostras dos ciclos 2 e 4 foram analisadas via MEV e observou-se a presença de linhas transversais à direção de deslizamento cruzando a pista de desgaste, provenientes do processo de retificação, indicando que o desgaste não foi suficientemente severo para remover essas marcas (Figura 5.8 e Figura 5.9). Adicionalmente, na amostra do ciclo 4 na parte central das marcas de desgaste identificou-se uma região de arrancamento de material, uma espécie de “desplacamento” (destaque na Figura 5.8). A composição química fornecida pelo EDS da região 7 indica a presença de ferro, oxigênio, carbono e fósforo, ou seja, não foi detectado o nitrogênio, mostrando que se trata de um ponto de remoção da camada nitretada. Confirmado posteriormente pela análise em pontos próximos (pontos 1, 2 e 3) onde foi detectado o nitrogênio. O mesmo mecanismo não foi observado nas amostras do ciclo 2, como pode ser observado na Figura 5.9, que apresenta uma marca de desgaste lisa, sem a presença de mecanismos de desgaste mais severos.

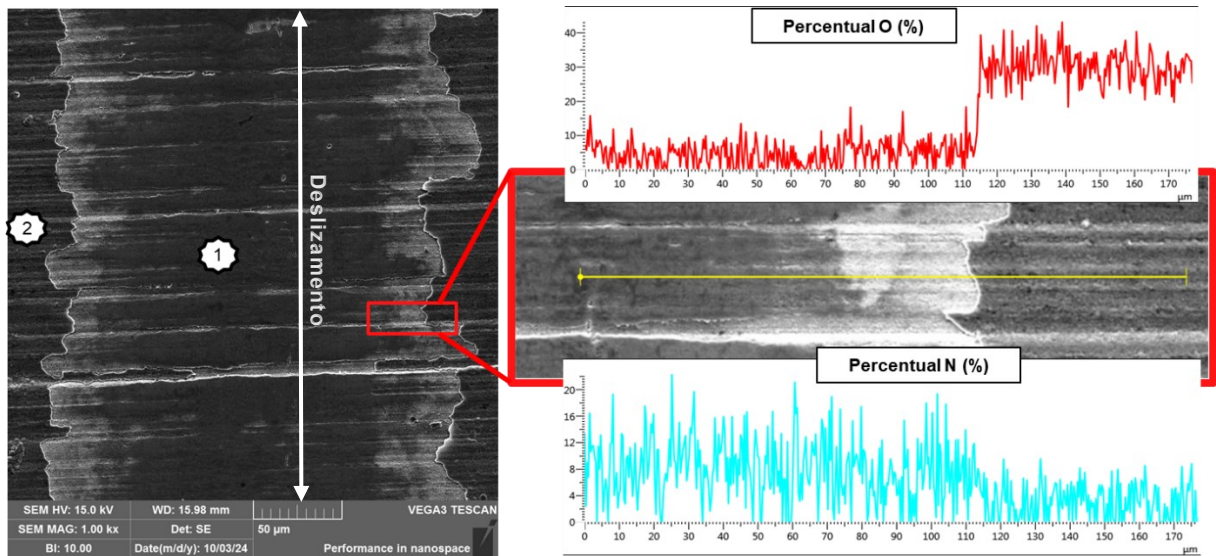
Figura 5.8 - Marca de desgaste analisada no MEV/EDS do ciclo 4 – T5N7t16.



Fonte: Autor, 2025.

A formação da camada de óxido devido à etapa de resfriamento ao ar das amostras após o processo de nitretação a plasma é confirmada pela composição química apontada por EDS do ponto 6, sendo esse local próximo, mas fora da região desgastada. Outros locais analisados dentro da marca de desgaste, como o ponto 4 da Figura 5.8 e o ponto 1 da Figura 5.9, que são regiões de desgaste suave, apresentaram alto percentual de ferro (86,4%) e nitrogênio (10,2%) indicando a presença da camada de compostos. Regiões como o ponto 5 da Figura 5.8, localizadas em regiões com uma tonalidade mais escura dentro da marca de desgaste, detectaram oxigênio, além do ferro (79,3%) e nitrogênio (8,2%), indicando uma região de transição entre a camada de óxido do processo de oxidação ao ar e a camada de compostos.

Figura 5.9 – Marca de desgaste analisada no MEV da amostra do ciclo 2 – T5N2t6.



Fonte: Autor, 2025.

Essa presença do oxigênio das marcas de desgaste é mais pronunciada na amostra do ciclo 2 em relação ao ciclo 4. A presença do oxigênio na marca de desgaste pode ser atribuída a camada remanescente de óxido formada após o processo de nitretação (durante o resfriamento), porém não pode-se descartar a possibilidade de formação durante o contato. O ponto 2 localizado fora da região de desgaste confirma a presença da camada de óxido antes do ensaio tribológico, assim como o perfil em vermelho da Figura 5.9, que mostra a maior concentração de oxigênio fora da marca de desgaste.

Com base nos resultados obtidos durante a etapa 1 do projeto, ficou claro que o ciclo 2 apresenta o melhor desempenho no que se refere à estabilidade dimensional e promoção de melhores propriedades tribológicas (COF e resistência ao desgaste) ao material base. Além disso, do ponto de vista industrial, o ciclo 2 é interessante, pois ocorre em baixa temperatura (520 °C) e com tempo de patamar curto (6 h). Portanto, foi o ciclo selecionado para seguir na etapa 2 do projeto de avaliação em escala.

5.2 DESENVOLVIMENTO EM ESCALA INDUSTRIAL (ETAPA 2)

Com a etapa 1 de otimização em laboratório concluída, selecionou-se o ciclo 2 – T2N2t6 para a avaliação de homogeneidade do processo em um reator de plasma no ambiente industrial da empresa Niit plasma modelo 9030. A seleção do ciclo 2 foi

baseada nos resultados mais promissores do ponto de vista microestrutural, de dureza e de desempenho tribológico.

5.2.1 Aplicação do Ciclo de Nitretação em Ambiente Industrial

Para o primeiro ciclo de nitretação em ambiente industrial utilizaram-se os mesmos parâmetros do ciclo 2 realizado em laboratório (Tabela 5.6). A disposição das amostras ao longo do volume útil do equipamento seguiu a descrição da Seção 4.2 (Figura 4.10)

Tabela 5.6 – Parâmetros do ciclo aplicados no processo de nitretação no reator industrial (IND1) .

Processo	T (°C)	%N ₂ /H ₂	t (h)	P (torr)	Tensão (V)	Ton (µs)
Ciclo IND1	520	25-75	6	1,5	500	120

Fonte: Autor, 2025.

A Tabela 5.7 apresenta os valores de microdureza de superfície e espessura da camada de compostos das amostras do ciclo IND1 e compara com os resultados obtidos no ciclo 2 da etapa 1.

Tabela 5.7 – Comparação da média geral da microdureza de superfície das amostras dos ciclos IND1 e ciclo 2 da etapa 1.

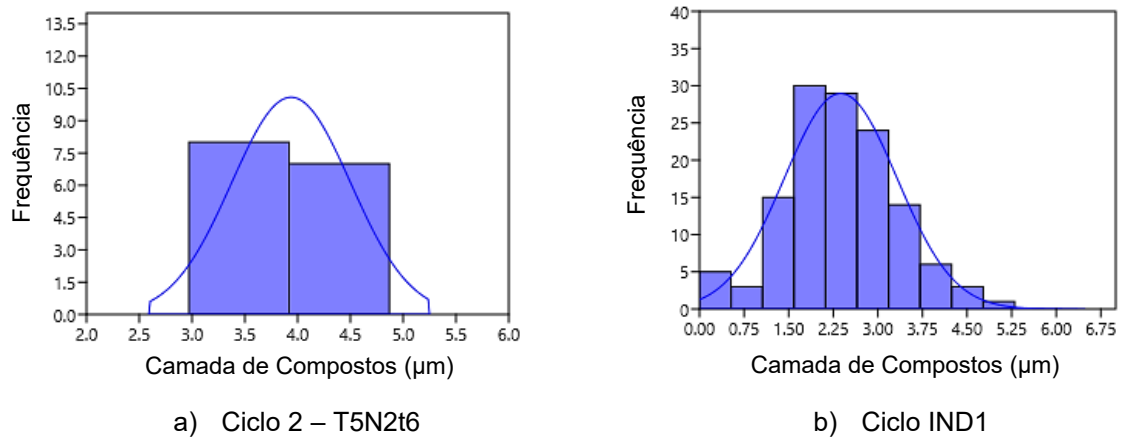
Ciclo	Microdureza de Superfície (HV _{0,3})	Desvio Padrão (HV _{0,3})	Espessura da Camada de Composto (µm)	Desvio Padrão (µm)
Ciclo L2 – T5N2t6	725	± 30	3,9	± 0,6
Ciclo IND1	693	± 21	2,4	± 0,9

Fonte: Autor, 2025.

É possível observar que, em média, a microdureza de superfície é ligeiramente menor no ambiente industrial, contudo, com menor variação do resultado. A espessura da camada branca segue a mesma tendência, ou seja, menor valor médio.

Para comparação estatística das distribuições de valores entre os ciclos, elaboraram-se os gráficos com as dispersões dos valores de espessura de camada de compostos, apresentados na Figura 5.10. A distribuição do processo IND1 apresenta uma curva de distribuição diferente da encontrada no ciclo 2 – T5N2t6, inclusive com valores próximos a zero, o que indica um processo instável.

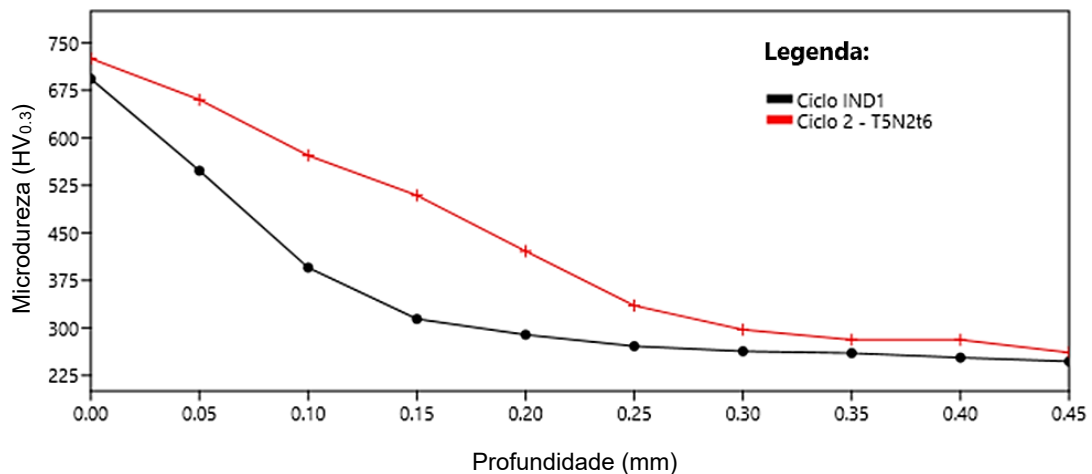
Figura 5.10 - Comparação das distribuições de valores de espessura de camada de compostos dos processos de nitretação a plasma.



