MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL Escola de Engenharia

Departamento de Metalurgia

ESTUDO DA NITRETAÇÃO A PLASMA DE ENGRENAGENS SINTERIZADAS EM ASTALOY A®

Fernando Peluffo Bayer

Trabalho de Diplomação

Orientador: Professor Dr. Alexandre da Silva Rocha

Porto Alegre 2024

CIP - Catalogação na Publicação

Bayer, Fernando Peluffo Estudo da Nitretação a Plasma de Engrenagens Sinterizadas em Astaloy A® / Fernando Peluffo Bayer.
- 2024. 44 f. Orientador: Alexandre da Silva Rocha.
Trabalho de conclusão de curso (Graduação) --Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Curso de Engenharia Metalúrgica, Porto Alegre, BR-RS, 2024.
Nitretação a Plasma. 2. Metalurgia do Pó. 3. Engrenagens. 4. Resistência mecânica. 5. Rugosidade.
Rocha, Alexandre da Silva, orient. II. Título.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UFRGS com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Dedico esta dissertação aos meus pais, Fernando e Fátima, meus avós e à minha tia, Vânia.

"O caminho da felicidade ainda existe, é uma trilha estreita em meio à selva triste". (Racionais MC's)

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer aos professores Alexandre Rocha e Rafael Nunes por terem proporcionado a oportunidade de realizar este trabalho no Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM), bem como me ajudar com apoio técnico e nas decisões para execução do trabalho.

Aos colegas do LdTM, por me ajudarem na execução dos experimentos, e também pela troca de conhecimentos, colaborando para meu aprendizado. Aos colegas da UFRGS, com os quais compartilhei a graduação e os aprendizados fundamentais para minha formação e para a vida.

A UFRGS, que proporcionou a mim o ensino superior de excelência, ao Departamento de Metalurgia e os demais departamentos da Escola de Engenharia, bem como dos institutos de Matemática, Física e Química que foram essenciais à minha formação.

Agradeço ao pessoal da empresa Multisinter pelo fornecimento do material para estudo no trabalho e, também dos dados de processo de fabricação, essenciais para a realização dos experimentos.

E, por fim, um agradecimento especial aos meus pais, irmão e namorada por todo o apoio durante minha graduação.

SUMÁRIO

AGR	ADE	CIMENTOS	IV
SUM	IÁRIO)	V
LIST	TA DE	FIGURAS	VII
LIST	TA DE	TABELAS	X
LIST	TA DE	ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	XI
1.0	INTR	ODUÇÃO	14
2.0	OBJE	ETIVOS	
2.1	Ob	jetivo geral	
2.2	Ob	jetivos específicos	
3.0	REV	ISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
3.1	Me	talurgia do Pó	17
3	.1.1	Obtenção dos pós metálicos	
3	.1.2	Caracterização dos pós-metálicos	
3	.1.3	Mistura dos pós metálicos	19
3	.1.4	Compactação	19
3	.1.5	Sinterização	
3	.1.6	Pó metálico Astaloy A®	
3	.1.7	Engrenagens fabricadas por metalurgia do pó	
3.2	Nit	retação	
3	.2.1	O Sistema Fe-N	
3	.2.2	Nitretação a plasma	
3	.2.3	Mecanismos formação e crescimento da camada nitretada	
3	.2.4	Estrutura da camada nitretada	
3	.2.5	Endurecimento superficial	
3	.2.6	Sputtering	29
3.3	Aç	os sinterizados nitretados por plasma	30
3.4	Nit	retação a plasma em engrenagens	
4.0	MAT	ERIAIS E MÉTODOS	33
4.1	Ma	teriais	
4.2	Re	cozimento da amostra de referência	35

4.3	Furação da amostra de referência	35
4.4	Arranjo experimental e tratamentos de nitretação a plasma	36
4.4	.1 Preparação das amostras e da câmara de nitretação	36
4.4	.2 Tratamentos de Nitretação a Plasma	37
4.5	Método de caracterização	43
4.5	.1 Caracterização dimensional	43
4.5	.2 Metalografia	44
4.5	.3 Caracterização superficial	45
4.6	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	47
5.0 R	ESULTADOS E DISCUSSÃO	49
5.1	Rugosidade	50
5.2	Dureza Rockwell B	51
5.3	Microdureza Vickers	53
5.4	Análise por microscopia óptica e MEV	55
5.4	.1 Amostras como recebidas	56
5.4	.2 Amostras submetidas ao Tratamento $1 - 25\% N_2$	57
5.4	.3 Amostras submetidas ao Tratamento $2 - 75\% N_2$	59
5.5	Resistência mecânica dos dentes – Teste de quebra de dentes	62
5.6 (MEV	Análise das superfícies de fratura por microscopia eletrônica de varredura	64
5.6	.1 Amostras como recebidas	64
5.6	.2 Amostras submetidas ao Tratamento $1 - 25\% N_2$	65
5.6	.3 Amostras submetidas ao Tratamento $2 - 75\% N_2$	66
6.0 C	CONCLUSÕES	68
7.0 S	UGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	70
REFEI	RÊNCIAS	71

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.2 - Diagrama de fases Fe-N
Figura 3.2 - Ilustração demonstrativa de um reator de nitretação a plasma e seus
componentes
Figura 3.3 - Mecanismo de formação e cinética de crescimento da camada nitretada 26
Figura 3.4 - Ilustração esquemática da camada de compostos e da zona de difusão após
a nitretação a plasma
Figura 3.5 - Processo de interação íon-superfície do material
Figura 4.1 - Fluxograma do procedimento experimental executado no trabalho
Figura 4.2 - Engrenagem como recebida
Figura 4.3 - Amostra de referência com furação para acoplamento do termopar 36
Figura 4.4 - Plasma recobrindo as amostras durante os tratamentos de teste da câmara de
nitretação
Figura 4.5 - Amostra de teste após os tratamentos 41
Figura 4.6 - Microscópio óptico Olympus GX51 e sua câmera digital acoplada Olympus
SC30
Figura 4.7 - Arranjo experimental para o ensaio de resistência dos dentes das
engrenagens
Figura 5.1 - Valores de Ra (µm) média para todas as amostras analisadas 50
Figura 5.2 - Valores de Rz (µm) média para todas as amostras analisadas 50

Figura 5.3 - Valores de dureza Rockwell B obtidos para as amostras analisadas
Figura 5.4 - Valores de microdureza de topo Vickers obtidos para a amostra P_25N2. 53
Figura 5.5 - Valores de microdureza de topo Vickers obtidos para a amostra C_25N2. 54
Figura 5.6 - Valores de microdureza de topo Vickers obtidos para a amostra P_75N2. 54
Figura 5.7 - Valores de microdureza de topo Vickers obtidos para a amostra C_75N2. 54
Figura 5.8 - Aspecto micrográfico da amostra P_REC, observado ao microscópio
óptico. Ataque: Reagente nital 5%50
Figura 5.9 - Aspecto micrográfico da amostra C_REC, mostrando sua alta porosidade,
ao microscópio óptico. Ataque: Reagente nital 5%56
Figura 5.10 - Aspecto micrográfico da amostra P_25N2, mostrando sua porosidade e a
camada nitretada, obtida no Tratamento 1, ao microscópio óptico. Ataque:
Reagente nital 5%
Figura 5.11 - Aspecto micrográfico da camada nitretada formada na superfície da

Figura 5.16 - Aspecto micrográfico da superfície da amostra C_75N2, mostrando a
porosidade do material e a formação de camada nitretada, obtida no Tratamento 2,
observada ao microscópio óptico. Ataque: Reagente nital 5% 61
Figura 5.17 - Aspecto micrográfico da camada nitretada formada na superfície da
amostra C_75N2, observada ao MEV. Ataque: Reagente nital 5% 61
Figura 5.18 - Curvas Força x Deformação obtidas no ensaio de quebra de dentes em
todas as amostras
Figura 5.19 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra
P_REC, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5% 64
Figura 5.20 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra
C_REC, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%65
Figura 5.21 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra
P_25N2, observada ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%65
Figura 5.22 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra
C_25N2, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%
Figura 5.23 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra
P_75N2, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%
Figura 5.24 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra
C_75N2, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química das ligas utilizadas nas amostras (% em massa) 34
Tabela 2 - Dimensões das engrenagens. 34
Tabela 3 - Parâmetros utilizados nos tratamentos de teste da câmara de nitretação 37
Tabela 4 - Dados obtidos no início do processo. 39
Tabela 5 - Dados obtidos durante o primeiro tratamento teste da câmara de nitretação. 40
Tabela 6 - Dados obtidos durante o segundo tratamento teste da câmara de nitretação. 41
Tabela 7 - Parâmetros iniciais de tratamento e do processo de Sputtering. 42
Tabela 8 - Parâmetros registrados durante o tratamento 1 de nitretação a plasma 42
Tabela 9 - Dados obtidos durante o aquecimento da câmara e o processo de sputtering.
Tabela 10 - Dados obtidos após a mudança de gases da atmosfera (cinza) e durante o
Tratamento 2
Tabela 11 - Nomenclatura das amostras analisadas
Tabela 12 - Valores de cargas aplicadas nas amostras nos ensaios de microdureza
Vickers
Tabela 14 - Valores de Força Máxima Média e Deformação Máxima Média obtidos
para cada amostra através do ensaio de quebra de dentes

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

- MP Metalurgia do pó
- α Fase Alfa Nitreto de Ferro
- γ Fase Gama Nitreto de Ferro
- γ' Fase Gama Prime Nitreto de Ferro
- ε Fase Épsilon Nitreto de Ferro
- ξ Fase Csi Nitreto de Ferro
- MEV Microscopia Eletrônica de Varredura
- Ra Rugosidade Aritmética Principal
- Rz Altura Máxima Referente à rugosidade de uma superfície
- LdTM Laboratório de Transformação Mecânica UFRGS
- UFRGS Universidade Federal do Rio Grande do Sul

RESUMO

O interesse da empresa proponente do estudo, fabricante das engrenagens estudadas no presente trabalho, foi verificar os efeitos da nitretação a plasma nestes componentes, visando melhor desempenho das mesmas em relação ao desgaste, o que motivou o desenvolvimento deste estudo através da realização de tratamentos de nitretação a plasma, caracterização e testes mecânicos das engrenagens no LdTM (Laboratório de Transformação Mecânica da UFRGS).

No presente trabalho foi avaliada a influência do tratamento termoquímico de Nitretação a Plasma, com diferentes misturas gasosas, na formação de camada nitretada, na dureza e na resistência mecânica de engrenagens sinterizadas fabricadas com o pó ligado Astaloy A®. As duas variações de amostras estudadas (engrenagens) foram fabricadas utilizando o pó Astaloy A® puro e o pó tendo adição de Carbono em sua composição. Após sinterização, as engrenagens passaram pelos tratamentos térmicos de têmpera e revenido, buscando aumentar sua dureza superficial e manter valores adequados de resistência mecânica para sua aplicação. Para os tratamentos de Nitretação a Plasma foram propostas duas misturas gasosas, uma com baixo (25% vol.) e outra com alto nitrogênio (75% vol.), utilizando hidrogênio em balanço, nas mesmas temperatura (520°C) e pressão (4 mbar). As amostras foram caracterizadas quanto a formação da camada nitretada, rugosidade, microdureza e dureza. Engrenagens nitretadas e não nitretadas (num total de seis diferentes condições) foram submetidas a um teste de quebra dos dentes, para avaliação de resistência mecânica mecânica, o qual estabelece um critério de fornecimento das mesmas.

ABSTRACT

The interest of the proposing company in the study, the manufacturer of the gears studied in this work, was to verify the effects of plasma nitriding on these components, aiming for improved performance in terms of wear. This motivated the development of this study through the implementation of plasma nitriding treatments, characterization, and mechanical tests of the gears at LdTM (Laboratory of Mechanical Transformation at UFRGS).

In this study, the influence of the thermochemical treatment of Plasma Nitriding, with different gas mixtures, on the formation of nitrided layer, hardness, and mechanical resistance of sintered gears manufactured with Astaloy A[®] alloyed powder was evaluated. The two variations of samples studied (gears) were manufactured using pure Astaloy A[®] powder and powder with added carbon in its composition. After sintering, the gears underwent heat treatments of quenching and tempering, aiming to increase their surface hardness and maintain adequate values of mechanical resistance for their application. For the Plasma Nitriding treatments, two gas mixtures were proposed, one with low nitrogen (25% vol.) and another with high nitrogen (75% vol.), using hydrogen in balance, at the same temperature (520°C) and pressure (4 mbar). The samples were characterized regarding the formation of the nitrided layer, roughness, microhardness, and hardness. Nitrided and non-nitrided gears (a total of six different conditions) were subjected to a teeth breaking test to evaluate mechanical resistance, establishing a criterion for their supply.

