

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA  
E DE MATERIAIS - PPGEM**

**VIVIANE WRITZL**

**O EFEITO DOS TRATAMENTOS DE NITRETAÇÃO POR  
PLASMA E TÊMPERA SUPERFICIAL A LASER NAS  
PROPRIEDADES SUPERFICIAIS DE FERROS FUNDIDOS  
VERMICULARES**

**TESE**

**CURITIBA**

**2018**

**VIVIANE WRITZL**

**O EFEITO DOS TRATAMENTOS DE NITRETAÇÃO POR  
PLASMA E TÊMPERA SUPERFICIAL A LASER NAS  
PROPRIEDADES SUPERFICIAIS DE FERROS FUNDIDOS  
VERMICULARES**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, do Departamento de Pesquisa e Pós-Graduação, do Campus de Curitiba, da UTFPR, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia, Área de Concentração em Engenharia de Materiais.

**Orientador:** Paulo César Borges, PhD.

**Co-orientador:** Milton, S. F. de Lima, Dr.

**CURITIBA**

**2018**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

---

W956e Writzl, Viviane  
2018 O efeito dos tratamentos de nitretação por plasma e têmpera superficial a laser nas propriedades de ferros fundidos vermiculares / Viviane Writzl.-- 2018. 139 f.: il.; 30 cm.

Disponível também via World Wide Web.

Texto em português, com resumo em inglês.

Tese (Doutorado) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Curitiba, 2018.

Bibliografia: p. 130-139.

1. Nitretação. 2. Metais - Têmpera. 3. Ferro fundido. 4. Engenharia de materiais. 5. Engenharia mecânica. 6. Teses. I. Borges, Paulo César, orient. II. Lima, Milton Sérgio Fernandes de, coorient. III. Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, inst. IV. Título.

CDD: Ed. 22 -- 620.1

---

Biblioteca Central da UTFPR, Câmpus Curitiba  
Bibliotecária Lucia Ferreira Littiere - CRB 9/1271



Ministério da Educação  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Diretoria de Pesquisa e Pós-Graduação

## TERMO DE APROVAÇÃO DE TESE Nº 14

A Tese de Doutorado intitulada: **O Efeito dos Tratamentos de Nitretação por Plasma e Temperatura Superficial a Laser nas Propriedades de Ferros Fundidos Vermiculares**, defendida em sessão pública pela Candidata Viviane Witzl, no dia 26 de Fevereiro de 2018, foi julgada para a obtenção do título de Doutor em Engenharia, área de concentração: Engenharia de Materiais, e aprovada em sua forma final, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais – PPGEM.

**BANCA EXAMINADORA:**

**Prof. Dr. Paulo César Borges- Presidente - UTFPR**

**Prof. Dr. Wilson Luiz Guesser - TUPY/UDESC**

**Prof. Dr. Giuseppe Pintaúde - UTFPR**

**Prof. Dr. Carlos Henrique da Silva - UTFPR**

**Prof. Dr. Luis César Fontana - UDESC**

A via original deste documento encontra-se arquivada na Secretaria do Programa, contendo a assinatura da Coordenação após a entrega da versão corrigida do trabalho.

CURITIBA, 26 DE FEVEREIRO DE 2018.

**Carimbo e assinatura do Coordenador do Programa**

---

À minha filha, Melissa e ao meu  
marido Wilerson.

## **AGRADECIMENTOS**

Ao Professor Dr. Paulo César Borges pela orientação, confiança e apoio durante a realização deste trabalho. Também agradeço pela amizade, compreensão e incentivo para a minha continuidade no meio acadêmico e pesquisa.

Ao Pesquisador Dr. Milton Sérgio Fernandes de Lima pela co-orientação, disponibilidade, entusiasmo e pronto atendimento para as discussões.

Ao professor Giuseppe Pintaúde pela amizade e pelo direcionamento nos ensaios de desgaste.

À aluna de iniciação científica Bruna Russi pela dedicação na caracterização das amostras.

À pós-doutoranda Ane Cheila Rovani pela ajuda nos ensaios de riscamento e nos esclarecimentos das minhas dúvidas ao decorrer da pesquisa.

Aos colegas Alexandre José Gonçalves (técnico do laboratório CMCM) e Victor de Cerjat Beltrão pela colaboração em realizar as análises de MEV, DRX e interferometria.

À empresa Tupy pelo fornecimento dos corpos de prova e pelo apoio ao trabalho por meio de projeto de cooperação.

Ao Professor Dr. Wilson Guesser pelas sugestões e oportunidades de discussão e aprendizagem.

Ao IFPR por colaborar com meu afastamento.

Ao IEAv pela realização dos experimentos de têmpera a laser.

A UTFPR pela oportunidade de conhecimento e crescimento.

Aos meus queridos pais, especialmente ao meu pai Carlos Alberto Writzl pelo incentivo aos meus estudos.

As minhas irmãs Tatiane e Taisa pela motivação e demonstração de certeza no meu sucesso nesta jornada.

Finalmente, um agradecimento especial ao meu amado esposo Wilerson, por todo incentivo, otimismo, ajuda e parceria nos diversos finais de semana e feriados que passei focada neste trabalho.

“A coisa mais bela que o homem pode experimentar é o mistério. É essa emoção fundamental que está na raiz de toda ciência e toda arte.”

Albert Einstein

## RESUMO

Em busca de maior eficiência, o desenvolvimento de novos motores tem aumentado as solicitações mecânicas e térmicas dos componentes. As propriedades específicas do Ferro Fundido Vermicular (FFV), como a resistência ao desgaste, maior relação resistência-peso e suas vantagens econômicas e tecnológicas, quando comparadas a outros ferros fundidos, o tornam uma excelente opção para aplicações em blocos de motores a diesel, cabeçotes e outros. A aplicação combinada de dois ou mais tratamentos de superfície surgiu como uma alternativa para melhorar o desempenho destes componentes, objetivando aumentar a resistência à fadiga de contato e à abrasão, diminuir o coeficiente de atrito, isolar termicamente a superfície, entre outras. Neste trabalho foi estudada a influência do tempo de nitretação a plasma e da potência da têmpera a laser nas propriedades superficiais do ferro fundido vermicular. O tratamento de têmpera a laser no ferro fundido nitretado possibilitou elevadas durezas superficiais, maiores profundidades de endurecimento pela formação de martensita e, principalmente, uma redução do gradiente de dureza entre a camada nitretada e o substrato por meio da solubilização dos nitretos e a difusão do nitrogênio para o interior da peça. A análise de fases por difratometria de raios-X nas amostras nitretadas seguido de têmpera a laser permitiu identificar, para todas as condições de potência do laser, uma redução da intensidade dos picos correspondentes às fases de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  presentes na superfície, assim como a presença de picos correspondentes à fase  $\alpha'$  (martensita), austenita retida e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (óxidos). Verificou-se também a decomposição dos nitretos e o aparecimento da fase  $\text{FeN}_{0,076}$  em maiores potências do laser. Ensaio de riscamento com carga progressiva mostraram um melhor desempenho tribológico após o tratamento de têmpera a laser no FFV nitretado, quando comparados a estes tratamentos isolados ou sem tratamento. A camada modificada forneceu um maior suporte mecânico sob cargas críticas de desgaste, por meio da redução do gradiente de dureza entre a camada tratada e o substrato, assim como uma redução da fragilidade da camada nitretada contribuiu para menores coeficientes de atrito.

**Palavras-chave:** Nitretação por plasma. Têmpera a Laser. Ferro Fundido Vermicular.

## ABSTRACT

In search of greater efficiency, the development of new engines has increased to the mechanical and thermal demands of the components. The specific properties of Compacted Graphite Iron (CGI), such as wear resistance, higher strength to weight ratio and its economic and technological advantages compared to other cast iron, make it an excellent choice for applications in diesel engine blocks and others. The combined application of two or more surface treatments emerged as an alternative to improve the performance of components to increase the resistance to contact fatigue and abrasion, decrease the friction coefficient, and thermally insulate the surface, among other. In this work the influence of the nitriding time on plasma and the power of surface laser hardening on the surface properties of Compacted Graphite Iron (CGI) were studied. The laser hardening treatment in nitrided cast iron allowed for high surface hardness, higher hardening depths due to the formation of martensite, and mainly a reduction of the hardness gradient between the nitrided layer and the substrate by solubilization of the nitrides and diffusion of the nitrogen to the interior of the part. The analysis of phases by x-ray diffractometry in the nitrided samples followed by laser hardening allowed to identify, for all the laser power conditions, a reduction of the intensity of the peaks corresponding to the nitrides  $\epsilon$  and  $\gamma'$  phases present on the surface, as well such as the presence of peaks corresponding to the  $\alpha'$  phase (martensite), retained austenite and  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (oxides). It was also verified the decomposition of the nitrites and the appearance of the  $\text{FeN}_{0,076}$  phase in higher powers of the laser. Scratch tests with progressive loading showed better tribological performance after surface laser hardening treatment in nitrided CGI, when compared to these treatments alone or without treatment. The modified layer provided greater mechanical support under critical wear loads by reducing the hardness gradient between the treated layer and the substrate, as well as a reduction of the brittleness of the nitrided layer contributed to lower coefficients of friction.

**Keywords:** Plasma Nitriding. Laser Hardening. Compacted Graphite Iron.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1– Diagrama tensão vs corrente de uma descarga luminescente (CHAPMAN, 1980).....	29
Figura 2.2– Principais interações entre o plasma e a superfície: (a) íons ou elétrons do cátodo podem ser ejetados; (b) íons incidentes podem ser refletidos e/ou (c) adsorvidos no cátodo (REIS, 2007). ....	31
Figura 2.3– Diagrama de fases Ferro-Nitrogênio (ASM HANDBOOK, 2004).....	32
Figura 2.4– Coeficiente de difusão do nitrogênio em função da composição de carbono e da temperatura de nitretação (BELL, 1990). ....	35
Figura 2.5– (a) Espessura da camada de compostos em função da temperatura de nitretação (b) perfil de concentração do N em função da temperatura de nitretação (Wang e Liu, 2013).....	36
Figura 2.6– Diagrama da densidade de energia ( $J/mm^2$ ) para os metais e suas ligas. Densidade de potência ( $W/mm^2$ ) em função da interação do tempo (s) (ION, 2005).....	39
Figura 2.7– Distribuição de energia do feixe do laser na amostra (ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING, 1994).....	42
Figura 2.8– Perfil de microdureza típico obtido após a têmpera a laser de um aço 20CrMo (STEEN, 2003). ....	44
Figura 2.9– Dureza superficial em função da sobreposição das pistas do laser (BERGNANN apud STEEN, 2003).....	44
Figura 2.10– Desgaste por deslizamento em função da profundidade de endurecimento obtida na têmpera a laser. (a) Ferro fundido cinzento e (b) Ferro fundido nodular (ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING, 1994).....	47
Figura 2.11– Taxa de desgaste erosivo em ferro fundido em função da dureza superficial e da profundidade de endurecimento. (a) Ferro fundido Cinzento e (b) Ferro fundido nodular (SURFACE ENGINEERING, 1994).....	47

Figura 2.12– (a) Perfil de microdureza com diferentes potências do laser e (b) Resultados dos ensaios de desgaste <i>block on ring</i> das amostras tratadas com diferentes potências do laser (LIMA <i>et al.</i> , 2011). .....	48
Figura 2.13– Perfil de dureza da camada boretada depois do tratamento com laser (PERTEK e KULKA, 2003). .....	51
Figura 2.14– Imagens por MEV após o tratamento de laser em amostras nitretadas do aço 42CrMo4 (a) 0,39 W e (b) 0,13 W (KULKA <i>et al.</i> , 2016). .....	53
Figura 2.15– Perfil de microdureza dos tratamentos de PN, LQ e PN + LQ para o aço 38CrMoAl (YAN <i>et al.</i> , 2014). .....	54
Figura 2.16–Taxa de desgaste dos tratamentos de PN e PN + LQ para o aço 38CrMoAl. Ensaio de pino sobre disco realizado com carga de 10 N, velocidade de 200 rpm (0,1 m/s) e tempo de 3600 s (YAN <i>et al.</i> , 2014). <b>Erro! Indicador não definido.</b>	
Figura 2.17– (a)Coeficiente de atrito e (b) taxa de desgaste dos tratamentos PNC e PNC + LQ para o aço 38CrMoAl. Ensaio de pino sobre disco realizado com carga de 10 N, velocidade de 200 rpm (0,1 m/s) e tempo de 3600 s (YAN <i>et al.</i> , 2015). .....	55
Figura 2.18– Perfil de microdureza das condições N e N+L (COLOMBINI <i>et al.</i> , 2014). .....	56
Figura 2.19– Demonstração do ensaio de riscamento linear (AKONO e ULM, 2014). .....	57
Figura 2.20– Coeficiente de atrito e profundidade de indentação para o ferro fundido. (a) 2,5 mN e (b) 5,0 mN (NAKAMURA e IWABUCHI, 2012). .....	58
Figura 2.21– Variação de largura do risco (VALE <i>et al.</i> , 2016). .....	60
Figura 2.22– Mecanismos de dano. (a) exposição da grafita, (b) recobrimento da grafita, (c) lascamento e (d) metal dobrado (VALE <i>et al.</i> , 2016). .....	61
Figura 3.1– Fluxograma da metodologia utilizada neste trabalho .....	62
Figura 3.2– (a, b, c) Dimensões do corpo de prova e (d) Foto dos corpos de prova fornecidos pela Tupy Fundição. ....	64

Figura 3.3– Equipamento de nitretação por plasma (REIS, 2007). .....	65
Figura 3.4– Principais componentes do equipamento de têmpera superficial a laser a fibra (GOIA, 2010). .....	68
Figura 3.5– O tratamento de têmpera a laser (L) em um corpo de prova de FFV.....	69
Figura 3.6– Metodologia de medição do perfil de microdureza para as amostras tratadas com têmpera superficial a laser.....	72
Figura 3.7– Ensaio de riscamento linear indicando o sentido do risco. ....	74
Figura 3.8– Seção transversal do risco obtida pela técnica de interferometria de luz branca, mostrando as regiões de pile-up e a profundidade do risco da amostra NP2. ....	75
Figura 4.1– Microestrutura do FFV no estado de fornecimento. ....	76
Figura 4.2- M.O do FFV nitretado. (a) NP1; (b) NP2; (c) NP3 e (d) NP4.....	77
Figura 4.3- Espessura da camada de compostos em função dos parâmetros da NP. ....	78
Figura 4.4- MEV das condições de nitretação. (a) NP1 e (b) NP4. ....	79
Figura 4.5– Difratoograma do MB e das condições NP1, NP2, NP3 e NP4.....	80
Figura 4.6- Micrografia do FFV temperado superficialmente a laser na potência de 500 W. ZTA = Zona termicamente afetada pelo calor; MB = Material Base.....	83
Figura 4.7- M.O. da camada temperada do FFV. (a , b) Condição 2; (c , d) Condição 12; (e, f) Condição 6 e (g , h) Condição 9. Ataque nital 4% .....	84
Figura 4.8- Elevada rugosidade do corpo de prova após o tratamento de têmpera a laser na condição 9, potência de 600 W. ....	86
Figura 4.9- M.O da camada temperada do FFV em função da potência do laser empregada. (a) L417; b) L449; (c) L482 e (d) L514. ....	87
Figura 4.10- M.O. da camada temperada do FFV em função da potência empregada. (a, b) L417; (c, d) L449; (e, f) L482 e (g, h) L514. ....	88
Figura 4.11– Perfil de microdureza das condições L417, L449, L482 e L514. ....	89

Figura 4.12– Difratoograma de amostras de FFV após o tratamento de têmpera a laser. ....	90
Figura 4.13- Espessura da camada de compostos das condições de nitretação (NP) e espessura da camada modificada após os tratamentos de NP + L. ....	93
Figura 4.14– Difratoograma das condições MB, NP1 e NP1+L400. ....	94
Figura 4.15– Difratoograma das condições NP1+L400, NP2+L400 e NP3+L400.....	95
Figura 4.16- Tipos de camada tratada obtida com os tratamentos de NP+L. (a) Camada composta de nitretos + martensita + óxidos (1); (b) Camada composta de nitretos + martensita + óxidos (1) e martensita (2).....	96
Figura 4.17- M.O. de FFV tratados com NP e NP + L. (a) NP1; (b) NP1+L400; (c) NP2; (d) NP2+ L400; (e) NP3; (f) NP3+ L400; (g) NP4 e (h) NP4+ L400.....	97
Figura 4.18- M.E.V da camada tratada da condição NP1+ L400. ....	98
Figura 4.19- Perfil de microdureza das condições NP1+ L400, NP2+ L400, NP3+ L400 e NP4+L400. ....	99
Figura 4.20– M.O. de amostras de FFV com tratamento de NP+L. (a) NP3+L417; (b) NP3+L449; (c) NP3+L482 e (d) NP3+L514. Ataque Nital 4%.....	101
Figura 4.21– Difratoograma das condições do tratamento NP1+L400 e NP1+L449...	102
Figura 4.22– (a) Difratoograma da condição NP1, NP1+L449 na superfície e na profundidade de 6 e 30 $\mu\text{m}$ . (b, c) MEV da condição NP1+L449. ....	103
Figura 4.23– Concentração de nitrogênio x profundidade (WDS) .....	104
Figura 4.24– Profundidade de endurecimento (500 HK) das condições de têmpera a laser no FFV nitretado em função da potência do laser empregada. (a) NP1 e (b) NP4. ....	105
Figura 4.25- Perfil de microdureza das condições NP1, NP1+L400, NP1+L417, NP1+L449, NP1+L487 e NP1+L514. ....	106
Figura 4.26- M.O de amostras de FFV após os tratamentos de NP e NP+L. (a) NP3; (b) NP3+L400; (c) NP4 e (d) NP4+L400. ....	107

Figura 4.27 – (a) Difratoograma das condições NP3+ L400 e NP4+L400; (b, c) M.O. das condições NP3+L400 e NP4+L400. ....	108
Figura 4.28– Difratoograma na superfície das condições NP1+L400 e NP4+L400. ...	109
Figura 4.29– (a) Difratoograma da condição NP4, NP4+L400 na superfície e na profundidade de 20 e 50 $\mu\text{m}$ . (b) MEV da condição NP4 e (c) MEV da condição NP4+L400. ....	110
Figura 4.30– Topografia das superfícies. (a) MB; (b) NP2; (c) NP1+L400 e (d) NP1+L400. ....	112
Figura 4.31– Imagem 3D do risco realizado na condição NP2 com carga progressiva de 40 a 70 N.....	112
Figura 4.32– COF obtido na faixa de carga de 3 a 8 N das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400. ....	113
Figura 4.33– MEV da superfície desgastada da condição MB, após o ensaio de riscamento linear na faixa de carga de 3 a 8 N. ....	114
Figura 4.34– (a) COF e (b) Profundidade dos riscos na faixa de carga de 20 a 50 N das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400. ....	115
Figura 4.35– Perfil de microdureza das condições NP2, NP2+L400 e NP1+L400..	116
Figura 4.36– Imagens obtidas por MEV da superfície desgastada das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400 após o ensaio de riscamento na faixa de carga de 20 a 50N.....	118
Figura 4.37–Imagens obtidas por MEV da superfície desgastada na faixa de carga de 20 a 50 N das condições: (a) MB; (b) NP2, (c) NP2+L400 e (d) NP1+L400. ....	119
Figura 4.38–Seção transversal dos riscos de desgaste na faixa de carga de 20 a 50 N das condições MB; NP2, NP2+L400 e NP1+L400. ....	121
Figura 4.39– COF e Profundidade dos riscos na faixa de carga de 40 a 70 N das condições: MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400.....	122

Figura 4.40-Imagens obtidas por MEV da superfície desgastada das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400, após o ensaio de riscamento na faixa de carga de 40 a 70N.....	123
Figura 4.41-Imagens obtidas por MEV da superfície desgastada na faixa de carga de 40 a 70 N das condições: (a) MB; (b) NP2, (c) NP2+L400 e (d) NP1+L400. ....	124
Figura 4.42-Seção transversal dos riscos de desgaste na faixa de carga de 40 a 70 N das condições MB; NP2, NP2+L400 e NP1+L400. ....	126

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1– Padrões internacionais do ferro fundido vermicular (ASM HANDBOOK, 2017).....	25
Tabela 2.2– Principais propriedades do ferro fundido vermicular (ASM HANDBOOK, 2017).....	26
Tabela 2.3- Resultados experimentais de ensaio de desgaste tipo pino sobre disco no aço SK5 (AISI W1) temperado (STEEN, 2003).....	45
Tabela 3.1– Propriedades mecânicas dos ferros fundidos vermiculares (Relatório de fornecimento de material TUPY, 2016).....	64
Tabela 3.2– Parâmetros constantes utilizados na Nitretação por plasma.....	67
Tabela 3.3– Condições estudadas da nitretação por plasma.....	67
Tabela 3.4– Condições estudadas do processo de têmpera superficial a laser (L) ..	70
Tabela 4.1– Microdureza de topo das condições NP1, NP2, NP3 e NP4. ....	81
Tabela 4.2- Rugosidade Sq do FFV x condições de nitretação.....	81
Tabela 4.3- Parâmetros dos experimentos preliminares de têmpera a laser. ....	83
Tabela 4.4-Experimentos finais de têmpera a laser (L).....	87
Tabela 4.5- Rugosidade das amostras de FFV após o tratamento de têmpera a laser. ....	91
Tabela 4.6- Nomenclatura das condições do tratamento de NP + L no FFV. ....	92
Tabela 4.7- Rugosidade Sq do FFV .....	111
Tabela 4.8- Resumo das principais características do ensaio de riscamento linear com carga progressiva, das condições: MB, NP2, NP1+L400, NP2+L400.....	127

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CFC	Estrutura Cúbica de Face Centrada
CGI	Compacted Graphite Iron
COF	Coeficiente de Atrito
DDP	Diferença de potencial
DE	Densidade de energia
DRX	Difratometria de Raios-X
DZ	Distância Focal
FFV	Ferro Fundido Vermicular
FOFO	Ferro Fundido
HC	Estrutura Hexagonal Compacta
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
L	Têmpera superficial a laser
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MIG	Metal Inert Gás
MO	Microscopia Ótica
Nd:YAG	Neodymium-doped Yttrium Aluminium Garnet
NP	Nitretação por plasma
NP+L	Nitretação por plasma seguido de têmpera a laser
P	Potência do laser
P.E	Profundidade de endurecimento
PVD	Deposição Física de Vapor
SCCM	Standard Cubic Centimeter per Minute
SHTPN	Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding
TIG	Tungsten Inert Gás
ZTA	Zona Termicamente Afetada

## LISTA DE SÍMBOLOS

HK	Dureza Knopp
HV	Dureza Vickers
$\alpha'$	Martensita
$\alpha''$	Nitreto de ferro $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$
$\varepsilon$	Nitreto de ferro ( $\text{Fe}_3\text{N}$ )
$\gamma'$	Nitreto de ferro ( $\text{Fe}_4\text{N}$ )
$\zeta$	Nitreto de ferro ( $\text{Fe}_2\text{N}$ )
$\text{FeN}_{0,076}$	Nitreto de ferro $\text{FeN}_{0,076}$
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	Óxido de ferro
$\text{Fe}_3\text{O}_4$	Óxido de ferro

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	19
1.1	Inovação e Objetivos.....	21
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	23
2.1	Ferro Fundido Vermicular (FFV).....	23
2.2	Nitretação por plasma (NP).....	27
2.2.1	Fundamentos do Plasma.....	28
2.2.2	Interações entre o Plasma e a superfície da peça.....	30
2.2.3	Diagrama de fases Fe-N e os Aspectos Metalúrgicos.....	31
2.2.4	Nitretação em Ferro Fundido.....	36
2.3	Tratamentos de superfície a Laser.....	39
2.3.1	Tipos de Laser.....	40
2.3.2	Têmpera Superficial a laser.....	43
2.3.3	Têmpera Superficial a laser em Ferro Fundido.....	45
2.4	Engenharia de Superfície para obtenção de multicamadas.....	49
2.5	Ensaio de Riscamento.....	57
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	62
3.1	Delineamento Experimental.....	63
3.2	Material.....	64
3.3	Nitretação por Plasma (NP).....	65
3.4	Têmpera Superficial a Laser (L).....	68
3.5	Técnicas de Análise.....	70
3.5.1	Caracterização microestrutural.....	70
3.5.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	71
3.5.3	Microdureza de Topo e Perfil de microdureza Knoop (HK).....	71
3.5.4	Difração de raios-X.....	72
3.5.5	Rugosidade.....	73
3.5.6	Ensaio de Riscamento Linear.....	73
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	76
4.1	Condição de Fornecimento.....	76
4.2	Nitretação por plasma em FFV.....	77
4.2.1	Análise Microestrutural.....	77
4.2.2	Difração de Raios-X.....	79
4.2.3	Microdureza Superficial.....	81
4.2.4	Rugosidade.....	81
4.3	Têmpera Superficial a Laser (L) em FFV.....	82
4.3.1	Análise Microestrutural.....	82
4.3.2	Perfil de Microdureza.....	89
4.3.3	Difração de Raios-X.....	90
4.3.4	Rugosidade.....	91
4.4	Tratamentos de Nitretação por Plasma seguido de Têmpera a Laser (NP+L).....	91
4.4.1	Influência da espessura da camada de compostos formada na NP.....	96
4.4.2	Influência da potência do laser.....	100
4.4.3	Influência da atmosfera gasosa.....	107

4.5	Resistência ao riscamento de FFV's.....	111
4.5.1	Faixa de carga de 3 a 8 N.....	113
4.5.2	Faixa de carga de 20 a 50 N.....	115
4.5.3	Faixa de carga de 40 a 70 N.....	122
5	CONCLUSÕES.....	128
6	PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS.....	131
	REFERÊNCIAS.....	132

# 1 INTRODUÇÃO

A indústria automobilística está constantemente em busca do desenvolvimento de novos materiais e novos processos, a fim de alcançar um melhor desempenho associado à redução de peso e à redução na emissão de ruídos e poluentes.