Fonte: Autor, 2025.

Outra propriedade medida nas amostras do ciclo IND1 foi o perfil de microdureza e a profundidade de camada nitretada. A comparação entre os perfis de microdureza é apresentada na Figura 5.11, onde é possível notar diferença entre as curvas. A profundidade da camada é menor no ciclo IND1, sendo sua linha de corte próxima à profundidade de 0,15 mm, enquanto que para o ciclo 2 o valor é aproximadamente o dobro.

Figura 5.11 - Comparação do perfil médio de microdureza Vickers do ciclo IND1 de todas as amostras e ciclo 2 da etapa 1.



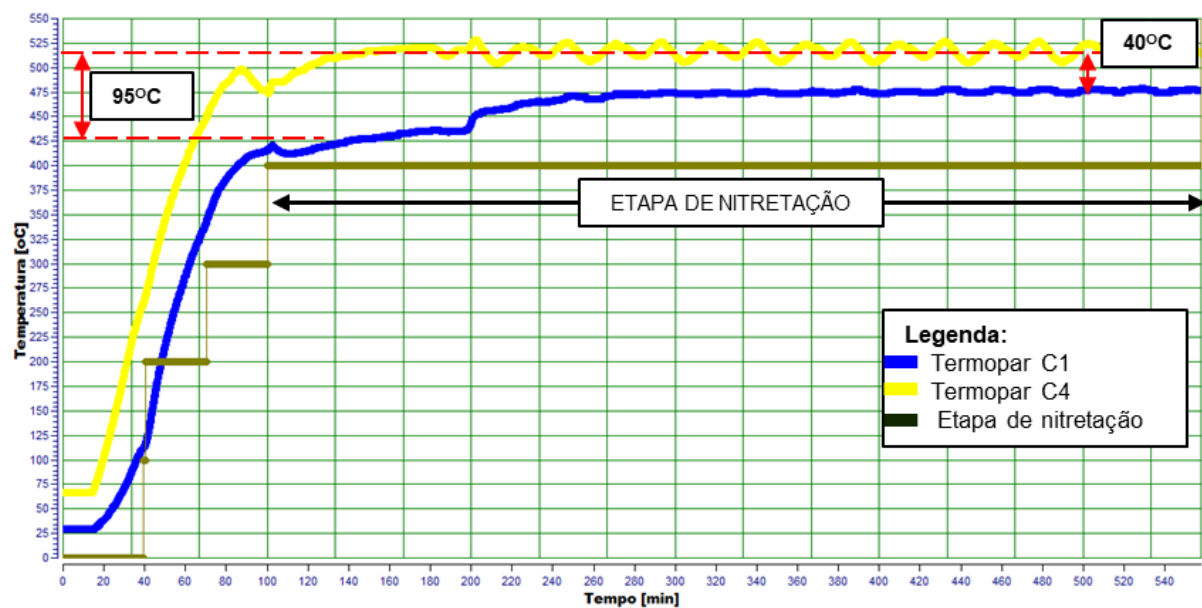
Fonte: Autor, 2025.

5.2.2 Discussão Sobre os Parâmetros de Processo

Ao analisar o gráfico de temperatura do ciclo IND1, apresentado na Figura 5.12, percebe-se que a temperatura na posição do termopar C1, no centro do plano

1, esteve em um patamar menor que na posição C4, no centro do plano 4, não atingindo a temperatura alvo de 520°C. Essa heterogeneidade de temperatura entre os planos do reator levaram a redução do potencial de nitretação nas amostras localizadas nos primeiros planos, contribuindo para redução da espessura média das camadas de compostos e zona de difusão em relação ao observado no ciclo 2 – T5N2t6 da etapa 1.

Figura 5.12 - Dados de temperatura do ciclo IND1. Curva azul posição central do plano 1 (C1) e curva amarela posição central do plano 4 (C4).



Fonte: Autor, 2025.

Alcançar a temperatura e estabilidade térmica no processo é fundamental para difusibilidade dos átomos de nitrogênio na estrutura cristalina do metal de base, ou seja, a temperatura do processo de nitretação influencia diretamente a espessura da camada de composto e na camada de difusão (LAMIM, 2016). O aumento da temperatura de processo favorece a elevação da densidade de formação de íons N_2^+ , o que justifica o aumento da camada nitretada.

Jeong e Kim (2001) e Kim *et al.* (2002) demonstraram que o aumento do tempo ligado do pulso da descarga de plasma promove um acréscimo na intensidade de emissão das espécies N_2^+ e N_2 . Além disso, esse aumento também resulta em maior *sputtering* do substrato e na elevação da densidade de potência.

Ao analisar os dados de acompanhamento do processo (Figura 5.12) e os resultados de microdureza de superfície, espessura da camada de compostos e perfil

de microdureza, fica evidente o efeito da heterogeneidade da temperatura. No intervalo do tempo 100 min até 200 min se observa uma diferença de aproximadamente 95°C entre os termopares C1 e C4. Além disso, a partir do tempo 240 min, a temperatura em C1 foi 40°C inferior a temperatura em C4 que estava na temperatura programada (520°C). Portanto, durante todo o período de patamar de nitretação, a região próxima ao termopar C1 esteve em uma condição menos favorável à nitretação das amostras. Estes resultados apontam que em uma escala maior de produção é fundamental mapear as diversas zonas do volume da câmara de tratamento. Em outras palavras, a transferência da solução do processo a plasma para escala industrial deve vir acompanhada de um estudo de homogeneidade térmica apurado, assim, é possível atuar no ajuste de parâmetros até que essa homogeneidade seja alcançada e os requisitos mínimos de camada nitretada sejam atingidos.

Nesse sentido, foi elaborado o ciclo IND2 no qual os parâmetros podem ser observados na Tabela 5.8 e comparados com os do ciclo IND1. Considerando a característica intrínseca da presença de gradientes ao longo do volume de tratamento, foram feitas alterações de forma a elevar o potencial de nitretação no reator:

- Aumento do percentual de nitrogênio na atmosfera de 25% para 35%.
- Aumento do tempo de patamar de nitretação de 6h para 8h.
- Aumento do tempo de pulso ligado da fonte de tensão de 120μs para 180μs.

Tabela 5.8 - Comparação dos parâmetros de processo dos ciclos IND1 e IND2 na etapa 2.

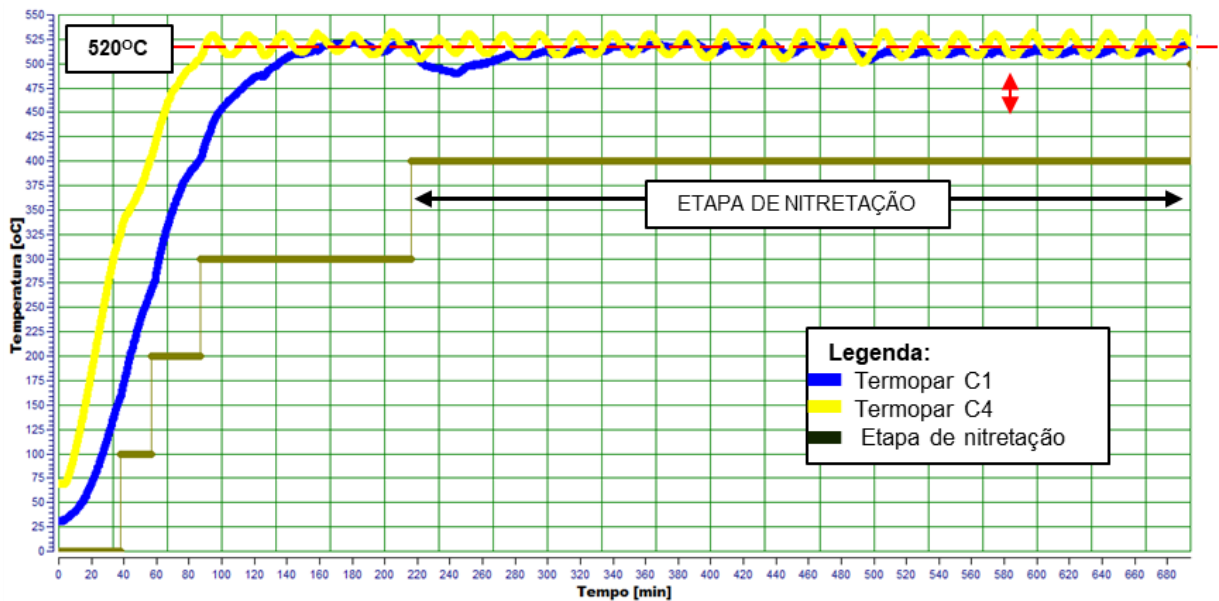
Ciclo	T (°C)	%N ₂ /H ₂	t (h)	P (torr)	DDP (V)	Ton (μs)
Ciclo IND1	520	25-75	6	1,5	500	120
Ciclo IND2	520	35-65	8	1,5	500	180

Fonte: Autor, 2025.

A elevação do percentual de nitrogênio na atmosfera e tempo de pulso ligado, aumentam a energia de plasma, auxiliando assim o sistema de aquecimento resistivo a alcançar e estabilizar à temperatura de patamar (520°C). O gráfico da Figura 5.13 mostra os dados de acompanhamento do ciclo IND2. As curvas de evolução da temperatura nas posições C1 e C4 apresentaram um comportamento semelhante, durante a etapa de patamar, com uma diferença mais pronunciada durante o aquecimento apenas. Portanto, com os novos parâmetros de processo, o sistema de

gerenciamento térmico do equipamento pôde atuar de forma eficaz no envio de potência as resistências elétricas proporcionalmente ao gradiente de temperatura detectado.

Figura 5.13 – Gráfico de temperatura do ciclo IND2. Curva azul posição central do plano 1 (C1) e curva amarela posição central do plano 4 (C4).



Fonte: Autor, 2025.

No ciclo IND2 foi adicionado um termopar de monitoramento na posição traseira do plano 1 (T1) permitindo avaliar a temperatura entre pontos no plano 1. Para avaliar a variação de temperatura entre planos, se posicionou mais um termopar de monitoramento na posição central do plano 5 (C5).