1.0 INTRODUÇÃO

Quando se fala de engrenagens, logo pensa-se em componentes que sofrem grandes esforços, por longos períodos de tempo, tendo como principal empecilho, seu desgaste. No entanto, diversos esforços têm sido feitos no sentido de processos produtivos mais enxutos, em especial utilizando a Metalurgia do Pó (MP). Este é um processo muito flexível para a produção de engrenagens. Os avanços na produção, compactação e sinterização têm resultado em novas técnicas, tornando a MP competitiva em relação aos métodos tradicionais de fabricação de engrenagens. A MP apresenta como principais vantagens em relação a processos convencionais (ASM, 1998): Economia na produção em massa, repetibilidade e uniformidade das dimensões das peças, controle preciso de densidade ou, inversamente, da porosidade para adequar-se a determinada aplicação, redução ou eliminação de operações adicionais, melhoria no acabamento dos dentes das engrenagens ao reduzir ou eliminar marcas de usinagem, entre outras.

A nitretação a plasma de componentes sinterizados, fabricados por metalurgia do pó ainda pode ser muito explorada, devido à gama diversa de aplicações. Nos últimos 20 anos, cientistas têm estudado este processo, contribuindo para o seu aperfeiçoamento.

Além disso, a busca por processos menos nocivos ao meio ambiente e que consumam menos energia vem sendo um dos grandes pilares do avanço de tecnologias no processo fabril. A nitretação a plasma se mostra um processo com diversas vantagens em relação aos métodos clássicos deste tipo de tratamento em peças metálicas e, com o passar dos anos, vem ganhando espaço em diferentes ramos, como a indústria automotiva e de ferramentas, onde se pode destacar o revestimento de virabrequins, de moldes de injeção e matrizes de conformação mecânica.

A nitretação a plasma é um processo cada vez mais aplicável a este tipo de componente, principalmente, quando buscamos a melhoria de propriedades dependentes do estado superficial do material, como a resistência mecânica, ao desgaste, à corrosão e à fadiga. Em relação aos processos convencionais, a nitretação a plasma tem como

principais vantagens o fato de não ser poluente, com emissão de gases muito baixa, as temperaturas mais baixas para tratamento de componentes de aço e a possibilidade de maior controle sobre as características das camadas geradas.

A camada nitretada nos aços é, usualmente, subdividida em duas zonas: a zona de compostos e a de difusão. A zona de compostos é encontrada na superfície e a poucos micrômetros abaixo desta, sendo a sua formação e composição dependentes do processo de nitretação, parâmetros de processo e do aço a ser tratado. É formada por nitretos e carbonitretos de ferro, sendo as fases ϵ -Fe₂₋₃(C)N e γ '-Fe₄N as principais fases presentes na zona de composição mais suave entre a superfície e o núcleo do mesmo Na zona de difusão os átomos de nitrogênio podem ser encontrados dissolvidos nos interstícios da rede cristalina do ferro, formando nitretos de ferro e/ou na presença de elementos de liga como Al e Cr, que têm afinidade química com o nitrogênio, formando nitretos finamente dispersos.

Os principais parâmetros de tratamento na nitretação a plasma são: a composição e a pressão da mistura gasosa, a temperatura das peças, o tempo de tratamento e os parâmetros elétricos (tensão e corrente), que podem ser expressos como a densidade de corrente. Modificando estes parâmetros, é possível controlar a composição de fases da camada nitretada, podendo evitar a zona de compostos ou controlar sua espessura, assim como a da zona de difusão.

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizadas amostras de engrenagens sinterizadas, fabricadas com o pó ligado de ferro Astaloy A®. As amostras apresentavam duas composições: uma Astaloy A® puro e outra de Astaloy A® com adição de 0,60% de Carbono em massa. A nitretação a plasma teve variação da atmosfera utilizada, mantendo a mesma temperatura e a mesma pressão dos gases nos dois tratamentos. As camadas nitretadas formadas foram caracterizadas com base na metalografia da superfície dos dentes das engrenagens, sua rugosidade, microdureza, e também, a resistência à quebra de seus dentes. Com base nestas análises, foi possível verificar a viabilidade do processo de Nitretação a Plasma para as engrenagens estudadas, que foi a proposta inicial da empresa fabricante ao LdTM: aumentar a resistência ao desgaste das peças mantendo a resistência mecânica das mesmas.

2.0 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O objetivo geral do presente trabalho foi avaliar a resposta de engrenagens sinterizadas em Astaloy A® ao tratamento de nitretação a plasma, avaliando a influência da variação de atmosfera nitretante em propriedades do material como a camada nitretada obtida, dureza, resistência mecânica dos dentes e rugosidade superficial.

2.2 Objetivos específicos

- Medir a rugosidade da superfície das amostras como recebidas e após os tratamentos;
- Dados de dureza dos materiais como recebido e após os tratamentos;
- Dados de microdureza dos materiais após os tratamentos;
- Análise por microscopia óptica e MEV da porosidade superficial e, se formada, da camada nitretada obtida nos tratamentos de nitretação a plasma;
- Teste de ruptura dos dentes das engrenagens;
- Análise das superfícies de fratura geradas pelo ensaio de ruptura de dente, via MEV;
- Indicar possibilidades de melhoria nos processos de fabricação e de tratamento posterior.

3.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 <u>Metalurgia do Pó</u>

Além da indústria automobilística, que abrange 70% das aplicações da Metalurgia do Pó (MP), existem outros campos de aplicação que a utilizam, como por exemplo, para a fabricação de ferramentas e equipamentos esportivos, aparelhos domésticos, *hardwares*, equipamentos industriais, materiais para escritório e outros (BINDER, 2020).

O processo da MP envolve basicamente as seguintes etapas: obtenção e caracterização dos pós, mistura dos pós, compactação e sinterização. Na compactação, as peças adquirem a sua forma, seguindo a geometria da ferramenta. A sinterização é feita em fornos, onde são obtidas propriedades físicas e mecânicas pretendidas para as peças. Componentes sinterizados têm como característica marcante a boa precisão dimensional, a qual é determinada nas etapas de compactação e sinterização. A porosidade é uma das notáveis características destes materiais. Componentes como buchas autolubrificantes e filtros, requerem um controle do volume de poros, o que é facilmente obtido pelo controle da pressão de compactação. Em relação a outros processos de fabricação tais como fundição, microfusão e usinagem, a metalurgia do pó leva uma vantagem econômica, principalmente em razão de sua alta produtividade e da não necessidade, na grande maioria dos casos, de operações posteriores. (DIAS, 2016).

As principais vantagens do processo de metalurgia do pó são (DIAS, 2016):

- Baixo impacto ambiental;
- Baixo consumo de energia (temperatura de sinterização mais baixa em relação a outros processos, por exemplo, fundição e micro fusão);
- Alta produtividade;
- A grande maioria das peças não requerem operações secundárias, como por exemplo usinagem ou retífica;
- O processo permite uma elevada isotropia nas propriedades;

- Permite a fabricação de peças complexas já no formato final, com alta produtividade;
- As peças sinterizadas possuem boa tolerância dimensional, grande precisão e bom acabamento superficial;
- O processo de metalurgia do pó é de automação relativamente fácil, permitindo alta produtividade com baixo custo de mão-de-obra.

Já as desvantagens são as seguintes (DIAS, 2016):

- Em processos convencionais, a geometria das peças sinterizadas são limitadas, principalmente por causa da extração;
- O tamanho das peças está diretamente relacionado à força da prensa, já que a pressão de compactação necessária é proporcional a área transversal da peça, isto é, a área perpendicular à direção da força;
- A porosidade resultante do processo de compactação pode ser indesejável em muitos casos, devendo ser eliminada por processos posteriores de recompactação, forjamento, infiltração com cobre, sinterização com fase líquida, ou sinterização em temperatura mais elevadas.

3.1.1 Obtenção dos pós metálicos

Os processos desenvolvidos para a obtenção de pós metálicos podem ser agrupados em processos mecânicos, físicos, químicos ou eletrolíticos. No entanto, a escolha do processo mais adequado depende do conjunto de propriedades mecânicas, físicas e químicas de cada material e do material final desejado (KLEIN, 2002). As tecnologias mais utilizadas para a fabricação de pó de ferro são: atomização do metal líquido e redução de óxido de ferro no estado sólido através de C e H₂ ou a combinação desses dois (BINDER, 2020).

3.1.2 Caracterização dos pós-metálicos

Os pós metálicos dependem do tamanho, forma, microestrutura e da porosidade da partícula, da superfície específica, da densidade aparente, da compressibilidade e da resistência à verde do material (DIAS, 2016).

O tamanho de partícula é definido pela abertura da peneira de separação. Com a utilização de várias peneiras diferentes determina-se a distribuição granulométrica do pó, por meio das partículas retidas em cada malha. A forma destas partículas varia de acordo com o processo de fabricação. A maioria dos pós apresenta formas irregulares, que tendem a formar compactados com melhores características para sinterização (DIAS, 2016).

Basicamente existem dois tipos de estruturas cristalinas nas partículas: monocristalina, onde o tamanho de partícula e o tamanho de grão coincidem, e a policristalina, onde a partícula contém muitos grãos, que usualmente é caso mais comum.

A chamada <u>resistência à verde</u> é a resistência do compactado do pó antes do processo de sinterização. A resistência à verde depende do pó utilizado e da pressão aplicada na compactação (DIAS, 2016).

3.1.3 Mistura dos pós metálicos

Para a escolha do melhor misturador a ser utilizado, deve-se evitar problemas na mistura, como a segregação dos pós com diferentes densidades, por exemplo, ferro e grafite, e deformação plástica das partículas (DIAS, 2016).

Na mistura, lubrificantes devem ser adicionados, tais como estearatos ou ceras. A função destes lubrificantes é reduzir o atrito entre as partículas e entre o pó e a ferramenta de compactação, proporcionando uma melhor compressibilidade (DIAS, 2016).

3.1.4 Compactação

Este processo consiste na aplicação de pressão sobre pós previamente misturados, promovendo-se a densificação do material até densidades que podem variar na maioria dos casos de 75 a 90% da densidade teórica para os aços estruturais. A compactação é feita em prensas mecânicas ou hidráulicas, onde, normalmente, são aplicadas pressões na faixa de 400MPa a 600MPa. O objetivo da compactação é conformar o pó na matriz, proporcionando o contato necessário entre as partículas (DIAS, 2016).

Ciclo de compactação

O ciclo de compactação pode ser dividido em três estágios (HÖGANAS):

- 1. Enchimento da cavidade da ferramenta;
- 2. Densificação ou compressão do pó;
- 3. Ejeção do compactado da cavidade da ferramenta.

Cada um desses estágios é caracterizado por posições específicas ou movimentos dos componentes individuais da ferramenta.

3.1.5 <u>Sinterização</u>

A sinterização é o processo de aquecimento de compactados verdes em altas temperaturas, abaixo do ponto de fusão do metal ou do principal constituinte da liga metálica, sob condições pré-determinadas de tempo, temperatura e atmosfera. Ao final da sinterização, as partículas do compactado ligam-se e o material adquire resistência mecânica e dureza. Em alguns casos os poros contraem e o material densifica (DIAS, 2016). O processo de sinterização é fundamentado de acordo com os seguintes parâmetros (HÖGANAS):

- Temperatura e tempo;
- Estrutura geométrica das partículas de pó;
- Composição da mistura do pó;
- Densidade do pó compactado;
- Composição da atmosfera protetora no forno de sinterização.

Composição da mistura de pó

Os componentes da mistura em pó são selecionados visando alcançar as propriedades físicas desejadas e controlar as variações dimensionais durante a sinterização. Quando misturas de dois ou mais pós de metais diferentes são sinterizadas, ocorrem simultaneamente a formação de liga entre os elementos e a soldagem entre as partículas (HÖGANAS).

Em temperaturas de sinterização (1120 - 1150 °C), os processos de ligação são lentos (exceto entre o ferro e o carbono), e a completa homogeneização dos elementos de liga metálica não é alcançada. Se na mistura de pós houver um componente que forma

fase líquida na temperatura de sinterização (Cobre, por exemplo), a ligação, ou soldagem, entre as partículas, bem como a formação da liga, é acelerada (HÖGANAS).