Diferentes materiais são utilizados na fabricação de componentes do motor de combustão interna. Devido à alta resistência mecânica, o ferro fundido cinzento é geralmente utilizado na construção de blocos de motores. O alumínio e suas ligas também têm suas aplicações pela vantagem da redução de peso (MEHRAN *et al.*, 2017).

No caso específico de blocos de motor, o Ferro Fundido Vermicular (FFV) também conhecido como *Compacted Graphite Iron* (CGI) tem se apresentado como um substituto ao ferro fundido cinzento devido as suas características similares de condutividade térmica e amortecimento, porém com propriedades mecânicas superiores, como resistência e alongamento.

Atualmente a empresa Tupy Fundição, situada em Joinville, tem produzido blocos de motores e *cárteres* de FFV para motores a diesel no Brasil e na Europa, inclusive por obter uma menor emissão de poluentes, atendendo às exigências da legislação europeia (TUPY FUNDIÇÃO imprensa, 2010).

A aplicação do FFV em blocos de motores a diesel apresenta vantagens como: mais leve e compacto pela possibilidade das paredes do bloco serem mais finas; e a capacidade de suportar maiores pressões na câmara de combustão, tornando-o mais eficiente e com um maior rendimento. Entretanto, para atingir este desempenho, os motores operam com maiores temperaturas e pressões de trabalho, tornando o material mais suscetível a falhas prematuras, como trincas térmicas e oxidação das grafitas (WANG; ZHANG; GUO; 2015 e GHODRAT *et al.*, 2013).

Desta forma, para garantir a operação em condições mais severas, o desenvolvimento de tratamentos para modificação da superfície (de composição e microestrutura) se apresenta como uma alternativa para adequar os materiais às

elevadas solicitações mecânicas e térmicas, sem aumentar o tamanho e o peso dos componentes (GUESSER, 2002).

A resistência ao desgaste, à corrosão e à fadiga de componentes mecânicos são fortemente dependentes da qualidade da superfície. Para inúmeras aplicações é interessante obter componentes com propriedades diferentes na superfície sem alterar a estabilidade dimensional. Os métodos utilizados frequentemente consistem em modificar a camada superficial por meio de algum tipo de tratamento térmico, termoquímico localizado ou pelo depósito de uma camada de um novo material. Dentre os métodos utilizados, algumas possibilidades são a nitretação por plasma e a têmpera superficial a laser.

A nitretação por plasma é um tratamento termoquímico que consiste em adicionar nitrogênio à superfície do material de forma controlada, por meio de parâmetros como: temperatura, tempo, pressão, atmosfera, entre outros. Nos ferros fundidos é possível obter camadas nitretadas de aproximadamente 0,1 mm com valores de durezas superficiais em torno de 1100 HV, devido à presença de nitretos. Elementos de liga como Al (alumínio) e Mo (molibdênio) presentes na composição química do material podem aumentar ainda mais a dureza, a resistência ao desgaste, à corrosão e à fadiga dos ferros fundidos nitretados. Camisas de cilindros de motores, mancais e eixos são aplicações típicas para este tratamento (ASM HANDBOOK, ALLOY PHASE DIAGRAMS, 1992).

Alguns autores relataram que a nitretação promove aumento na resistência ao desgaste em ferros fundidos (NIE *et al.*, 2005; ZHENG *et al.*, 2015), aumento na resistência à fadiga (PENHA *et al.*, 2012; JEONG *et al.*, 2010) e aumento na resistência à corrosão em ferros fundidos cinzentos (JEONG *et al.*, 2001, SOKOLOV *et al.*, 2006). Quanto à qualidade superficial de amostras nitretadas, alguns autores reportaram pequenas alterações na rugosidade de ferros fundidos cinzentos e nodulares (TOSIC e GLIGOJERIVIC, 1991; JEONG *et al.*, 2010).

As propriedades tribológicas de componentes mecânicos como engrenagens, rolamentos e sistema anel-cilindro, também podem ser melhoradas por meio de tratamentos térmicos, como a têmpera por indução (SLATTER *et al.*, 2011), e a têmpera a laser (SLATTER *et al.*, 2009). Como os materiais ferrosos são excelentes condutores de calor, as elevadas taxas de aquecimento geradas pelos lasers (CO<sub>2</sub>,

diodo, fibra e outros) e as elevadas velocidades de varredura são adequadas para a austenitização e autoresfriamento de uma fina camada superficial do material, com consequente transformação martensítica (ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING, 1994).

Os aços e ferros fundidos são excelentes materiais para o tratamento de têmpera superficial a laser. Em segundos, após a incidência do feixe do laser, regiões localizadas atingem temperaturas de austenitização maiores do que as utilizadas em fornos. Posteriormente, também são rapidamente resfriados, gerando uma grande quantidade de martensita, o que confere a dureza superficial. Durante o aquecimento outros fenômenos podem acontecer como recristalização ou dissolução de precipitados, o que influencia no comportamento mecânico da superfície (LIMA *et al.*, 2011).

Nos últimos anos pesquisas estão sendo realizadas aplicando tratamentos combinados, dois ou mais tratamentos de superfície para obter multicamadas com maiores profundidades de endurecimento e melhor resistência ao desgaste e à corrosão. O grupo de pesquisas de Materiais, Tribologia e Superfícies da UTFPr (GRMATs), Berton *et al.*, (2017), Borges *et al.*, (2011) e Reis *et al.*, (2011), tem desenvolvido muitos trabalhos com resultados satisfatórios de aumento da resistência à corrosão e ao desgaste em aços inoxidáveis empregando o tratamento de SHTPN (*Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*) para difundir o nitrogênio da camada nitretada e, assim, produzir camadas enriquecidas por nitrogênio em solução sólida com espessura de até 600  $\mu\text{m}$ .

## 1.1 Inovação e Objetivos

A aplicação de tratamentos de superfície, isolados ou combinados, vem sendo bastante empregada em uma ampla gama de materiais, como os metais e suas ligas (principalmente aços, titânio e níquel).

Trabalhos recentes empregaram o tratamento a laser após processos de nitretação, carbonitretação, nitrocementação e boretação, e outros. Kulka *et al.*, (2016) estudaram o efeito do laser na microestrutura e propriedades do aço 42CrMo4 nitretado a gás; Bartkowska *et al.*, (2015) analisaram a modificação superficial produzida pelo laser em aços médio carbono boroniquelados; Yan *et al.*,

(2014) estudaram o efeito do laser em amostras do aço 30CrMnSiA nitretadas por plasma; Yan *et al.*, (2015) analisaram a resistência ao desgaste em aços baixa liga (38CrMoAl) nitrocarbonetados; Kulka, Makuck e Pertek, (2013) analisaram o efeito do laser na microestrutura e nas propriedades dos aços 41Cr4 boretados; e o mesmo grupo de pesquisas em 2012 estudou o efeito do laser na microestrutura e propriedades do aço 17CrNi6-6 borocarbonetados. Em todos estes trabalhos, a aplicação de dois tratamentos de superfície melhoraram as propriedades mecânicas e químicas dos materiais tratados quando comparados à aplicação dos tratamentos isolados.

Apesar do conhecimento dos efeitos benéficos dos tratamentos de superfície nos materiais, poucas pesquisas foram realizadas aplicando tratamentos térmicos e/ou termoquímicos no ferro fundido vermicular.

O interesse neste trabalho é a aplicação dos tratamentos de têmpera superficial a laser em ferro fundido vermicular (FFV) nitretado por plasma, devido ao vasto campo de aplicações industriais, como blocos de motores a diesel, cabeçotes e outros, e também por sua necessidade de operar em condições mais severas.

Desta forma, o objetivo geral desta pesquisa é estudar o efeito dos tratamentos de nitretação por plasma seguido da têmpera a laser nas propriedades superficiais dos ferros fundidos vermiculares.

Para obter êxito neste objetivo geral da pesquisa, será necessário atingir os seguintes objetivos específicos:

1. Determinar o efeito dos parâmetros tempo e atmosfera gasosa (relação  $N_2/H_2/Ar$ ) do tratamento de nitretação por plasma (NP) na microestrutura e microdureza do ferro fundido vermicular (FFV);
2. Determinar o efeito da têmpera superficial a laser (L) na microestrutura e microdureza do ferro fundido vermicular (FFV) nitretado;
3. Estudar o efeito dos tratamentos de nitretação por plasma seguido de têmpera a laser (NP + L) na solubilização e transformações da camada nitretada do FFV;
4. Estudar o efeito da camada obtida no ferro fundido vermicular (FFV) pelos tratamentos de nitretação por plasma seguido de têmpera a laser (NP + L) na resistência ao riscamento linear com carga progressiva.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Será apresentada, neste capítulo, a revisão da literatura relacionada ao ferro fundido vermicular (FFV) e aos tratamentos de superfície: nitretação por plasma e têmpera superficial a laser.

### 2.1 Ferro Fundido Vermicular (FFV)

O ferro fundido (Fofó) representa uma grande família de ligas ferrosas, conhecido como uma liga ternária Fe-C-Si, pois o silício está frequentemente presente em teores superiores ao do próprio carbono. São ligas com teores de carbono geralmente acima de 2,0%, possuindo uma quantidade superior a que se pode ser retida em solução sólida na austenita, resultando em uma quantidade de carbono parcialmente livre em forma de veios ou lamelas de grafita. O silício em teores maiores que 1% facilita a grafitação e aumenta a resistência da ferrita. Os ferros fundidos são extremamente importantes para a indústria devido à variabilidade das propriedades possíveis com a adição de outros elementos de liga metálicos e não metálicos e da aplicação de tratamentos térmicos (CHIAVERINI, 1990).

Conforme classificação usualmente utilizada no Brasil para ferros fundidos comerciais, têm-se disponível no mercado o ferro fundido cinzento, nodular, branco, maleável, mesclado e o vermicular. As principais variáveis responsáveis pela obtenção dos diversos tipos de Fofó são a composição química e os processos de fabricação (como maleabilização e inoculação), e a velocidade de resfriamento. Os ferros fundidos representam um grupo de extrema importância no campo industrial, não só devido a suas características, mas também pela possibilidade de adicionar elementos de liga ou realizar tratamentos térmicos para a otimização de suas propriedades.

O ferro fundido vermicular (FFV), também conhecido como *Compacted Graphite Iron* (CGI), foi produzido pela primeira vez na década de 40, devido a teores insuficientes de cério e magnésio erroneamente introduzidos durante a produção do ferro fundido nodular. Contudo, só a partir de 1965 quando o FFV foi patenteado, é que ocupou lugar na família dos ferros fundidos como um material

com propriedades distintas e uma tecnologia específica para sua fabricação (METALS, 1986). No entanto, sua aplicação industrial continuou limitada, mesmo o FFV possuindo propriedades superiores de resistência mecânica comparada aos ferros fundidos cinzentos, devido à complexidade do controle da produção para larga escala. Então, na década de 90 a partir de novos desenvolvimentos de processos de controle do metal líquido, como o Sintercast, o FFV veio ganhando espaço na indústria automobilística, substituindo aplicações do ferro fundido cinzento, nodular e também alumínio, tais como coletores de escapamento, cabeçotes e principalmente blocos de motores a diesel (GUESSER; MASSIER, 2011). Em substituição ao ferro fundido cinzento, o FFV tem maior resistência oferecendo oportunidades na redução de peso e tamanho de componentes. Já em substituição ao ferro fundido nodular, o FFV é suficientemente resistente para determinadas aplicações, fornece melhor fundibilidade, usinabilidade e condutividade térmica.

O FFV é obtido no estado bruto de fusão, por meio da adição de elementos de liga, apresentando uma morfologia de grafita intermediária entre a grafita em veios e a grafita nodular (SANTOS; BRANCO, 1991). A grafita nodular não deve ultrapassar 20% do volume total das grafitas, e para isto, elementos de liga como o alumínio, titânio, bismuto, zircônio e antimônio podem ser adicionados para provocar a degradação dos nódulos e a formação dos veios, enquanto que o magnésio dificulta a formação das grafitas lamelares. Valores da grafita nodular acima de 20% dificultam a usinabilidade, prejudicam as propriedades de amortecimento e aumentam a tendência de rechupes (GUESSER, 2009).

As grafitas podem estar dispostas em uma matriz perlítica ou ferrítico/perlítica, entretanto, a resistência mecânica do FFV com matriz perlítica é maior, devido à fração volumétrica das lamelas alternadas de ferrita e cementita ( $Fe_3C$ ) darem um reforço para a matriz (DAWSON *et al.*, 1999).

Atualmente o FFV tem substituído o ferro fundido cinzento e as ligas de alumínio em aplicações específicas como de cabeçotes e blocos de motores nas quais se tem uma grande complexidade geométrica e em trabalho são exigidas severas solicitações térmicas e mecânicas. Neste sentido, o FFV apresenta uma resistência à tração até 75% maior, um módulo de elasticidade 30 a 40% superior e o dobro do limite de resistência à fadiga (GUESSER, 2012).

As grafitas em forma de vermes no FFV conferem propriedades mecânicas e térmicas intermediárias entre o ferro fundido cinzento (alta condutividade térmica, baixa resistência e alongamento) e o ferro fundido nodular (baixa condutividade térmica, alta resistência e alto alongamento), características muito favoráveis para solicitações de fadiga térmica.

Os padrões internacionais mais comuns para os ferros fundidos vermiculares são apresentados na Tabela 2.1.

Tabela 2.1– Padrões internacionais do ferro fundido vermicular (ASM HANDBOOK, 2017).

ISO 16112:2016 Internacional	ASTM A842 11 Internacional	EN 16079 Europa	JIS G 5505 Japão	GB/T 26655-2011 China	SAE JI887- 2002 Internacional
ISO 16112/JV/300	300	EN-GJV- 300	FCV 300	RuT300A	C300
ISO 16112/JV/350	350	EN-GJV- 350	FCV 350	RuT350A	C350
ISO 16112/JV/400	400	EN-GJV- 400	FCV 400	RuT400A	C400
ISO 16112/JV/450	450	EN-GJV- 450	FCV 450	RuT450A	C450
ISO 16112/JV/500	500	EN-GJV- 500	FCV 500	RuT500A	C500

Verifica-se na Tabela 2.1 que os padrões internacionais relacionam cinco classes, que são baseadas no limite mínimo de resistência a tração especificada pelas fundições. Como exemplo, o ferro fundido vermicular ISO 16112/JV/300 ou EN-GJV-300 possui um limite mínimo de resistência a tração de 300 MPa.

Uma visão geral das principais propriedades de cada classe do ferro fundido vermicular é apresentada na Tabela 2.2.

Tabela 2.2– Principais propriedades do ferro fundido vermicular (ASM HANDBOOK, 2017).

Classe	Propriedades
300 (ferrítica)	Baixa resistência, alta ductilidade, alta condutividade térmica, menores tensões induzidas termicamente
350 (predominantemente ferrítica)	Alta resistência tanto quanto os ferros fundidos cinzentos ligados, melhor fundibilidade e usinabilidade similar ao ferro fundido nodular
400 (predominantemente perlítica)	Combinação de resistência, rigidez, condutividade térmica e boa resistência ao desgaste
450 (perlítica)	Alta resistência, elevada rigidez, boa resistência ao desgaste e menor usinabilidade
500 (perlítica + ligas)	Alta resistência, baixa ductilidade, alta resistência ao desgaste e baixa usinabilidade

As características superficiais dos aços e ferros fundidos influenciam diretamente nas propriedades mecânicas (como dureza e tenacidade), propriedades químicas (corrosão e oxidação) e tribológicas (coeficiente de atrito e desgaste). Tais propriedades superficiais podem ser melhoradas por meio de mudanças estruturais ou de composição da superfície, visto que, para inúmeras aplicações é interessante obter componentes com propriedades diferentes na superfície para suportar as tensões mecânicas nas quais o material é submetido, mantendo a estabilidade dimensional do componente.

A Engenharia de Superfícies é um ramo da Engenharia Mecânica que utiliza frequentemente processos que consistem em partir de um material homogêneo e modificar-se a camada superficial por algum tipo de tratamento térmico superficial, termoquímico localizado ou pelo depósito de uma camada de um novo material. Em se tratando de tratamentos térmicos superficiais é possível citar a têmpera por indução, a chama e a têmpera superficial a laser. Nos tratamentos termoquímicos alguns exemplos são os processos de cementação, cianetação, nitretação e carbonitretação (CHIAVERINI, 1990).

No presente trabalho foram estudados o tratamento termoquímico de nitretação por plasma (NP) e o tratamento térmico de têmpera superficial a laser (L), os quais apresentam uma variedade de aplicações em componentes mecânicos industriais.

## 2.2 Nitretação por plasma (NP)

Dentre os processos de nitretação existentes, encontram-se os processos convencionais, mais utilizados nas indústrias como a nitretação líquida, gasosa ou em banhos de sais, e a nitretação por plasma (NP), também chamada de nitretação iônica ou nitretação em descarga luminescente. A NP em comparação com os processos convencionais de nitretação permitiu reduzir as temperaturas e os tempos de tratamento, além da substituição do meio gasoso (sais de cianeto) para gases não tóxicos, como Nitrogênio (N), Hidrogênio (H) e Argônio (Ar).

A NP é um tratamento termoquímico de endurecimento superficial que, por meio de uma descarga luminescente, é introduzido nitrogênio para a superfície do metal (ASM HANDBOOK, HEAT TREATING 1991), ocorrendo uma subsequente difusão deste nitrogênio para o interior do material, dependendo da composição química do material tratado e dos parâmetros do processo. O objetivo de sua aplicação nos materiais ferrosos é melhorar as propriedades tribológicas como resistência ao desgaste, coeficiente de atrito e outras propriedades como tenacidade, microdureza e resistência à corrosão (TOSIC e GLIGORIJEVIC, 1991; KARAMIS, 1992; SHAAF, 2002; CHENG *et al.*, 2013).

Embora o processo de NP inicialmente tenha sido aplicado em aços estruturais, atualmente o processo já se estendeu para aços inoxidáveis como os trabalhos do grupo GRMATs da UTFPR, Borges *et al.*, (2004); Borges e Rocha, (2011); Reis *et al.*, (2008 e 2015), aços ferramenta como o trabalho de CONCI *et al.*, (2014), ligas de titânio como o trabalho de FRACZEK *et al.*, (2015), e ferros fundidos.

O endurecimento superficial na NP de aços e ferros fundidos ocorre por meio da interação do nitrogênio com os átomos de ferro e dos elementos de liga presentes no material, em solução sólida intersticial, resultando na formação de nitretos finamente dispersos e carbonitretos que distorcem a rede cristalina (MALISKA, 1995). Estas interações formam camadas nitretadas com tensões compressivas, responsáveis pela modificação das propriedades superficiais.

A fim de melhorar as propriedades superficiais dos materiais obtidas no processo de nitretação por plasma, os seguintes parâmetros devem ser essencialmente controlados: a temperatura, o tempo de nitretação, o fluxo e a reatividade do gás. Estes parâmetros determinam a espessura, a composição e a

dureza da camada nitretada. Adicionalmente deve-se controlar também o pré-aquecimento da câmara antes da nitretação, a pressão do sistema e a qualidade da superfície das peças para, assim, obter uma mínima distorção durante o processo (ASM HANDBOOK, 2004).

### 2.2.1 Fundamentos do Plasma

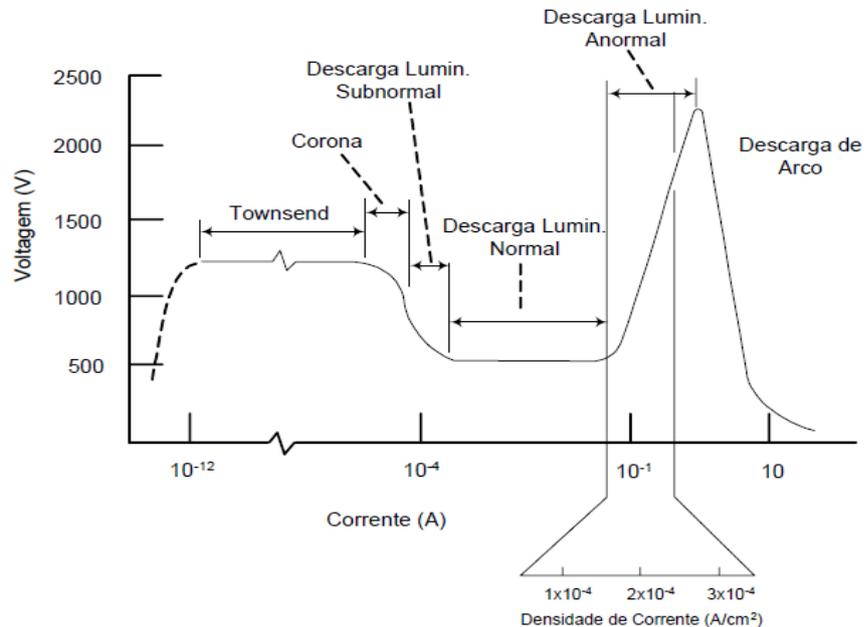
O plasma frio é um gás parcialmente ionizado, composto por um número de elétrons e íons positivos que se comparam ao número de átomos neutros. O grau de ionização é a quantidade relativa de espécies eletricamente carregadas e neutras, sendo assim, um plasma considerado pouco ionizado tem  $10^{-5}$ , ou seja, um par elétron-íon para cada 100.000 espécies neutras (CHAPMANN, 1980).

Existem algumas formas de se ionizar um gás, obtendo-se assim alguns tipos de plasma. Uma das formas de classificação dos plasmas é a forma como são produzidos, termicamente, eletricamente ou pelo grau de ionização. Termicamente pode-se aquecer um gás até que os átomos ou moléculas que o compõem tenham energia suficiente para que um elétron do mesmo seja removido, caracterizando a ionização do gás e a formação do plasma. Para que isto ocorra, devem-se atingir temperaturas muito elevadas, da ordem de dezenas de milhares de graus Celsius. A maneira mais comum para obter-se um plasma eletricamente é aplicar uma diferença de potencial (ddp) suficiente entre dois eletrodos para que haja a ionização do gás, por meio de uma baixa pressão (geralmente abaixo de 10 Torr).

Ao se aplicar uma diferença de potencial entre dois eletrodos imersos em um meio gasoso a baixa pressão, ocorrem os seguintes mecanismos de ionização: primeiramente os elétrons e íons livres são acelerados por um campo elétrico gerado entre os eletrodos e sofrem uma série de colisões com os átomos e moléculas de gás. Com certa tensão aplicada, a energia fornecida a estas partículas promove colisões e, por consequência, o arrancamento de elétrons destes átomos e moléculas. Este mecanismo conhecido como processo de ionização, se torna mais numeroso e forte aumentando a quantidade de elétrons e íons livres (CHAPMANN, 1980).