Parâmetros como taxa de aquecimento (Q_a), temperatura máxima (T_{max}) por posição de termopar, variação de temperatura no início da fase de patamar das posições ($\Delta T_{i_{xy}}$), variação de temperatura ao final da fase de patamar ($\Delta T_{f_{xy}}$), temperatura média (T_m), variação entre temperatura média da fase de patamar ($\Delta T_{m_{xy}}$), são importantes para avaliar a estabilidade térmica do processo. Esses parâmetros são apresentados na Tabela 5.9. Ela demonstra que não houve alteração significativa da taxa de aquecimento, porém a variação da temperatura média entre os pontos C1 e C4 foi reduzida consideravelmente no ciclo IND2. A posição T1 no ciclo IND2 inicia a fase de patamar com temperatura inferior a C1, mas alcança o valor rapidamente.

Tabela 5.9 - Valores médios de parâmetros térmicos medidos nos ciclos de nitretação da etapa 2 para cada posição no reator.

Características Térmicas	Posição de Medição no Reator					
	Ciclo IND1		Ciclo IND2			
	C1	C4	C1	T1	C4	C5
Q_a (°C/min)	4,5	5,9	4,5	4,4	5,4	5,3
T_{max} (°C)	478	528	521	523	533	525
T_m (°C)	474	516	516	518	519	520
Variações	C1-C4		C1-C4	C1-T1	C4-C5	T1-C5
$\Delta T_{i_{xy}}$ (°C)	62		+5	+18	-7	-20
$\Delta T_{f_{xy}}$ (°C)	38		-1	-5	-1	-4
$\Delta T_{m_{xy}}$ (°C)	-42		-3	-2	-1	-2

Fonte: Autor, 2025.

A variação das temperaturas médias das posições do ciclo IND2 é significativamente menor do que o valor medido entre C1 e C4 no ciclo IND1. Dessa forma, o ciclo IND2 apresenta menor variação térmica que no ciclo IND1, com alto potencial para replicar as características de camada nitretada obtidas no ciclo 2 – T5N2t6 da etapa 1 de laboratório.

5.2.3 Característica de Camada – Ciclo IND2

A Tabela 5.10 apresenta os valores de microdureza de superfície das amostras do ciclo IND2 e compara com os resultados obtidos no ciclo 2 da etapa 1, demonstrando que os valores são estatisticamente iguais.

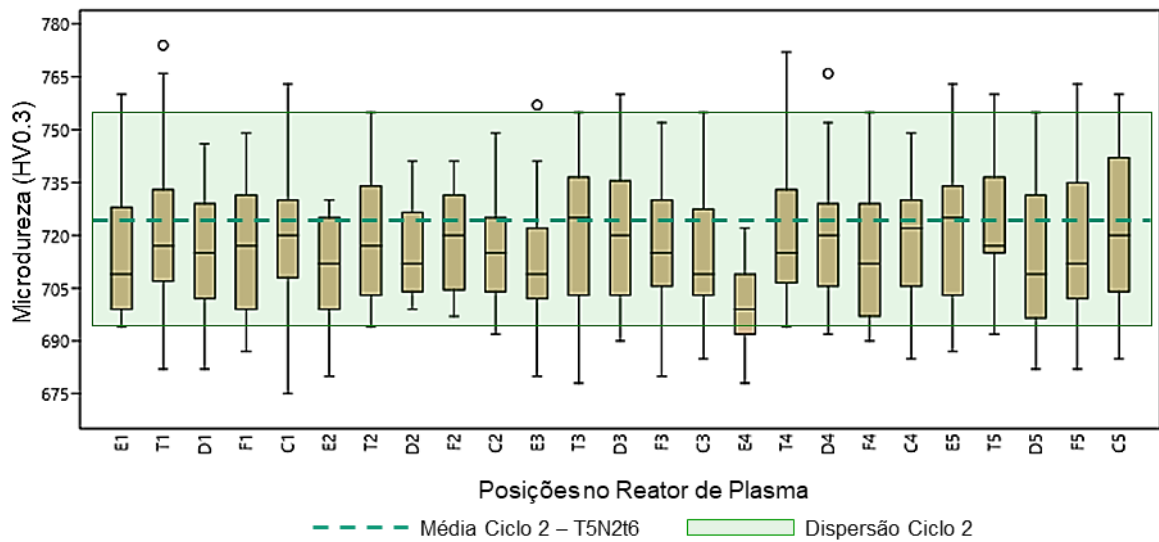
Tabela 5.10 - Microdureza de superfície das amostras do ciclo IND2 em relação ao ciclo 2 da etapa 1.

Ciclo	Microdureza de Superfície (HV _{0,3})	Desvio Padrão (HV _{0,3})
Ciclo 2 – T5N2t6	725	± 30
Ciclo IND2	716	± 18

Fonte: Autor, 2025.

A microdureza de superfície nas posições dentro do volume útil do reator indica uma boa estabilidade em média, apenas a posição E4 apresentou valores menores que a média do processo Ciclo 2 – T5N2t6, (Figura 5.14). Contudo, todas as posições apresentaram suas medianas e terceiro quartil dentro da região delimitada pela cor verde no gráfico, que consiste na região de dispersão (± 1 desvio padrão) dos dados do ciclo 2 – T5N2t6 da etapa 1, centrado na média do processo.

Figura 5.14 - Valores de microdureza de superfície do ciclo IND2 de nitretação a plasma, de acordo com a posição no reator.



Fonte: Autor, 2025.

Para auxiliar na comparação das posições foi utilizando métodos estatísticos, sendo primeiramente avaliado a distribuição dos dados por meio do teste de Shapiro-Wilk, encontrando que quatro posições apresentam dados de distribuição não normal, assim, o teste Kruskal-Wallis se torna mais indicado para a validação dos grupos. Aplicando o teste, encontra-se o valor de $p = 0,0793$ maior que 0,05, ou seja, não existe diferença estatística entre esses grupos de dados, concluindo que as variações presentes nas medições não apresentam flutuação significativa de acordo com a posição no reator.

As espessuras médias de camada de compostos obtidas nas amostras do ciclo IND2 são apresentadas na Tabela 5.11. O ciclo IND2 apresentou média igual ao alcançado no ciclo 2 da etapa 1.

Tabela 5.11 - Valores da espessura de camada de compostos do ciclo IND2 em comparação com o ciclo 2.

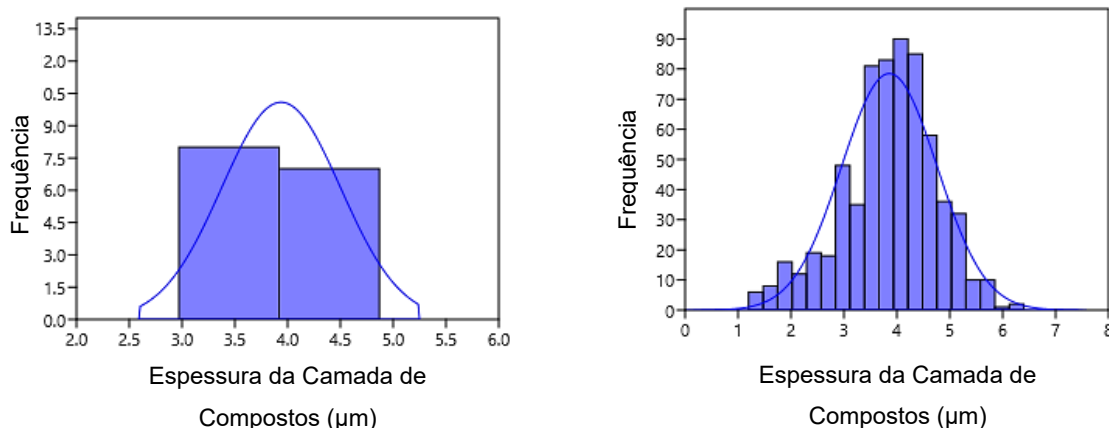
Ciclo	Espessura de Camada de Compostos (μm)	Desvio Padrão (μm)
Ciclo L2 – T5N2t6	3,9	$\pm 0,6$
Ciclo IND2	3,9	$\pm 0,9$

Fonte: Autor, 2015.

Para analisar a distribuição dos valores encontrados, foi elaborado o gráfico de histograma de frequência, conforme apresentado na Figura 5.15. Percebe-se que ambos os gráficos possuem distribuição centrada no mesmo valor médio.

Figura 5.15 - Distribuição de dados de espessura de camada de compostos, valores brutos medidos.

a) Ciclo 2 T5N2t6 – 15 pontos. b) Ciclo IND2 – 650 pontos.

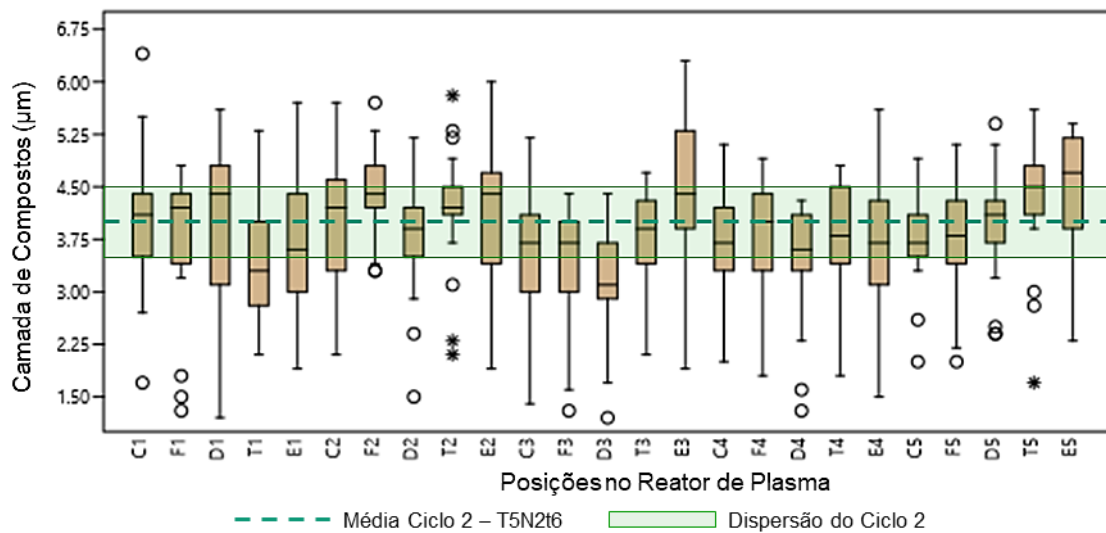


Fonte: Autor, 2025.