3.1.6 <u>Pó metálico Astaloy A®</u>

O pó metálico ligado Astaloy A® foi escolhido pelo fabricante das engrenagens para esta aplicação. O mesmo possui características como boa resistência como peça verde e densidade relativamente baixa, característica muito importante para componentes automotivos. É um pó de aço atomizado em água, , fabricado pela empresa sueca Höganas, com adição de 1,9% Ni, 0,55% Mo e 0,20% Mn. Esta composição resulta em uma alta temperabilidade. O material é frequentemente usado com a adição de cobre, sendo adequado para endurecimento por sinterização. Astaloy A® também pode ser usado para diferentes tipos de tratamentos térmicos com ou sem a adição de cobre (HÖGANAS).

3.1.7 Engrenagens fabricadas por metalurgia do pó

As amostras escolhidas para o estudo foram engrenagens que fazem parte da transmissão de automóveis leves, fabricadas por metalurgia do pó, sinterizadas. Cada vez mais este tipo de componente vem sendo aplicados em automóveis devido à baixa densidade, contribuindo para o alívio de peso dos veículos e economia nos processos de fabricação como citado em [3.1]. Neste tópico será abordado, de modo geral, como funcionam e como são fabricadas estas engrenagens.

A primeira aplicação de engrenagens sinterizadas foi para bombas de óleo em 1937/1938. As bombas de engrenagens constituem um tipo comum de aplicação. Dependendo dos níveis de esforços na aplicação, diferentes materiais e densidade são aplicados. Por exemplo, o ferro carbono ou materiais Fe-Cu-C, com densidades de 6,00 a 6,80 g/cm³ são utilizadas em bombas de engrenagens para aplicações de baixa pressão, tais como lubrificação do motor e transmissões automáticas. Para aplicações de esforço mais elevados, de até 20 MPa, ligas de aço, na densidade mínima de 7,10 g/cm³ são utilizadas. A Metalurgia do Pó é um processo flexível para a produção de engrenagens. A MP é capaz de produzir peças com tolerâncias apertadas e com tensão de ruptura consideravelmente alta, a custos competitivos e em grande escala de produção. O aumento na produção, compactação e sinterização resultou em novas técnicas, tais como

a infiltração de pó, forjamento de pó, superfície de rolamento, e vários tratamentos de acabamento. Estes desenvolvimentos permitiram que as peças fabricadas por MP disputem lugar no mercado com os metais forjados para algumas aplicações (SANTOS, 2017).

A seleção de um método do processo de fabricação depende de fatores tais como tolerância e propriedades dimensionais e, a fabricação de qualquer peça por MP tem a densidade como principal parâmetro a ser considerado. Quando são necessários melhores níveis de qualidade e acabamento, operações adicionais podem ser feitas nas engrenagens como, calibragem, polimento e retífica (SANTOS, 2017).

3.2 <u>Nitretação</u>

A nitretação pode ser definida como um tratamento termoquímico de endurecimento superficial no qual nitrogênio atômico é introduzido na rede cristalina de ligas metálicas, principalmente, nas ferrosas, no campo de estabilidade da ferrita.

A formação e crescimento da camada nitretada na nitretação depende da adsorção do nitrogênio na superfície e dos processos de precipitação e difusão, os quais são influenciados pelo material a ser nitretado (ROCHA, 2000).

A nitretação pode ser realizada através de vários processos, tais como a nitretação a gás, a nitretação líquida ou em banho de sais, e a nitretação a plasma (ou iônica). Em processos de nitretação gasosa e líquida o tratamento é feito a temperaturas dentro da faixa de 500 a 590°C, já na nitretação a plasma, a faixa de temperaturas utilizada é mais abrangente, de 350 a 650°C (ROCHA, 2000). Por conta das temperaturas mais baixas, não há transformação de fase no material, apenas saturação de nitrogênio no reticulado, podendo ser feito em três meios nitretantes: a nitretação gasosa, a líquida e em plasma (iônica) (PINEDO, 2021).

Em peças de aço a nitretação é realizada com o objetivo de melhorar determinadas propriedades relacionadas com as características superficiais, como: dureza, resistência ao desgaste, a fadiga e a corrosão (ROCHA, 2000).

Os elementos de liga presentes nos aços contribuem consideravelmente na modificação das propriedades obtidas após o tratamento de nitretação. Os elementos que apresentam maior influência na formação da camada nitretada são aqueles com maior afinidade química com o nitrogênio, tais como Al, Ti, Cr, Mo, Si, Mn e V (BINDER, 2020). Podese considerar que os principais benefícios da nitretação a plasma são (PINEDO, 2021):

• Alta dureza superficial, conferindo maior resistência mecânica;

• Alta resistência ao revenido, devido à elevada dureza a quente;

• Alta estabilidade dimensional, pois as temperaturas de processo são baixas;

• Redução no tempo de tratamento;

• Menor consumo de gases e energia e, consequentemente, menor emissão de poluentes.

3.2.1 O Sistema Fe-N

À medida que a concentração de nitrogênio aumenta na superfície do componente a ser nitretado por meio da difusão, os materiais ferrosos passam por transformações de fase seguindo o equilíbrio descrito no diagrama de fases Fe-N (ferronitrogênio), mostrado na Figura 3.1 (PINEDO, 2021).



Figura 3.1 - Diagrama de fases Fe-N Fonte: TEIXEIRA, 2007.

As principais fases presentes no diagrama de equilíbrio Fe-N são (BINDER, 2020):

 Fase Fe-α (Cúbica de Corpo Centrado): Esta fase consiste em uma solução sólida com baixo teor de nitrogênio, com limite máximo de solubilidade de 0,10% em massa a 592°C. A 100°C, este limite de solubilidade é reduzido a, aproximadamente, 0,001% em massa.

- Fase Fe-γ (Cúbica de Face Centrada): Solução sólida estável acima de 592°C, com limite máximo de solubilidade de 2,8% de nitrogênio em massa a 650°C.
- Fase γ'-Fe₄N Gama Prime (Cúbica de Face Centrada): Ocorre em uma pequena faixa estequiométrica, de 5,70 a 6,00% de nitrogênio em massa a 450°C, sendo estável termicamente até 680°C.
- Fase ε-Fe₂₋₃N (Hexagonal compacta): Pode ocorrer em uma ampla faixa de teores de nitrogênio em massa, dissolvendo, no máximo, 11,10% em massa, em temperaturas inferiores a 500°C. O menor limite de solubilidade ocorre a 700°C.
- Fase ξ-Fe₂N (Ortorrômbica de Face Centrada): Ocorre em uma estreita faixa estequiométrica, de 11,10 a 11,30% de nitrogênio em massa, sendo instável na faixa de temperatura entre 320 e 500°C.

3.2.2 <u>Nitretação a plasma</u>

No processo de nitretação a plasma, o componente a ser tratado fica acoplado ao cátodo, que é o eletrodo da mesa do reator (Figura 3.2) e a câmara do reator é o ânodo. Desta forma é gerada e mantida uma descarga elétrica incandescente (ou descarga elétrica em baixa pressão), através da qual íons são acelerados pelo campo elétrico e bombardeiam o componente com energia cinética considerável, elevando a temperatura do material. Os íons ao atingirem o componente promovem diferentes fenômenos, como: pulverização do material da superfície (*sputtering*), adsorção gasosa e difusão do nitrogênio no substrato (ROCHA, 2000).

O plasma é formado por partículas eletricamente carregadas, ou seja, íons e elétrons. A ionização de átomos ou moléculas de gás gera o estado de plasma. Em processos puramente térmicos, este estado só alcança a centenas de milhares de graus Kelvin. Se a eletricidade é empregada, este estado é facilmente alcançado (ROCHA, 2000).



Figura 3.2 - Ilustração demonstrativa de um reator de nitretação a plasma e seus componentes.

Fonte: OLIVEIRA, 2017.

Os parâmetros que influenciam diretamente os resultados do tratamento são: a temperatura das peças, o tempo de tratamento, a composição da mistura gasosa da atmosfera, a voltagem e a densidade de corrente (1 a 10 mA/cm²) aplicadas.

A formação de arcos elétricos representa um inconveniente, tornando o plasma instável e podendo causar danos às superfícies das peças devido à concentração de energia em uma pequena região específica da peça (ROCHA, 2000).

O controle da cobertura superficial das peças pelo plasma pode ser feito através da mudança de pressão na câmara. Para peças com geometria complexa, um aumento da pressão melhora a cobertura de sua superfície. Por outro lado, se desejado prevenir a penetração da bainha de plasma em furos e ranhuras, pressões mais baixas são utilizadas (ROCHA, 2000).

3.2.3 Mecanismos formação e crescimento da camada nitretada

O modelo mais aceito de descrição dos mecanismos de formação e cinética de crescimento da camada nitretada na nitretação por plasma foi proposto por Kolbel e ratificado por Edenhofer, apresentado na Figura 3.3.



Figura 3.3 - Mecanismo de formação e cinética de crescimento da camada nitretada. Fonte: BINDER, 2020.

Os átomos de Ferro que são pulverizados pelo aquecimento do plasma combinam-se com o nitrogênio ativo do plasma, formando FeN. Devido às colisões do material pulverizado com as partículas do gás, este material é condensado na superfície do cátodo (peça). Os nitretos formados são instáveis na temperatura que, normalmente, o cátodo se encontra (350 a 600°C), fazendo com que se decomponham em nitretos com menor teor de nitrogênio como, Fe₂N, Fe₃N e Fe₄N (BINDER, 2020).

Parte do nitrogênio pulverizado se difunde no material e parte volta ao plasma. Com base nisso, pode-se afirmar que o crescimento da camada de nitretos na superfície do material depende da capacidade que sua rede cristalina tem de adsorver o nitrogênio e da retropulverização dos nitretos que ocorre na região do cátodo. Os nitretos retropulverizados geram um gradiente de concentração de nitrogênio entre a superfície e o núcleo da peça, promovendo um fluxo de nitrogênio para o interior do material. A difusão dos átomos na superfície é facilitada devido a alta mobilidade atômica e vibracional nesta região, que ocorre por conta do desprendimento dos átomos do topo da superfície, que deixa lacunas e interstícios (BINDER, 2020).

3.2.4 Estrutura da camada nitretada

A camada nitretada, em geral, é formada por duas subcamadas, a Camada de compostos e a Zona de difusão. A profundidade de camada nitretada (PC) para aços baixa liga pode ser determinada pela Equação 1, onde k é a constante de crescimento de camada (DALCIN, 2021). Na Figura 3.4, pode-se ver uma representação das subcamadas que compõem a camada nitretada.

$$PC = k \cdot \sqrt{tempo} \tag{1}$$



Figura 3.4 - Ilustração esquemática da camada de compostos e da zona de difusão após a nitretação a plasma.

Fonte: DALCIN, 2021.

Camada de compostos

É a região onde precipitam, predominantemente, os nitretos de ferro, formada na região mais superficial do material. Também conhecida como <u>camada branca</u> devido ao fato de ser inerte ao ataque de reagentes químicos, além da cor branca apresentada no microscópio ótico. Sua estrutura pode conter as fases ε e γ ', podendo ser uma delas sozinha, ou a mistura das duas. Para que ocorra a formação da camada branca, as condições de tratamento (temperatura, tempo e potencial de nitrogênio) devem ser críticas e, quando atingidas, a fase Fe₄N- γ ' é a primeira a ser formada, porém, nem sempre é formada sob estas condições. O nitreto ε é formado com o aumento do potencial de nitrogênio, através do aumento do teor de N₂ e adicionando baixos teores de CH₄ na mistura gasosa (BINDER, 2020).

A camada branca que contém ambas fases, também chamada de <u>camada de fase</u> <u>dupla</u>, é indesejável por possuir características que a tornam susceptível à fratura, devido às diferenças de propriedades mecânicas das duas fases, sendo a γ ' muito frágil. Além disso, possuem diferentes coeficientes de expansão térmica (BINDER, 2020).

Zona de difusão

Compreende a matriz de ferro com nitrogênio em solução sólida e finos precipitados de nitretos de ferro ou dos elementos de liga presentes no material. Em matrizes ferrosas, o nitrogênio permanece em solução sólida até que o limite de solubilidade seja alcançado, após ser alcançado, é iniciada a nucleação e crescimento dos nitretos. O tempo curto de tratamento da nitretação a plasma dificulta o crescimento excessivo destes nitretos, sendo um ponto positivo do processo. A profundidade de difusão depende do gradiente de concentração de nitrogênio entre a superfície e o núcleo da peça tratada, do tempo e da temperatura de tratamento e da composição química do material (BINDER, 2020).