Em função dos valores de corrente e tensão a descarga (DC) pode assumir diferentes regimes, como mostra a Figura 2.1, para uma descarga luminescente.

Figura 2.1– Diagrama tensão vs corrente de uma descarga luminescente



Fonte: CHAPMAN (1980).

As descargas Townsend, Corona e Subnormal trabalham com correntes muito baixas e na sua maioria são descargas escuras. A descarga luminescente normal apresenta aumento da corrente sem variação da tensão e não envolve totalmente o cátodo. As características destas descargas não são adequadas para o processamento de materiais. Na descarga luminescente Anormal a tensão e a corrente aumentam simultaneamente, de forma linear, proporcionando o controle da descarga e o cátodo (amostra) é completamente envolvido pela descarga. A uniformidade na interação plasma/superfície, produzida por esta descarga, faz com que esta técnica seja favorável para o processamento de materiais. O fator mais importante que caracteriza uma descarga como meio nitretante é a densidade de corrente, devendo esta se situar entre  $0,5 \times 10^{-3} \text{ A.cm}^{-2}$  e  $0,5 \times 10^{-3} \text{ A.cm}^{-2}$  (REIS, 2007 apud JONES *et al.*, 1973).

A descarga de arco apresenta baixa tensão e elevada corrente, produzindo uma grande quantidade de calor e desestabilização na corrente elétrica. São principalmente utilizadas no processamento de materiais que necessitam produzir

fusão, como por exemplo, fundição (forno a arco voltaico) e soldagem (solda eletrodo revestido, MIG, TIG, entre outros).

A nitretação por plasma consiste em ionizar parcialmente um gás ou mistura gasosa, contendo nitrogênio, através de uma descarga luminescente, gerada por uma diferença de potencial entre a amostra (catodo) e o anodo, em uma atmosfera a baixa pressão. Os íons produzidos no plasma são acelerados em direção à amostra (catodo), chocando-se com ela e fornecendo energia suficiente para aquecê-la até a temperatura de nitretação (ASM HANDBOOK, PLASMA NITRIDING, 1991).

Dentre os processos que ocorrem durante a nitretação por plasma, as colisões inelásticas são as mais importantes, pois conduzem a excitação e ionização. Como o estado de excitação é instável, os átomos tendem a retornar ao seu estado inicial, o que ocorre pelo decaimento dos elétrons, de estados excitados para estados fundamentais, gerando os fótons (emissão de luz), processo este responsável pela luminescência no plasma. As colisões responsáveis pela ionização criam elétrons e íons que são acelerados pelo campo elétrico em direção ao cátodo (amostra) e, na colisão que ocorre entre íon-cátodo, elétrons são arrancados da superfície da peça, chamados de elétrons secundários. Esses elétrons são acelerados na bainha catódica e irão colidir com outros átomos, produzindo novos elétrons e íons, assim sustentando a descarga em plasma (BOGAERTS *et al.*, 2002).

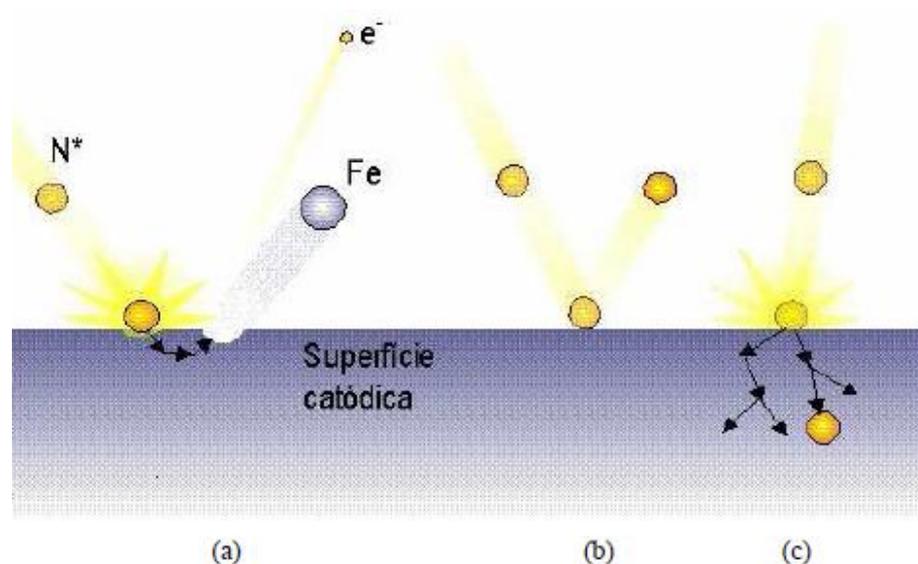
Outros gases podem ser adicionados na mistura gasosa para obter diferentes tipos e espessura de camada nitretada. O hidrogênio contribui na limpeza e retirada dos óxidos da amostra e o argônio, por ser um átomo mais pesado, age como um importante elemento no processo de *sputtering*.

### **2.2.2 Interações entre o Plasma e a superfície da peça**

As interações na região catódica que ocorrem entre a interface plasma-superfície da amostra são bastante complexas e têm uma influência muito significativa nos resultados do processo. Na Figura 2.2 são apresentadas as possíveis reações que o bombardeamento (por espécies neutras, excitadas e íons) do cátodo (peça a ser tratada) pode sofrer: geração de calor pelo bombardeamento de espécies; emissão de elétrons secundários (decorrentes do cátodo); ejeção de átomos da amostra decorrentes das sucessivas colisões entre átomos (conhecido

como pulverização ou *sputtering*); reflexão de espécies energéticas (como íons e partículas neutras); possível implantação de íons na amostra; o rearranjo estrutural na superfície da amostra; reações químicas e a difusão de nitrogênio (CHAPMAN, 1980).

Figura 2.2– Principais interações entre o plasma e a superfície: (a) íons ou elétrons do cátodo podem ser ejetados; (b) íons incidentes podem ser refletidos e/ou (c) adsorvidos no cátodo



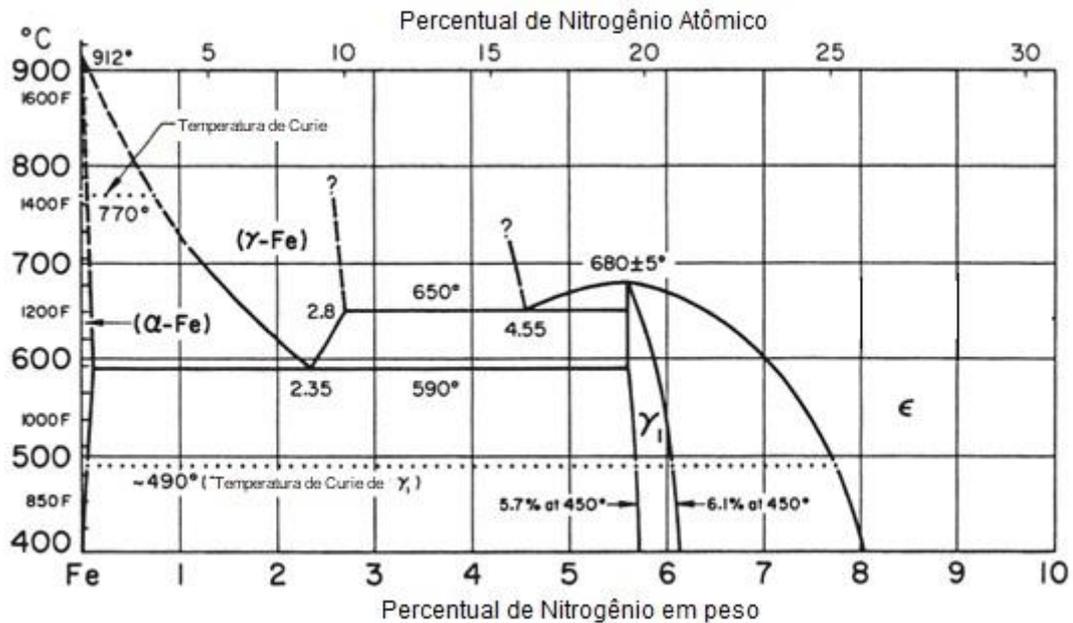
Fonte: (REIS, 2007).

No tratamento de nitretação por plasma estas interações podem gerar mudanças na topografia, reações químicas, modificação das propriedades, formação de uma camada nitretada superficial com elevada dureza, entre outros (ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING, 1994). Nesta pesquisa será focada a formação da camada nitretada em FFV.

### 2.2.3 Diagrama de fases Fe-N e os Aspectos Metalúrgicos

Para o melhor entendimento da formação da camada nitretada obtida com o processo de nitretação é necessário o estudo do diagrama de fases Ferro-Nitrogênio. A Figura 2.3 apresenta o diagrama, com as fases obtidas de acordo com a concentração de nitrogênio (em peso) em função da temperatura (ASM HANDBOOK, 2004).

Figura 2.3– Diagrama de fases Ferro-Nitrogênio



Fonte: ASM HANDBOOK (2004).

O diagrama Fe-N consiste basicamente de soluções sólida intersticial ( $\alpha$ ,  $\gamma$  e  $\epsilon$ ), compostos intermediários ( $\gamma'_1$ -Fe<sub>4</sub>N e  $\zeta$ -Fe<sub>2</sub>N) e fases metaestáveis ( $\alpha'$  e  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub>) (SCHAAF, 2002).

As fases Fe- $\alpha$  (nitroferrita) e Fe- $\gamma$  (nitroaustenita) presentes no diagrama Fe-N têm um comportamento similar ao diagrama Fe-C. A solubilidade máxima do nitrogênio na ferrita é da ordem de 0,10% em peso e ocorre a 590°C, e para a fase austenita é de 2,8% em peso e ocorre a 650°C como mostra a Figura 2.3.

A fase  $\gamma$  (nitroaustenita) tem estrutura cúbica de face centrada (CFC) e sofre uma decomposição eutetóide, de  $\gamma$  para  $\alpha+\gamma'_1$ , na temperatura de 590°C para um teor de 2,35% em peso de nitrogênio quando resfriado lentamente. Caso o resfriamento abaixo da zona crítica de 590°C for muito rápido, ao invés da decomposição eutetóide haverá a formação da nitromartensita, que é uma solução sólida supersaturada de nitrogênio no ferro  $\alpha$ .

Nas temperaturas usuais de nitretação (entre 400 a 550°C), uma quantidade limitada de nitrogênio é dissolvida intersticialmente na matriz do material tratado. Quando a concentração de nitrogênio é aumentada por meio da mistura gasosa,

algumas transformações ocorrem na superfície do material, e as principais fases formadas conforme o diagrama de equilíbrio Fe-N são:  $\gamma'$  - Fe<sub>4</sub>N e  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N. Ambas as fases são ferromagnéticas. A fase  $\gamma'$  possui um reticulado cristalino cúbico de face centrada (CFC), apresenta uma faixa estequiométrica entre 5,7 a 6,1% em peso de nitrogênio na temperatura de 450°C e é estável abaixo de 690°C. Para maiores teores de nitrogênio forma-se a fase  $\epsilon$ , que possui uma estrutura cristalina hexagonal compacta (HC), e pode existir em várias temperaturas e com uma ampla gama de composições (4,35 a 11% em peso de nitrogênio).

Em relação às propriedades destes nitretos,  $\gamma'$  e  $\epsilon$  conferem ao material boa resistência mecânica, entretanto a fase  $\epsilon$  apresenta uma maior dureza e maior resistência ao desgaste do que a fase  $\gamma'$  (REIS, 2007).

Além destas fases, mais comumente formadas no processo de nitretação, a fase  $\alpha''$  pode ser formada por meio do aquecimento da nitromartensita abaixo de 200°C, resultando na transformação em Fe<sub>4</sub>N+ $\alpha$ . A fase  $\alpha''$ (Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub>) pode ser considerada como uma martensita ordenada de nitrogênio e sua estrutura cristalina é formada por oito células tetragonais de corpo centrado de estrutura martensítica original, deformadas e alargadas (JACK, 1973 e REIS, 2007).

A camada nitretada na superfície de um material pode ser formada pela camada de compostos e pela camada de difusão (ASM HANDBOOK, HEAT TREATING, 2004). As características e propriedades destas camadas são resultantes da composição química do material e de alguns parâmetros do tratamento, como: atmosfera de nitretação, temperatura de processamento, tempo de processamento, pressão e diferença de potencial elétrico.

A camada de compostos é também chamada de camada branca, pois se revela na cor branca em uma seção polida e atacada com nital, e pode ser constituída das fases  $\gamma'$  (nitreto\_Fe<sub>4</sub>N) e  $\epsilon$  (nitreto\_Fe<sub>2-3</sub>N) dependendo dos parâmetros da nitretação. Sua formação em ligas de ferro depende da quantidade de nitrogênio difundida no material e da composição química da liga, ou seja, da presença de carbono e dos elementos de liga formadores de nitretos e de carbonetos. Na NP é possível controlar a espessura da camada branca, devido à dissociação do nitrogênio para a formação de nitrogênio atômico que ocorre quando da influência da

descarga luminescente. A camada branca se forma quando ocorre a nucleação e o crescimento dos nitretos estáveis, após atingirem a concentração crítica na interface (ASM HANDBOOK, 2004).

A camada de difusão é constituída de uma solução sólida de nitrogênio e precipitados de nitretos, e pode ser influenciada pelos elementos de liga presentes na matriz do material. Durante sua formação, além da difusão do nitrogênio da superfície para o núcleo do substrato, outras reações podem ocorrer como: a precipitação de nitretos muito finos e coerentes, intergranulares e intragranulares, tanto na estrutura como nos contornos de grãos, supersaturação da matriz ferrítica, redistribuição de carbono e geração de tensões residuais (SUN e BELL, 1991).

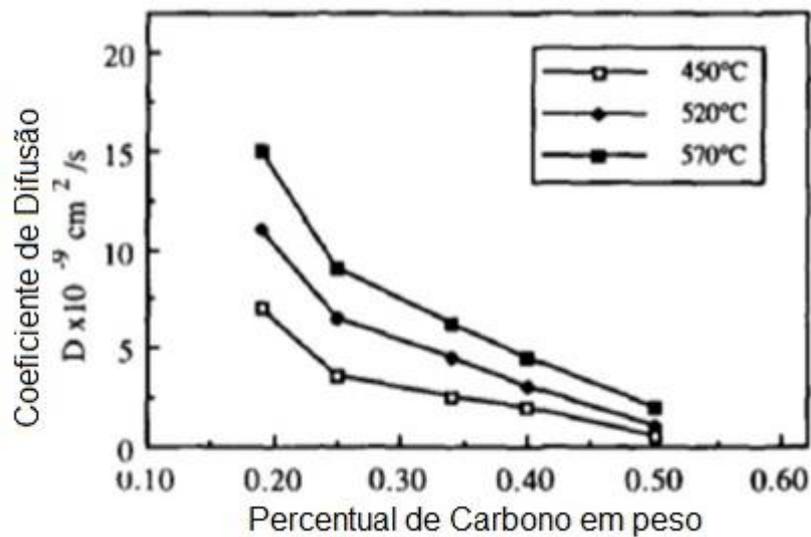
A camada de difusão por meio dos precipitados de nitretos promove o endurecimento do material que gradualmente vai diminuindo em direção ao núcleo do substrato, como efeito da diminuição no teor de nitrogênio difundido. Na nitretação por plasma a difusão do nitrogênio na camada nitretada é maior do que na nitretação a gás, pois o bombardeamento iônico da superfície aumenta a densidade de defeitos nesta região (METIN e INAL, 1987).

A composição química do material e os parâmetros da nitretação influenciam na forma, no tamanho e na quantidade dos precipitados de nitretos.

Os elementos de liga têm uma grande influência na profundidade de endurecimento da camada nitretada, pois estes tendo afinidade com o nitrogênio formam os nitretos e os carbonetos que geram uma barreira para a difusão do nitrogênio em maiores profundidades. Os elementos de liga com maior afinidade com o nitrogênio são: Al, Ti, Cr, Mo, Si, Mn e V, e quanto maior a quantidade dos elementos de liga, menor será a profundidade de endurecimento e maior a dureza. (ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING, 1996).

Outro elemento importante que está em grande quantidade nos ferros fundidos é o carbono, que ocasiona a precipitação da fase  $\epsilon$  e conseqüentemente aumenta a espessura da camada de compostos. Entretanto, o mecanismo de difusão do nitrogênio é dificultado, devido ao estágio anterior de formação de nitretos, principalmente nos contornos de grãos. A Figura 2.4 apresenta o coeficiente de difusão do nitrogênio em função da temperatura e da quantidade de carbono em um aço.

Figura 2.4— Coeficiente de difusão do nitrogênio em função da composição de carbono e da temperatura de nitretação



Fonte: BELL (1990).

Ainda segundo Edenhofer (1976) a atmosfera também é um fator importante na formação da camada nitretada. Com teores inferiores a 5% de  $N_2$  forma-se uma camada de difusão com nenhuma, ou muito fina camada de compostos. Com o aumento do teor de nitrogênio de 15 a 30% na mistura forma-se uma camada de compostos mais espessa, prevalecendo a fase  $\gamma'$ . Com teores de nitrogênio superiores a 70% e com adição de carbono na mistura, a camada de compostos pode ser predominantemente da fase  $\epsilon$ .

A camada de compostos e a camada de difusão servem como uma barreira para a corrosão. Entretanto a presença das duas fases  $\epsilon$  e  $\gamma'$  em uma camada nitretada gera diferentes coeficientes de expansão térmica, visto que possuem uma fraca força de interação entre suas interfaces, tornando a superfície muito susceptível a falha (ASM HANDBOOK, 2004). Muitos estudos têm sido realizados apresentando melhorias nas propriedades superficiais dos materiais com o tratamento termoquímico de nitretação por plasma (NP), entretanto é muito difícil a formação de camadas nitretadas monofásicas.

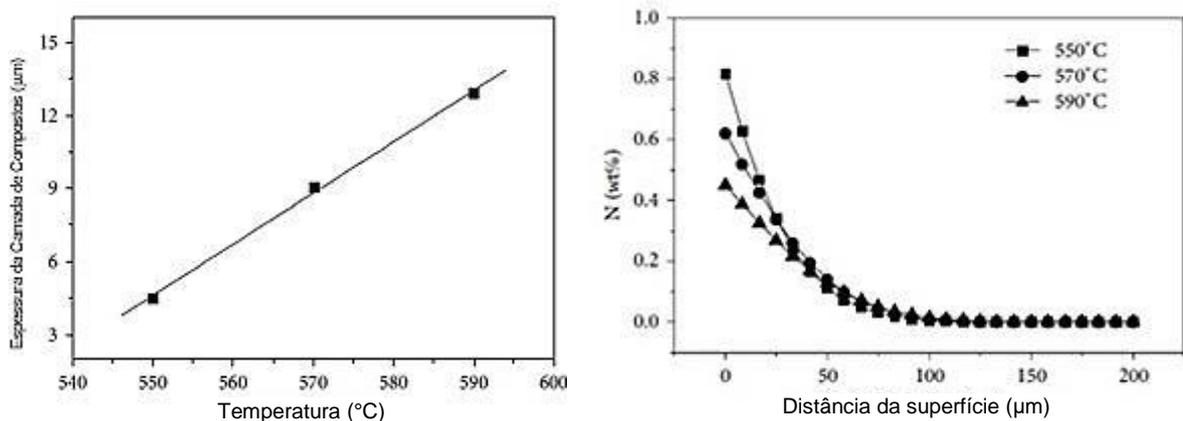
Na próxima seção serão apresentadas pesquisas voltadas para a nitretação em ferros fundidos.

## 2.2.4 Nitretação em Ferro Fundido

Nos ferros fundidos a nitretação geralmente ocorre a uma temperatura na faixa de 550 a 600°C, obtendo, por meio deste processo, camadas nitretadas de aproximadamente 0,1mm (0,004”) e com valores de durezas superficiais em torno de 1100 HV. Elementos de liga como Al, Ni e Mo presentes na composição química do material podem aumentar a dureza, a resistência ao desgaste, à corrosão e à fadiga dos ferros fundidos nitretados. Camisas de cilindros de motores, mancais e eixos são aplicações típicas para este tratamento (ASM HEAT TREATING, 1991). Contudo, devido ao ponto eutetóide a aproximadamente 590°C no diagrama Fe\_N (Ferro\_Nitrogênio), recomenda-se a utilização de temperaturas abaixo desta, evitando transformações indesejáveis que possam comprometer as propriedades finais.

Wang e Liu (2013) estudaram o efeito da temperatura de nitretação a gás (550, 570 e 590°C) na camada superficial do ferro fundido cinzento com matriz perlítica. Os autores mostram na Figura 2.5 (a) que o aumento da temperatura de nitretação forma espessuras maiores da camada de compostos e na Figura 2.5 (b) que a concentração de nitrogênio diminui na superfície para maiores temperaturas.

Figura 2.5– (a) Espessura da camada de compostos em função da temperatura de nitretação (b) perfil de concentração do N em função da temperatura de nitretação



Fonte: Wang e Liu (2013).

Zheng *et al.*, 2015, estudaram o efeito do tratamento de nitretação a gás na resistência ao desgaste por deslizamento a seco de amostras de ferro fundido cinzento. Os autores verificaram uma redução de 45% na taxa de desgaste de

amostras nitretadas em comparação com amostras sem tratamento. Embora o coeficiente de atrito encontrado para as amostras nitretadas tenha sido maior do que nas amostras sem tratamento, o aumento da dureza superficial (de 300 para 650 HV) após a nitretação contribuiu para reduzir a taxa de desgaste. O menor coeficiente de atrito das amostras sem tratamento pode ser justificado pela distribuição das grafitas lamelares na superfície que desempenham um papel importante como lubrificante. Os autores revelaram que o mecanismo de desgaste dominante nas amostras sem tratamento é o desgaste adesivo, e nas amostras nitretadas é o desgaste abrasivo. O desgaste abrasivo nas amostras nitretadas é resultante da formação da camada de nitretos após o tratamento de nitretação.

Nie *et al.*, (2005) analisaram o efeito da nitretação por plasma eletrolítica na dureza e no comportamento de desgaste em testes de pino sobre disco de amostras do aço S0050A (com aproximadamente 0,5% C) e amostras de ferro fundido cinzento G3500 (com aproximadamente 3,0% C). O aço foi nitretado por aproximadamente 8 minutos a 280 V em uma temperatura superficial de aproximadamente 600°C e atingiu uma camada de difusão que variou de 45 a 100 µm. O ferro fundido foi nitretado por aproximadamente 5 minutos a 250 V em uma temperatura de aproximadamente 570°C e atingiu uma camada de compostos de 10 µm e uma camada de difusão de 40 µm. Os valores de microdureza aumentaram em cerca de três vezes, para ambos os materiais, após a nitretação por plasma eletrolítica. O comportamento de desgaste também foi satisfatório, resultando em menores coeficientes de atrito nos ensaios sem lubrificante e uma menor taxa de desgaste, principalmente para o ferro fundido pelo efeito de lubrificante das grafitas. O ferro fundido sem tratamento apresentava trincas decorrentes de fadiga, as quais não foram observadas após o tratamento de nitretação por plasma eletrolítico.

Nicoletto *et al.*, (1996) estudaram os efeitos dos tratamentos de nitretação a gás e da nitrocementação na resistência ao desgaste por deslizamento em amostras de ferros fundidos cinzentos e nodulares. Os maiores valores de dureza, em torno de 7,9 GPa foram obtidos nas amostras de ferro fundido nodular, assim como apresentaram uma menor taxa de desgaste em ensaios de pino sobre disco, em comparação com as amostras de ferro fundido cinzento, independente do tratamento. O tratamento de nitrocementação nas amostras de ferro fundido nodular

resultou numa resistência ao desgaste três vezes maior do que nas amostras nitretadas. Este efeito os autores atribuíram à predominância da fase  $\epsilon$  presente na superfície das amostras nitrocementadas em relação à predominância da fase  $\gamma'$  nas amostras nitretadas.

Tosic e Gligorijevic (1991) compararam a eficiência dos tratamentos de nitretação a gás e nitretação por plasma em amostras de fundido nodular utilizado na fabricação de virabrequins. Devido principalmente ao aquecimento e resfriamento mais lento do processo de nitretação por plasma realizado a uma temperatura de 500°C as distorções superficiais obtidas foram menores do que no processo a gás realizado a uma temperatura de 510°C. Também se verificou que a nitretação por plasma é mais eficiente no processo de difusão do nitrogênio e na formação de uma camada de compostos monofásica.