Ao avaliar a distribuição dos dados é notório que a distribuição da Figura 5.15 a) pode ser contida dentro da distribuição da Figura 5.15 b). A quantidade de medições é o principal fator que determina a representatividade de uma distribuição de medições, ou seja, quanto maior o número de dados coletados, melhor será a avaliação estatística desse fenômeno físico. Para as medições de espessura de camada de compostos realizaram-se testes estatísticos ANOVA e Kruskal-Wallis, com ambos confirmando a igualdade entre as duas distribuições de dados, ciclo 2 e IND2.

A avaliação da espessura de camada de compostos em relação as posições no ciclo IND2 foi feita através da análise do gráfico da Figura 5.16. Os pontos T1 e D3 apresentaram valores de mediana abaixo da região de dispersão do ciclo 2 – T5N2t6 da etapa 1 (região verde), enquanto que a posição E5 resultou em mediana acima dessa região. O ciclo IND2 apresenta maior variação de camada de compostos que comprado com o ciclo 2 – T5N2t6.

Figura 5.16 - Gráfico *boxplot* dos grupos de dados medidos de espessura de camada de compostos, ciclo IND2, conforme posições no reator de nitretação a plasma. Com pontos *outliers*.



Fonte: Autor, 2025.

A análise de normalidade Shapiro-Wilk mostrou que os dados de algumas posições não satisfazem o critério para distribuição normal, sendo realizado a análise estatística de Kruskal-Wallis. O teste válida a existência de diferença entre posições no reator de plasma. Para encontrar quais são diferentes entre si, realizou-se análise Dunn adequada para distribuições não normais. As principais conclusões resultantes são:

- As posições C1, F1, D1 e E1 são iguais estatisticamente e diferentes apenas de T1 no plano 1, logo T1 é a posição que formou a menor espessura de camada de compostos do plano 1.
- No plano 2, apenas as posições F2 e D2 apresentam diferença entre si.
- A posição E3 representa as maiores espessuras de camada de compostos e D3 os menores valores desse plano.
- O plano 4 não apresenta variação estatística entre suas posições.
- As posições T5 e E5 são posições com a formação de camada de compostos mais espessa no plano 5 e divergentes dos demais.
- Não existe diferença completa entre planos ou posições angulares.
- A posição que estatisticamente levou a menor espessura de camada de compostos é D3 e a posição estatisticamente oposta é a E5.

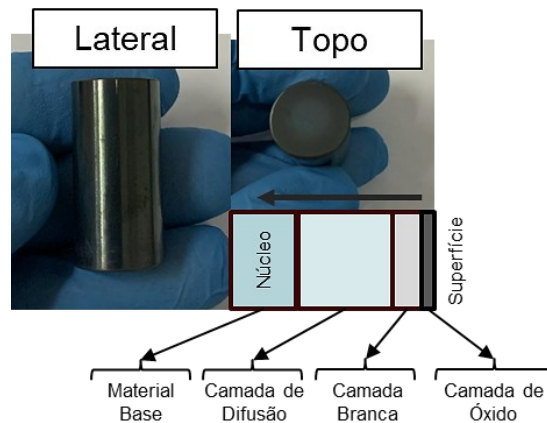
A diferença das média da espessura da camada de compostos nos principais pontos divergentes no ciclo IND2 (D3 e E5), resulta em 1,4 μm maior que o desvio padrão do ciclo de 0,9 μm .

O coeficiente de influência indicou que a posição no reator influenciou 13% na diferença da espessura da camada de compostos das amostras, ou seja, 87% é causada por outros fatores como variação de composição química do material, microestrutura, variação térmica, erros de medição, erros associados aos sensores do processo, fenômenos de plasma, geometria etc.

Binder (2020) estudou o processo de nitretação a plasma em cavidades cilíndricas de ferro puro sinterizado e encontrou uma variação da espessura da camada de compostos entre a borda e o centro dos olhais na ordem de $\pm 0,77 \mu\text{m}$. Outro autor realizou um estudo similar em ambiente industrial e observou uma variação de $\pm 0,8 \mu\text{m}$ para a espessura de camada de compostos (BINDER, 2006). Nesses casos as variações nestas ordem de grandezas atenderam os requisitos de projeto do componente.

Após o ciclos, as amostras apresentaram aspecto visual escurecido, semelhante a característica de oxidação negra e possível presença de camada de óxidos na superfície. A superfície da amostra ao final do processo de nitretação, é apresentado na Figura 5.17. A formação dessa camada na superfície é resultado da presença de oxigênio na câmara de tratamento, com as amostras ainda em alta temperatura, no momento final do processo onde é feito a “quebra” do vácuo. Esse processo é usual no meio industrial para reduzir o tempo de ocupação de máquina, visto que, dessa forma, não é necessário aguardar a carga resfriar sob condição de vácuo.

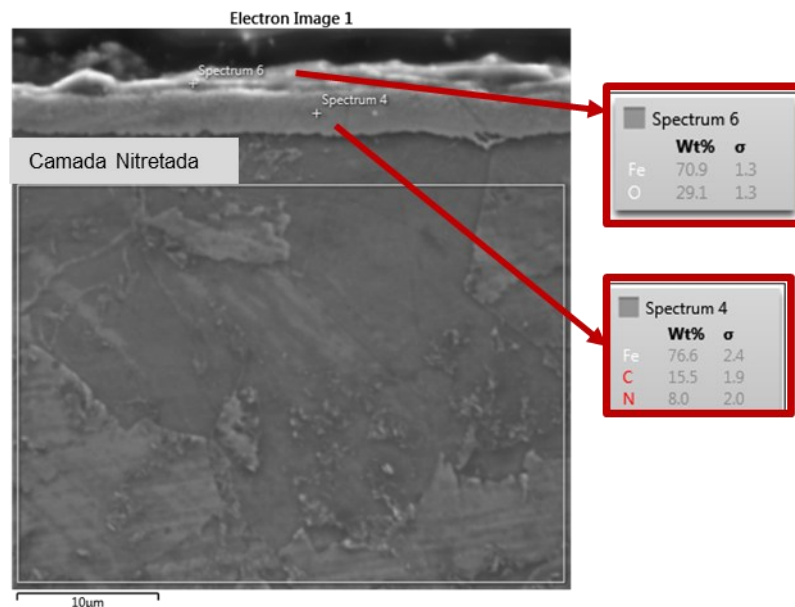
Figura 5.17 - Aspecto visual da amostra após processo de nitretação a plasma com quebra de vácuo ao final.



Fonte: Autor, 2025.

A análise de seção transversal da superfície de uma amostra feita por MEV/EDS, apresentada na Figura 5.18, mostra a fina camada de óxidos ($\sim 1,2 \mu\text{m}$) formados por Fe e O. Logo abaixo está a camada de compostos com a presença de nitrogênio (*Spectrum 4*).

Figura 5.18 - Imagem do MEV da camada nitretada e de oxido no ciclo IND2. Camadas formadas.

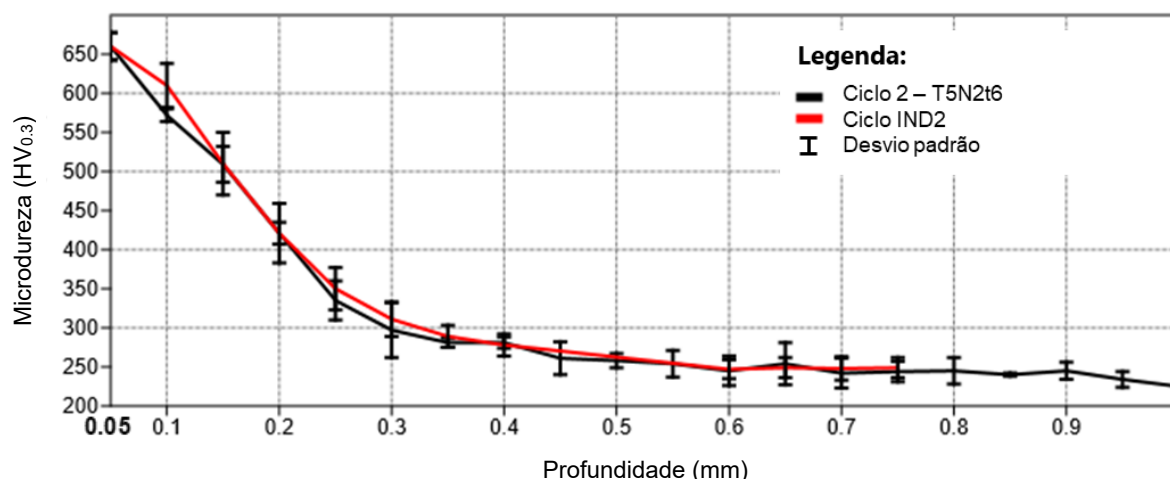


Fonte: Autor, 2025.

O perfil de microdureza Vickers das amostras do ciclo IND2 foi comparado com o perfil do ciclo 2 da etapa 1, como mostra a Figura 5.19. Os perfis médios dos dois ciclos são iguais estatisticamente devido a variação do desvio padrão amostral

em seus pontos de medição, evidenciando que o ciclo IND2 apresentou igualdade estatística com o ciclo 2 nesta propriedade.

Figura 5.19 - Perfil de microdureza Vickers do ciclo IND2 comparado com o ciclo 2.



Fonte: Autor, 2025.

No que se refere a profundidade da zona de difusão a partir dos resultados determinados pela aplicação do método NHT, percebe-se que os ciclos IND2 e ciclo 2 são muito semelhantes (Tabela 5.12). Nos dois casos a profundidade média ficou em 320 μm para o ciclo 2 e 330 μm para IND2, e o desvio padrão apresentou resultado similar entre os dois ciclos.

Tabela 5.12 - Profundidade de camada nitretada NHT dos ciclos IND2 e ciclo 2.