3.2.5 Endurecimento superficial

Propriedades dos materiais ferrosos e aços como, a resistência à fadiga, coeficiente de atrito, resistência ao desgaste, resistência à corrosão, entre outras, podem ser modificadas em função da aplicação do material. Tratamentos termoquímicos, como a nitretação a plasma, são utilizados para promover estas modificações, por meio da alteração das propriedades superficiais do componente (BINDER, 2020).

Endurecimento por precipitação

Este tratamento utiliza de propriedades de certos elementos químicos se dissolverem na matriz do material, formando soluções sólidas supersaturadas que, em determinadas condições, precipitam compostos no interior da matriz. Estes compostos, no caso da nitretação a plasma, são os nitretos de Ferro ou dos elementos de liga presente no material. A formação dos nitretos depende de parâmetros como a temperatura, o tempo de tratamento, a liga a ser tratada e a porcentagem de nitrogênio utilizada na mistura gasosa do processo (BINDER, 2020).

Endurecimento por solução sólida

A introdução de átomos de soluto em solução sólida na rede cristalina de um solvente aumenta a dureza do material original. Dois podem ser os mecanismos de endurecimento por solução sólida, dependendo do tamanho dos átomos de soluto, são eles: solução sólida substitucional, onde os átomos de soluto e solvente possuem raio atômico com tamanho parecido, ou intersticial, onde os átomos de soluto têm raio atômico menor que os do solvente (BINDER, 2020).

Na nitretação a plasma, o principal mecanismo de endurecimento utilizado é a formação de uma zona de difusão com nitrogênio em solução sólida e finos precipitados de nitretos. Este mecanismo gera distorção no reticulado e modificação do parâmetro de rede, aumentando a resistência e a sustentação de carga do material (BINDER, 2020).

3.2.6 Sputtering

O mecanismo de *sputtering*, mostrado na Figura 3.5, ou pulverização catódica, consiste na remoção de átomos da superfície de um material quando este é bombardeado por íons. Os íons transferem energia e momento para os átomos do material (substrato), os quais são difundidos, originando uma sequência de colisões, fazendo com que os átomos sejam arrancados da superfície. Num sólido cristalino ou policristalino, este processo pode causar danos à rede cristalina e causar efeitos químicos, além da possível difusão de átomos no substrato, alterando suas propriedades na região afetada (SOUSA; SOARES, 1990).

Quando um sólido é bombardeado por íons, diversos fenômenos podem acontecer, o que define qual fenômeno predominará é a energia cinética das partículas incidentes. A energias cinéticas baixas, a interação é, praticamente, nula. Com energias cinéticas mais elevadas, superiores à energia de ligação dos átomos, ocorre uma reação, onde os átomos da rede cristalina do substrato são deslocados para novas posições, modificando a superfície do material. Quando a energia ultrapassa significativamente o calor de sublimação do substrato, ocorre a pulverização de átomos da superfície do material (SOUSA; SOARES, 1990).

Esta técnica pode ser utilizada tanto para limpeza superficial de um material, como para deposição de filmes finos de revestimento sobre o material. No caso da limpeza, os átomos do material são pulverizados, removendo as impurezas e/ou oxidações presentes na superfície do material. Na deposição de filmes finos, os átomos do material são pulverizados e subsequentemente atingem novamente o substrato, formando gradualmente um filme fino na superfície, promovendo melhorias como, proteção do material contra corrosão, aumento da resistência ao desgaste, etc. (SOUSA; SOARES, 1990).



Figura 3.5 - Processo de interação íon-superfície do material. Fonte: SOUSA; SOARES, 1990.

3.3 Aços sinterizados nitretados por plasma

A nitretação por plasma de componentes ferrosos sinterizados apresentou um grande desenvolvimento a partir da década de 80. O processo cresce cada vez mais na fabricação de componentes para a indústria automotiva. Tozic e co-autores, estudaram a influência dos parâmetros de processo de nitretação a plasma sobre as características das camadas formadas durante o tratamento de componentes de aço sinterizados. Os pesquisadores chegaram às seguintes conclusões (BRUNATTO, 1993):

- Diminuição da dureza superficial para longos tempos de nitretação;
- Crescimento da camada branca não governado por leis da difusão;
- Crescimento da camada nitretada em acordo com o caráter difusivo do processo de nitretação, uma vez que a profundidade da zona de difusão aumenta prontamente com o tempo de tratamento;
- Possibilidade de descarbonetação superficial;

- Formação da camada branca ao redor dos poros, seguindo a forma destes;
- Fragilização da camada formada pelo fenômeno de nitretação em contornos de grão.

Rosso e coautores realizaram nitretação a plasma e carbonitretação em aço sinterizado ligado ao Níquel, Cromo e Molibdênio. O objetivo foi verificar a influência dos parâmetros do processo e da composição química do material base nas características das camadas formadas. Os pesquisadores chegaram às seguintes conclusões (BRUNATTO, 1993):

- O Níquel favorece a formação da fase $Fe_4N \gamma$ ';
- O Molibdênio e o Carbono aumentam os valores de microdureza;
- O Cromo além de contribuir para maior microdureza, favorece a formação da solução sólida Fe₂₋₃N ε na camada branca;
- As variações dimensionais são mínimas após os tratamentos;
- O presente processo não requere um pré-tratamento de redução da porosidade residual do componente sinterizado, como ocorre no processo de nitretação gasosa convencional.

A nitretação a plasma proporciona camadas nitretadas com espessuras uniformes e mais facilmente controláveis, sendo bastante indicada para materiais sinterizados. Para melhores desempenhos de serviço em aplicações de engenharia, é crucial o controle da formação e espessura destas camadas, por meio do controle dos parâmetros de nitretação. As espessuras e as composições das camadas nitretadas são funções da temperatura e do tempo de tratamento, bem como da composição do material base (FONTES et al., 2015).

3.4 <u>Nitretação a plasma em engrenagens</u>

Em geral, os fabricantes de engrenagens têm utilizado diferentes tratamentos como cementação, têmpera por indução e nitretação para aumentar a resistência ao desgaste dos dentes das engrenagens. Apesar da cementação ser o método mais utilizado para aumentar a dureza superficial e a resistência ao desgaste na indústria, este tratamento apresenta restrições quando se trata de engrenagens de grandes dimensões. Isso ocorre devido à necessidade de austenitização do material e, também, elevados níveis de

distorção por conta do resfriamento rápido do material. Por conta da distorção, se torna inevitável o processo de retificação pós-tratamento (DALCIN, 2021).

Ao contrário da têmpera por indução e da cementação, o tratamento de nitretação a plasma introduz nitrogênio na superfície do aço enquanto o material está na condição ferrítica, tornando possível a formação de uma camada de compostos na superfície e uma zona de difusão logo abaixo. Como neste tratamento não temos aquecimento do material até a temperatura de austenitização e nem resfriamento rápido para formação de martensita, o tratamento pode ser realizado com mínima distorção do material e tem excelente controle dimensional, além de não necessitar de revenimento pós-tratamento, por não formar estrutura martensítica. Apesar disso, a nitretação a plasma forma uma camada de compostos extremamente duros na superfície do aço (DALCIN, 2021).

A nitretação a plasma é um método ecologicamente limpo, além de permitir o controle completamente automatizado do tratamento, permitindo até mesmo formar camadas nitretadas sem a presença da camada de compostos. As tecnologias mais avançadas de nitretação a plasma permitem maior controle do ciclo de trabalho, além de consumir menos energia que os processos convencionais (DALCIN, 2021).

Para obtenção de melhoria no desempenho em fadiga e desgaste, o tratamento deve ser cuidadosamente controlado e ser feito no material adequado para a aplicação desejada, assegurando que as características desejadas sejam alcançadas (DALCIN, 2021).

4.0 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho envolveu o tratamento de nitretação a plasma de engrenagens sinterizadas fabricas por metalurgia do pó. Para os tratamentos foram utilizadas duas atmosferas nitretantes, uma com baixo nitrogênio e alto hidrogênio, e outra com alto nitrogênio e baixo hidrogênio.

Para os tratamentos foram utilizados dois tipos de amostras: em Astaloy A® pura e em Astaloy A® com adição de Carbono. A caracterização das amostras envolveu metalografia, ensaios de microdureza e ensaios de rugosidade da superfície. Na Figura 4.1, pode-se ver o fluxograma dos experimentos e ensaios feitos durante a elaboração do trabalho.



Figura 4.1 - Fluxograma do procedimento experimental executado no trabalho.

4.1 Materiais

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizados dois tipos de engrenagens sinterizadas, fabricadas por metalurgia do pó, em Astaloy A® [3.1.2], com as composições mostradas na Tabela 1. Estas engrenagens são utilizadas no motor de partida de alguns veículos fabricados no Brasil.

Grupo amostras	С	0	Ni	Mo	Mn	Fe
Sem adição de Carbono	0,01	0,11	1,90	0,55	0,20	Em balanço
Com adição de Carbono	0,61	0,11	1,90	0,55	0,20	Em balanço

Tabela 1 - Composição química das ligas utilizadas nas amostras (% em massa).

Ainda no processo de fabricação, estas engrenagens foram submetidas aos tratamentos térmicos de têmpera e revenido. Abaixo pode-se ver os parâmetros de sinterização e dos tratamentos térmicos utilizados.

• Parâmetros de sinterização (Temperatura, tempo, etc.) – 500°C na Zona 1 +

1130°C na Zona 2 por 30 min + Resfriamento lento a 35°C;

- Temperatura de têmpera: 950°C
- Tempo: 1 hora em patamar, com Carbono adicionado a atmosfera;
- Meio de resfriamento: Óleo, a 45°C;
- Temperatura de revenido: 150°C
- Tempo de revenido: 1 hora.

Foram utilizados dois tipos de engrenagens, uma em Astaloy A® sem adição de elementos de liga e outra em Astaloy A® com adição de 0,6% de Carbono, ambas com as mesmas dimensões mostradas na Tabela 2. O modelo de engrenagem estudado pode ser visto na Figura 4.2.

Diâmetro Externo (mm)	15,90
Diâmetro Interno (mm)	6,66
Espessura região com ressalto (mm)	8,50
Espessura região sem ressalto (mm)	8,50

Tabela 2 - Dimensões das engrenagens.



Figura 4.2 - Engrenagem como recebida.

4.2 <u>Recozimento da amostra de referência</u>

As amostras analisadas apresentaram valores consideráveis de dureza, portanto, para diminuir esta dureza e tornar possível a furação da amostra de referência, onde seria colocado o termopar para medir as temperaturas de tratamento na câmara de nitretação, foi feito um tratamento térmico de recozimento em um forno industrial SANCHIS, modelo CL, localizado no Centro de Tecnologia da UFRGS.

Seguem abaixo os parâmetros de tratamento utilizados:

- Temperatura: 950°C;
- Tempo de residência: 15 minutos;
- Resfriamento: Por aproximadamente 2 horas, com o forno desligado.

Após o final do tratamento, a amostra foi lixada e armazenada, para ser utilizada posteriormente.

Os parâmetros de tratamento (temperatura e tempo) foram definidos com base nos parâmetros de têmpera utilizados no processo de fabricação, fornecidos pelo fabricante das engrenagens, sendo a temperatura semelhante à de têmpera, para que tivéssemos a austenitização do material.

4.3 Furação da amostra de referência

Para tornar possível o encaixe do termopar, a amostra de referência foi furada com uma broca de aço de 1,50 mm, revestida com carbeto de tungstênio, em uma furadeira de bancada Schulz, modelo FB 13, localizada na oficina do Centro de Tecnologia da UFRGS. Abaixo pode-se ver a engrenagem com a furação para acoplamento do termopar (Figura 4.3).



Figura 4.3 - Amostra de referência com furação para acoplamento do termopar.

4.4 <u>Arranjo experimental e tratamentos de nitretação a plasma</u>

Nos próximos itens estão descritos a preparação das amostras e o arranjo experimental para os tratamentos de nitretação a plasma.

4.4.1 Preparação das amostras e da câmara de nitretação

A preparação das amostras a serem tratadas consistiu em: limpeza das amostras por ultrassom em banho de álcool isopropílico e sua secagem. A preparação da câmara de nitretação consistiu em limpeza da mesa do reator, montagem dos componentes como termopar, miçangas de cerâmica e disposição das amostras.