Wollmann *et al.*, (2009) estudaram condições de nitretação por plasma para um ferro fundido nodular, sem que houvesse a formação da camada de compostos, variando a porcentagem de nitrogênio (10 e 15%) na mistura gasosa de hidrogênio, argônio e nitrogênio. Os tempos de tratamento foram 8, 12 e 24 horas e a pressão e temperatura foram mantidas constantes, 4 Torr e 450 °C, respectivamente. O maior valor de dureza superficial foi obtido na condição com maior concentração de nitrogênio e os resultados de perfis de dureza indicaram que todas as condições de nitretação obtiveram sucesso em relação ao aumento de dureza superficial e à profundidade da camada nitretada, entretanto, nas condições de nitretação com tempos mais longos foi observada uma queda acentuada de dureza da matriz martensítica, atribuído a um efeito de revenimento causado pelo tempo de tratamento no núcleo do material.

Em continuidade ao trabalho anterior, Okura *et al.*, (2010) aplicaram uma temperatura de nitretação mais baixa (400°C), aumentou-se a concentração de nitrogênio para 20%, e na sequência realizaram tratamentos de difusão em forno variando o tempo (4, 8 e 16 horas), com o objetivo de obter camadas de difusão com maiores profundidades e dissolver a camada de compostos. A nitretação em uma temperatura mais baixa seguida de um tratamento de difusão se mostrou mais eficiente na obtenção de maiores camadas nitretadas, quando comparada com as condições do trabalho anterior. A maior profundidade da camada nitretada foi obtida

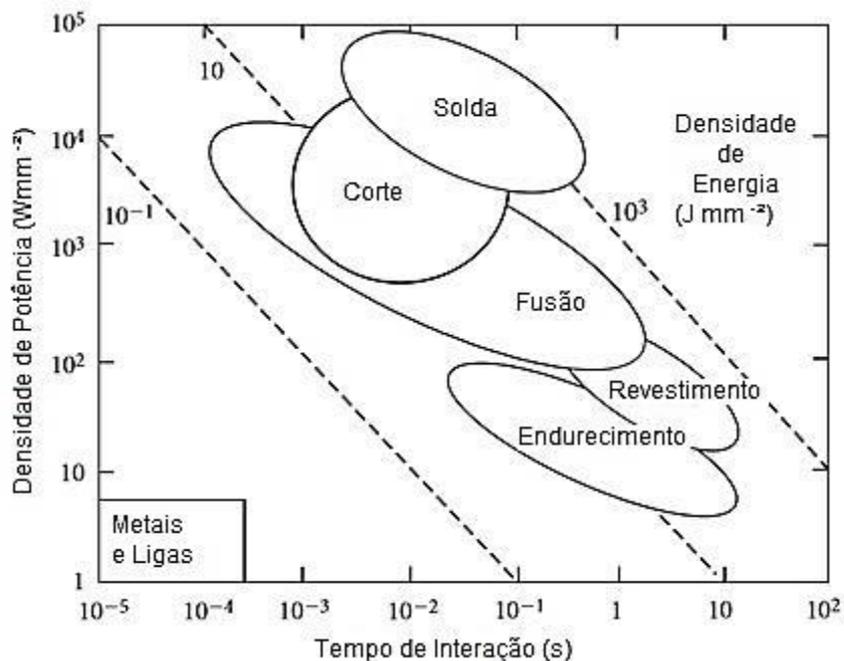
no tratamento de difusão por 16h. Entretanto, quanto maior é o tempo de difusão, menores podem ser os valores da dureza superficial, o que indica que uma possível camada de compostos, produzida pela maior porcentagem de nitrogênio na nitretação, é dissolvida durante a difusão em forno.

### 2.3 Tratamentos de superfície a Laser

O laser pode ser utilizado no processamento de materiais com o objetivo de alterar o estado físico (sólido para o líquido), como os processos de solda, refusão, deposição; (sólido para o vapor) como o processo de corte; e também sem alterações do estado físico, como o processo de têmpera superficial. Para a realização destes diferentes processos a laser, como mostra a Figura 2.6 é necessário ter o domínio da densidade de potência aplicada e sua interação com o tempo.

Figura 2.6– Diagrama da densidade de energia ( $\text{J}/\text{mm}^2$ ) para os metais e suas ligas.

Densidade de potência ( $\text{W}/\text{mm}^2$ ) em função da interação do tempo (s)



Fonte: ION (2005).

Nota-se na Figura 2.6 que, para os metais e ligas, o produto das grandezas “densidade de potência ( $\text{W}/\text{mm}^2$ )” em função do “tempo (s)” obtém-se a *densidade*

de energia ( $J/mm^2$ ), indicada pelas linhas tracejadas no diagrama. Desta forma, densidade de energia é um valor de energia transferida numa determinada área. Assim, os processos a laser como: endurecimento, deposição, fusão, corte e solda, são realizados com diferentes níveis de densidade de energia (ION, 2005). No entanto, uma observação importante é que cada tipo de material possui diferentes propriedades térmicas, assim se tornam necessários experimentos mais direcionados para encontrar os parâmetros ótimos para cada aplicação.

O endurecimento, que envolve apenas aquecimento do material, é realizado com valores relativamente baixos de densidade de potência (Figura 2.6) para evitar a fusão da superfície. No entanto, são necessários altos tempos de interação para permitir a difusão e a homogeneização microestrutural (ION, 2005).

A variedade de tratamentos que são possíveis com a tecnologia do laser e sua aptidão em efetuar aquecimentos locais com versatilidade tornou-a um processo muito importante para a engenharia de superfícies, especificamente sua aplicação em endurecimento superficial em peças submetidas a altas solicitações mecânicas (KENNEDY, 2004). Outra vantagem desta tecnologia, é que em um curto ciclo de tempo é possível formar camadas tratadas de 0,01 a 5 mm, dependendo dos parâmetros do processo. Embora profundidades de 0,05 a 1 mm sejam as mais comuns de serem produzidas (ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING, 1994).

### 2.3.1 Tipos de Laser

Laser é uma sigla de "*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*", é uma amplificação da luz por emissão estimulada de radiação. Os lasers são fontes de radiação eletromagnética, monocromática, coerente e com baixa divergência, produzindo, desta forma, ondas de luz com o mesmo comprimento de onda e na mesma direção (STEEN, 2003). O comprimento de onda de um laser varia da faixa ultravioleta a infravermelho.

Atualmente, o laser é utilizado em diversas áreas como na medicina, na estética, metrologia, entretenimento e em processamento de materiais. Para tanto, existem alguns tipos disponíveis no mercado, variando o meio ativo e o comprimento de onda, assim, sua escolha dependerá da especificação de cada aplicação. Desta

forma, têm-se lasers formados a partir de gases, cristais e semicondutores. Alguns tipos de lasers são: CO<sub>2</sub>, Nd:YAG, Diodo (semicondutor) e o laser a fibra.

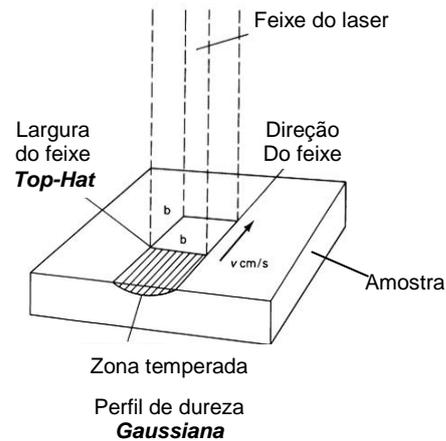
Basicamente um laser é composto por dois espelhos alinhados paralelamente, onde a luz deverá oscilar ininterruptamente de um lado para o outro, e entre estes espelhos um meio ativo deverá promover a amplificação das oscilações de luz por um mecanismo de emissão estimulada. Para seu funcionamento é necessário que três condições sejam satisfeitas: (1) ter um meio ativo para emitir radiação na parte óptica do espectro; (2) haver a inversão de população, que é um processo de excitação denominado bombeamento que transforma o material ativo em meio amplificador de radiação e (3) dispor de uma cavidade óptica para que o sistema composto por esta emissão e pelo meio ativo promova uma oscilação de laser (MAILLET, 1987).

Para a primeira condição de funcionamento do laser, o meio ativo pode ser excitado por uma fonte de energia externa, uma fonte de bombeamento, que se dá por meio de uma descarga elétrica ou de outro laser. A radiação é emitida através do espelho que é parcialmente reflexivo.

Os lasers de diodo de alta potência são muito utilizados para o endurecimento superficial devido à alta absorção dos metais e por permitirem grandes áreas tratadas por meio da geometria do feixe. Atualmente os lasers de fibra de alta potência são uma nova fonte de calor disponível para processamento de materiais. Ao contrário dos lasers convencionais (CO<sub>2</sub>, Nd:YAG e Diodo), os lasers de fibra são praticamente livres de manutenção e apresentam boa eficiência elétrica resultando numa economia imediata de processo, e excepcional qualidade do feixe produzindo uma maior estabilidade no processamento de materiais (LIMA, 2007).

Tanto o laser diodo como o laser a fibra possuem a mesma distribuição de energia (densidade de potência), como mostra a Figura 2.7.

Figura 2.7– Distribuição de energia do feixe do laser na amostra



Fonte: ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING (1994).

A distribuição de energia do feixe do laser na amostra ocorre em dois sentidos como mostra a Figura 2.7: no sentido transversal ao feixe do laser a geometria é “*top hat*” e produz um gradiente de dureza onde no centro do feixe os valores de dureza são maiores do que nas bordas, e no perfil de dureza (profundidade de endurecimento) a distribuição de energia segue uma geometria gaussiana (KENNEDY, 2004).

Nesta pesquisa o laser utilizado é o laser a fibra. Este laser é constituído por uma fibra óptica dopada com terras raras, como por exemplo, itérbio, funcionando como o meio ativo. Redes de Bragg, gravadas nas extremidades da própria fibra, funcionam como espelhos para determinado comprimento de onda e são transparentes à radiação do bombeamento, sendo bombeado em uma das extremidades e emitido pela outra, onde a rede de Bragg tem menor refletividade (VERHAEGHE, 2005). O bombeamento de energia é realizado por lasers de diodo (MANUAL LASER FIBRA, 2005).

O aumento da demanda no processamento de materiais por lasers de alta potência pode ser atribuído às suas vantagens exclusivas de alta produtividade, tratamento em regiões localizadas, eliminação da operação de acabamento, automação e maior controle dos parâmetros do processo (YILBAS, 2014).

### 2.3.2 Têmpera Superficial a laser

Os processos disponíveis de têmpera superficial são a têmpera por chama, a têmpera por indução e a têmpera a laser. A têmpera a laser geralmente compete com sucesso em relação aos outros processos principalmente devido a sua alta produtividade e a distorção reduzida.

A têmpera superficial a laser é um processo que consiste em transferir calor ao material por meio de altas taxas de aquecimento, atingindo em segundos ou frações de segundos a temperatura de austenitização numa fina camada e posterior transformação martensítica pelo autoresfriamento. A velocidade de aquecimento da superfície na têmpera a laser ( $10^4$ - $10^6$ °C/s) é muito maior do que os métodos convencionais de chama ou indução e, frequentemente, o ciclo de aquecimento é menor do que o ciclo de resfriamento (ASM HANDBOOK, HEAT TREATING, 1991).

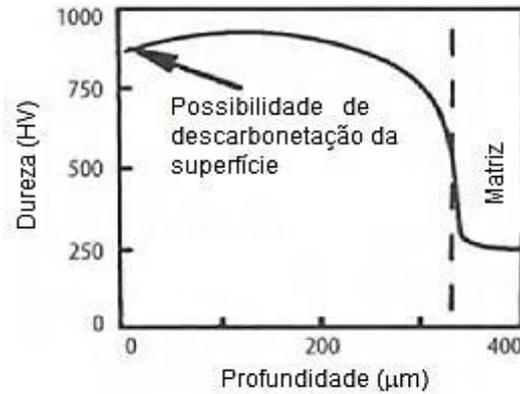
Este processo consiste em produzir uma estrutura martensítica numa região localizada do material, possibilitando endurecer apenas áreas críticas de determinadas peças, como dentes de engrenagem, regiões de maior desgaste de matrizes e punções, etc. Os principais objetivos de se aplicar o tratamento de têmpera superficial a laser incluem: aumento da dureza, aumento da resistência ao desgaste e aumento da vida em fadiga (STEEN, 2003).

Os parâmetros do processo de têmpera a laser influenciam nas diferentes profundidades de endurecimento que podem ser atingidas, como a potência aplicada, a velocidade, o tempo, a distância entre a superfície da peça e o feixe do laser. Caso estes parâmetros não estejam alinhados a fusão superficial poderá ocorrer (ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING, 1994).

Segundo Steen (2003) os valores de dureza obtidos com a têmpera a laser podem ser ligeiramente superiores ao encontrado no processo por indução. Esta diferença provavelmente ocorre devido à zona termicamente afetada pelo calor na têmpera a laser ser menor do que na têmpera por indução, permitindo um autoresfriamento mais rápido e, portanto, gerando maiores tensões compressivas. Como a carga térmica é menor na têmpera a laser, as distorções também são reduzidas se comparadas com a têmpera por indução. Os valores de dureza obtidos com o endurecimento superficial a laser irão depender da composição química do material e principalmente da quantidade de carbono. Steen (2003) apresenta um

perfil de dureza típico para um aço 20CrMo como mostra a Figura 2.8, indicando uma possível descarbonetação na superfície. Ademais, uma queda da dureza na superfície também pode ser atribuída à presença da austenita retida.

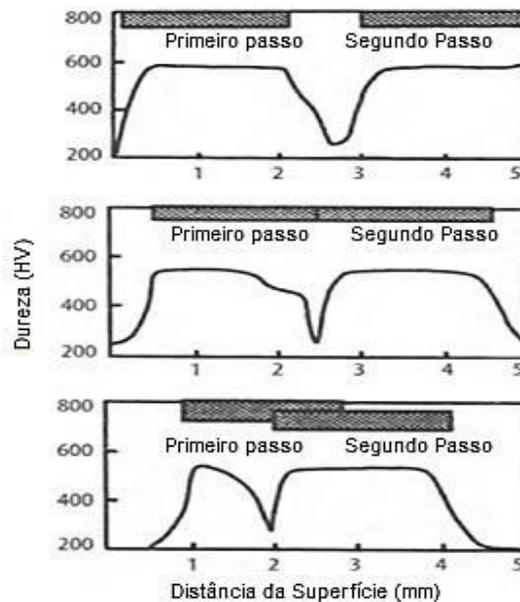
Figura 2.8– Perfil de microdureza típico obtido após a têmpera a laser de um aço 20CrMo



Fonte: STEEN (2003).

Steen (2003) também destaca que a sobreposição das pistas do laser pode resultar em regiões com uma redução da dureza devido a microestrutura revenida, como mostra a Figura 2.9.

Figura 2.9– Dureza superficial em função da sobreposição das pistas do laser



Fonte: BERGNANN apud STEEN (2003).

A resistência ao desgaste de superfícies temperadas a laser também se mostrou superior aos resultados da têmpera por indução, como mostra a Tabela 2.3.

Tabela 2.3- Resultados experimentais de ensaio de desgaste tipo pino sobre disco no aço SK5 (AISI W1) temperado (STEEN, 2003).

Características	Método de Têmpera	
	Laser	Indução
Dureza (HRC)	64-67	60-63
Profundidade de têmpera (mm)	0,7 a 0,9	2 a 3
Carga (kg/mm <sup>2</sup> )	101	101
Perda de massa	0,5	1,0

Considerando as muitas vantagens do processo de têmpera a laser, estudos têm sido realizados em diferentes materiais utilizando principalmente os lasers CO<sub>2</sub> e de diodo (semicondutores).

Writzl *et al.*, (2011) utilizaram um laser de diodo para temperar superficialmente aços ferramenta para trabalho a frio (com teores de carbono acima de 1,5% e altas porcentagens de elementos de liga) variando temperaturas de austenitização e velocidade de processamento. Como resultados obtiveram-se maiores durezas superficiais (866HV para o aço VF800AT, fabricação Villares) e profundidade de endurecimento (2,4 mm) com maiores temperaturas de austenitização e menores velocidades de processamento. Este efeito está relacionado a uma maior dissolução dos carbonetos na fase austenítica, o que aumenta a temperabilidade dos aços ferramenta. Writzl *et al.*, (2012) utilizando o mesmo equipamento de têmpera a laser obtiveram resultados similares no aço ferramenta de fabricação da Villares VD2 – AISI D2.

### 2.3.3 Têmpera Superficial a laser em Ferro Fundido

As tensões compressivas geradas pela têmpera superficial aumentam a vida em fadiga dos aços e ferros fundidos. As trincas por fadiga geralmente são iniciadas na superfície por tensões de tração, assim para ocorrer a propagação destas trincas a carga de fadiga deve ser suficientemente elevada para ultrapassar as tensões de compressão promovidas pela têmpera superficial (Steen, 2003).

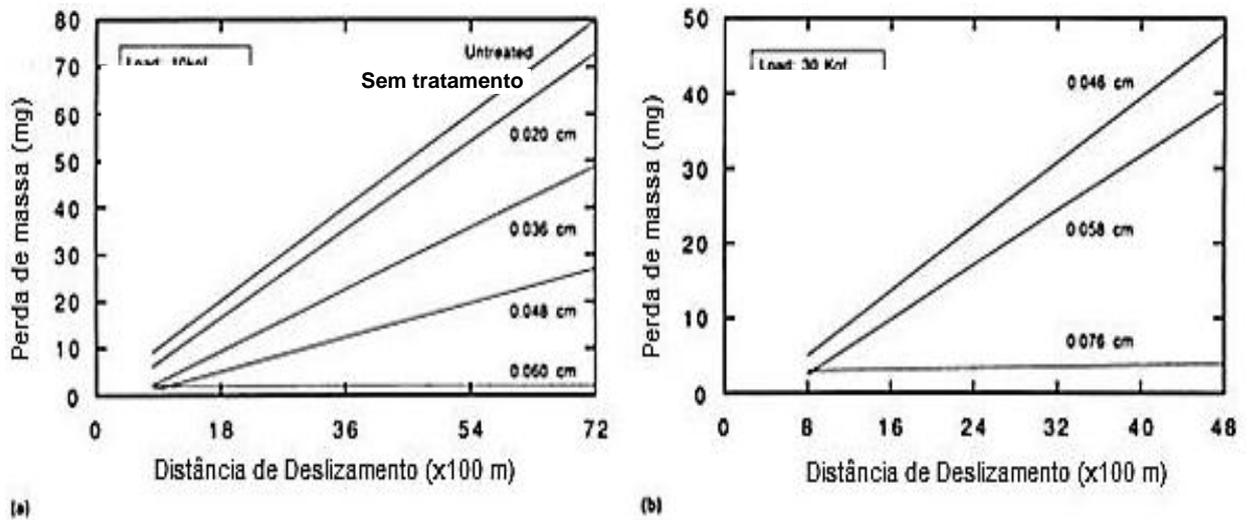
Os materiais ferrosos têm excelentes resultados com o processo de têmpera a laser devido a sua alta condutividade térmica, onde as elevadas taxas de aquecimento geradas pelos lasers (CO<sub>2</sub>, diodo, fibra e outros) atingem em uma fina camada superficial do material elevadas temperaturas (em níveis de austenitização) em um curto ciclo de tempo (segundos ou frações de segundo) (ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING, 1994).

Nos ferros fundidos temperados a laser geralmente a microestrutura formada é composta por martensita, grafitas em forma de veios ou nódulos e raramente pode ocorrer a formação de bainita acicular (ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING, 1994). O material de estudo desta pesquisa, o FFV, possui ainda uma vantagem adicional, que é um maior coeficiente de difusão do carbono em altas temperaturas atribuída a sua matriz perlítica, como principal fonte de carbono.

Em motores de combustão interna é muito estudado o desgaste entre os componentes para minimizar a taxa de poluentes e maximizar a economia. Slatter *et al.*, (2009) realizaram dois tipos de ensaios de desgaste em sedes de válvula (*valve seat*) produzidos em ferro fundido cinzento com matriz perlítica após tratamento de têmpera a laser (CO<sub>2</sub>). Primeiramente, um ensaio de impacto foi utilizado para analisar as características de desgaste do material e um ensaio de bancada com válvulas com características semelhantes utilizadas em trabalho foi utilizado para verificar o desempenho. Amostras parcialmente refundidas e amostras com profundidade de endurecimento em torno de 80 a 100 µm apresentaram excelente resistência ao desgaste, ultrapassando o limite de 1.500 h de ensaio em motor.

Molian and Baldwin *apud* ASM Handbook, Surface Engineering, 1994, verificaram o aumento da resistência ao desgaste de amostras de ferro fundido cinzento e nodular após a têmpera a laser. A Figura 2.10 (a, b) mostra que os melhores comportamentos nos ensaios de desgaste foram obtidos nas amostras com maiores profundidades de endurecimento, 0,060 e 0,076 cm para o ferro fundido cinzento e o nodular, respectivamente.

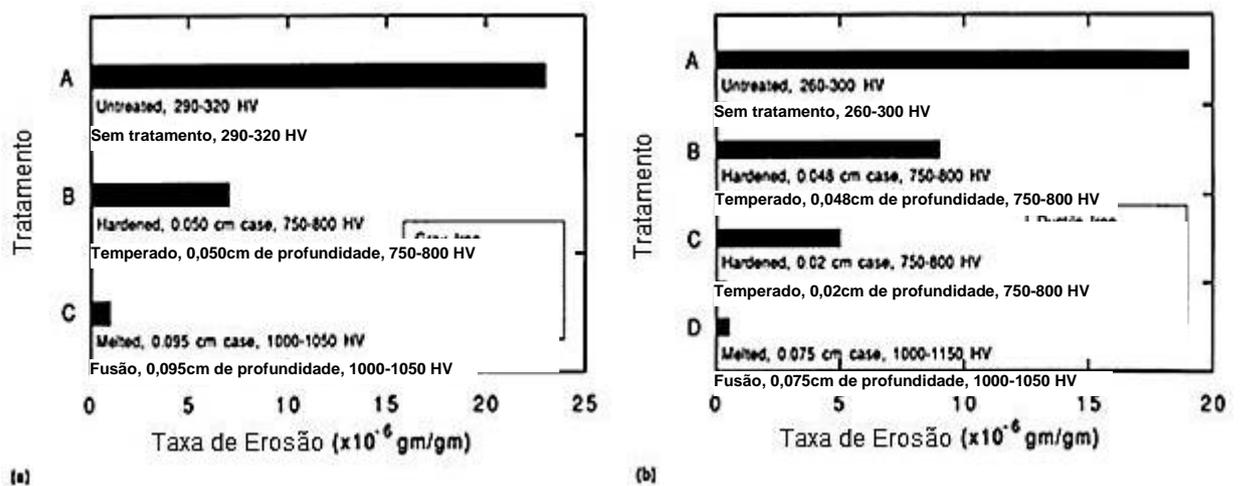
Figura 2.10– Desgaste por deslizamento em função da profundidade de endurecimento obtida na têmpera a laser. (a) Ferro fundido cinzento e (b) Ferro fundido nodular



Fonte: ASM HANDBOOK, SURFACE ENGINEERING (1994).

Em algumas aplicações em ferros fundidos, tem se verificado que a fusão superficial pode ser vantajosa. Os mesmos autores, Molian and Baldwin *apud* ASM Handbook, Surface Engineering (1994), apresentaram os resultados do teste de desgaste erosivo de amostras de ferro fundido cinzento e nodular após tratamentos a laser, comparando condições com endurecimento e fusão superficial, como mostra a Figura 2.11.