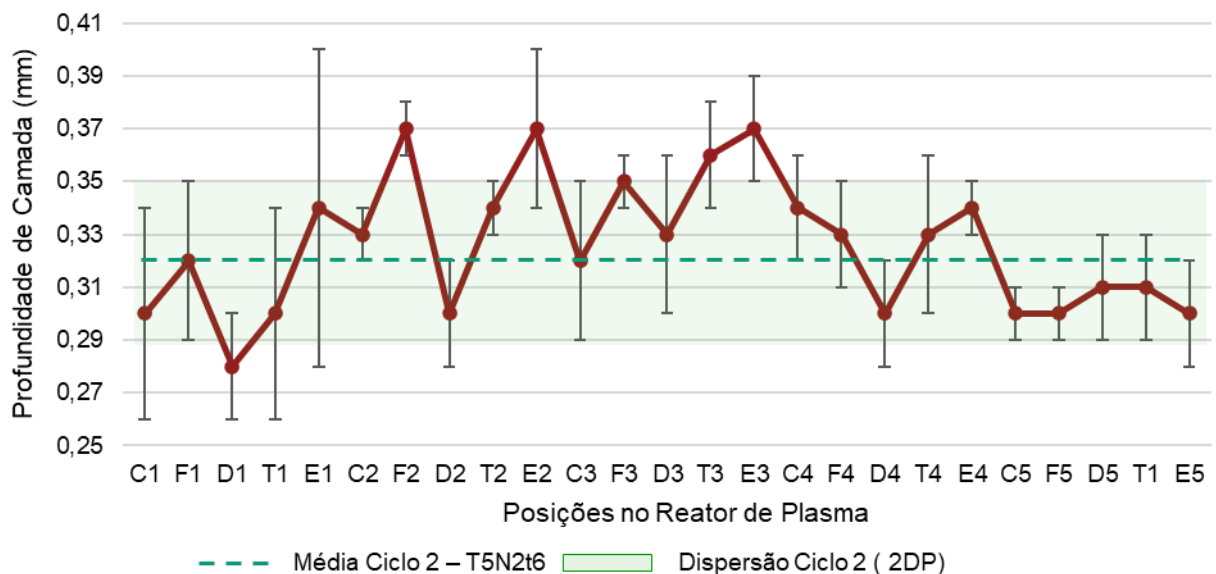
Ciclo	Profundidade NHT (mm)	Desvio Padrão (mm)
Ciclo 2 – T5N2t6	0,32	$\pm 0,03$
Ciclo IND2	0,33	$\pm 0,03$

Fonte: Autor, 2025.

O ciclo IND2 foi avaliado quanto a variabilidade da profundidade de camada de difusão nas posições no reator de plasma, baseando-se nas médias das profundidades de cada perfis de microdureza das amostra, conforme apresentado na Figura 5.20. A posição com camada de menor profundidade é D1, localizada no primeiro plano no lado direito do reator. Para essa posição foi alcançada uma profundidade de camada de $0,28 \pm 0,02$ mm. As posições com zona de difusão mais espessas foram F2 e E3, com $0,37 \pm 0,01$ e $0,37 \pm 0,02$ mm respectivamente. Nesses pontos os dados de profundidade de camada não atingiram a região de dispersão do

ciclo 2 da etapa 1, significando uma diferença estatística. Todos demais pontos apresentaram resultado (considerando o desvio padrão) dentro da região de dispersão, demonstrando similaridade aos resultados do ciclo 2 da etapa 1. Portanto, do ponto de vista microestrutural, de microdureza de superfície e de perfil de microdureza, a grande maioria dos resultados alcançados, com os ajustes de parâmetros do ciclo IND2, replicam os resultados do ciclo 2 da etapa de laboratório em todas as regiões mapeadas da câmara de tratamento. Isso indica que o desempenho tribológico das amostras tende a apresentar o mesmo comportamento daquelas do ciclo 2.

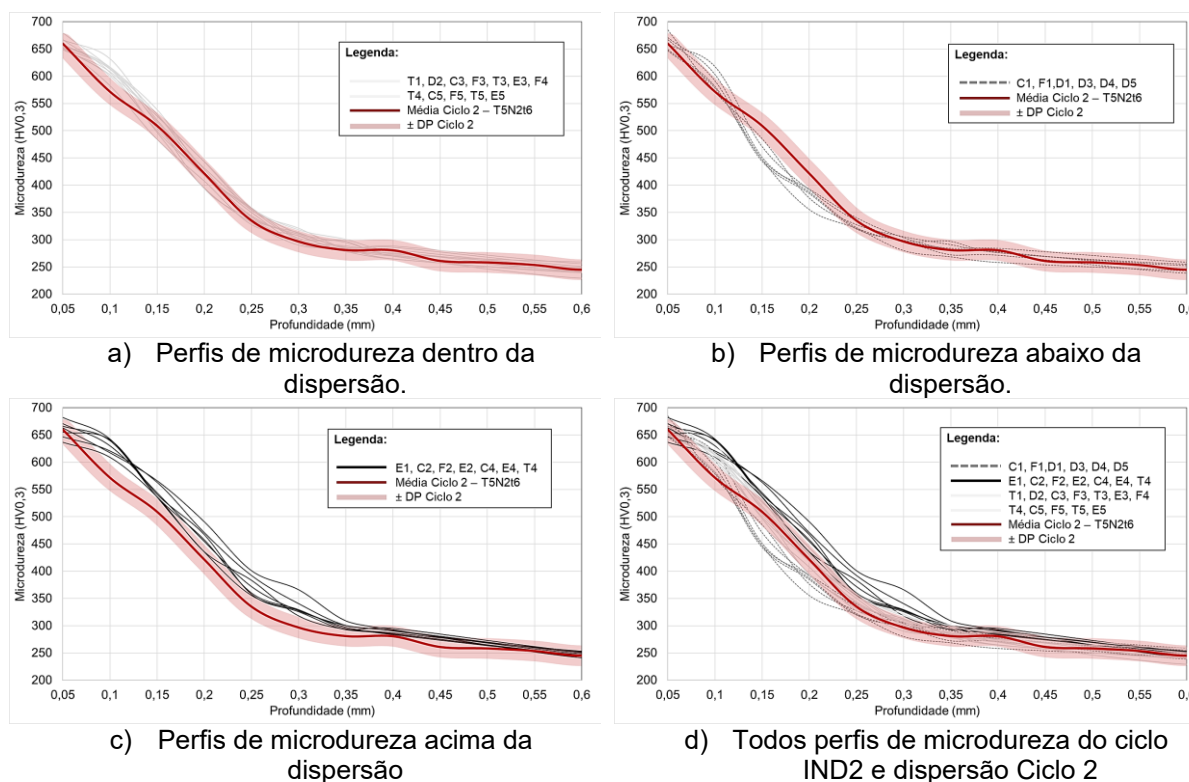
Figura 5.20 - Gráfico da profundidade de camada nitretada de acordo com a posição no reator de plasma no ciclo IND2. Desvio padrão amostral (DP).



Fonte: Autor, 2025.

O perfil de microdureza das amostras em relação posição no reator apresenta uma leve tendência de formar perfis com menores valores de microdureza nas posições do lado direito do reator e no plano 1 (C1, F1, D1, D3, D4 e D5), sendo o perfil na posição D1 o que apresentou os menores valores de microdureza ao longo do perfil. As posições E1, C2, F2, E2, C4, E4 e T4 apresentam perfis com microdureza mais elevada, acima da região de dispersão do ciclo 2 da etapa 1. O perfil da posição E2 foi o mais proeminente de todos eles entre a profundidade de 0,15 a 0,35mm. A Figura 5.21, mostra os perfis de microdureza encontrados no ciclo IND2, comparando com a média do ciclo 2 – T5N2t6 e sua dispersão (região vermelho claro).

Figura 5.21 - Perfis de microdureza do ciclo IND2 conforme posição no reator comparado com o perfil médio e desvio padrão do ciclo 2 – T5N2t6 da etapa 1.



Fonte: Autor, 2025.

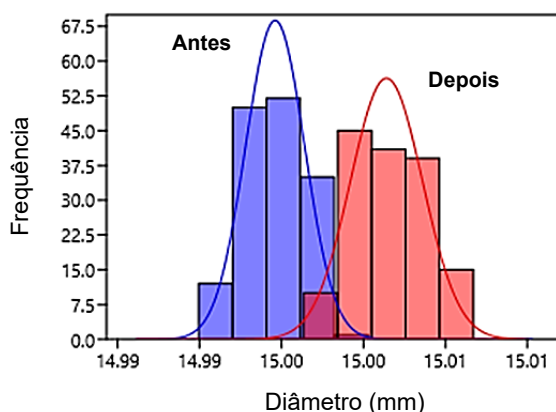
O gráfico da Figura 5.21 a) mostra os perfis das posições dentro do reator de plasma que tiveram comportamento muito semelhante ao encontrado no ciclo 2 da etapa. Enquanto que na Figura 5.21 b) é apresentado os perfis que se deslocaram fora da região de dispersão (região vermelha claro) com valores de microdureza menores entre as profundidades de 0,15 a 0,20mm. As posições que alcançaram perfis de microdureza com valores maiores são apresentados na Figura 5.21 c). É possível perceber que na profundidade de 0,1mm o ciclo IND2 apresenta valores de microdureza maiores que o encontrado no ciclo 2 – T5N2t6 na maioria das posições no equipamento, mostrando também que o perfil de microdureza do ciclo selecionado na etapa está contido dentro da variação do ciclo industrial (ver Figura 5.21 d).

Essas características mostram que o perfil de microdureza é sensível a variação térmica, pois nas demais propriedades da camada não foram identificadas tendências como as descritas no parágrafo anterior.

5.2.4 Avaliação Dimensional – Ciclo IND2

O ciclo IND2 foi avaliado quanto a sua estabilidade dimensional das amostras e posições no reator, para isso realizou-se a análise de todos os diâmetros antes e depois do tratamento, sendo os dados apresentados no histograma de frequência da Figura 5.22. O histograma mostra claramente que o processo de nitretação alterou a distribuição dos diâmetros das amostras, deslocando a curva para a direita e reduzindo a altura do pico, proporcionando um efeito de alargamento, ou seja, os diâmetros das amostras processadas no ciclo IND2 tiveram maior dispersão em relação à média. A média do ciclo IND2 foi de $6,8 \pm 1,2 \mu\text{m}$ muito semelhante à média do ciclo 2 – T5N2t6 da etapa 1 ($7,4 \pm 0,6 \mu\text{m}$).

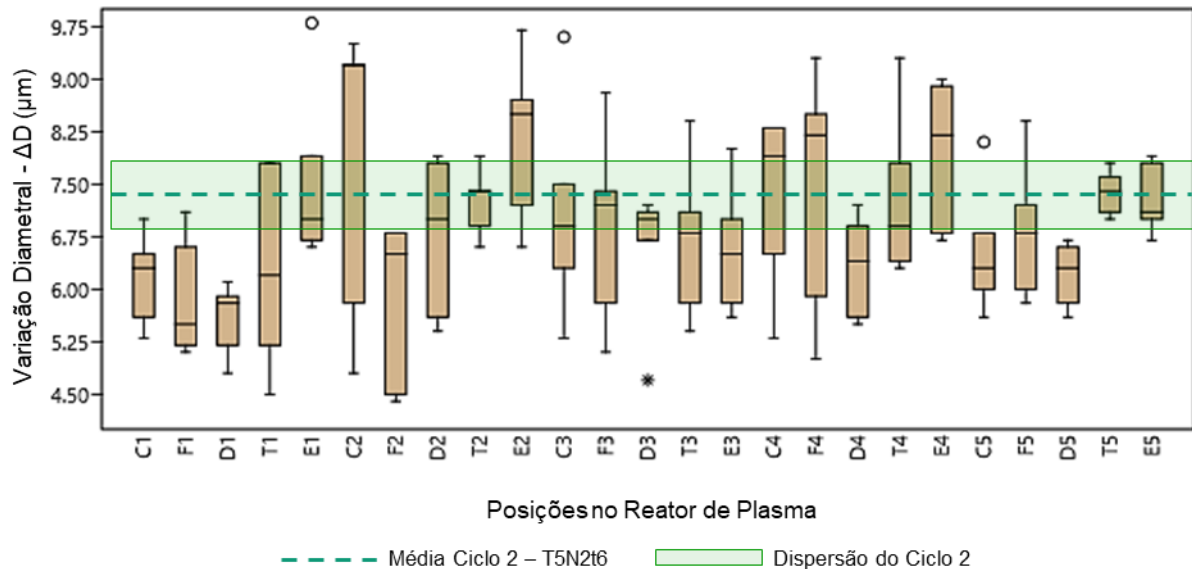
Figura 5.22 - Diâmetros das amostras antes e depois do ciclo IND2.