Limpeza das amostras

A limpeza de ambas amostras, a de referência, que serve para a medição da temperatura de tratamento, e a amostra de teste, foi feita em uma cuba ultrassônica Panambra METASOM-14, localizada no LdTM, no Centro de Tecnologia da UFRGS, por 20 minutos, divididos em dois ciclos de 10 minutos. As duas amostras foram colocadas dentro de um Becker de 100 mL, adicionando álcool isopropílico até a cobertura completa das peças.
Limpeza interna da câmara

Antes de qualquer teste ou tratamento ser feito na câmara de nitretação é essencial a limpeza correta da parte interna da câmara. Esta limpeza seguiu o seguinte procedimento:

- Limpeza com lixadeira orbital, removendo oxidações e resíduos provenientes de tratamentos realizados anteriormente na câmara;
- 2. Lixamento manual na parte central da mesa e no eletrodo do reator;
- Limpeza da mesa com álcool etílico, removendo resíduos menores como poeira e detritos do lixamento prévio;
- Limpeza dos vidros de proteção do termopar com ácido clorídrico 36%, onde os vidros ficaram submersos por 1 hora no banho. Após, foram lavados e secos em estufa.

4.4.2 <u>Tratamentos de Nitretação a Plasma</u>

As atmosferas e os parâmetros utilizados nos tratamentos de teste são mostrados na Tabela 3. Visando evitar imprevistos e problemas em geral nos tratamentos considerados válidos, dois tratamentos teste foram executados. Para estes tratamentos foram utilizadas apenas duas amostras, uma chamada de <u>amostra de referência</u>, a qual serviu como corpo de medida da temperatura da câmara e outra chamada de <u>amostra teste</u>, a qual foi realmente tratada.

Os parâmetros de temperatura, pressão e tempo de todos os tratamentos (testes e válidos) foram definidos com base em artigos anteriores, os quais desenvolviam tratamentos semelhantes de nitretação a plasma em materiais similares aos estudados neste trabalho.

Composição - atmosfera (%vol.)	Temperatura (°C)	Pressão (mbar)	Tempo (min)
25 N2 + 75 H2	520	4	20
75 N2 + 25 H2	520	4	20

Tabela 3 - Parâmetros utilizados nos tratamentos de teste da câmara de nitretação.

Procedimentos e parâmetros da nitretação a plasma

Os tratamentos de teste da câmara e os tratamentos válidos das amostras seguiram o seguinte procedimento de preparação e execução:

- Acoplamento do termopar à mesa da câmara;
- Cobertura do termopar com miçangas de cerâmica, protegendo-o do aquecimento excessivo e das possíveis reações com o plasma;
- Posicionamento das amostras sobre a mesa;
- Acoplamento do termopar à amostra de referência;
- Fechamento da câmara;
- Limpeza das mangueiras de gás através da abertura das válvulas de todos os gases que serão utilizados no processo, com a vazão máxima de 400 cm³/min;
- Fechamento das válvulas dos gases;
- "Vácuo" base na câmara que, neste equipamento, é considerado a pressão de 0,05 mbar ou menor, utilizando a bomba de vácuo, por 15 minutos;
- Ligação dos componentes elétricos do sistema: Ventilador para resfriamento do sistema, variador de tensão (Variac), amperímetro e osciloscópio;
- *Sputtering* (50% H₂ e 50% Ar);
- Troca dos gases para início do tratamento;
- Aumento gradativo da pressão, de 1 a 4 mbar, atentando a possíveis arcos elétricos, que podem prejudicar o tratamento;
- Fluxos dos gases controlados através de um computador conectado ao sistema de gases;
- Ao atingir 520°C, iniciou-se a contagem do tempo de tratamento (2 horas);
- Nos tratamentos de teste, os tratamentos foram feitos por 20 minutos em cada atmosfera selecionada, conforme a Tabela 4.
- Após o final do tratamento, a tensão foi zerada, o osciloscópio, o amperímetro, os ventiladores e a bomba de vácuo foram desligados. As válvulas dos gases foram desligadas, tanto na câmara, quanto na saída dos cilindros.

Isolamento do termopar

Para o correto isolamento do termopar para aferição da temperatura de tratamento durante o teste foram utilizadas miçangas de cerâmica, que atuam como isolante térmico e elétrico do termopar.

Abertura do plasma

Como o processo descrito foi um teste, o plasma (Figura 4.4) foi aceso a temperatura, tensão e corrente relativamente baixas, sendo aumentadas gradativamente. Os parâmetros foram medidos e registrados a cada 5 minutos. Na Tabela 4, pode-se ver os dados registrados neste período:



Figura 4.4 - Plasma recobrindo as amostras durante os tratamentos de teste da câmara de nitretação.

Tempo	Temperatura	Tensão	Corrente	Potência	Pressão	Fluxo H2	Fluxo Ar
(min.)	(°C)	(V)	(A)	(kVA)	(mbar)	(cm3/min)	(cm3/min)
0	125	257	0,927	0,28	1	200	200
5	200	398	1,45	0,731	1	200	200
10	255	439	1,19	0,650	1	200	200
15	295	494	1,31	0,817	1	200	200

Tabela 4 - Dados obtidos no início do processo.

Sputtering

Ao atingir a temperatura de 295°C, iniciou-se o *Sputtering* das amostras. O mesmo foi feito para a limpeza e remoção de oxidações e impurezas presentes na superfície do material. Os parâmetros utilizados para o processo foram os seguintes:

- Temperatura de processo: de 295°C a 300°C;
- Tempo de processo: 15 minutos;
- Fluxo dos gases: 200 cm³/min de H₂ e 200 cm³/min de Ar;
- Pressão: 1 mbar, configurada por controlador digital;
- Tensão: Mantida próxima a 470 Volts para manter a temperatura do processo dentro da faixa entre 295 e 305°C;
- Parâmetros finais do processo: Temperatura de 302°C, tensão de 463 V, corrente de 1,25 A, potência de 0,725 kVA e pressão de 1 mbar. Com o mesmo fluxo de gases inicial.

Tratamento Teste 1

O primeiro tratamento de teste foi feito com atmosfera de 75% N_2 + 25% H_2 , durante 20 minutos, a uma temperatura de 520°C. Antes do início do tratamento, houve um período de 15 minutos no qual a temperatura e a pressão de tratamento foram alcançadas, como indicado na cor cinza na Tabela 5, onde estão apresentados os dados obtidos durante o tratamento.

Tempo	Temperatura	Tensão	Corrente	Potência	Pressão	Fluxo N2	Fluxo H2
(min.)	(°C)	(V)	(A)	(kVA)	(mbar)	(cm3/min)	(cm3/min)
0	413	420	1,80	0,962	2	300	100
15	453	408	2,57	1,34	3	300	100
20	520	424	3,79	2,05	4	300	100
25	522	419	3,50	1,87	4	300	100
30	518	419	3,44	1,82	4	300	100
35	520	412	3,25	1,68	4	300	100
40	522	418	3,47	1,84	4	300	100

Tabela 5 - Dados obtidos durante o primeiro tratamento teste da câmara de nitretação.

Tratamento Teste 2

O segundo tratamento teste foi feito com atmosfera de 25% N_2 + 75% H_2 , durante 20 minutos, a uma temperatura de 520°C. Como a câmara já se encontrava em uma temperatura próxima à de tratamento, foi feita apenas a troca de fluxos dos gases, através do software que controla estes fluxos. Os dados obtidos durante o segundo tratamento teste estão descritos na Tabela 6.

Tempo	Temperatura	Tensão	Corrente	Potência	Pressão	Fluxo N2	Fluxo H2
(min.)	(°C)	(V)	(A)	(kVA)	(mbar)	(cm3/min)	(cm3/min)
0	522	426	2,97	1,60	4	100	300
5	515	463	2,65	1,58	4	100	300
10	517	465	2,70	1,61	4	100	300
15	518	465	2,71	1,62	4	100	300
20	520	465	2,72	1,62	4	100	300

Tabela 6 - Dados obtidos durante o segundo tratamento teste da câmara de nitretação.

Com base nos dados obtidos em ambos os testes, nota-se que foi necessária uma baixa variação na tensão, que é o parâmetro controlado durante os processos, visando manter a temperatura da câmara próxima dos 520°C. Vale destacar a queda de temperatura ocorrida após a troca de atmosfera entre os dois testes, o que é esperado, já que o hidrogênio contribui para o resfriamento da câmara, porém, com o aumento da tensão, a temperatura foi reestabelecida rapidamente. A Figura 4.5 mostra a amostra de teste na condição pós-tratamento, ainda disposta na mesa do equipamento.



Figura 4.5 - Amostra de teste após os tratamentos.

<u>Tratamento 1 – Baixo nitrogênio</u>

No primeiro tratamento considerado válido para o estudo, foi utilizada uma atmosfera de 25% N₂ + 75% H₂, a temperatura de 520°C e pressão de 4 mbar, por 2 horas. A temperatura de *sputtering* (295°C) foi atingida 7 minutos após o primeiro registro feito, sendo mantida por 15 minutos para a limpeza correta da mesa e das 6 engrenagens (3 de Astaloy A® pura e 3 de Astaloy A® com adição de 0,6% de Carbono) a serem tratadas. Abaixo pode-se ver o avanço da etapa inicial de aquecimento e do *sputtering* (Tabela 7) (dos 7 aos 22 minutos), do aquecimento da câmara até a temperatura de tratamento (de 0 a 15 minutos) e a nitretação a plasma (Tabela 8).

Tempo	Temperatura	Tensão	Corrente	Potência	Pressão	Fluxo H2	Fluxo Ar
(min.)	(°C)	(V)	(A)	(kVA)	(mbar)	(cm3/min)	(cm3/min)
0	202	318	1,18	0,457	1	200	200
5	280	479	1,78	1,09	1	200	200
7	295	470	1,62	0,941	1	200	200
22	303	451	1,41	0,795	1	200	200

Tabela 7 - Parâmetros iniciais de tratamento e do processo de Sputtering.

Tempo	Temperatura	Tensão	Corrente	Potência	Pressão	Fluxo N2	Fluxo H2
(min.)	(°C)	(V)	(A)	(kVA)	(mbar)	(cm3/min)	(cm3/min)
0	298	471	0,787	0,420	2	100	300
7	416	454	1,98	1,16	3	100	300
8	417	446	2,51	1,50	4	100	300
15	517	477	3,02	1,85	4	100	300
45	520	471	2,92	1,77	4	100	300
75	518	467	2,90	1,73	4	100	300
105	521	465	2,90	1,73	4	100	300
135	521	463	2,87	1,71	4	100	300

Tabela 8 - Parâmetros registrados durante o tratamento 1 de nitretação a plasma.

<u>Tratamento 2 – Alto nitrogênio</u>

No segundo tratamento foi utilizada uma atmosfera de 75% N_2 + 25% H_2 , com temperatura de 520°C e pressão de 4 mbar, por 2 horas. O *sputtering* foi iniciado após 15 minutos desde a abertura do plasma, durando também 15 minutos. As amostras a serem

Tempo	Temperatura	Tensão	Corrente	Potência	Pressão	Fluxo H2	Fluxo Ar
(min.)	(°C)	(V)	(A)	(kVA)	(mbar)	(cm3/min)	(cm3/min)
0	15	-	-	-	1	200	200
8	231	353	1,3	0,576	1	200	200
15	295	464	1,48	0,794	1	200	200
30	301	451	1,32	0,745	1	200	200

tratadas seguiram o mesmo padrão do <u>Tratamento 1</u>. Os dados obtidos durante o acompanhamento do tratamento podem ser vistos abaixo, na Tabela 9 e na Tabela 10.

Tabela 9 - Dados obtidos durante o aquecimento da câmara e o processo de sputtering.

Tempo	Temperatura	Tensão	Corrente	Potência	Pressão	Fluxo N2	Fluxo H2
(min.)	(°C)	(V)	(A)	(kVA)	(mbar)	(cm3/min)	(cm3/min)
0	407	435	2,20	1,22	2	300	100
4	481	420	3,19	1,71	3	300	100
7	504	406	3,8	1,93	4	300	100
10	516	411	3,83	1,98	4	300	100
15	521	413	3,65	1,90	4	300	100
20	516	411	3,60	1,86	4	300	100
50	522	408	3,58	1,84	4	300	100
80	523	406	3,59	1,84	4	300	100
110	522	404	3,54	1,79	4	300	100
130	524	404	2,90	1,40	4	300	100

Tabela 10 - Dados obtidos após a mudança de gases da atmosfera (cinza) e durante o Tratamento 2.