Figura 2.11– Taxa de desgaste erosivo em ferro fundido em função da dureza superficial e da profundidade de endurecimento. (a) Ferro fundido Cinzento e (b) Ferro fundido nodular



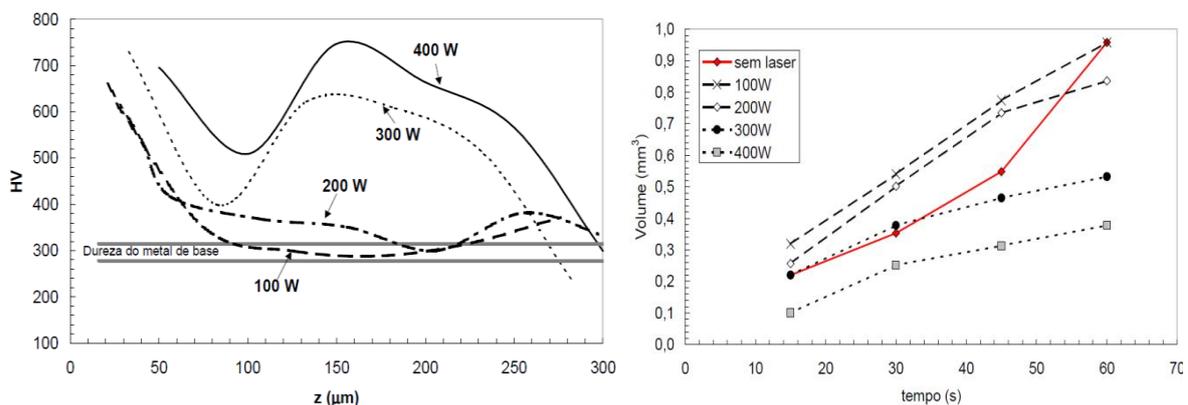
Fonte: SURFACE ENGINEERING (1994).

Os autores verificaram que a taxa de erosão depende da dureza da superfície e da profundidade de endurecimento indicados também na Figura 2.11. A taxa de erosão diminuiu com o aumento da dureza e com a profundidade de endurecimento.

Alabeedi *et al.*, (2009) observou que o tratamento de refusão superficial a laser de CO<sub>2</sub> aplicado em amostras de ferro fundido nodular reduziu significativamente a taxa de erosão para 0,333 mg/min, quando comparada a taxa obtida de aproximadamente 11,646 mg/min das amostras sem tratamento. Este resultado os autores atribuíram a formação de uma microestrutura fina e homogênea na zona refundida com valores de dureza em torno de 650 HV.

Os autores Lima *et al.*, 2011 analisaram os efeitos dos tratamentos superficiais a laser a fibra na microdureza e na resistência ao desgaste dos ferros fundidos vermiculares, variando os parâmetros de potência e desfocalização ( $\Delta Z$ ), e mantendo constante a velocidade e a inclinação do feixe do laser. Atingiram-se maiores durezas nas amostras tratadas com 300 e 400 W, assim como profundidades de endurecimento entre 0,2 e 1,8 mm, obtidas pela austenitização da matriz perlítica e posterior transformação martensítica. A Figura 2.12 (a, b) apresenta os resultados de microdureza e do ensaio de desgaste *block-on-ring*.

Figura 2.12– (a) Perfil de microdureza com diferentes potências do laser e (b) Resultados dos ensaios de desgaste *block on ring* das amostras tratadas com diferentes potências do laser



Fonte: LIMA *et al.*, (2011).

Com a variação dos parâmetros foi possível obter ganhos na dureza em duas regiões bem distintas: (1) a região mais superficial onde ocorreu refusão com a formação de ledeburita; e (2) a região da zona afetada pelo calor, onde o

endurecimento ocorre pela transformação martensítica. Na região intermediária, marcada por uma queda de dureza, houve uma dissolução parcial da grafita sem formação de ledeburita, causando um amolecimento do material devido à maior presença de austenita retida. As superfícies temperadas a laser com potências de 300 e 400 W apresentaram uma melhor resistência ao desgaste, no mínimo, o dobro superior às amostras sem tratamento. A têmpera a laser também foi aplicada eficazmente em peças com furos, gerando a possibilidade de utilização deste tratamento em peças específicas de motores (LIMA *et al.*, 2011).

## **2.4 Engenharia de Superfície para obtenção de multicamadas**

Como já comentado anteriormente, os maiores desafios atualmente no desenvolvimento de novos motores é buscar soluções para reduzir o consumo de combustível, diminuir a taxa de emissão de poluentes e controlar o atrito entre os componentes. Por exemplo, o coeficiente de atrito no sistema pistão-cilindro pode ter efeitos importantes no consumo de combustível e na vida útil do motor. Esta busca por uma maior eficiência dos motores tem aumentado as solicitações mecânicas e térmicas dos componentes.

Neste contexto, a engenharia de superfície com a tecnologia de tratamentos e/ou revestimentos multicamada oferece alternativas para controlar o atrito e reduzir o desgaste em condições mais extremas. A aplicação de filmes finos em diferentes componentes do motor pelo processo PVD é uma das soluções atuais. Os diversos tipos de revestimentos cerâmicos aplicados na superfície contribuem para o aumento da dureza, redução da rugosidade e por meio das suas excelentes características de baixo atrito, proporcionam uma melhor resistência ao desgaste (MEHRAN *et al.*, 2017).

Segundo Bell, Dong e Sun (1998) a aplicação sequencial de dois ou mais tratamentos de superfície promove a formação de uma multicamada com propriedades combinadas melhoradas, que não podem ser obtidas por um tratamento isolado. Para tanto, deve ocorrer uma sinergia entre os tratamentos aplicados, para evitar que os efeitos resultantes do primeiro tratamento não sejam deteriorados pelo segundo tratamento.

Oner *et al.*, 2009 *apud* Mehran *et al.*, (2017) investigaram o comportamento da superfície de um cilindro fabricado de ferro fundido cinzento (com 10% de ferrita e 90% de perlita) revestido com CrN pelo processo de PVD. A espessura da camada obtida com o revestimento de CrN foi de 1,8  $\mu\text{m}$  com uma rugosidade de 0,25  $\mu\text{m}$  (a rugosidade do cilindro sem tratamento é de 0,40  $\mu\text{m}$ ). A dureza obtida na superfície do cilindro com o revestimento foi de 17,7 GPa, sendo que a dureza encontrada na superfície sem tratamento é de 2,5 GPa. Os autores verificaram em ensaios de riscamento que as propriedades adesivas e de maior dureza do revestimento resultaram em um menor coeficiente de atrito e alta resistência ao desgaste quando comparados ao cilindro sem revestimento. Também foi verificado que a profundidade dos riscos de desgaste foi maior na superfície sem revestimento do que na superfície com revestimento de CrN.

Batista *et al.*, 2003 abordaram diferentes ensaios tribológicos para verificar o desempenho de camadas obtidas com os tratamentos de nitretação por plasma seguidos de revestimentos com PVD como (Ti, Al) N e Cr-N em aços ferramenta AISI H13. A dureza e o módulo de elasticidade foram as propriedades que mais influenciaram no comportamento tribológico. O revestimento de (Ti, Al)N que apresentou a maior dureza na superfície, exibiu o melhor resultado de resistência ao desgaste microabrasivo, pela ocorrência do mecanismo de deformação plástica. Por outro lado, o revestimento de Cr-N, com o menor módulo de elasticidade, inclusive comparado à camada sem nenhum revestimento, exibiu um melhor desempenho no teste de impacto, realizado com uma esfera de carbeto de tungstênio. Este resultado os autores atribuíram à presença de uma pequena quantidade da fase metálica  $\alpha$ -Cr.

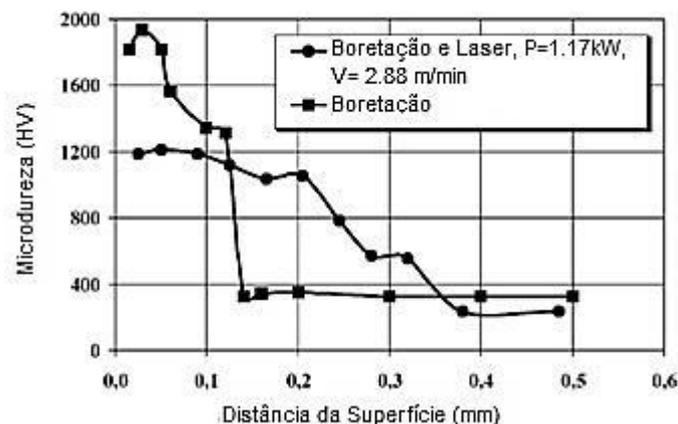
Os tratamentos termoquímicos como nitretação, cementação, carbonitretação e boretação evoluíram nas últimas décadas para processos mais controlados e com maior repetitividade. Elementos como carbono, nitrogênio ou boro são difundidos em superfícies metálicas para melhorar as propriedades de superfície. Uma série de novos desenvolvimentos tem sido realizada (Edenhofer, Grafen e Ziller, 2001; Grafen e Edenhofer, 2005; Doyle e Hubbard, 2010) para aumentar a aplicação destes processos de difusão, tornando os componentes mecânicos com propriedades superiores de resistência, desgaste e corrosão. Aliado a estes tratamentos, Bell (1990) já considerava a possibilidade de aplicação de tratamentos

combinados, utilizando o tratamento de laser na sequência. Pesquisas atuais têm sido realizadas em materiais ferrosos, Pertek e Kulka (2003; 2004 e 2007); Bartkowska e Pertek (2011); Bartkowska *et al.*, (2015); Bartkowska (2013); Kulka *et al.*, (2012, 2013 e 2016); em ligas de titânio como Kamat, Copley e Todd (2016); utilizando a tecnologia do laser como uma segunda etapa do processo, obtendo ganhos nas propriedades superficiais.

Panfil *et al.*, (2017) aplicaram o tratamento de têmpera a laser, sem refusão, para melhorar as propriedades mecânicas do aço 42CrMo4 nitretado a gás. A irradiação do laser influenciou na microestrutura tanto da camada de compostos como na camada de difusão. Verificou-se uma redução da porosidade da camada externa composta de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ , e a formação da martensita de nitrogênio em uma parte da camada de difusão.

Pertek e Kulka (2003) investigaram a microestrutura e dureza do aço 41Cr4 após os tratamentos de boretação seguido do tratamento a laser CO<sub>2</sub>. Após os tratamentos foram identificadas na microestrutura três regiões distintas: (1) zona fundida (mistura eutética de boretos e martensita); (2) zona afetada pelo calor (martensita) e (3) o substrato (ferrita e perlita). A Figura 2.13 mostra um perfil de microdureza das amostras após os tratamentos realizados.

Figura 2.13– Perfil de dureza da camada boretada depois do tratamento com laser



Fonte: PERTEK e KULKA (2003).

Como nota-se na Figura 2.13 a microdureza da camada tratada após os tratamentos de boretação e laser na potência de 1,17 kW (1200 HV) é menor do que

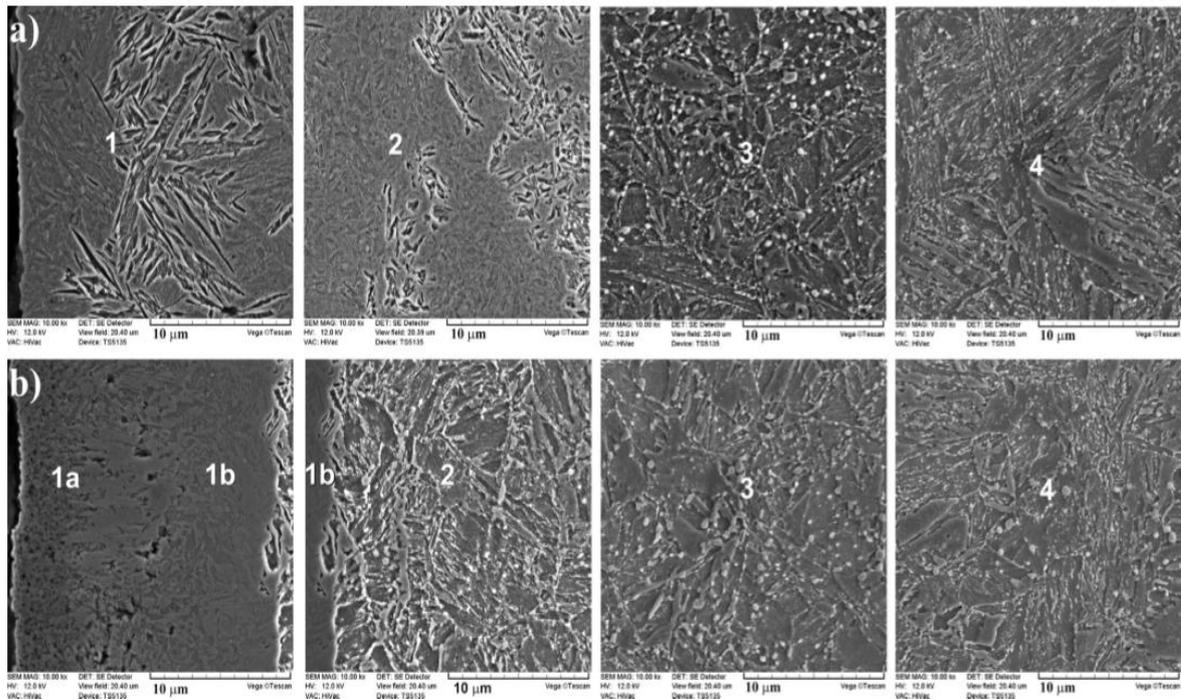
a camada somente boretada ( $\pm 1900$  HV), assim como o gradiente de dureza entre a camada de difusão e o substrato foi reduzido.

Xie *et al.*, (2012) aplicaram duas tecnologias de superfície, o tratamento de têmpera a laser YAG e a sulfurização a baixas temperaturas (160 a 300°C) por 2 e 4h no aço 42MnCr52 para investigar as propriedades tribológicas deste material aplicado em cilindros de motores a diesel. A camada superficial formada de sulfeto de ferro devido à sua porosidade se torna eficiente para a retenção do lubrificante, assim como sua estrutura hexagonal compacta apresenta a propriedade de auto-lubrificante. A camada endurecida obtida pela têmpera a laser dá um suporte mecânico eficaz à superfície, prolongando a vida útil da camada de sulfeto. O efeito sinérgico da camada endurecida a laser e da camada de sulfeto exibiu uma redução do coeficiente de atrito e aumentou a resistência ao desgaste em ensaios realizados de pino sobre disco, a uma temperatura de 200°C em condições de baixa lubrificação, aplicando cargas de 40 e 70 N por 4 minutos.

Kulka *et al.*, (2016) propuseram a modificação superficial pela tecnologia a laser de CO<sub>2</sub> em amostras do aço 42CrMo4 nitretados a gás. Com o tratamento de nitretação foi obtido uma camada de compostos de aproximadamente 20  $\mu$ m, composta de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ . O processo de laser foi aplicado para obter regiões com e sem fusão superficial. Na potência de 0,39 kW a Figura 2.14 (a) mostra a micrografia com fusão da camada superficial. Na região (1) observa-se uma martensita grosseira e os precipitados de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  que provavelmente foram dissolvidos na austenita durante a fusão. Na região (2) a ZTA é formada de uma martensita mais fina. A Figura 2.14 (b) mostra as micrografias do tratamento a laser realizado com a potência de 0,13 kW sem promover a fusão da camada superficial, onde os autores observaram uma pequena diferença na camada de compostos após o tratamento a laser. A região (1) resultou numa camada menos porosa e mais compacta do que a camada somente nitretada, e a região (1a) composta de nitretos  $\epsilon$  e a região (1b) composta de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  também atingiu uma dureza mais elevada (770HV) do que a camada branca somente nitretada (670 HV). Na região (2) observa-se claramente a presença parcial de uma martensita mais fina logo abaixo da camada branca. A zona de difusão, região (3), foi a mesma independentemente da potência do laser (com ou sem fusão), e consistiu em precipitados de fase

$\gamma'$ . Todas as camadas modificadas a laser, independentemente se a camada nitretada foi refundida ou não, foram caracterizadas pela resistência ao desgaste melhorada em comparação com as camadas somente nitretadas a gás.

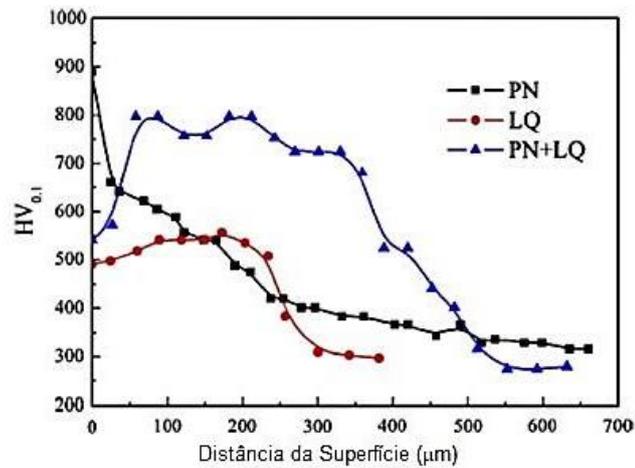
Figura 2.14– Imagens por MEV após o tratamento de laser em amostras nitretadas do aço 42CrMo4 (a) 0,39 W e (b) 0,13 W



Fonte: KULKA *et al.*, (2016).

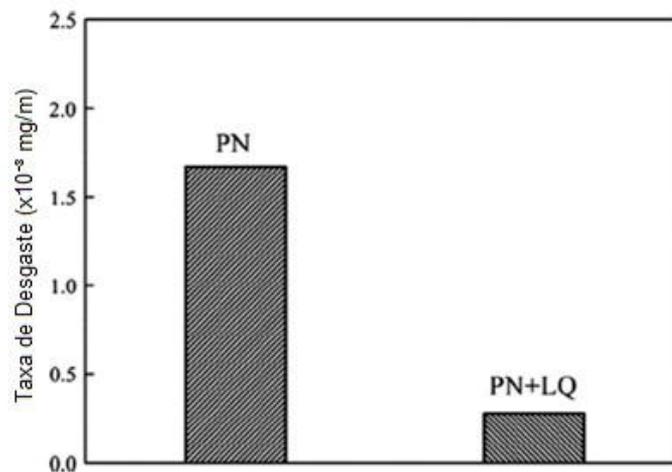
Yan *et al.*, (2014) demonstraram ganhos nas propriedades superficiais em amostras do aço 30CrMnSiA após o tratamento de nitretação por plasma (PN) seguido da têmpera a laser (LQ). Os autores verificaram que a introdução do nitrogênio por meio da nitretação por plasma reduz o ponto eutetóide do aço de 727 para 565°C, assim aumentando a temperabilidade e possibilitando com a têmpera a laser na sequência, maiores profundidades de endurecimento sob uma mesma temperatura. Embora uma queda da dureza da camada nitretada tenha ocorrido após a têmpera a laser, Figura 2.15, as amostras exibiram uma maior resistência ao desgaste (menor coeficiente de atrito e taxa de desgaste) do que as amostras somente nitretadas, Figura 2.16.

Figura 2.15– Perfil de microdureza dos tratamentos de PN, LQ e PN + LQ para o aço 38CrMoAl



Fonte: YAN *et al.*, (2014).

Figura 2.16–Taxa de desgaste dos tratamentos de PN e PN + LQ para o aço 38CrMoAl. Ensaio de pino sobre disco realizado com carga de 10 N, velocidade de 200 rpm (0,1 m/s) e tempo de 3600 s

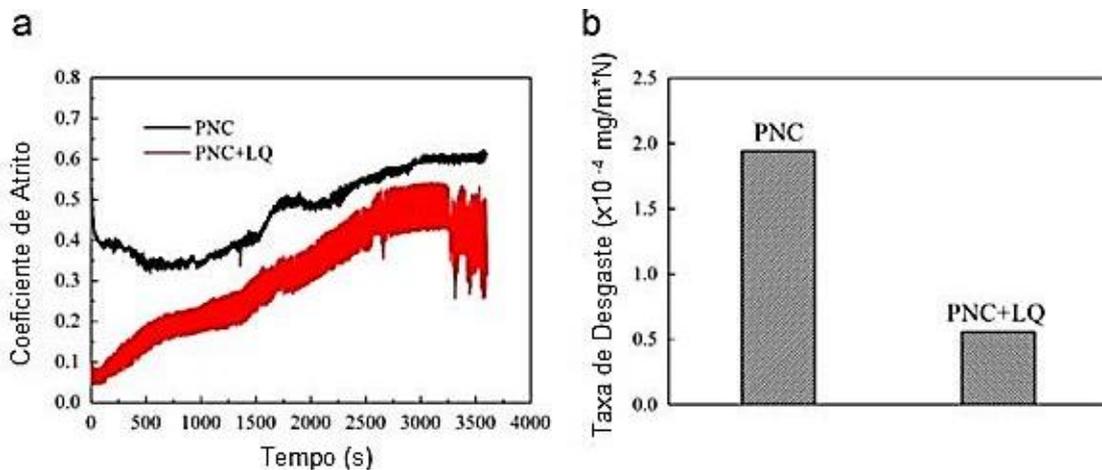


Fonte: YAN *et al.*, (2014).

Os resultados da Figura 2.16 foram atribuídos à presença de uma película de óxidos de ferro ( $Fe_3O_4$ ) que atuam como lubrificante durante o ensaio reduzindo o coeficiente de atrito, e uma quantidade de austenita retida com tendência a se transformar mecanicamente em martensita sob pequenas deformações, contribuindo para uma melhor resistência ao desgaste.

Aplicando os tratamentos de nitrocementação por plasma (PNC) seguido da têmpera a laser (LQ) no aço 38CrMoAl (baixa liga) os mesmos autores Yan *et al.*,(2015) verificaram que a profundidade da camada obtida com o tratamento de PNC+LQ é 66,9% e 33,9% maior em comparação com os tratamentos de nitrocementação e têmpera a laser isolados. Os resultados de desgaste por meio de ensaios tipo pino sobre disco também foram melhores aplicando os tratamentos PNC + LQ, como mostra a Figura 2.17.

Figura 2.17– (a) Coeficiente de atrito e (b) taxa de desgaste dos tratamentos PNC e PNC + LQ para o aço 38CrMoAl. Ensaio de pino sobre disco realizado com carga de 10 N, velocidade de 200 rpm (0,1 m/s) e tempo de 3600 s



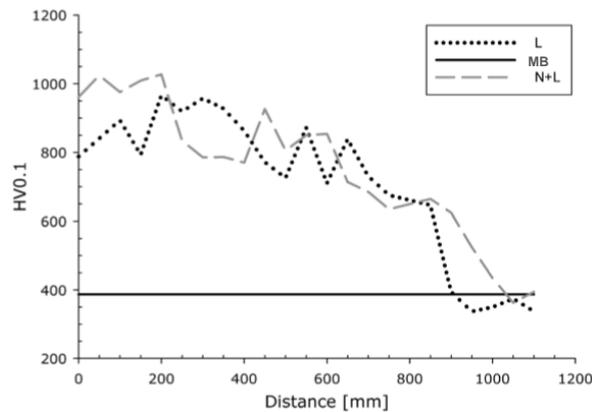
Fonte: YAN *et al.*, (2015).

A Figura 2.17 (a) mostra o coeficiente de atrito menor das amostras com tratamento PNC+LQ em relação às amostras somente nitrocarbonetadas (PNC). E a Figura 2.17 (b) mostra que houve uma redução na taxa de desgaste de 2 para  $0,5 \times 10^{-4}$  mg/m<sup>2</sup>N nos tratamentos de PNC e PNC+LQ respectivamente. Estes resultados foram atribuídos à formação de um filme de óxidos principalmente Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, e de um composto de baixo nitrogênio FeN<sub>0,076</sub>, os quais tiveram efeito como lubrificante e aumentaram a resistência ao desgaste.

Colombini *et al.*, (2014) estudaram o efeito dos parâmetros da têmpera superficial a laser diodo na microestrutura e nas propriedades do aço 40CrMnMo7 nitretado por 10 h na temperatura de 490°C. Com a otimização dos parâmetros da têmpera a laser foi possível obter diferentes valores de dureza superficial e profundidades de endurecimento e, conseqüentemente, diferentes taxas de

desgaste. Em todos os experimentos realizados, variando a temperatura, velocidade e distância focal do laser, as propriedades de superfície do aço 40CrMnMo7 foram melhoradas pelo tratamento termoquímico de nitretação iônica e posterior tratamento de têmpera a laser. A Figura 2.18 apresenta um perfil de microdureza das amostras somente temperadas (L) e das amostras nitretadas e temperadas a laser (N+L).

Figura 2.18– Perfil de microdureza das condições N e N+L



Fonte: COLOMBINI *et al.*, 2014).

A Figura 2.18 mostra que a maior dureza de superfície foi obtida na condição N+L, assim como maiores profundidades de endurecimento.