Fonte: Autor, 2025.

Para compreender melhor a variação de diâmetros encontrada no ciclo IND2, estudou-se o comportamento individual de deformação de cada amostra distribuída no reator, os resultados estão compilados na Figura 5.23. O teste Kruskal-Wallis aponta para a existência de diferença entre os valores de variação dimensional de acordo com as posições no reator, com influência de 18,3% no resultado final.

Figura 5.23 - Distribuição da variação diametral das amostras após o ciclo de nitretação a plasma IND2, conforme posição no reator.



Fonte: Autor, 2025.

Os principais resultados do teste Dunn das variações dimensionais do ciclo IND2 são:

- As posições C1, F1, D1 e T1 possuem variação dimensional diferente estatisticamente da posição E1 no plano 1.
- No plano 2, as posições F2 e D2 são diferentes de E2 e T2 é diferente de F2 apenas.
- No plano 3, todas as posições são iguais estatisticamente.
- No plano 4, apenas E4 e D4 são distintos.
- A posição D5 é divergente das posições T5 e E5, no plano 5.
- Entre planos as posições E2, E4, e T5 são diferentes das posições C1, F1, D1 e T1 do primeiro plano.
- E2 e D1 apresentam diferença estatística, sendo os valores extremos de média. E2 representa os maiores valores de variação, enquanto D1 os menores.
- Não existe uma tendência de diferença total entre planos ou posições radiais.
- Os planos 3, 4 e 5 não apresentaram diferenças significativas entre si.

No estudo de Binder (2006), realizado com reator em escala similar ao utilizado na etapa 2 deste trabalho, o autor identificou variações dimensionais da ordem de 7 a -2 μm no diâmetro interno de olhais de bielas de compressor hermético para refrigeração. Esses valores são similares aos encontrados neste trabalho (Figura 5.23).

As tolerâncias dimensionais têm a função de limitar as variações geométricas admissíveis em componentes mecânicos, assegurando a intercambiabilidade e o correto funcionamento dos conjuntos. O sistema de tolerâncias definido pela ISO 286-1 estabelece os chamados *International Tolerance grades (IT)*, nos quais valores menores de IT correspondem a tolerâncias mais estreitas e, conseqüentemente, maior precisão dimensional (ISO 286-1, 2010). Dentre esses graus, o IT6 é classificado como uma tolerância estreita, sendo tipicamente empregado em componentes mecânicos de precisão, como eixos, árvores de transmissão e engrenagens, nos quais o controle dimensional rigoroso é essencial para garantir ajustes adequados, alinhamento e desempenho em serviço (ISO 286-2, 2010; APEXRAPID, 2023).

Para dimensões nominais na faixa de 10 a 18 mm, como no caso de um eixo de 15 mm de diâmetro, a tolerância total associada ao grau IT6 situa-se na ordem de dezenas de micrômetros, o que caracteriza esse grau como significativamente mais restritivo quando comparado a classes mais usuais de fabricação geral, como IT8 ou IT9 (ISO 286-2, 2010). Estudos e aplicações industriais indicam que tolerâncias IT6 são comumente especificadas em eixos de engrenagens e componentes rotativos de precisão, especialmente em conjuntos de transmissão mecânica onde ajustes controlados são necessários para reduzir vibrações, desgaste e falhas prematuras (SHIGLEY et al., 2015).

Nesse contexto, a variação dimensional média do cilco IND2 de $6,8 \pm 1,2 \mu\text{m}$ observada nas amostras de 15 mm de diâmetro após o tratamento de nitretação é bem abaixo dos limites associados à tolerância IT6, evidenciando que o processo apresenta excelente estabilidade dimensional. Tal resultado indica que a nitretação não compromete os requisitos geométricos exigidos para aplicações em eixos e engrenagens de precisão, sendo plenamente compatível com especificações industriais rigorosas (ISO 286-2, 2010; SHIGLEY et al., 2015).

6 CONCLUSÕES

A partir dos resultados, as principais conclusões tomadas foram as seguintes:

- A camada de nitretação a plasma formada no ciclo 2 – T5N2t6 da etapa 1, quando comparado com os demais ciclos, alcançou os melhores resultado de taxa de desgaste e coeficiente de atrito no ensaio tribologico realizado, sendo adequado sua aplicação para no aço SAE8620.
- Todos os ciclos de nitretação a plasma realizado na etapa 1 reduziram o coeficiente de atrito de 0,15 para 0,13 em relação ao material sem tratamento, redução de 12%.
- O ciclo IND1 não alcançou propriedades de camadas nas amostras similares ao ciclo 2 da etapa 1, com valores de espessura de camada de compostos e profundidade da zona de difusão abaixo do medido no ciclo de referência selecionado na primeira etapa (ciclo 2).
- A transferência de parâmetros de tratamento da escala de laboratório para escala industrial não pode ser feita de forma direta. É preciso ajustes dos parâmetros de composição de atmosfera, Ton e tempo de processo, devido a fatores construtivos do equipamento.
- As características das amostras tratadas no ciclo IND2 são estatisticamente iguais às do ciclo 2 da etapa 1, portanto, têm enorme possibilidade de apresentar desempenho tribológico similares.
- A máxima variação diametral das amostras foi de aproximadamente $8,3\mu\text{m}$ no ciclo IND2, sendo compatível com muitas aplicações industriais

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Mapear a homogeneidade térmica no reator de nitretação a plasma conforme montagem de carga.
- Avaliar a variação das propriedades da camada nitretada a plasma conforme geometria das peças.
- Estudar o desempenho tribológico da camada do ciclo IND2 em relação a outros mecanismos de desgaste (abrasão, fadiga de contato).
- Estudar a escalabilidade da nitretação a plasma em relação as tensões residual dos componentes tratados.

REFERÊNCIAS

- AIAG – Automotive Industry Action Group. *CQI-9: Special Process – Heat Treat System Assessment*. 4th ed. Southfield, Michigan: AIAG, 2020.
- AIZAWA, T.; SUGA, H.; YAMAGUCHI, T. Plasma-nitriding assisted micro-texturing into stainless steel molds. *MATEC Web of Conferences*, v. 21, p. 09002, 2015.
- ALVES, Clodomiro. *Nitretação a Plasma – Fundamentos e Aplicações*. Editora UFRN, 2001.
- APEXRAPID. Standard tolerances in manufacturing: ISO 2768, ISO 286 and GD&T. Disponível em: <<https://apexrapid.com/standard-tolerances-in-manufacturing-iso-2768-iso-286-and-gdt/>>. Acesso em: 20 jan. 2026.
- BINDER, Cristiano. *Avaliação do desempenho de componentes de ferro sinterizado nitretados por plasma em reator de escala industrial*. 2006. 170 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/89128>. Acesso em: 16 maio 2025.
- BINDER, Roberto. *Desenvolvimento de um novo processo de nitretação por plasma para aumento de produtividade e confiabilidade tribológica de componentes sinterizados: escalonamento do laboratório à aplicação industrial*. 2020. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2020.
- CALICCHIO, Leonardo. Efeito do 'shot peening' sobre a nitretação de peças de ferro produzidas por metalurgia do pó. 2009. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear - Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009. doi:10.11606/D.85.2009.tde-22092011-101543. Acesso em: 2026-01-20.
- CALLISTER, William D.; RETHWISCH, David G. *Fundamentos da ciência e engenharia dos materiais*. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2021.
- CHAPMAN, B. *Glow Discharge Processes Sputtering and Plasma Etching*. New York: Wiley-Interscience, 1980.
- CHIAVERINI, V. *Aços e ferros fundidos*. 5. ed. São Paulo: ABM, 1984.
- ÇOMAKLI, O.; YETIM, A. F.; KARACA, B.; ÇELIK, A. Effect of gas mixture on tribological performance of plasma nitrided grey cast iron under dry and lubricated conditions. *Materials Research Express*, 6(5): 1–11, 2019.
- D'AGOSTINO, Ralph B.; STEPHENS, Michael A. *Goodness-of-fit techniques*. New York: M. Dekker, 1986.

DALCIN, R. L. Influência da Nitretação A Plasma Sobre A Resistência Ao Desgaste De Engrenagens Forjadas Em Aço Em Bainítico De Resfriamento Contínuo de Baixo Carbono. 2021. Tese (Doutorado) – Engenharia de Minas, Metalúgia e de Materiais (PPGE3M), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2021.

DALCIN, R. L.; OLIVEIRA, L. F.; DIEHL, C. A. T. S.; ROCHA, A. S. Response of a DIN 18MnCrSiMo6-4 continuous cooling bainitic steel to different plasma nitriding gas mixtures. *Materials Research*, 23(5): e20200269, 2020.

DÍAZ-GUILLÉN, M. R.; KHAN, M. A.; IQBAL, J.; MTZ-ENRIQUEZ, A. I. Duplex plasma treatment of AISI D2 tool steel by combining plasma nitriding (with and without white layer) and post-oxidation. *Surface & Coatings Technology*, 385: 125420, 2020.

DIFERRO AÇOS ESPECIAIS. *Aços para cementação – SAE 8620*. Caxias do Sul: Diferro, [2025]. Disponível em: <https://www.diferro.com.br/produtos/acos-para-construcao-mecanica/cementacao/acos-para-cementacao.html>. Acesso em: 18 abr. 2025.

DIN 50190. Härtetiefe wärmebehandelter Tiele: Ermittlung der Nitrierhärtetiefe. Teil 3. Berlin: Deutsches Institut für Normung, 1979.

DUNN, Olive Jean. Multiple comparisons using rank sums. *Technometrics*, Washington, v. 6, n. 3, p. 241–252, 1964.

FERREIRA, Gustavo Emiliano Falcão. *Avaliação da resistência à fadiga térmica do aço SAE H13 nitretado pelos processos gasoso e por plasma*. 2001. 97 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.