4.5 <u>Método de caracterização</u>

As amostras foram caracterizadas por diferentes sistemas, que permitiram determinar os valores de diferentes grandezas necessárias para uma correta caracterização das peças, quanto às suas propriedades dimensionais, microestruturais e mecânicas.

4.5.1 Caracterização dimensional

Para a caracterização dimensional das peças foi utilizado um paquímetro digital INSIZE, modelo 1180-200, de 200 mm / 8 polegadas, com resolução de 0,01 mm.

4.5.2 Metalografia

Para melhor entendimento dos gráficos e descrições feitos a partir do item seguinte, abaixo temos a Tabela 11, que esclarece a nomenclatura das amostras analisadas no presente trabalho.

Nomenclatura	Estado pré-nitretação	N2 na atmosfera de nitretação
C_75N2	Astaloy A + 0,6%C em massa	75%
P_75N2	Astaloy A puro	75%
C_25N2	Astaloy A + 0,6%C em massa	25%
P_25N2	Astaloy A puro	25%
C_REC	Astaloy A + 0,6%C em massa	0%
P_REC	Astaloy A puro	0%

Tabela 11 - Nomenclatura das amostras analisadas.

A análise metalográfica das amostras consistiu na preparação das mesmas, que incluiu corte (quando necessário), embutimento, lixamento, polimento, ataque químico e visualização em microscópio óptico. As amostras analisadas foram:

- 1 amostra como recebida em Astaloy A® puro Amostra P_REC;
- 1 amostra como recebida em Astaloy A[®] com adição de 0,6% de Carbono, em massa – Amostra C_REC;
- 1 amostra em Astaloy A® puro que passou pelo Tratamento 1 (25% N₂)
 Amostra P 25N2;
- 1 amostra em Astaloy A[®] com adição de 0,6% de Carbono que passou pelo Tratamento 1 – Amostra C 25N2;
- 1 amostra em Astaloy A® puro que passou pelo Tratamento 2 (75% N₂)
 Amostra P_75N2;
- 1 amostra em Astaloy A® com adição de 0,6% de Carbono que passou pelo Tratamento 2 (75% N₂) – Amostra C_75N2.

Preparação metalográfica

A correta preparação metalográfica das superfícies das peças é de máxima importância para a realização da análise das mesmas, pois há o risco de danificá-las

durante este processo, levando a erros na aquisição dos dados e na interpretação visual. Para uma correta preparação, seguiu-se o seguinte procedimento:

- Nas amostras tratadas (nitretadas), utilizou-se uma serra Allied, modelo Techcut 4, com disco de diamante, para o seccionamento das mesmas, feito durante aproximadamente 10 horas cada, por se tratarem de amostras de alta dureza e delicadas. As amostras em estado como recebido não foram seccionadas;
- 2. Embutimento das amostras com baquelite em pó da marca Fortel, na embutidora metalográfica Teclago EM40D, a 180°C;
- 3. Lixamento das amostras em 120, 320, 400, 600 e 1200 mesh;
- 4. Polimento em politriz, com pasta de diamante de micragens 1 e 3µm;
- 5. Ataque com nital 5%, por 3 segundos.

Microscopia óptica

A análise superficial das amostras foi feita em um microscópio óptico Olympus - modelo GX51 (Figura 4.6a), com câmera digital acoplada Olympus, modelo SC30 (Figura 4.6b). As imagens foram obtidas nas magnitudes 50, 100, 200, 500 e 1000 vezes de aumento.



Figura 4.6 - Microscópio óptico Olympus GX51 e sua câmera digital acoplada Olympus SC30.

4.5.3 Caracterização superficial

A caracterização mecânica das amostras teve como foco três propriedades, rugosidade da superfície, perfil de dureza e resistência mecânica dos dentes das engrenagens.

Medição de rugosidade superficial

Na superfície de cada amostra foram realizadas 3 medições, das quais foi calculado um valor médio de rugosidade na amostra. As medições de rugosidade foram realizadas em: 1 amostra C_75N2, 1 amostra P_75N2, 1 amostra C_25N2, 1 amostra P_25N2, 1 amostra C_REC e 1 amostra P_REC.

Nos ensaios buscou-se medir a rugosidade no flanco dos dentes das engrenagens, pois foi a área que melhor se adequou ao processo.

A norma técnica seguida no processo foi a NBR ISO 4287:1997. Para a realização das medidas foi utilizado o rugosímetro Mitutoyo SJ-210.

Dureza Rockwell B

Ensaios de dureza Rockwell B foram executados para determinar os valores de dureza média das amostras estudadas, visando minimizar a interferência da porosidade das amostras. Para as medidas foi utilizado um durômetro do LdTM (não foi possível localizar marca e modelo), com indentador de esfera de aço de 1/16", com carga de 100 kg (980,65 N). O valor de dureza foi observado diretamente no visor do durômetro, sem necessidade de cálculos.

Microdureza Vickers

Para determinar a microdureza da amostra como recebida foram feitas 5 medidas em cada amostra, utilizando as cargas de ensaio de 0,49 N e 0,98 N, exceto nas amostras como recebidas. As indentações foram feitas em cinco pontos de cada amostra. Para os ensaios foi utilizado um microdurômetro Digimess – 400.310 e tempo de ensaio de 15 segundos. As microdurezas foram determinadas através da medida das diagonais da indentação feita nas amostras, com estas medidas pode-se calcular a dureza Vickers do material através da Equação 2 (CALLISTER, 2016):

$$HV = 1,854 \cdot \frac{P}{d^2}$$
(2)

Onde:

P = Carga aplicada no ensaio

d = Média das diagonais da indentação

Teste de ruptura de dentes das engrenagens

Para testar a resistência mecânica dos dentes das amostras como recebidas e nitretadas, as mesmas foram posicionadas em um dispositivo cedido pela empresa Multisinter ao Centro de Tecnologia da UFRGS. O dispositivo foi posicionado na máquina universal de ensaios EMIC DL 60000 para a execução do ensaio.

O ensaio consistiu na aplicação de carga no primeiro dente acima do dente localizado a 90° do eixo vertical da máquina, em todas as amostras testadas. Na Figura 4.7, pode-se ver o arranjo experimental completo para o ensaio.

Foram testadas 7 engrenagens, a amostra de referência, utilizada em todos os tratamentos de nitretação, que serviu como amostra teste do dispositivo, ajudando a achar a posição correta do mesmo para o ensaio, e uma amostra em cada estado estudado: C_25N2, P_25N2, C_75N2, P_75N2, C_REC e, por fim, P_REC. Foram testados 3 dentes em cada engrenagem.



Figura 4.7 - Arranjo experimental para o ensaio de resistência dos dentes das engrenagens.

4.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi feita em amostras como recebidas, pura e com adição de Carbono, e nas amostras que passaram pelos tratamentos de nitretação, exceto a amostra de referência. Este método de análise foi utilizado para determinar se houve ou não penetração da camada nitretada nos poros do material e, também, para analisar a superfície de fratura das amostras que passaram pelo teste de resistência dos dentes.

Para obtenção das imagens foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura, modelo VEGA 3, marca Tescan. O mesmo se encontra no Laboratório de Processamento Mineral (LAPROM).

Imagens capturadas na magnitude de 500 vezes serviram para análise macro da penetração da camada nos poros do material. Imagens com 1000 e 2500 vezes de aumento foram capturadas para estudo mais a fundo da penetração da camada nos poros e para análise das superfícies de fratura das amostras ensaiadas. Em alguns casos, foram feitas imagens a 3500 e 4000 vezes de aumento, para confirmação das características da superfície de fratura.

Na seção de Resultados e Discussões [5.0] pode-se observar algumas das imagens obtidas em MEV.

5.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das análises realizadas em amostras como recebidas e amostras que passaram pelos tratamentos de nitretação a plasma foram agrupados neste capítulo, através de gráficos, imagens e tabelas. Descrever detalhadamente estes resultados foi o principal foco deste capítulo, buscando consequências e possíveis soluções na seção de discussões, posteriormente.

Inicialmente, são apresentados os resultados dos ensaios de rugosidade, os quais foram feitos em uma amostra em cada estado considerado neste trabalho, conforme descrito no procedimento experimental, item [4.5.3].

No segundo subcapítulo, são apresentados os resultados dos ensaios de dureza Rockwell B, realizados em uma amostra de cada estado, como descrito no procedimento experimental, na seção [4.5.3].

Em seguida, seguindo a avaliação de dureza, são apresentados os resultados dos ensaios de microdureza Vickers, que tiveram como objetivo avaliar a dureza superficial das amostras nitretadas em diferentes condições de tratamento.

Na sequência, são analisadas a porosidade das amostras como recebidas e as camadas nitretadas formadas nas amostras tratadas, por meio de imagens obtidas por microscopia óptica e MEV. A microscopia óptica foi realizada buscando verificar visualmente a presença de camada nitretada nas amostras tratadas, comparando-as com as amostras como recebidas. Já as imagens obtidas através do MEV nos ajudam a identificar a formação da camada nitretada com mais precisão e se houve ou não penetração da camada nitretada nos poros do material.

Para o teste de ruptura de dentes das engrenagens foi verificado se as amostras atendiam ao critério de força até a ruptura determinado pelo fabricante/fornecedor, de 5000 N ou mais. Com base nos dados de ensaio foi plotado o gráfico de Força x Deformação das amostras em todos os estados, como recebidas e submetidas aos tratamentos de nitretação.

Por fim, as superfícies de fratura das amostras testadas foram avaliadas por meio de imagens obtidas por MEV, com o objetivo de confirmar o tipo de fratura detectado no ensaio de ruptura de dentes.

5.1 Rugosidade

No presente subcapítulo foram dispostos os resultados obtidos no ensaio para medição de rugosidade superficial das amostras como recebidas e tratadas. Foram escolhidos os valores médios de Ra (Rugosidade Aritmética Principal) mostrados na Figura 5.1 e Rz (Altura Máxima), mostrados na Figura 5.2, de cada amostra. Os dados apresentam o desvio padrão das medidas em cada amostra. Os valores foram obtidos em 3 medições para cada amostra.



Figura 5.1 - Valores de Ra (µm) média para todas as amostras analisadas.



Figura 5.2 - Valores de Rz (µm) média para todas as amostras analisadas.

As amostras submetidas ao Tratamento 2, C_75N2 e P_75N2, em média, apresentaram os maiores valores de Ra e Rz, como era esperado, pela composição gasosa da atmosfera de tratamento, que formou camadas brancas mais espessas. As amostras submetidas ao Tratamento 1, C_25N2 e P_25N2, também seguiram as expectativas e apresentaram rugosidade maior que as amostras P_REC e C_REC. A rugosidade das amostras tratadas por nitretação é maior por conta da presença da camada branca nitretada que, quanto mais espessa, mais porosa é.

Sobre a presença do carbono nas amostras, pode-se concluir que o mesmo contribuiu para a rugosidade maior dos materiais tratados pois gerou superfícies menos porosas para o material base, fazendo com que as camadas brancas formadas fossem mais espessas e uniformes, o que causa o aumento da rugosidade dos materiais tratados.

Segundo ANGIOLETTO et al., 2000, a formação da camada de compostos é responsável pela topografia da superfície. O autor também cita a relação da granulometria do material base com a rugosidade média da superfície após os tratamentos de nitretação a plasma, que sofre aumento por conta de o tamanho dos poros superficiais ser maior. Os nitretos de Ferro causam o aumento na rugosidade média dos materiais na sua superfície. Segundo ele, materiais submetidos à nitretação a plasma tendem a apresentar menor rugosidade superficial em relação aos outros tipos de nitretação, por promover o selamento dos poros do material, o que não ocorreu nas amostras estudadas no presente trabalho.

5.2 Dureza Rockwell B

Neste subcapítulo estão dispostos os resultados dos ensaios de dureza Rockwell B, nos quais foram feitas 4 medidas de dureza para cada amostra, sendo descartada a primeira medida. Através do gráfico abaixo (**Erro! Fonte de referência não encontrada.**), estão dispostos os valores de dureza Rockwell B médios obtidos para cada amostra analisada.



Figura 5.3 - Valores de dureza Rockwell B obtidos para as amostras analisadas.

As amostras como recebidas apresentaram maiores valores de dureza, seguidas pelas amostras submetidas ao Tratamento 2 e, por último, as amostras submetidas ao Tratamento 1. Este comportamento se dá porque as amostras P_REC e C_REC não passaram pelo processo de revenido simultâneo nos tratamentos de nitretação, por conta da temperatura de tratamento e, também, pela falta de elementos nitretantes no material base.