Alguns trabalhos apresentaram resultados satisfatórios em resistência ao desgaste e à corrosão com a fusão superficial a laser na segunda etapa dos tratamentos. Bartkowska *et al.*, (2015) estudaram a modificação superficial a laser de CO<sub>2</sub> de aços médio carbono boroniquelados. A densidade de potência de 41,4 kW/cm<sup>2</sup> foi aplicada para produzir uma fusão superficial formando uma região composta de boretos eutéticos e martensita. As amostras com a camada boroniquelada refundida a laser foram caracterizadas pela maior resistência a fadiga de baixo ciclo durante compressão radial do que as amostras somente boroniqueladas. Kong e Xie (2015) obtiveram resultados semelhantes no aço Cr12MoV.

Até o momento poucos trabalhos foram publicados em ferros fundidos com tratamentos de superfície combinados, e especificamente não foram reportados experimentos aplicando a nitretação por plasma seguido da têmpera a laser. Portanto, este trabalho vislumbrou uma excelente aplicação do tratamento de

têmpera a laser em ferro fundido vermicular (FFV) nitretado, devido à sua enorme importância em aplicações que demandam solicitações severas de desgaste, fadiga e corrosão.

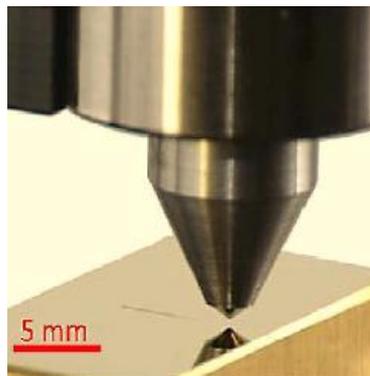
## 2.5 Ensaio de Riscamento

O ensaio de riscamento é um método utilizado para testar mecanicamente o comportamento de uma superfície, no qual um indentador de elevada dureza é pressionado contra a superfície de um material de menor dureza produzindo um risco. O ensaio de riscamento linear pode ser aplicado sob ação de uma carga constante ou crescente, produzindo um sulco na superfície com características específicas, envolvendo deformações plásticas, propagação de trincas, delaminações e debris. Em particular nos ferros fundidos, geralmente ocorre a extrusão de grafitas.

Com a aplicação deste ensaio é possível esclarecer os mecanismos de deformação e/ou remoção de material; avaliar ou classificar materiais em relação à resistência à abrasão; medir a dureza ao risco e avaliar a adesão de filmes finos ou revestimentos de superfície sobre um substrato (ASM HANDBOOK, 1992).

Comumente é utilizado no ensaio um indentador de diamante, do tipo Rockwell C, de 200  $\mu\text{m}$  de diâmetro, como mostra a Figura 2.19 (AKONO e ULM, 2014).

Figura 2.19– Demonstração do ensaio de riscamento linear



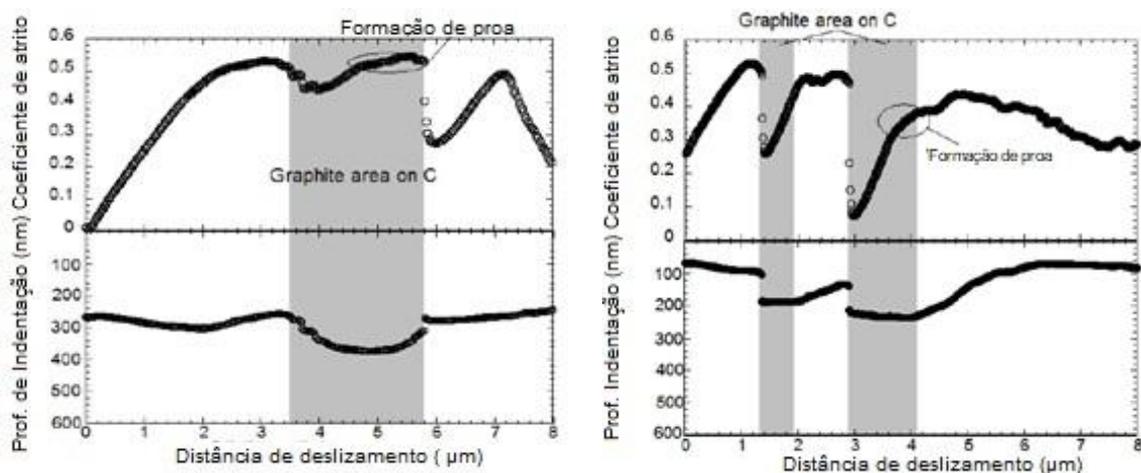
Fonte: AKONO e ULM (2014).

Embora a aplicação deste ensaio de riscamento na ciência e na engenharia seja muito relevante para a caracterização da resistência de cerâmicas e a adesão

de filmes finos e revestimentos em metais e polímeros, os mecanismos de falhas ainda não são totalmente compreendidos (AKONO e ULM, 2014). No caso dos ferros fundidos, as propriedades tribológicas são influenciadas primeiramente pela morfologia das grafitas e depois pela estrutura da matriz. Durante o atrito entre o indentador e a superfície ocorre a extrusão de partículas de grafitas por meio de uma deformação plástica, formando uma fina camada sobre a superfície em deslizamento. A formação desta camada se deve à menor resistência das grafitas em relação à matriz metálica, o que impede o contato direto entre os corpos deslizantes. Desta forma, esta fina camada composta de um filme de carbono exerce um efeito lubrificante sólido, reduzindo o coeficiente de atrito.

NAKAMURA e IWABUCHI (2012) realizaram experimentos de *nano-scratch* (nano-riscamento) em ferro fundido com aproximadamente 3,5%C e estudaram especificamente o comportamento tribológico da grafita durante o ensaio. O ferro fundido apresentava uma dureza de 6,1 GPa e a dureza das grafitas em torno de 0,7 GPa. A superfície das amostras foi polida obtendo uma rugosidade média de 0,11  $\mu\text{m}$ . O indentador utilizado foi do tipo pirâmide triangular regular, aplicando uma carga constante de 2,5 e 5,0 mN, velocidade de 0,27  $\mu\text{m/s}$  e distância de deslizamento de 8  $\mu\text{m}$ . A Figura 2.20 (a, b) apresenta a profundidade de indentação e o coeficiente de atrito para as cargas de 2,5 e 5,0 mN respectivamente.

Figura 2.20– Coeficiente de atrito e profundidade de indentação para o ferro fundido. (a) 2,5 mN e (b) 5,0 mN

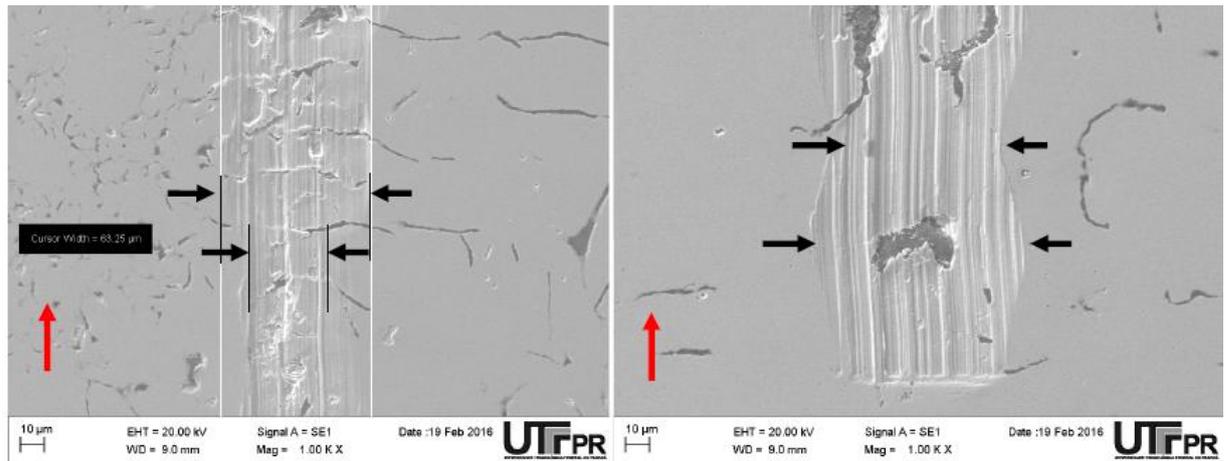


Fonte: NAKAMURA e IWABUCHI (2012).

Nas Figuras 2.20 (a, b) as áreas identificadas com a cor cinza estão representando a presença de grafitas durante o deslizamento. Nota-se na Figura 2.20 (a) que o coeficiente de atrito diminuiu com a presença das grafitas e, na sequência, teve um comportamento crescente, havendo a formação de proa, resultante do filme de grafita atuando durante o deslizamento. Na Figura 2.20 (b) o coeficiente de atrito diminuiu levemente e aumentou imediatamente na área com a presença das grafitas, devido provavelmente ao fenômeno “*stick-slip*” (trava e solta), onde o “*stick*” ocorre pela formação de proa e o “*slip*” após o contorno da proa. Imediatamente depois da passagem da área com a presença das grafitas e com um aumento da profundidade de indentação, o filme de grafita é quebrado. Os autores acreditam que a formação e a manutenção do filme de grafita são dependentes do fenômeno “*stick-slip*” que ocorre por meio do aumento da carga acompanhado do aumento da profundidade de indentação.

VALE *et al.*, (2016) avaliaram comparativamente a resistência ao risco entre amostras brunidas de ferro fundido cinzento (FC 250) e ferro fundido vermicular (GJV 250) utilizados na fabricação de cilindros de motores de combustão interna. Neste estudo foram realizados ensaios de riscamento (*scratch test*) utilizando uma ferramenta de corte com geometria definida feita de carbetto de tungstênio. Os riscos foram realizados em amostras com diferentes espessuras de paredes, parede grossa (PG) e parede fina (PF), e em uma das direções convencionais de brunimento em relação ao eixo axial do cilindro. Durante o ensaio foi aplicada uma carga de 0,6 N com uma velocidade de 0,17 mm/s formando um risco de 2,5 mm de comprimento. Os autores não observaram variação significativa do coeficiente de atrito em relação à espessura de parede do cilindro, entretanto, a largura dos riscos obtidos foi influenciada pelas diferentes espessuras de parede. Verificou-se que a presença de grafita influenciou consideravelmente no coeficiente de atrito e na geometria do risco, especialmente na largura ao longo da distância de deslizamento como mostra a Figura 2.21.

Figura 2.21– Variação de largura do risco

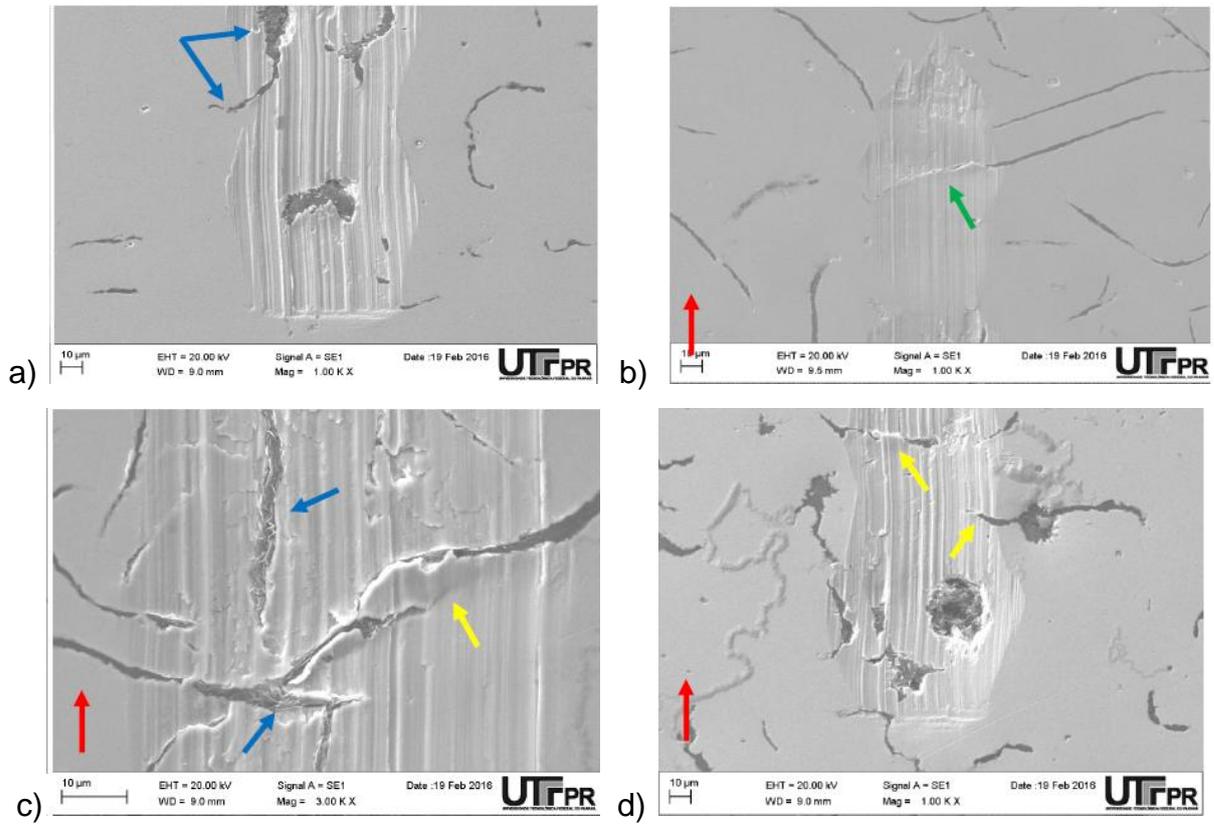


Fonte: VALE *et al.*, (2016).

Esta variação da largura do risco foi observada principalmente em regiões de transição de menor para maior quantidade de grafita. Também se verificou que a grafita teve influência nos mecanismos de dano, entre eles: exposição e recobrimento total da grafita, lascamento de regiões próximas a veios de grafite e formação de metal dobrado, como mostra a Figura 2.22.

No mesmo tribômetro utilizado por VALE *et al.*, (2016), os autores ROVANI *et al.*, (2017) analisaram a resistência ao risco de amostras de aço inoxidável martensítico nitretadas e cementadas por plasma a baixa temperatura. Os ensaios foram realizados sem lubrificação, utilizando um indentador de diamante do tipo Rockwell C, aplicando uma carga constante de 8 e 15 N e velocidade de 0,017 mm/min. Os autores verificaram que o mecanismo de desgaste predominante na superfície desgastada das amostras nitretadas foi de micro corte e que houve a ocorrência de trincas por tração na carga maior de 15 N. Já nas amostras cementadas, o mecanismo de desgaste predominante foi o de micro sulcamento e houve uma baixa frequência de trincas semicirculares quando aplicada a carga maior de 15 N. Apesar da elevada dureza e o baixo coeficiente de atrito obtidos nas amostras nitretadas, estes experimentos mostraram que as amostras cementadas são as mais adequadas para ambientes com corrosão e sujeitas ao desgaste devido à formação de trincas significativamente baixa.

Figura 2.22– Mecanismos de dano. (a) exposição da grafita, (b) recobrimento da grafita, (c) lascamento e (d) metal dobrado

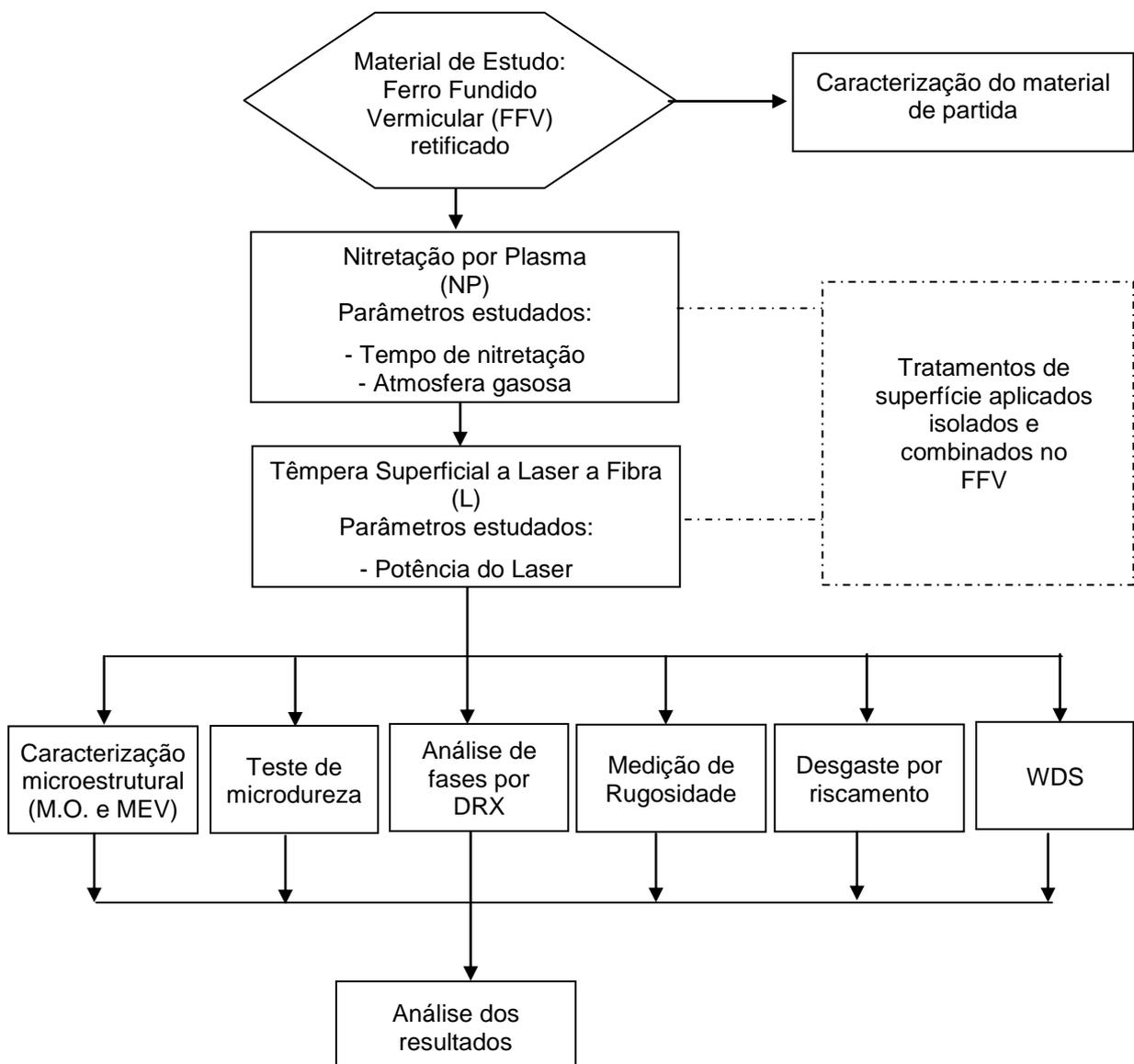


Fonte: VALE *et al.*, (2016).

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia utilizada no desenvolvimento deste trabalho é apresentada no fluxograma esquemático da Figura 3.1. Maiores detalhes de cada etapa dos tratamentos de superfície, bem como das técnicas experimentais e das análises realizadas em todas as condições de processamento do FFV, serão apresentados nos itens de 3.1a 3.5.

Figura 3.1– Fluxograma da metodologia utilizada neste trabalho



Fonte: O autor (2018).

### 3.1 Delineamento Experimental

Este trabalho foi desenvolvido para melhorar as propriedades superficiais do Ferro Fundido Vermicular (FFV) e intensificar sua aplicação em componentes de motores a diesel. O FFV foi fornecido pela empresa Tupy Fundição S.A., referência em tecnologia de fundição de blocos de motores e cabeçotes. A Tupy é parceira neste trabalho e fica localizada na cidade de Joinville – SC.

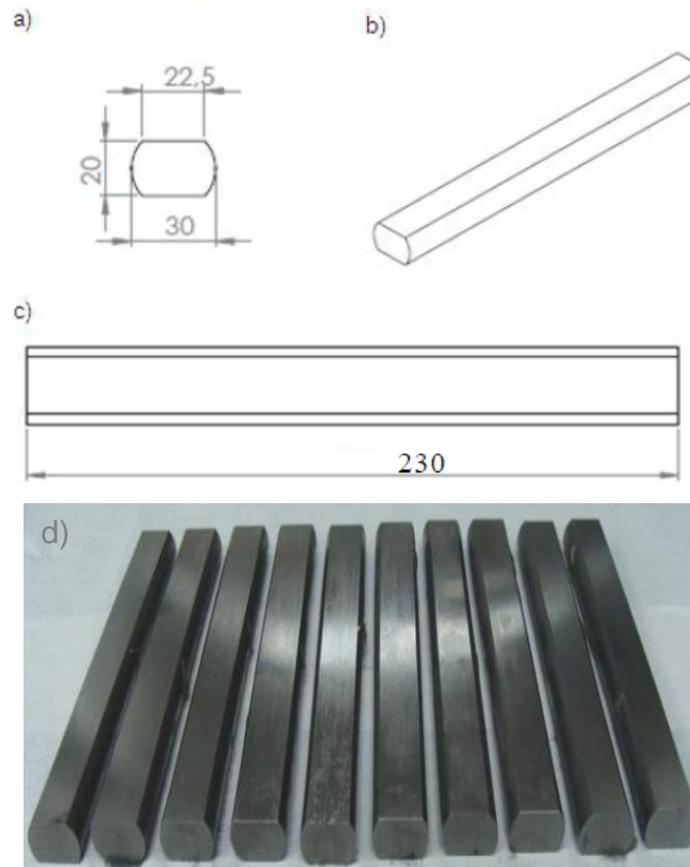
O desenvolvimento dos tratamentos de superfície foi dividido em três etapas:

1. Nitretação por plasma (NP): Esta etapa teve por objetivo a formação de uma fina camada de compostos no FFV, com espessuras e fases diferentes. Nesta etapa realizou-se um estudo sobre o efeito dos parâmetros (tempo e atmosfera de nitretação) na formação da camada nitretada. Os demais parâmetros (temperatura, pressão e potencial de plasma) foram mantidos constantes. Foram realizadas quatro condições diferentes.
2. Têmpera Superficial a Laser (L): Nesta etapa o objetivo foi obter maiores profundidades de endurecimento pela transformação martensítica, sem que houvesse fusão superficial. Estudou-se o efeito dos parâmetros (potência e velocidade do feixe do laser) na camada temperada. Os parâmetros (distância focal e o raio do laser) foram mantidos constantes. Demais parâmetros como intensidade e densidade de energia, foram obtidos em função da potência e velocidade do feixe. Nos experimentos preliminares foram realizadas doze condições diferentes, das quais cinco foram selecionadas para aplicar no estudo do tratamento duplex de NP+L.
3. Tratamento de Nitretação por Plasma seguido de Têmpera Superficial a Laser (NP + L): Esta etapa teve por objetivo a formação de maiores profundidades de endurecimento e a redução do gradiente de dureza entre a camada tratada e o substrato. Foram selecionadas três condições do tratamento de nitretação (com espessuras e fases diferentes na superfície) e cinco condições de têmpera (com profundidades de endurecimento diferentes). Totalizando quinze condições diferentes.

### 3.2 Material

Foram fundidos cilindros de  $\phi$  30 mm do Ferro Fundido Vermicular (FFV) classe 450. Destes cilindros foram obtidas barras retificadas que foram cortadas em amostras de 230 x 30 x 20 mm como mostra a Figura 3.2.

Figura 3.2– (a, b, c) Dimensões do corpo de prova e (d) Foto dos corpos de prova fornecidos pela Tupy Fundição.



Fonte: O autor (2018).

Este ferro fundido vermicular é de composição aproximadamente eutética (teor de carbono equivalente de 4,25%), e contém Cu, Sn e Mn como elementos que promovem a presença de matriz perlítica. A tabela 3.1 mostra suas propriedades mecânicas.