GODZSAK, M.; PEKKER, P.; CORA, I.; VERES, Z. Investigation of the intermediate layers formed by austenitic nitrocarburising. *International Journal of Microstructure and Materials Properties*, v. 11, p. 34–47, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1504/IJMMP.2016.078038>. Acesso em: 23 maio 2025.

HAMMER, Ø.; HARPER, D. A. T.; RYAN, P. D. *PAST: Paleontological Statistics software package for education and data analysis*. *Palaeontologia Electronica*, v. 4, n. 1, 9 p., 2001.

HORST, B.; SEEWIG, J. Surface statistics and probability density function. In: BHUSHAN, B. (ed.). *Encyclopedia of Tribology*. Boston, MA: Springer, 2013. p. 3464–3472

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *ISO 4288:1996 – Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile method – Rules and procedures for the assessment of surface texture*. Geneva: ISO, 1996.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *ISO 6507-2:2018 – Metallic materials — Vickers hardness test — Part 2: Verification and calibration of testing machines*. Geneva: ISO, 2018.

ISO 286-1: Geometrical product specifications (GPS) — ISO code system for tolerances on linear sizes — Part 1: Basis of tolerances, deviations and fits. Geneva: International Organization for Standardization, 2010a.

ISO 286-2: Geometrical product specifications (GPS) — ISO code system for tolerances on linear sizes — Part 2: Tables of standard tolerance classes and limit deviations for holes and shafts. Geneva: International Organization for Standardization, 2010b.

JACK, D.H.; JACK, K.H. Carbides and Nitrides in Steel. Materials Science and Engineering, vol 11, 1973.

JACOBS, H.; RECHENBACH, D.; ZACHWIEJA, U. Structure determination of Fe₄N and Fe₃N. Journal of Alloys and Compounds, v. 227, p. 10–17, 1995.

JEONG, B.; KIM, M. Effects of the process parameters on the layer formation behavior of plasma nitrided steels. Surface and Coatings Technology, v. 141, p. 182–186, 2001.
JONES, C. K.; MARTIN, S. W.; STRUGES, D. J.; HUDIS, M. *Ion nitriding*. Heat Treatment, p. 71–79, 1975. London: The Metal Society.

KIM, Y. M.; KIM, J. U.; HAN, J. G. Investigation on the pulsed DC plasma nitriding with optical emission spectroscopy. Surface and Coatings Technology, v. 152, p. 227–232, 2002.

KOVACI, H.; YETIM, A. F.; BARAN, O.; ÇELIK, A. Fatigue crack growth analysis of plasma nitrided AISI 4140 low-alloy steel: Part 1—constant amplitude loading. *Materials Science and Engineering*, v. 672, p. 257–264, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.002>. Acesso em: 23 maio 2025.

KRUSKAL, William H.; WALLIS, W. Allen. Use of ranks in one-criterion variance analysis. *Journal of the American Statistical Association*, [S.l.], v. 47, n. 260, p. 583–621, 1952.

LAMIM, T. S. et al. Plasma nitrided compound layers in sintered parts: Microstructures and wear mechanisms, *Wear*, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.wear.2021.203810>. Acesso em: 26 julho 2023.

LAMIM, Thiago de Souza. *Cementação e nitretação-cementação a plasma em baixa temperatura em ferro puro sinterizado*. 2016. 144 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2016.

LAMPE, T.; EISENBERG, S.; LAUDIEN, G. Coumpound layer formation during plasma nitriding and plasma nitrocarburizing. *Surface Engineering*, v. 9, n. 1, p. 69–76, 1993.

LAMPMAN, S. Introduction to surface hardening of steels. In: *Metals Handbook – ASM International*. Heat treating. v. 4. Utah: International Library Service, 1991. p. 259-267.

MALISKA, A.M., OLIVEIRA, A.M., KLEIN, A.N., MUZART, J.L.R., Surface porosity sealing effect of plasma nitrocarburizing on sintered unalloyed iron, *Surface and Coatings Technology*, n.141, p. 128-134, 2001.

MALISKA, A.M., PAVANATI, H.C., A.M., KLEIN, A.N., MUZART, J.L.R., The influence of ion energy bombardment on the surface porosity of plasma sintered iron, *Materials Science and Engineering*, n. A352, p. 273-278, 2003.

MITTEMEIJER, E. J. Fundamentals of Nitriding and Nitrocarburizing. In: DOSSET, J.; TOTTEN, G. E. (Eds.). *ASM Handbook*,. Stuttgart: ASM International, 2013. v. 4.

PONTES, Antonio Carlos Fonseca. Obtenção dos níveis de significância para os testes de Kruskal-Wallis, Friedman e comparações múltiplas não-paramétricas. 2000. 84 f. Dissertação (Mestrado em Estatística e Experimentação Agrônômica) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2000. Disponível em: <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11134/tde-15032002-093020/>. Acesso em: 14 maio 2025.

REIS, T. M.; DOTTA, A. L. B.; FARIAS, M. C. M.; GASPARIN, A. L. Avaliação tribológica do tratamento duplex de nitretação a plasma/oxidação aplicado ao sistema de extração de moldes de injeção. *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, v. 17, n. 4, p. e2119, 2020.

ROLINSKI, E.; LUDEMAN, J.; McCANN, J.; POPOVSKI, V.; WOODS, M. *Nitriding mechanisms of ferrous powder metal products in gas, salt and plasma methods*. Waterloo, IA: Advanced Heat Treat Corp., 2005. Disponível em: <https://www.ahtcorp.com/webres/File/074%20Rolinski.pdf>. Acesso em: 20 jan. 2026.

SAE INTERNATIONAL. Chemical Compositions of SAE Alloy Steels. SAE J404:2014. Warrendale: SAE International, 2014.

SALVARO, Diego Berti. *Desempenho tribológico de compósitos autolubrificantes em regime de lubrificação mista*. 2020. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2020. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/219213>. Acesso em: 15 maio 2025.

SHIGLEY, J. E.; MISCHKE, C. R.; BUDYNAS, R. G. *Mechanical engineering design*. 10. ed. New York: McGraw-Hill, 2015.

SILVA, D. C.; OLIVEIRA, C. T. de; SILVA, A. L. da; MEI, P. R. Estudo do comportamento ao desgaste abrasivo de microescala da cementação e nitretação iônica a plasma do aço P20. *Materials Research*, São Carlos, v. 19, n. 3, p. 627–633, maio/jun. 2016. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/mr/a/6m3dTTzH38VzWRQrhs5tqCw>. Acesso em: 15 maio 2025.

SKONIESKI, Adão Felipe Oliveira. *Influência da mistura gasosa nos processos de nitretação e nitrocarbonetação a plasma do aço AISI 4140*. 2008. 109 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Porto Alegre, 2008. Disponível em: <http://hdl.handle.net/10183/14369>. Acesso em: 19 maio 2025.

SOARES, José Francisco. *Introdução à estatística médica*. Belo Horizonte, MG: Coopmed, 2002.

SOUZA, M. C. L.; DA SILVA, G. R.; SOUZA, E. S.; PINTO, W. C. L.; TAPANES, N. C. O. Estudo da nitretação iônica a plasma do aço AISI H13. *Revista de Engenharia Térmica*, v. 19, n. 2, 2020.

THODE, Harry C. *Testing for normality*. New York: Marcel Dekker, 2002.

TOMCZAK, Maciej; TOMCZAK, Ewa. The need to report effect size estimates revisited: an overview of some recommended measures of effect size. *Trends in Sport Sciences*, v. 21, n. 1, p. 19–25, 2014. Disponível em: https://www.wbc.poznan.pl/Content/325867/5_Trends_Vol21_2014_%20no1_20.pdf. Acesso em: 1 maio 2025.

TORMAN, Vanessa Bielefeldt Leotti. *Normalidade de variáveis: métodos de verificação e comparação de alguns testes não-paramétricos por simulação*. 2012. 112 f. Dissertação (Mestrado em Estatística) – Instituto de Matemática, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/158102>. Acesso em: 14 maio 2025.

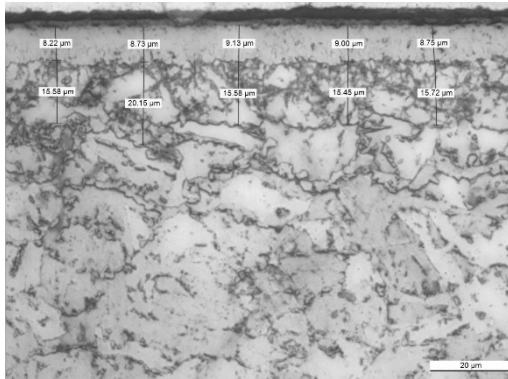
UNI LUBRIFICANTES. Multigerol: boletim técnico. Curitiba, 2024. Disponível em: <https://www.unilubrificantes.com.br/uploads/products-files/2024/01/multigerol-boletim-tecnico-1705091747.pdf>. Acesso em: 25 ago. 2025.

WINTER, K.; GmbH, P.; Controls, P. Gas nitriding and gas nitrocarburizing of steels. In: *ASM Handbook: Steel Heat Treating Fundamentals and Processes*. 2013. p. 647–679. Disponível em: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v04a.a0005806>. Acesso em: 23 maio 2025.

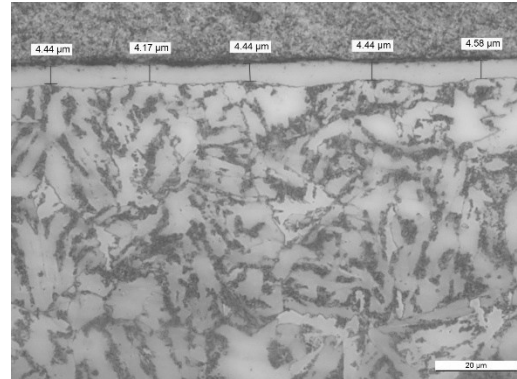
WRIEDT, H. A.; GOKCEN, N. A.; NAFZIGER, R. H. The Fe-N (iron-nitrogen) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, v. 8, p. 123–124, 1987.

8 ANEXO A – IMAGENS EXTRAS DE MICROESTRUTURAS

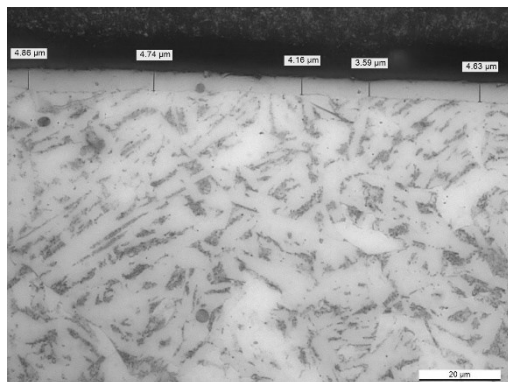
Figura 8.1 – Imagens da seção transversal das camadas nitretadas por microscopia óptica.