Nas amostras tratadas percebemos uma diminuição na dureza por conta do revenido simultâneo durante os tratamentos, que causou diminuição da dureza da martensita gerada pelo processo de têmpera na fabricação dos componentes e fez com que os nitretos formados crescessem além do desejado, fazendo com que os mesmos perdessem dureza também.

Pode-se citar certa influência do nitrogênio nas amostras submetidas ao Tratamento 2 (75% N₂), que tiveram maiores valores de dureza média, por conta da camada branca mais espessa formada nestas amostras, que lhes confere maior dureza superficial.

Para contornar o problema do revenido, juntamente com o de espessura das camadas nitretadas formadas, uma sugestão seria aumentar o tempo de tratamento, talvez, submeter o material a um revenido prévio, a temperatura mais alta e diminuir a temperatura de nitretação, visando diminuir o efeito do revenido na dureza do material e formar camadas nitretadas mais espessas e uniformes, que penetrassem nos poros superficiais ou pelo menos fechasse-os, como mostrado em FONTES, 2012.

5.3 Microdureza Vickers

No presente subcapítulo foram dispostos os resultados dos ensaios de microdureza de topo Vickers, nos quais foram feitas 5 medidas, para 2 cargas diferentes, mostradas na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**, em todas as amostras que foram submetidas aos tratamentos de nitretação. Foram utilizadas apenas cargas pequenas para que pudéssemos obter os valores de dureza das camadas brancas obtidas nos tratamentos, isto porque, quanto menor a carga, menor a profundidade de indentação, evitando a interferência do material base nas medidas. Através de gráficos (Figuras 5.4 a 5.7), estão dispostos os valores médios destas 5 medidas para cada carga em cada amostra, separadamente, assim como o desvio padrão de cada ensaio. Devido à alta porosidade das amostras, mesmo após a nitretação, as medidas de microdureza se tornaram difíceis, pois se fez necessário desviar dos poros do material para que fossem obtidos resultados razoáveis.

Cargas				
kgf	Ν			
0,05	0,49			
0,10	0,98			

Tabela 12 - Valores de cargas aplicadas nas amostras nos ensaios de microdureza Vickers.



Figura 5.4 - Valores de microdureza de topo Vickers obtidos para a amostra P_25N2.



Figura 5.5 - Valores de microdureza de topo Vickers obtidos para a amostra C_25N2.



Figura 5.6 - Valores de microdureza de topo Vickers obtidos para a amostra P_75N2.



Figura 5.7 - Valores de microdureza de topo Vickers obtidos para a amostra C_75N2.

Os ensaios de microdureza de topo Vickers apresentaram grande variação em seus resultados, principalmente por conta da alta porosidade do material das amostras ensaiadas, o que interferiu em suas medidas, dificultando a manutenção de distâncias entre indentações.

Na faixa mais superficial ensaiada (carga de 0,49 N), foram obtidos valores de dureza maior, por conta da presença de camada branca, que confere dureza à camada nitretada formada. Por conta da temperatura de revenido muito baixa (150°C) utilizada no processo de fabricação das amostras, durante os tratamentos de nitretação a plasma o material base das amostras acabou sofrendo novamente o processo de revenido, diminuindo sua dureza, e oferecendo menor sustentação à camada nitretada formada, que não foi tão espessa, como vimos anteriormente.

Sobre a influência do nitrogênio nos valores de microdureza obtidos, pode-se citar que, as amostras submetidas ao Tratamento 1 apresentaram valores mais baixos que as amostras submetidas ao Tratamento 2, com atmosfera rica em nitrogênio. Este comportamento se dá por conta da diferença de teor de nitrogênio que, quanto mais alto, forma camada branca mais espessa, conferindo maior dureza superficial ao material.

Devido à menor porosidade das amostras com adição de Carbono e formação de camada nitretada mais uniforme, percebemos que para menores cargas, são obtidos maiores valores de microdureza.

Em FONTES, 2012, o autor cita que camadas nitretadas com maior microdureza superficial são obtidas em nitretação a plasma a 580°C, com tempo de tratamento de 3 a 5 horas, um ajuste que pode ser feito aos tratamentos executados no presente trabalho. O autor enfatiza a importância da temperatura adequada de tratamento, que foi prejudicada neste trabalho por conta do processo de fabricação.

DOS REIS et al., 2008 diz que altos valores de microdureza podem ser atribuídos às altas concentrações de nitrogênio, que se pode traçar um paralelo com as observações feitas no item 6.2 e, consequentemente, às fases obtidas e sua proporção dentro da camada nitretada, características que não foram abordadas no presente trabalho.

5.4 Análise por microscopia óptica e MEV

No presente subcapítulo, foram apresentadas as imagens obtidas por microscopia ótica, mostrando as características superficiais das amostras como recebidas e das amostras que passaram pelos tratamentos 1 e 2 de nitretação a plasma. Com base nestas imagens, foi possível observar as diferentes formas de camada nitretada formadas nas amostras tratadas, permitindo analisar a influência do material base nesta formação.

5.4.1 Amostras como recebidas

Na Figura 5.8 e na Figura 5.9, pode-se observar que, nas amostras P_REC e C_REC, as superfícies dos materiais são extremamente porosas. A alta porosidade superficial das amostras foi um empecilho tanto para os tratamentos de nitretação a plasma, quanto para as análises de dureza, pois essa propriedade interfere de forma significativa na formação da camada nitretada e nas medidas de dureza, muitas vezes diminuindo esse valor consideravelmente. Para as amostras como recebidas, não foram feitas análises superficiais em MEV.



Figura 5.8 - Aspecto micrográfico da amostra P_REC, observado ao microscópio óptico. Ataque: Reagente nital 5%.



Figura 5.9 - Aspecto micrográfico da amostra C_REC, mostrando sua alta porosidade, ao microscópio óptico. Ataque: Reagente nital 5%.

Conforme análise, a amostra C_REC (Figura 5.9), apresentou poros menores e mais dispersos, com poucos poros grandes evidentes na superfície. A amostra P_REC, por sua vez, apresentou uma maior quantidade de poros grandes, inclusive na superfície dos flancos do dente analisado. A porosidade é uma característica intrínseca de materiais

fabricados por metalurgia do pó, pois o material mesmo compactado, não ocupa todos os espaços, por conta da geometria heterogênea dos grãos.

5.4.2 Amostras submetidas ao Tratamento 1 – 25% N₂

Amostra P_25N2

Na Figura 5.10a, não é possível observar a presença de camada branca na amostra com a menor ampliação (100x). No entanto, em maior ampliação (Figura 5.10b), pode-se constatar que a camada nitretada foi formada, a qual se mostra mais escura na metalografia e a camada branca formada que, apesar de irregulares, acompanham as imperfeições da superfície do material. Na Figura 5.11, tem-se a imagem obtida por MEV, que confirma a formação de camada nitretada na amostra P_25N2.



Figura 5.10 - Aspecto micrográfico da amostra P_25N2, mostrando sua porosidade e a camada nitretada, obtida no Tratamento 1, ao microscópio óptico. Ataque: Reagente nital 5%.



Figura 5.11 - Aspecto micrográfico da camada nitretada formada na superfície da amostra P_25N2, observada ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

Para a amostra P_25N2, submetida ao Tratamento 1, foi observada a formação de camada nitretada, com zona de difusão e camada branca, ambas com formação modesta, devido à presença de poucos elementos fortemente nitretantes. A formação da camada nitretada obedeceu a topografia da superfície do material, porém, é irregular por toda extensão da superfície.

Amostra C_25N2

Abaixo, pode-se observar as micrografias obtidas da amostra C_25N2. Na Figura 5.12a, na micrografia com 100 vezes de aumento, pode-se observar apenas a presença de muitos poros na superfície do material, sem formação de camada nitretada perceptível. Na micrografia com 1000 vezes de aumento (Figura 5.12b), conseguimos constatar a formação da camada nitretada, mais regular e espessa que no caso da amostra sem adição de Carbono. Na análise por MEV, Figura 5.13, confirmamos a presença de camada branca na superfície do material e, além disso, pode-se constatar a formação de possíveis (carbo)nitretos nos contornos de grão próximos à superfície, na zona de difusão.



Figura 5.12 - Aspecto micrográfico da superfície do dente da amostra C_25N2, submetida ao Tratamento 1, mostrando a porosidade da superfície e a formação da camada nitretada, ao microscópio óptico. Ataque: Reagente nital 5%.



Figura 5.13 - Aspecto micrográfico da camada nitretada formada na superfície da amostra C_25N2, observada ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

Diferente da formação observada no caso da amostra P_25N2, a camada formada na amostra C_25N2, submetida ao mesmo tratamento, se mostrou mais espessa e regular em toda a extensão da superfície observada. Apesar da boa formação, a camada nitretada não penetrou nos poros superficiais da amostra.

5.4.3 <u>Amostras submetidas ao Tratamento $2 - 75\% N_2$ </u>

Amostra P_75N2

Na Figura 5.14a, com aumento de 100 vezes, conseguimos observar, ainda que minimamente, a formação de camada nitretada na superfície do dente da amostra. Na micrografia com 1000 vezes de aumento (Figura 5.14b), nota-se que esta camada nitretada, diferente dos casos anteriores, penetrou em alguns poros maiores, localizados na superfície do material.



Figura 5.14 - Aspecto micrográfico da superfície da amostra em Astaloy A® puro, mostrando a porosidade do material e a formação de camada nitretada, obtida no Tratamento 2, ao microscópio ótico. Ataque: Reagente nital 5%.

A amostra P_75N2 apresentou a formação de camada nitretada com camada branca e zona de difusão pronunciadas, porém, permite-nos concluir que sua formação não foi uniforme, seguindo a topografia da superfície do material, como esperado.

Através da imagem obtida por MEV, Figura 5.15, constatamos a formação de camada nitretada por conta dos nitretos em forma de agulhas e a camada branca mostrada na superfície do material. A camada branca penetrou em alguns poros maiores, porém, não causou seu fechamento.



Figura 5.15 - Aspecto micrográfico da camada nitretada formada na superfície da amostra P_75N2, observada ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

Amostra C_75N2

Na Figura 5.16, pode-se observar o aspecto micrográfico da amostra C_75N2, o qual nos mostra a porosidade superficial da amostra e a formação de camada nitretada. A camada nitretada se mostra mais espessa que na amostra P_75N2 e segue a topografia da superfície do material, como esperado. A zona de difusão (região mais escura destacada) se mostrou mais profunda que na amostra P_75N2, com nitretos dispersos em forma de agulha.



Figura 5.16 - Aspecto micrográfico da superfície da amostra C_75N2, mostrando a porosidade do material e a formação de camada nitretada, obtida no Tratamento 2, observada ao microscópio óptico. Ataque: Reagente nital 5%.

Pela imagem obtida por MEV, mostrada na Figura 5.17 constatamos a

formação da camada nitretada observada na microscopia óptica e os nitretos em forma de agulha formados na zona de difusão.



Figura 5.17 - Aspecto micrográfico da camada nitretada formada na superfície da amostra C_75N2, observada ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

Em FONTES, 2012, o autor discute a cobertura de poros superficiais em materiais sinterizados. Segundo o autor, o parâmetro de tratamento que mais influencia a na espessura e na penetração da camada nitretada em poros superficiais é a temperatura de processo, seguida pelo tempo. Com base nesta informação, para que ocorresse a formação de camada nitretada mais espessa e uniforme, no caso das amostras P_25N2 e P_75N2, e penetração da camada nitretada nos poros de todas as amostras analisadas, a temperatura de processo poderia ser aumentada, visando alcançar melhores resultados,

porém haveria maior perda de dureza, como já verificado anteriormente. Desta forma, é mais interessante aumentar o tempo de nitretação e, talvez, submeter as amostras a um revenido prévio, a temperatura mais alta, antes dos tratamentos de nitretação.

Em BRUNATTO, 1993, o autor afirma que amostras sinterizadas com pó de Ferro, com adição de Carbono, apresentam camada nitretada mais espessa que as amostras em ferro puro, provavelmente, por conta das interfaces entre as lamelas de perlita, que se tornam caminhos adicionais para a difusão de nitrogênio atômico. Além disso, o Carbono é um estabilizador da fase ε no sistema Fe-C-N, fase a qual se desenvolve de modo mais efetivo que a fase γ '.