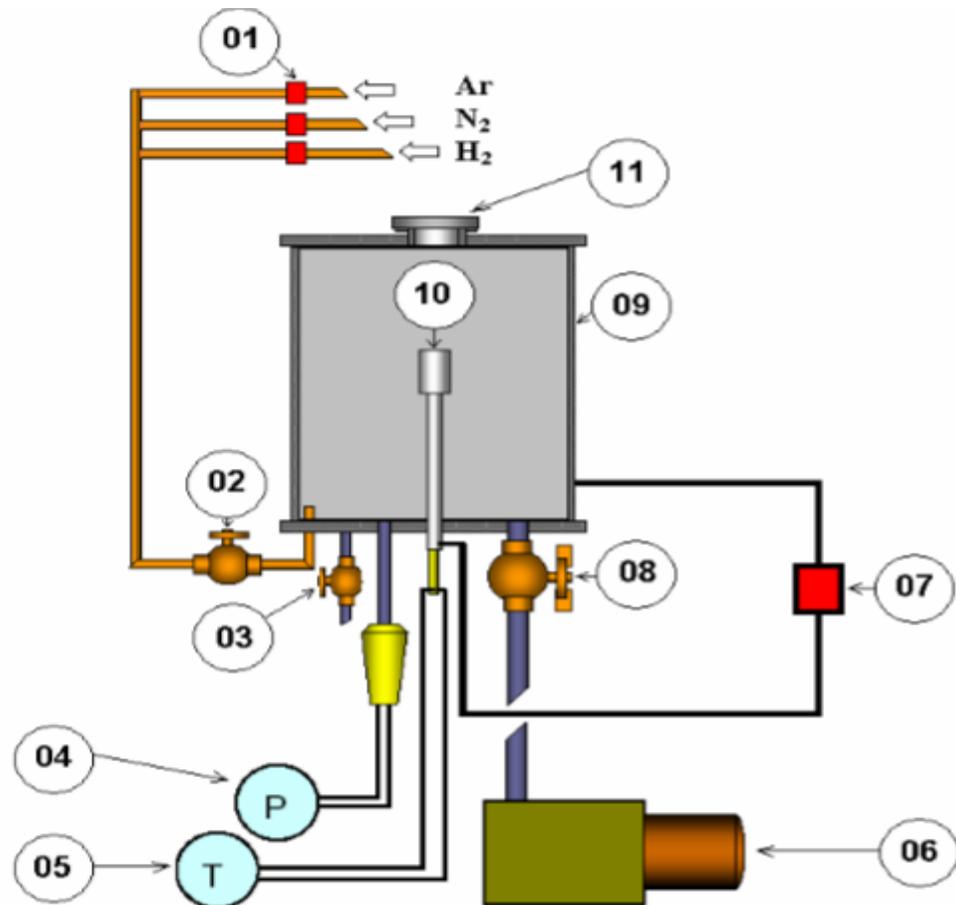
Tabela 3.1– Propriedades mecânicas dos ferros fundidos vermiculares (Relatório de fornecimento de material TUPY, 2016).

LR (MPa)	LE (MPa)	Along (%)	HB (5/750)
491	373	1,5	255

### 3.3 Nitretação por Plasma (NP)

Os experimentos de nitretação por plasma foram realizados no reator do Laboratório de Plasma (LabPlasma) da Universidade Tecnológica Federal do Paraná. O equipamento é constituído basicamente por uma câmara de nitretação onde é gerado o plasma, por um sistema de vácuo (bomba mecânica), um sistema de alimentação de gases e por uma fonte de tensão pulsada, como é mostrado na Figura 3.3.

Figura 3.3– Equipamento de nitretação por plasma



- |  |   |
|--|---|
| 01 - Fluxímetros                       | 07 - Fonte de tensão pulsada            |
| 02 - Válvula da entrada da mistura     | 08 - Válvula do controle do vácuo       |
| 03 - Válvula para quebra do vácuo      | 09 - Câmara de nitretação               |
| 04 - Medidor de pressão                | 10 - Porta amostra                      |
| 05 - Medidor de temperatura (termopar) | 11 - Janela para observação da descarga |
| 06 - Bomba mecânica                    |   |

Fonte: REIS (2007).

A câmara de nitretação é feita de borossilicato, um vidro com capacidade de resistir a altas temperaturas, com dimensões de 297 mm de diâmetro x 300 mm de altura. A base inferior, a tampa superior e as blindagens internas são feitas de aço inoxidável polido ABNT 304, as quais minimizam a perda de calor por radiação.

O sistema de vácuo é constituído por uma bomba mecânica da marca Edwards, modelo E2N30 que possui uma velocidade de bombeamento de 16 m<sup>3</sup>/h e uma capacidade de atingir uma pressão final no sistema de 1x10<sup>-3</sup> Torr. Entre câmara e a bomba de vácuo está acoplada uma válvula que faz a regulação e o controle da pressão no interior do reator. O medidor de pressão utilizado foi do tipo Pirani, da marca Edwards, modelo APGX-M-NW16/ALI com capacidade de medição de pressões entre 5.10<sup>-3</sup> a 760 Torr.

A entrada da mistura gasosa, que compõe a atmosfera nitretante foi feita por uma válvula e o controle dos gases por meio de medidores/controladores de fluxo. Os controladores utilizados para os gases de nitrogênio, argônio e hidrogênio são da marca Edwards, modelo 825 series B, de 500 SCCM e para argônio de 700 SCCM.

As amostras são dispostas na parte inferior da câmara, em um porta amostras, produzido em aço inox ABNT 304, o qual serve como o cátodo do processo, ficando isolado eletricamente da parede do reator.

A fonte de tensão pulsada utilizada foi produzida pela SDS, com perfil de onda quadrada, com cinco níveis de tensão pulsada de saída (entre 300 a 700 V), com incremento de 100 V. Esta fonte pulsada possui controle de *Ton* (tempo ligado) e *Toff* (tempo desligado) e é capaz de obter intervalos entre pulsos de 25 a 1000 µs, e de detectar a presença de arcos elétricos durante a nitretação, ou seja, após a quantidade de arcos ser ultrapassada, o sistema inibe a aplicação de tensão, retornando a operar após o intervalo de 1s. O controle da temperatura durante o processo foi feito pela variação de tempo de pulso ligado (*Ton*) e tempo de pulso desligado (*Toff*). A temperatura foi medida utilizando dois termopares do tipo K, acoplados na parte inferior do porta amostras, fornecendo a temperatura em tempo real.

As amostras antes de serem introduzidas dentro do reator foram submetidas a uma limpeza por ultrassom, para eliminar sujeiras, contaminantes, óxidos, etc., provenientes do manuseio e de processos anteriores. Nesta limpeza as amostras foram imersas em álcool por um período de 60 minutos. Após, as amostras foram

colocadas no porta amostras, a uma distância mínima entre elas, a fim de evitar a formação de cátodos ociosos e arcos.

Para dar início ao processo de nitretação, primeiramente foi realizado um vácuo na câmara do reator a uma pressão de  $10^{-3}$  Torr, com a finalidade de remover os gases contaminantes ( $O_2$ ,  $H_2O$ ,  $CO_2$ , etc.) da atmosfera. Na sequência foi realizado um ciclo de limpeza numa temperatura de  $160\text{ }^\circ\text{C}$  por uma hora com fluxo de hidrogênio ( $H_2$ ). A partir de então, controlando a pressão e o fluxo dos gases, foi adicionando o nitrogênio e o argônio, e iniciou-se a nitretação após atingir a temperatura de  $500\text{ }^\circ\text{C}$ . Os parâmetros que foram controlados e mantidos constantes durante a nitretação são apresentados na Tabela 3.2. Na Tabela 3.3 são apresentadas as condições que foram estudadas. O tratamento de nitretação foi repetido três vezes para cada condição.

Tabela 3.2– Parâmetros constantes utilizados na Nitretação por plasma.

Parâmetros	Limpeza superficial	Nitretação por plasma
Temperatura ( $^\circ\text{C}$ )	120	500
Pressão (Torr)	1	3,75
Potencial de Plasma (V)	400	500
$T_{on}$ (tempo de pulso ligado) ( $\mu\text{s}$ )	100 - 150	180 - 200

Tabela 3.3– Condições estudadas da nitretação por plasma.

Condição	Tempo	% $N_2$	% $H_2$	%Ar
NP1	1h	80	10	10
NP2	2h	80	10	10
NP3	3h	80	10	10
NP4	3h	20	20	60

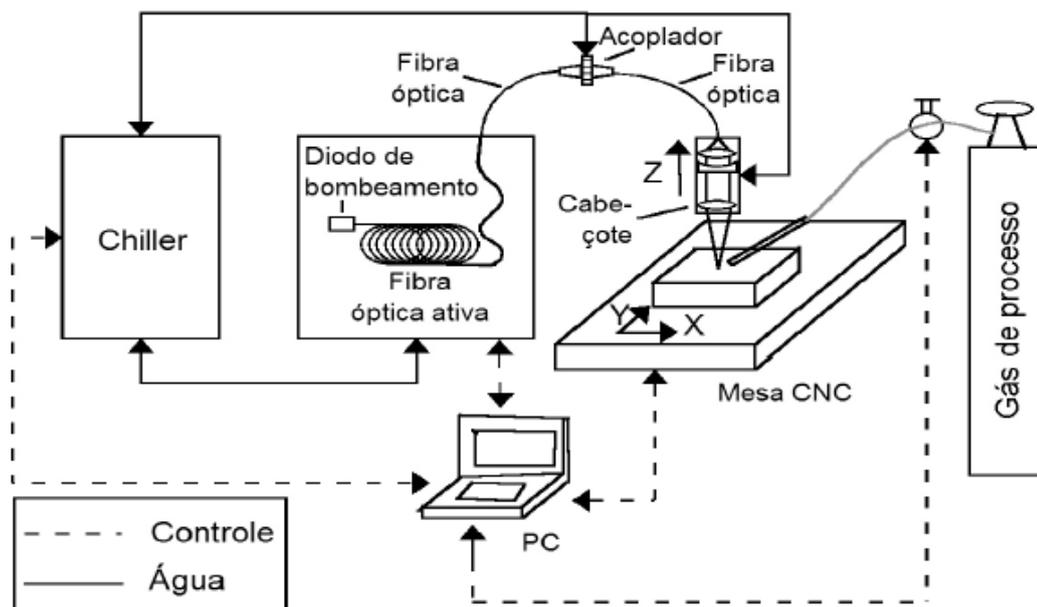
Após a nitretação, as amostras foram resfriadas por convecção de  $H_2$  e  $N_2$  e por radiação, até uma temperatura abaixo de  $120\text{ }^\circ\text{C}$ , seguido de um resfriamento sob vácuo até a temperatura ambiente, para não ocorrer oxidação da superfície.

### 3.4 Têmpera Superficial a Laser (L)

O laser utilizado neste trabalho no tratamento de têmpera superficial é o laser a fibra, instalado no Instituto de Estudos Avançados (IEAv/CTA), no Laboratório de Desenvolvimento e Aplicações de Lasers e Óptica (DedALO). Este laser é produzido em uma fibra óptica de vidro dopada com Itérbio (Yb), com comprimento de onda de 1080 nm, potência média de 2 kW (IPG, Modelo YLR-2000). Uma fibra óptica de 100  $\mu\text{m}$  guia o feixe do laser produzindo um diâmetro mínimo de 100  $\mu\text{m}$  no plano focal. Fora do plano focal o feixe de laser diverge, segundo as características do feixe e da óptica de focalização. Neste trabalho, o feixe é desfocalizado em 50 mm, o que produziu um diâmetro de 8,18 mm. O feixe de laser é inclinado em  $5^\circ$  em relação à normal do plano da amostra para evitar uma eventual retroalimentação do feixe dentro da cavidade óptica, o que poderia danificá-la.

Este laser está inserido numa cabine de processamento em alumínio, equipada com sistemas de gases auxiliares de processo e de exaustão, conforme é apresentado na Figura 3.4. Este equipamento pode utilizar quatro tipos diferentes de gases (nitrogênio, oxigênio, argônio e hélio). Neste trabalho foram utilizados apenas o nitrogênio e o argônio, um para proteger o sistema óptico e o outro para reduzir a oxidação da peça durante o tratamento.

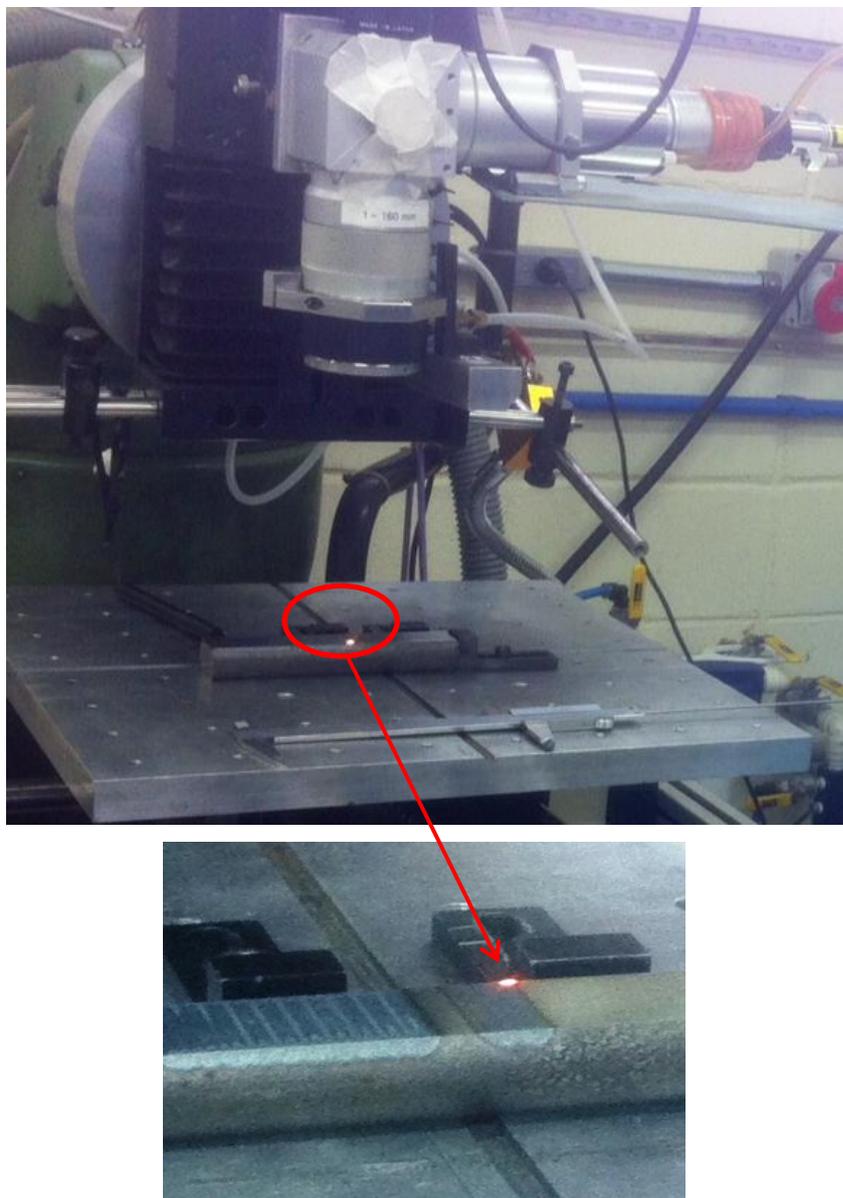
Figura 3.4– Principais componentes do equipamento de têmpera superficial a laser a fibra



Fonte: GOIA (2010).

Neste equipamento, uma área superficial temperada é obtida pela varredura de múltiplos feixes de laser, formando pistas temperadas. A distância entre os feixes (centro a centro), foi de 2 mm, e o tempo de 10 s de espera para o início de cada pista temperada foi mantido constante em todos os experimentos realizados. Como a distância entre os feixes do laser foi mantida constante, dependendo da potência aplicada, houve a sobreposição dos feixes. Quanto maior a potência, maior a região de sobreposição dos feixes. A Figura 3.5 mostra o corpo de prova sendo temperado a laser e a Tabela 3.4 os parâmetros utilizados no processo.

Figura 3.5– O tratamento de têmpera a laser (L) em um corpo de prova de FFV.



Fonte: O autor (2018).

Tabela 3.4– Condições estudadas do processo de têmpera superficial a laser (L)

Condição	P (W)	V (mm/s)	D.E. (J/mm <sup>2</sup> )
1	385	5	11,99
2	400	5	12,46
3	417	5	13,00
4	449	5	13,99
5	482	5	15,01
6	500	5	15,58
7	514	5	16,00
8	546	5	17,01
9	600	5	18,69
10	257	2.5	16,00
11	321	2.5	20,00
12	400	2.5	24,92

P= Potência (W); V= Velocidade (mm/s) e D.E.= Densidade de Energia (J/mm<sup>2</sup>)

Das potências estudadas nestes experimentos, a partir de 449 W ocorreu a sobreposição dos feixes. E destes, as potências de 400, 417, 449, 482 e 514 W foram selecionadas para o estudo do tratamento duplex de NP + L.

### 3.5 Técnicas de Análise

#### 3.5.1 Caracterização microestrutural

As amostras de ferro fundido vermicular (FFV) foram analisadas por microscópio óptico (MO) após os tratamentos de nitretação por plasma, têmpera superficial a laser e os tratamentos de NP+L, a fim de observar o aspecto morfológico das fases resultantes e compará-las com a condição de fornecimento. O microscópio utilizado, marca Olympus BX51M, com ampliações entre 50 e 2000x,

possui um sistema de aquisição de imagem acoplado a um computador provido de um *software* (ImagePro-Plus®) como ferramenta de auxílio para análise das imagens capturadas. Este microscópio também foi utilizado para a medição da espessura das camadas obtidas após os tratamentos de superfície. A espessura da camada foi obtida pela média aritmética dos resultados de cinco posições em cada amostra.

Tanto para a análise metalográfica como para as medições da camada tratada, as amostras foram cortadas no sentido transversal, embutidas em baquelite, lixadas até a grana de 1200 e sequencialmente polidas com suspensão de diamante até  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$ . Para revelar a microestrutura ferro fundido foi feito ataque metalográfico utilizando solução Nital (Álcool etílico + 4 % de ácido nítrico), por aproximadamente 5 s.

### **3.5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

Algumas amostras de FFV após polimento e ataque metalográfico também foram analisadas por um microscópio eletrônico de varredura (MEV) a fim de obter informações detalhadas das características microestruturais, verificar a presença de poros, trincas e medir a espessura da camada de compostos. O equipamento utilizado foi o EVO MA15 da marca Zeiss pertencente ao Laboratório CMCM (Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais) da UTFPR.

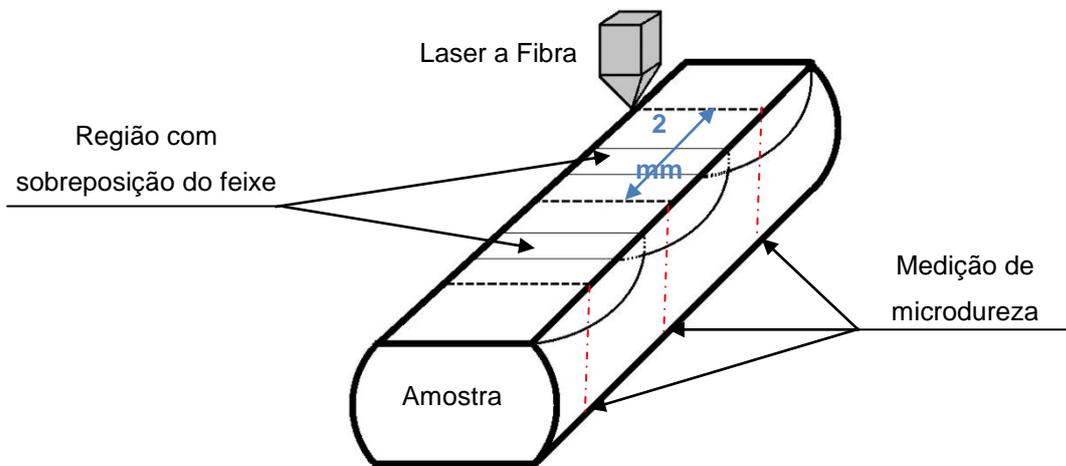
### **3.5.3 Microdureza de Topo e Perfil de microdureza Knoop (HK)**

A propriedade mecânica de microdureza foi analisada por meio do ensaio Knoop (HK) devido à sua indentação ser menos profunda e mais alongada do que no ensaio Vickers para uma mesma carga. Esta característica torna o indentador Knoop mais adequado para medição de dureza em filmes finos ou camadas frágeis, como as camadas nitretadas formadas neste trabalho. O equipamento utilizado é de propriedade da UTFPR, modelo SHIMADZU HVM-2, a carga aplicada foi de 0,05 kg (9.807 N) e o tempo de aplicação de 15 s.

A microdureza superficial foi realizada de topo nas amostras tratadas, antes do embutimento, no sentido longitudinal e ao longo da camada tratada. A distância das indentações foi de 1000  $\mu\text{m}$ , totalizando 10 medições em cada superfície.

O perfil de microdureza das amostras com o tratamento de têmpera superficial a laser foi realizado no corte transversal e no centro do feixe do laser, medindo assim na região sem sobreposição, como mostra a Figura 3.6. Foram consideradas as distâncias estabelecidas na norma de dureza Knoop E 384-11. Cada perfil de microdureza medido corresponde a uma média de cinco perfis.

Figura 3.6– Metodologia de medição do perfil de microdureza para as amostras tratadas com têmpera superficial a laser.



Fonte: O autor (2018).

A profundidade de endurecimento das camadas tratadas foi definida como sendo a profundidade máxima com valor de dureza de 500 HK (aprox. 480 HV, 49,6 HRC ou 469 HB).

### 3.5.4 Difração de raios-X

A técnica de difração de raios-X foi utilizada para a identificação das fases presentes no FFV no estado de fornecimento e nas amostras tratadas. O equipamento utilizado foi o Difratorômetro de Raios-X, modelo XRD-7000 Shimadzu. O método aplicado foi o *Iso-inclination*, com radiação incidente de cobre, uma tensão de 40 kV, a corrente de 40 mA, a varredura angular foi realizada de 20° a 120° com velocidade de 0,6°/min e a aquisição de dados a cada 0,02°.

Em algumas condições de tratamento duplex (NP + L) foi realizada a análise de fases em diferentes profundidades da camada tratada para identificar as transformações ao longo da camada. Para isto as amostras foram desgastadas

mecanicamente com o uso de lixas de granulometria de 400 e 600 *mesh* até a profundidade desejada utilizando um micrômetro para a medição.

A definição das profundidades de análise foi determinada após análise micrográfica e do perfil de microdureza.

### **3.5.5 Rugosidade**

A rugosidade ( $S_q$ ) das amostras nitretadas foi obtida através de técnica de interferometria de luz branca. O equipamento utilizado para as medições de rugosidade das amostras foi o interferômetro Taylor Hobson Talysurf CCI Lite, disponibilizado pelo laboratório de metrologia do DAMEC/UTFPR. O equipamento possui resolução de 1024x 1024 pixels com área de amostragem de 0,825 x 0,825 mm, resolução vertical de 0,01 nm e repetitividade de medição de 0,002 nm. A rugosidade superficial foi medida no material em estado de fornecimento, retificado e após os tratamentos de superfície. O parâmetro de rugosidade medido foi o  $S_q$  (rugosidade quadrática média). As medições foram repetidas três vezes em cada condição de nitretação e no material sem tratamento.

### **3.5.6 Ensaio de Riscamento Linear**

A resistência ao riscamento do FFV sem tratamento e das camadas após os tratamentos de superfície de nitretação por plasma e têmpera superficial a laser foi analisada pela técnica de riscamento linear com carga progressiva, baseada na norma G 171. Os ensaios foram realizados sem lubrificação, do tipo a seco, com um indentador de diamante do tipo Rockwell C, com raio de 200  $\mu\text{m}$  e velocidade de deslocamento de 0,017 mm/min. Os ensaios foram realizados em um único sentido e em apenas um passe, como mostra a Figura 3.7. O comprimento do risco é de 10 mm.

Figura 3.7– Ensaio de riscamento linear indicando o sentido do risco.



Fonte: O autor (2018).

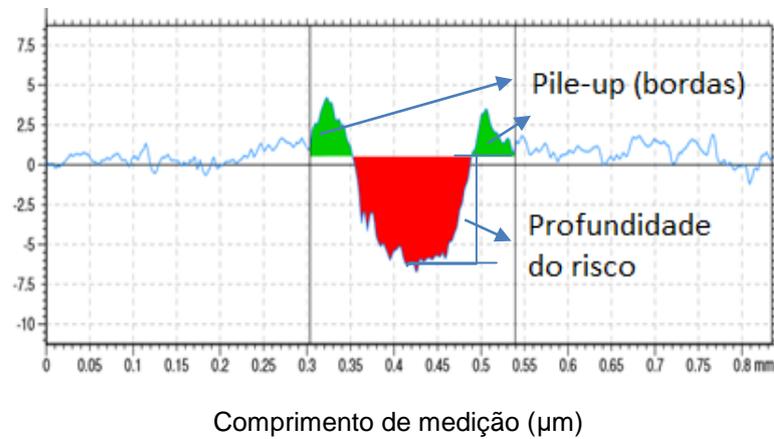
Nas amostras temperadas a laser, o risco foi realizado no sentido transversal da aplicação dos feixes de laser.