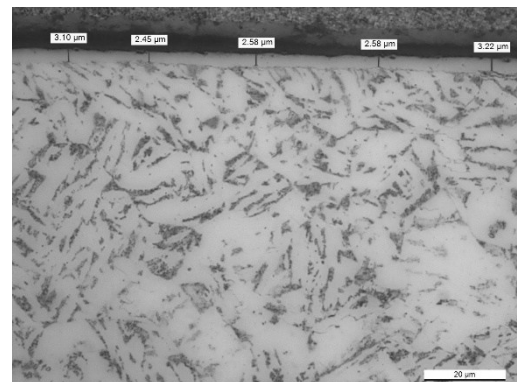
a) Ciclo 1 - T6N7t6 - 1000x



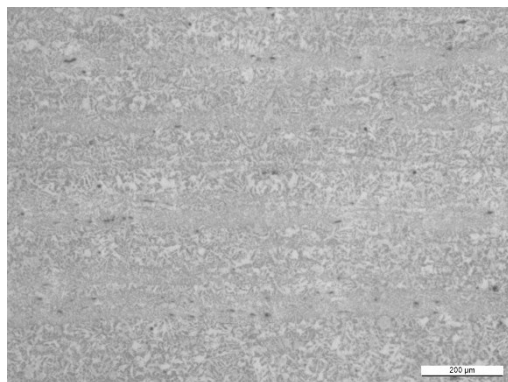
b) Ciclo 2 – T5N2t6 - 1000x



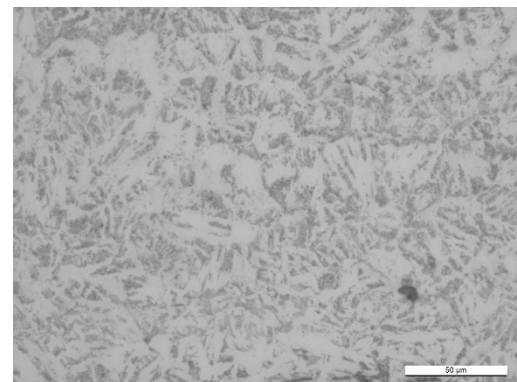
c) Ciclo 3 – T5N7t12 - 1000x



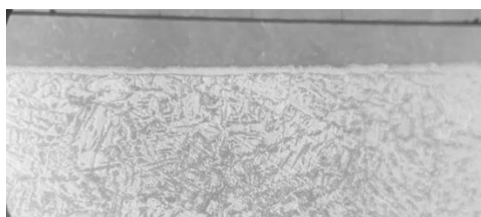
d) Ciclo 4- T5N7t16 – 1000x



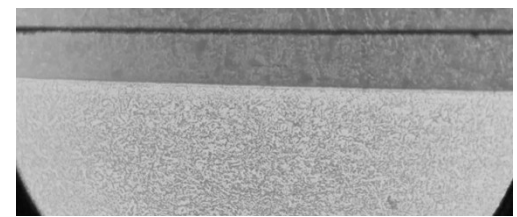
e) Microestrutura do material base
SAE8620 – 100x



f) Microestrutura do material base
SAE8620 – 500x

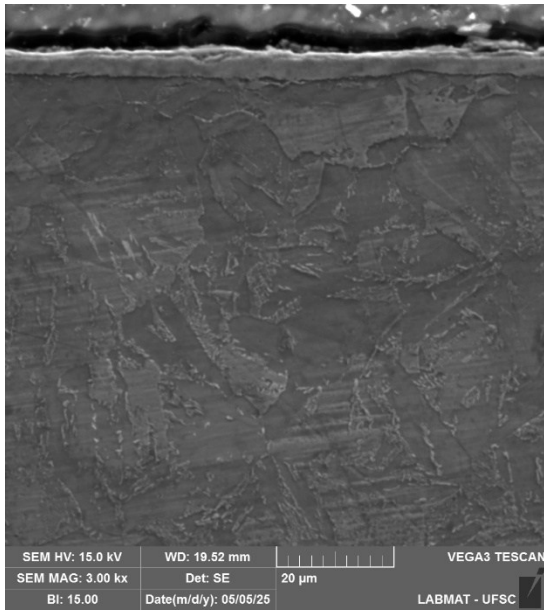


g) Ciclo IND 2 – 500x

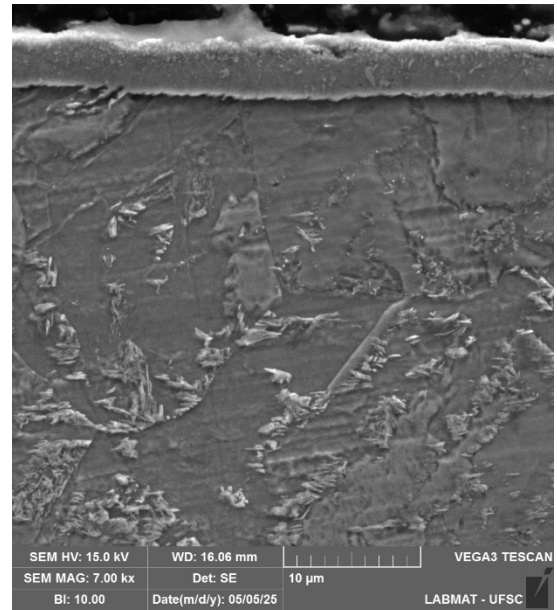


h) Ciclo IND2 – 100x

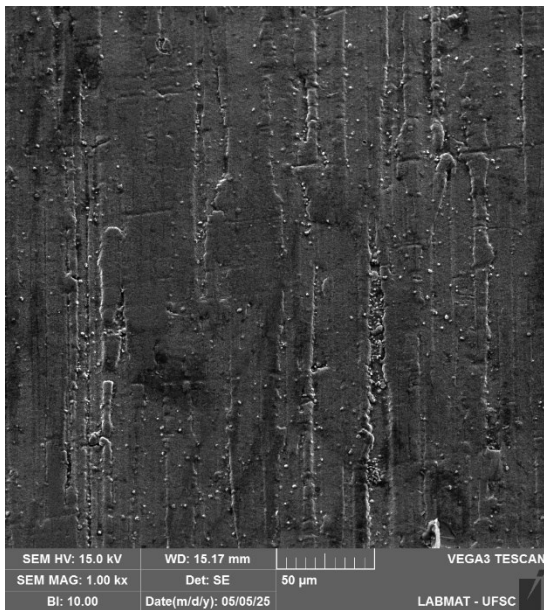
Figura 8.2 – Imagens das amostra do ciclo IND2 obtida via MEV.



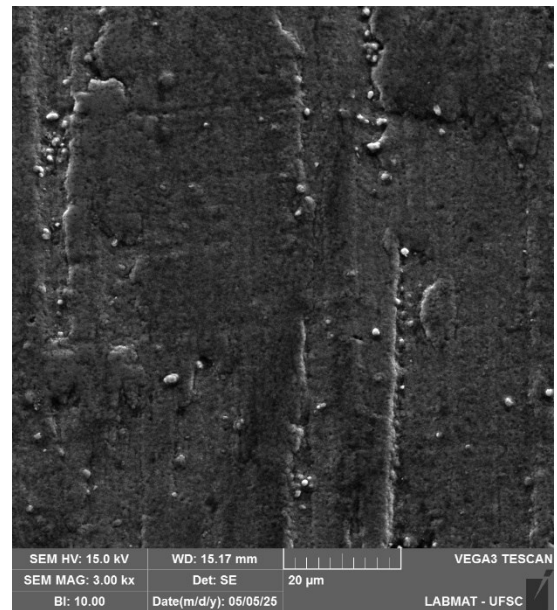
a) Amostra 21 - 3000x



b) Amostra 22 - 7000x



c) Topografia de superfície lateral do cilindro 24 após nitretação a plasma – 1000x



d) Topografia de superfície lateral do cilindro 24 após nitretação a plasma – 3000x

9 ANEXO B – CONTROLE DE MEDIÇÃO DE MICRODUREZA HV

Tabela 9.1 - Valores de microdureza de superfície obtidos na verificação do microdurômetro utilizando o padrão de microdureza HV0.3. Padrão 743-264.

Data	Referência Padrão		Valor 1	Valor 2	Valor 3	Média	Desvio Padrão
01/03/2025	310	345	330	315	322	322	8
01/03/2025	700	735	733	715	728	725	9
01/03/2025	310	345	330	340	328	333	6
03/03/2025	700	735	722	730	725	726	4
03/03/2025	310	345	322	323	337	327	8
11/03/2025	310	345	310	310	312	311	1
11/03/2025	700	735	735	733	735	734	1
12/03/2025	310	345	320	329	332	327	6
12/03/2025	700	735	728	728	728	728	0
13/03/2025	310	345	313	325	352	330	20
13/03/2025	700	735	730	712	725	722	9
14/03/2025	700	735	738	738	735	737	2
14/03/2025	310	345	330	331	323	328	4
15/03/2025	700	735	715	720	722	719	4
15/03/2025	310	345	322	347	318	329	16
16/03/2025	700	735	735	728	735	733	4
16/03/2025	310	345	325	326	335	329	6
17/03/2025	700	735	735	728	735	733	4
17/03/2025	310	345	354	337	332	341	12
19/03/2025	700	735	725	735	725	728	6
19/03/2025	310	345	347	331	316	331	16
21/03/2025	700	735	704	730	728	721	14
21/03/2025	310	345	323	321	324	323	2
24/03/2025	700	735	722	707	715	715	8
24/03/2025	310	345	319	321	321	320	1
25/03/2025	700	735	715	733	717	722	10
25/03/2025	310	345	329	321	337	329	8

Tabela 9.2 - Valores de microdureza (HV0.3) no teste de repetibilidade de operadores.

Padrão 743-264.

Data	Medida	Operador 1	Autor	Operador 2
13/03/2025	1	725	712	707
	2	717	707	722
	3	712	725	704
	4	690	722	704
	5	720	725	720
	6	709	722	712
	7	715	720	738
	8	725	744	733
	9	730	712	728
	10	712	702	733
	11	704	709	687
	12	728	722	702
	13	722	704	702
	14	717	720	720
	15	704	725	707
	16	717	717	712
	17	720	715	697
	18	733	728	730
	19	744	712	702
	20	728	730	728
	21	725	702	730
	22	717	722	707
	23	738	709	707
	24	725	722	707
	25	720	735	712
Média		720	719	714
Desvio Padrão		11	10	13