5.5 <u>Resistência mecânica dos dentes – Teste de quebra de dentes</u>

O teste de resistência mecânica dos dentes das engrenagens (ou teste de quebra de dentes, consistiu em aplicar carga de compressão no flanco de 3 dentes de cada amostra (como recebidas e tratadas), utilizando uma máquina de ensaios universal (**Erro! Fonte de referência não encontrada.**), onde foi instalado um dispositivo para posicionamento das amostras (Figura 4.7). O ensaio teve como objetivo obter valores de força e deformação até a quebra dos dentes, analisando se as amostras atendiam ao requisito da fabricante, que seria ultrapassar os 5000N de força sem ruptura dos dentes das engrenagens. Por meio de um gráfico, mostrado na Figura 5.18, pode-se observar as curvas de Força x Deformação para todos os dentes testados. Estas curvas nos mostram que todos os dentes testados apresentaram fratura frágil, pois as curvas não apresentam regime plástico de deformação.



Figura 5.18 - Curvas Força x Deformação obtidas no ensaio de quebra de dentes em todas as amostras.

Na Erro! Fonte de referência não encontrada., pode-se ver os valores médios

Amostra	Força Máx. Média (N)	Deformação Máx. Média (mm)
C_25N2	5672,47	0,56
P_25N2	5925,80	0,56
C_75N2	5725,40	0,53
P_75N2	5494,00	0,54
P_REC	5884,43	0,51
C_REC	6799,43	0,58

de Força e Deformação máximas para cada amostra e seus desvios padrão.

Tabela 13 - Valores de Força Máxima Média e Deformação Máxima Média obtidos para cada amostra através do ensaio de quebra de dentes.

As amostras P_REC e C_REC apresentaram os melhores resultados. A amostra C_REC apresentou o maior valor de força até a ruptura do seu terceiro dente ensaiado, com um valor de 7081,6 N e, também, o maior valor médio entre os três dentes ensaiados, 6799,43 N. As amostras tratadas apresentaram variações nos valores de força máxima. No Tratamento 1, a amostra com adição de Carbono, C_25N2, apresentou o menor valor entre as duas amostras, já no Tratamento 2, a amostra P_75N2 apresentou menor valor.

As amostras nitretadas por, provavelmente, apresentarem fase ε na camada nitretada, se tornaram mais frágeis que as amostras sem tratamento. Além disso, por passarem por revenido a baixa temperatura em sua fabricação, as amostras P_REC e C_REC mantiveram maior resistência mecânica.

5.6 <u>Análise das superfícies de fratura por microscopia eletrônica de varredura (MEV)</u>

No presente subcapítulo, estão dispostas as imagens obtidas por MEV das superfícies de fratura geradas nas amostras como recebidas e tratadas, através do ensaio de ruptura de dentes. Abaixo foram analisadas as superfícies de fratura apresentadas por cada amostra, visando confirmar o tipo de fratura identificado no subcapítulo 5.5 e, também, uma possível relação da adição de carbono nas amostras e do teor de nitrogênio na atmosfera nitretante nas superfícies de fratura.

5.6.1 Amostras como recebidas

Amostra P_REC

Na Figura 5.19, pode-se observar as superfícies de fratura geradas após o teste de quebra de dentes na amostra P_REC. As superfícies de fratura formadas nos grãos de pó que constituem o material se mostram mais claras que o restante da estrutura, com alta porosidade, e se mostram praticamente lisas.



Figura 5.19 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra P_REC, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

Amostra C_REC

Na Figura 5.20, são mostradas as superfícies de fratura formadas nos grãos do material da amostra C_REC. Neste caso em exclusivo, as superfícies de fratura apresentaram morfologia claramente mais plana, por se tratar de um material com maior dureza, apresentando superfície característica de fratura frágil.



Figura 5.20 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra C_REC, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

5.6.2 <u>Amostras submetidas ao Tratamento $1 - 25\% N_2$ </u>

Amostra P_25N2

Na Figura 5.21, pode-se observar com clareza a formação de superfícies de fratura frágil por toda a extensão analisada que, assim como nos casos anteriores, apresenta porosidades, comuns em materiais fabricados por metalurgia do pó.



Figura 5.21 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra P_25N2, observada ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

Amostra C_25N2

Na Figura 5.22, com aumento 2500 vezes, respectivamente, pode-se observar as superfícies de fratura geradas nos grãos do material, as quais exibem alta porosidade, porém, são lisas, principal característica da superfície de fratura frágil. A Figura 5.28 deixa evidente esta morfologia.



Figura 5.22 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra C_25N2, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

5.6.3 Amostras submetidas ao Tratamento 2 – 75% N₂

Amostra P_75N2

Na Figura 5.14, na região analisada, é possível observar, com certa dificuldade, a formação de camada nitretada na superfície da amostra P_75N2, e também, a formação de camada nitretada nas paredes de um grande poro na superfície do material.

Na Figura 5.23, pode-se observar as superfícies de fratura geradas nos grãos do material, que se mostra uma fratura dúctil, devido ao grande volume de microcavidades nestas superfícies. Por estas imagens não conseguimos identificar a formação de camada nitretada nas paredes internas dos poros, o que nos leva a concluir que este revestimento foi apenas superficial.



Figura 5.23 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra P_75N2, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

Amostra C_75N2

Na Figura 5.16, pode-se observar a camada nitretada formada na amostra C_75N2, que se mostra mais espessa e regular que a camada formada na amostra P_75N2, devido à menor porosidade superficial da amostra. Em alguns poros superficiais maiores, uma camada nitretada menos espessa e mais irregular é observada, porém, a imagem não nos dá certeza se esta camada penetrou nos poros.

Na Figura 5.24, observamos as superfícies de fratura geradas na amostra após o teste de quebra de dente, que possuem microcavidades, indicando uma fratura dúctil do material. Também por estas imagens, é possível concluir que a camada nitretada não penetrou nos poros superficiais do material.



Figura 5.24 - Aspecto micrográfico das superfícies de fratura formadas na amostra C_75N2, observadas ao MEV. Ataque: Reagente nital 5%.

6.0 CONCLUSÕES

Neste capítulo serão descritas as conclusões sobre os experimentos feitos durante o presente trabalho, trazendo sugestões de melhorias no processo de fabricação das peças analisadas.

Sobre a rugosidade, podemos afirmar que houve um aumento de cerca de 61%, quando comparamos uma amostra pura sem tratamento com uma amostra submetida ao Tratamento 2, o que é esperado em tratamentos de nitretação a plasma, devido a formação da camada branca. No entanto, em um processo industrial podem ainda ser aplicados processos de acabamento, como polimento, posteriormente a nitretação, caso seja necessário reduzir a rugosidade das peças.

Acerca das análises por microscópio óptico e MEV referentes à porosidade e formação de camada nitretada, podemos concluir que houve formação de camada nitretada em toda a superfície dos dentes das amostras tratadas, porém, a camada não causou fechamento dos poros superficiais. As amostras com adição de carbono se mostraram mais propícias à formação de camada nitretada mais espessa e regular.

Sobre os ensaios de dureza Rockwell B, quando comparamos as amostras tratadas com as amostras recebidas, concluímos que as amostras submetidas ao Tratamento 1 tiveram uma redução nos valores de cerca de 11% e as amostras submetidas ao Tratamento 2, tiveram redução de cerca de 4%. Com base nos resultados, é possível concluir que o revenido feito pelo fabricante durante o processo de produção das engrenagens afetou de forma considerável os resultados dos tratamentos de nitretação, pois sua baixa temperatura de processo limitou o tratamento do material.

Sobre os resultados de microdureza Vickers, as amostras submetidas ao Tratamento 2, com maior teor de nitrogênio, apresentaram maiores valores, devido à formação de camada branca mais espessa e uniforme, que é a parte da camada nitretada que confere dureza superficial aos materiais. Houve apenas uma exceção, em que a amostra P_25N2 apresentou microdureza um pouco maior que a amostra P_75N2 na faixa mais superficial da camada branca, obtida através da carga de 0,49 N.

Por fim, podemos concluir, com base nos dados apresentados que, o objetivo em relação a força para ruptura de dentes das engrenagens foi atingido, já em relação às propriedades dos materiais submetidos aos tratamentos de nitretação como, dureza e microdureza, não foram atingidos, porém, conforme analisamos a proposta da empresa concedente do material e interessada no estudo, em uma escala de importância, estas propriedades estão abaixo dos dados de força até a ruptura. A proposta do trabalho de analisar a possibilidade de se realizar o tratamento de nitretação a plasma nos materiais propostos e, com base nas informações e resultados obtidos, conclui-se que é possível a realização destes tratamentos, sendo necessários ajustes nos parâmetros de processo e, talvez, nos parâmetros de fabricação do material base.

A realização dos experimentos permitiu obter um melhor entendimento sobre o uso dos equipamentos de tratamento e ensaio, além de trazer novas informações sobre o tratamento de materiais sinterizados que, apesar de já serem estudados, ainda são um pouco nebulosas e variáveis. Com base nisso, podemos dizer que o presente trabalho contribuiu para o desenvolvimento e estudo na área de nitretação a plasma de materiais sinterizados, apesar do resultado negativo.

7.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Devido ao curto período para realização do presente trabalho, por questões logísticas, principalmente, como sugestões do que poderia ser feito em trabalhos futuros, podemos citar:

- Fabricação de peças com pó metálico com maior pureza, fabricadas exclusivamente para a realização dos experimentos;
- Atentar aos processos de têmpera e, principalmente, de revenido na produção das peças, visando evitar ou minimizar a interferência significativa deste processo nos tratamentos de nitretação;
- Evitar a manipulação das amostras;
- Estudo mais aprofundado dos parâmetros de tratamento, principalmente temperatura e tempo;

REFERÊNCIAS

ASM International. **ASM Handbook - Powder Metal Technologies and Applications.** Volume 7, 1998.

BINDER, R.. Desenvolvimento de um novo processo de nitretação por plasma para aumento de produtividade e confiabilidade tribológica de components sinterizados:
Escalonamento do laboratório à aplicação industrial. Tese de doutorado.
Universidade Federal de Santa Catarin, 2020.

BERTOL, H. C.. Determinação de critérios para aceitação de medições de Dureza realizadas com durômetros portáteis em regiões de soldas. Dissertação de mestrado. PPGEM:UFRGS, 2009.

BRUNATTO, S. F.. Nitretação por plasma de ferro sinterizado. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Santa Catarina, 1993.

BUDYNAS, R. G.; NISBETT, J. K.. Elementos de Máquinas de Shigley. 8ª ed., 2011.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G.. Ciência e Engenharia de Materiais – Uma introdução. 9^a ed., 2016.

CHIAVERINI, V.. Metalurgia do Pó – Técnica e produtos. 3ª ed., 1992.

DALCIN, R. L.. Influência da nitretação a plasma sobre a resistência ao desgaste de engrenagens forjadas em aço bainítico de resfriamento contínuo de baixo carbono. Tese de doutorado. PPGEM:UFRGS, 2021.

DIAS, A. P.. Controle Dimensional de Peças Produzidas pelo Processo de Metalurgia do Pó. Dissertação de mestrado. PPGE3M:UFRGS, 2016.

DOS REIS, R. F.; MALISKA, A. M.; BORGES, P. C. Nitretação a plasma do aço inoxidável austenítico ISO 5832-1: Influência do tempo de tratamento. Revista Matéria, p. 304-315, 2008.

HÖGANAS. Höganas: Handbook – PM School. Data desconhecida.

KLEIN, A. N. (2002). Metalurgia do pó e materiais sinterizados. Material didático em sala de aula.

NEIS, P. D.. Apostila de engrenagens, cardan e homocinética. 1ª ed., 2020.

OLIVEIRA, L. F.. Estudo da nitretação a plasma com tela ativa e potencial flutuante para o aço rápido ASTM M2. Dissertação. PPGEM:UFRGS, 2017.

PINEDO, C. E., Tratamentos térmicos e superficiais dos aços. 1ª ed., 2021.

ROCHA, A. S.. Influência do estado superficial prévio na nitretação a plasma do aço **AISI**. Tese de doutorado. PPGEM:UFRGS, 2000.

SANTOS, M. D.. Desenvolvimento de uma engrenagem cônica sinterizada: Substituição de tecnologia. Dissertação de mestrado. PPGEM:UFRGS, 2017.

SOUSA, M.; SOARES O.. **Pulverização catódica – Notas introdutórias**. Faculdade de Ciências do Porto, p. 123-124, 1990.

TEIXEIRA, C. B.. Caracterização e estudo de fluido magnético baseado em nitreto de ferro. Tese de doutorado. Universidade de Brasília, 2007.