A definição das faixas de carga aplicadas neste estudo foram tomadas como base os experimentos de ROVANI *et al.*, (2017), que utilizaram o mesmo equipamento, com uma carga constante de 8 e 15 N em aços inoxidáveis martensíticos nitretados e cementados por plasma a baixa temperatura. Desta forma, primeiramente foram analisados os resultados dos ensaios preliminares na faixa de carga de 3 a 8 N e sequencialmente foram realizados ensaios nas faixas de 20 a 50 N e 40 a 70 N.

O tribômetro utilizado foi o UMT Multi-Specimen Test System, CETR, do laboratório LASC/UTFPR. Com os dados obtidos pelo software Viewer integrado ao tribômetro, foram gerados gráficos de coeficiente de atrito médio (COF) x carga.

A técnica de interferometria de luz branca possibilitou a medição da profundidade dos riscos de acordo com a variação da faixa de carga, como mostra a Figura 3.8. A medição da profundidade do risco foi realizada em cinco seções ao longo de cada risco, obtendo resultados de profundidade em cinco posições diferentes de acordo com a faixa de carga aplicada.

Figura 3.8– Seção transversal do risco obtida pela técnica de interferometria de luz branca, mostrando as regiões de pile-up e a profundidade do risco da amostra NP2.



Fonte: O autor (2018).

Foram selecionadas algumas condições características de cada tratamento de superfície, a fim de verificar e comparar as diferenças mais significativas obtidas nos resultados de riscamento.

Imagens obtidas pela técnica de MEV foram feitas para observar a superfície desgastada das amostras após o ensaio de riscamento. As análises foram realizadas ao longo do percurso do risco (início, meio e fim) assim como nas bordas.

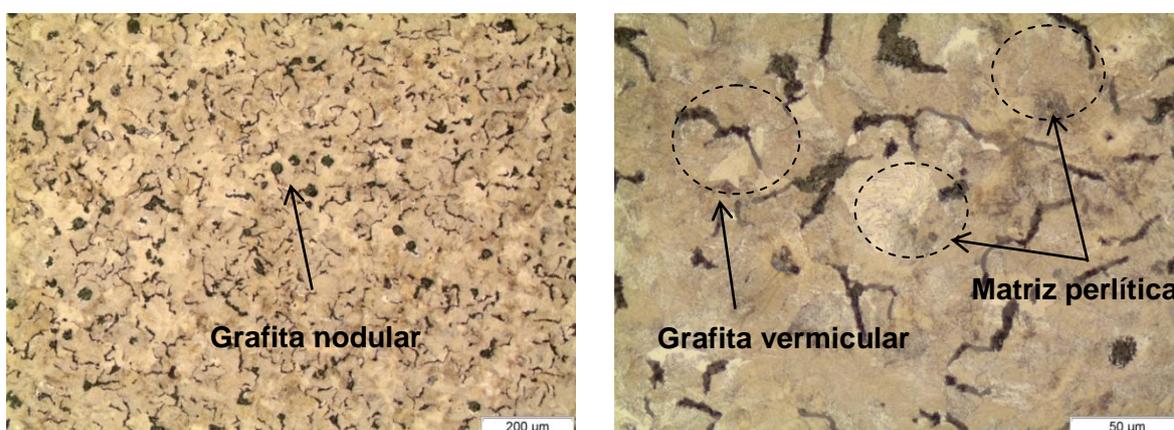
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

De modo a facilitar a análise dos resultados dos tratamentos de superfície de NP, L e NP+L, os mesmos serão apresentados e discutidos separadamente neste capítulo. E, por fim, serão apresentados os resultados dos ensaios de resistência ao riscamento no FFV.

### 4.1 Condição de Fornecimento

A Figura 4.1 (a, b) apresenta a microestrutura do FFV classe 450 em seu estado de fornecimento. A matriz é perlítica com a maioria das grafitas em forma de vermes e com a presença de alguns nódulos (nodularidade de 9% medida conforme ISO 16112). O valor de dureza do material base foi de  $370 \pm 20$  HK, estando de acordo com o relatório do fornecedor do material, Tupy Fundição.

Figura 4.1– Microestrutura do FFV no estado de fornecimento.



Fonte: O autor (2018).

Para a seleção das condições estudadas dos tratamentos de superfície propostos, foram realizados experimentos preliminares, com o objetivo de atingir valores de microdureza acima de 500 HK (~50HRC), tanto na microdureza superficial como na profundidade de endurecimento, para obter, desta forma, melhorias nas propriedades superficiais do FFV.

## 4.2 Nitretação por plasma em FFV

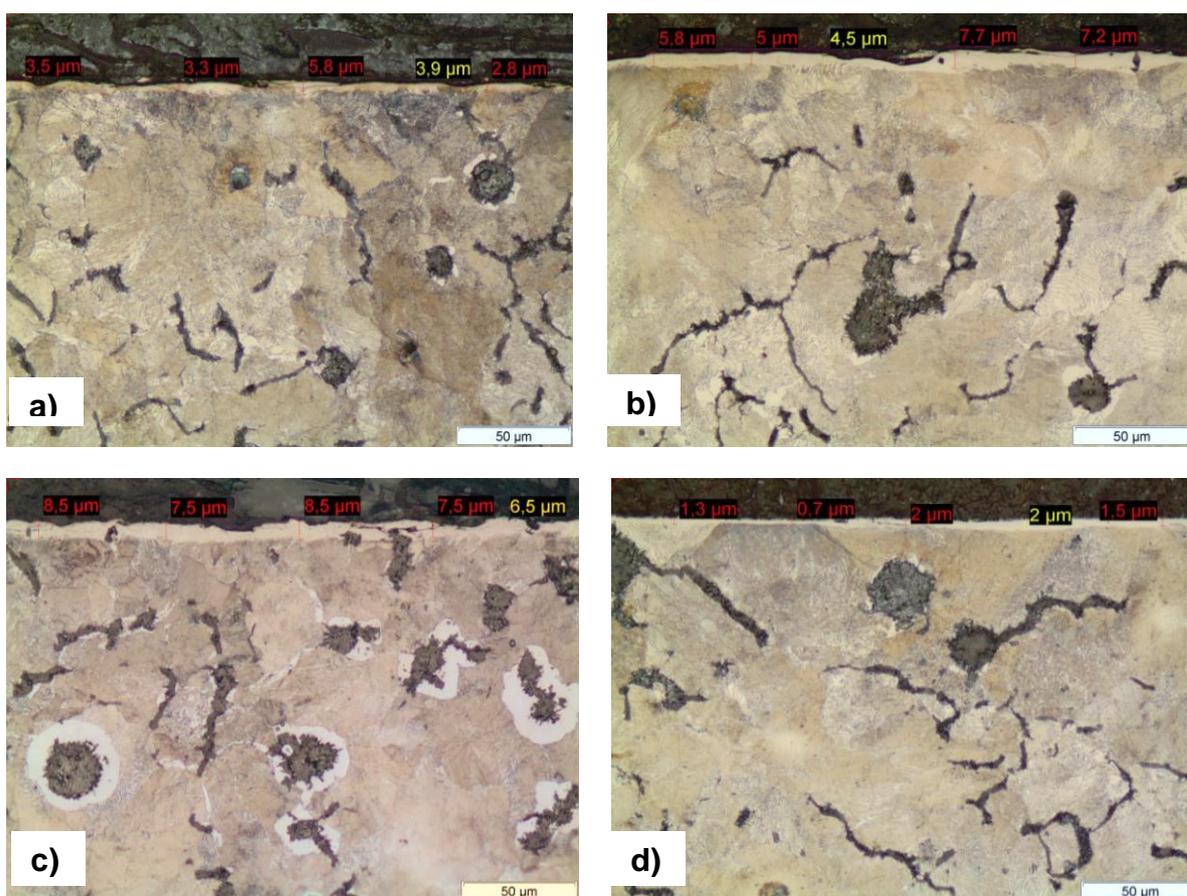
Os parâmetros da NP em amostras do FFV foram definidos com o objetivo de formar uma fina camada de compostos, com elevada dureza.

As amostras nitretadas foram analisadas quanto às alterações microestruturais, medição da espessura da camada de compostos, perfil de microdureza, análise de fases e rugosidade superficial. Os resultados serão discutidos nos itens 4.2.1 a 4.2.4.

### 4.2.1 Análise Microestrutural

A Figura 4.2 (a, b, c, d) apresenta a microestrutura e a espessura da camada de compostos no FFV nitretado por plasma em função dos parâmetros (atmosfera nitretante e tempo) para as condições NP1, NP2, NP3 e NP4 respectivamente. Nota-se que em todas as condições os parâmetros utilizados foram eficientes no sentido de formar uma fina camada de compostos, que variou de 0,7 a 10,4  $\mu\text{m}$ .

Figura 4.2- M.O do FFV nitretado. (a) NP1; (b) NP2; (c) NP3 e (d) NP4.

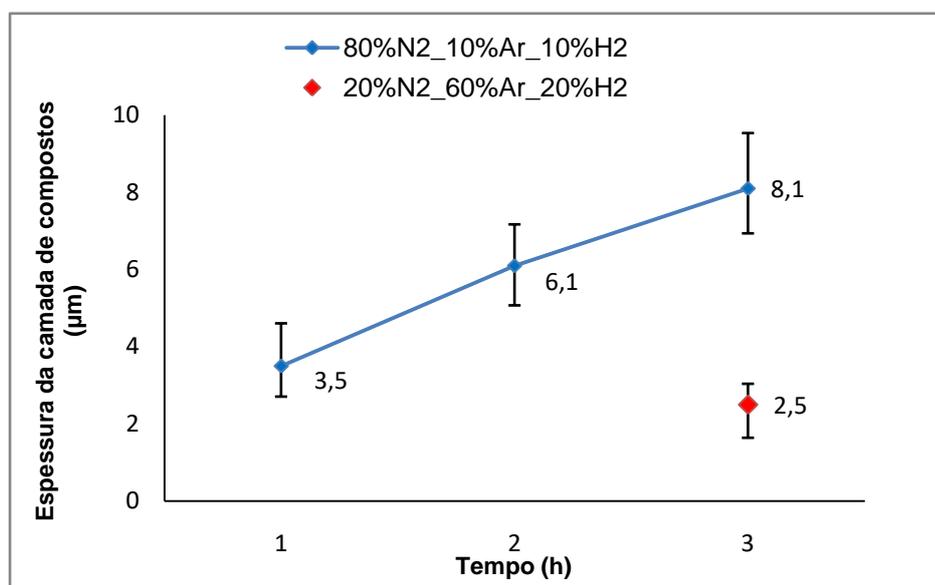


Fonte: O autor (2018).

Nas condições NP1, NP2 e NP3 pode-se notar o efeito do tempo da nitretação no crescimento da espessura da camada de compostos, e nas condições NP3 e NP4 o efeito da atmosfera nitretante.

Os resultados apresentados na Figura 4.3 permitem concluir que, com uma maior concentração de nitrogênio (80% N<sub>2</sub>), o tempo de nitretação de 1, 2 e 3 h propiciou um crescimento da espessura da camada de compostos de 3,5 para 6,1 e 8,1  $\mu\text{m}$ , respectivamente. Entretanto, quando a concentração de nitrogênio diminuiu para 20%, foi obtida uma camada de compostos de 2,5  $\mu\text{m}$  apenas com um tempo de nitretação de 3 h. Ou seja, a espessura da camada de compostos formada com 20% N<sub>2</sub> por 3h foi menor do que a espessura formada com 80% N<sub>2</sub> por 1 h.

Figura 4.3- Espessura da camada de compostos em função dos parâmetros da NP.



Fonte: O autor (2018).

Na condição NP4, a menor espessura obtida da camada de compostos (2,5  $\mu\text{m}$ ), pode estar associada a dois fatores: 1) a menor concentração de nitrogênio na atmosfera (20% N<sub>2</sub>) diminuiu o potencial químico do meio, assim diminuindo a espessura da camada de compostos; e (2) a maior concentração de argônio na atmosfera (60% Ar) aumentou a taxa de *sputtering* da superfície, reduzindo a taxa de crescimento da espessura da camada de compostos.

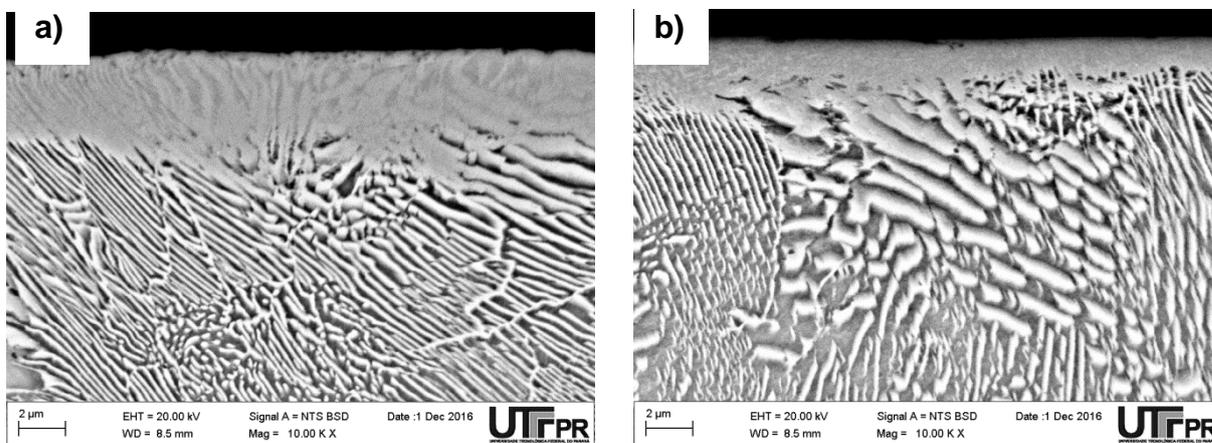
Com a temperatura de 500°C empregada na nitretação, o crescimento da camada de compostos deve ter sido acelerado no início do processo de nitretação,

pois ocorre uma grande pulverização de átomos de ferro da superfície, fazendo com que o nitrogênio facilmente se combine com o ferro, formando os nitretos de ferro na superfície. Estes resultados são similares aos dos autores Silva *et al.*, 2005, que obtiveram uma espessura da camada de compostos de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$  para a nitretação realizada a 500°C por 3h em um ferro fundido nodular de matriz ferrítica e perlítica.

De acordo com os autores Robino e Inal (1983) a concentração de ferro na superfície diminui com o aumento do tempo de nitretação, devido aos nitretos que vão se formando e cobrindo toda a superfície, desta forma, diminuindo a quantidade de átomos de ferro arrancados da superfície e consequentemente desacelerando a formação de nitretos. Os autores Reis *et al.* (2008) verificaram que a espessura da camada de compostos tende a estacionar depois de um determinado tempo.

A Figura 4.4 (a, b) apresenta as micrografias das condições NP1 e NP4, sendo possível verificar a microestrutura perlítica logo abaixo da camada de compostos e ausência de trincas na camada nitretada.

Figura 4.4- MEV das condições de nitretação. (a) NP1 e (b) NP4.

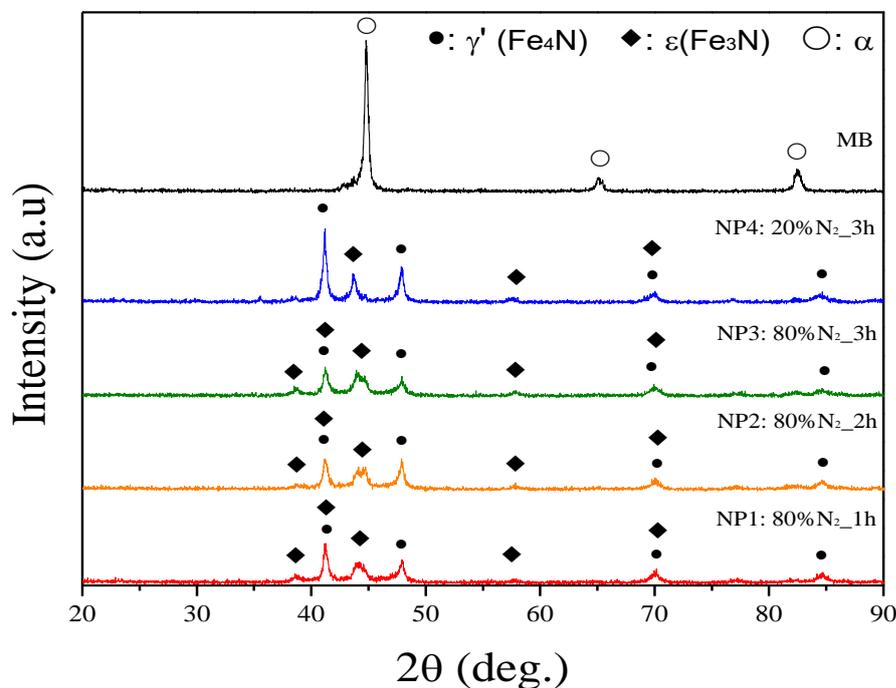


Fonte: O autor (2018).

#### 4.2.2 Difração de Raios-X

A Figura 4.5 apresenta o difratograma do material base (como fornecido) e das condições NP1, NP2, NP3 e NP4.

Figura 4.5– Difratoograma do MB e das condições NP1, NP2, NP3 e NP4.



Fonte: O autor (2018).

A análise das fases da Figura 4.5 permite concluir que para todas as condições de nitretação, formaram-se nitretos mistos como o  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_3\text{N}$ ) e  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) na superfície das amostras nitretadas, conforme os padrões JCPDS 00-049-1664 e 00-006-0627, respectivamente. Nas condições NP1, NP2 e NP3 nitretadas em uma atmosfera com maior concentração de nitrogênio (80%  $\text{N}_2$ ), nota-se que não houve uma diferença significativa no tipo de nitretos formados e nem na intensidade dos picos, portanto o tempo de nitretação não teve influência na formação das fases. Entretanto, na condição NP4, na qual a nitretação foi realizada em uma atmosfera com menor concentração de nitrogênio (20%  $\text{N}_2$ ) e maior concentração de argônio (60% Ar), prevaleceu a formação da fase  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ), como pode ser visto pelo aumento da intensidade relativa dos picos característicos desta fase em detrimento dos picos da fase  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_3\text{N}$ ).

### 4.2.3 Microdureza Superficial

A Tabela 4.1 apresenta os valores de microdureza de topo das condições NP1, NP2, NP3 e NP4.

Tabela 4.1– Microdureza de topo das condições NP1, NP2, NP3 e NP4.

	NP1	NP2	NP3	NP4
<b>Microdureza de Topo (HK<sub>0,05</sub>)</b>	1230±60	950±30	880±30	830±40

Analisando os valores de microdureza de topo apresentados na Tabela 4.1 verificou-se que nas condições de nitretação NP1, NP2 e NP3, com maior concentração de nitrogênio (80%) houve uma redução destes valores (1230±60, 950±30 e 880±30) em função do tempo (1, 2 e 3 h). Este resultado pode ser justificado considerando que tempos maiores de nitretação podem favorecer o coalescimento das fases de nitretos (Leite *et al.*, 2005), e, desta forma, reduzir a dureza. O menor valor de microdureza foi obtido na condição NP4, 830±40 HK, relacionado ao maior tempo de nitretação, 3 h, e à menor concentração de nitrogênio na atmosfera (20% N<sub>2</sub>).

### 4.2.4 Rugosidade

A Tabela 4.2 apresenta os valores de rugosidade para o FFV no estado de fornecimento, retificado, e para as condições de nitretação NP1, NP2, NP3 e NP4.

Tabela 4.2- Rugosidade Sq do FFV x condições de nitretação.

	MB retificado	NP1	NP2	NP3	NP4
<b>Sq (µm)</b>	0,58±0,02	0,47±0,07	0,56±0,03	0,57±0,12	1,1±0,30

Em relação à rugosidade do MB retificado, não se nota uma alteração significativa nas condições nitretadas com maior concentração de nitrogênio (80% N<sub>2</sub>) e menor concentração de argônio (10% Ar), para os tempos de 1, 2 e 3 h. A justificativa deste comportamento se deve por ocorrer no estágio inicial de nitretação

uma remoção dos picos superficiais da amostra promovidos pela pulverização catódica, que resultou na menor rugosidade  $S_q$  de  $0,47\mu\text{m}$ , obtida pela condição NP1, com o menor tempo de nitretação. O aumento da rugosidade para as condições NP2 e NP3 se deve a redeposição do material removido pela pulverização catódica na forma de nitretos e/ou pela direção de crescimento dos nitretos. No entanto, comparando as condições NP3 e NP4, com o mesmo tempo de nitretação, mas com atmosfera nitretante diferente, verifica-se que o aumento da concentração de Ar de 10% para 60% praticamente duplicou o valor de rugosidade, de  $0,57$  para  $1,09\mu\text{m}$ . Acredita-se que este efeito esteja associado à maior taxa de pulverização catódica promovida pela maior concentração de argônio na atmosfera do plasma.

### **4.3 Têmpera Superficial a Laser (L) em FFV**

Para esta etapa da pesquisa foram realizados experimentos de têmpera superficial a laser (L) variando os parâmetros de potência e velocidade do laser a fim de analisar a profundidade de endurecimento obtida no FFV. Estes experimentos foram divididos em duas etapas:

- 1) Experimentos preliminares de têmpera a laser em amostras do FFV: nesta fase, o objetivo foi estudar o efeito dos parâmetros de potência e velocidade na microestrutura do FFV, a fim de encontrar parâmetros otimizados entre a ausência do endurecimento superficial e a formação de regiões localizadas com fusão superficial;
- 2) Experimentos finais de têmpera a laser: após a análise microestrutural, perfil de microdureza e medição da rugosidade dos experimentos preliminares, novos experimentos foram realizados a fim de se estudar o efeito da potência na profundidade de endurecimento do FFV.

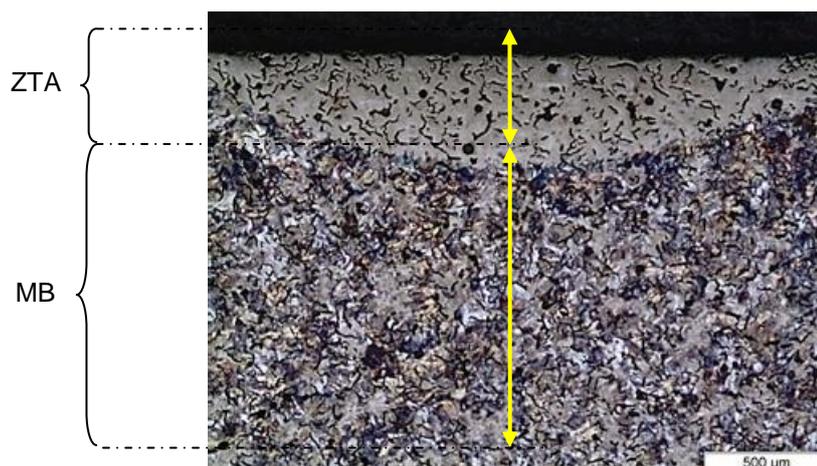
Os resultados de microestrutura, perfil de microdureza, análise de fases e rugosidade serão mostrados nos itens 4.3.1 a 4.3.4.

#### **4.3.1 Análise Microestrutural**

Entre as condições do processo de têmpera a laser (L) estudadas neste trabalho foi possível identificar alterações microestruturais envolvendo transformações de

fases, as quais resultaram em profundidades de endurecimento diferentes de acordo com os parâmetros aplicados. Será utilizada a Figura 4.6 como base para discutir as alterações microestruturais formadas na zona termicamente afetada pelo calor (ZTA) produzida por um feixe de laser com geometria gaussiana.

Figura 4.6- Micrografia do FFV temperado superficialmente a laser na potência de 500 W. ZTA = Zona termicamente afetada pelo calor; MB = Material Base.



Fonte: O autor (2018).

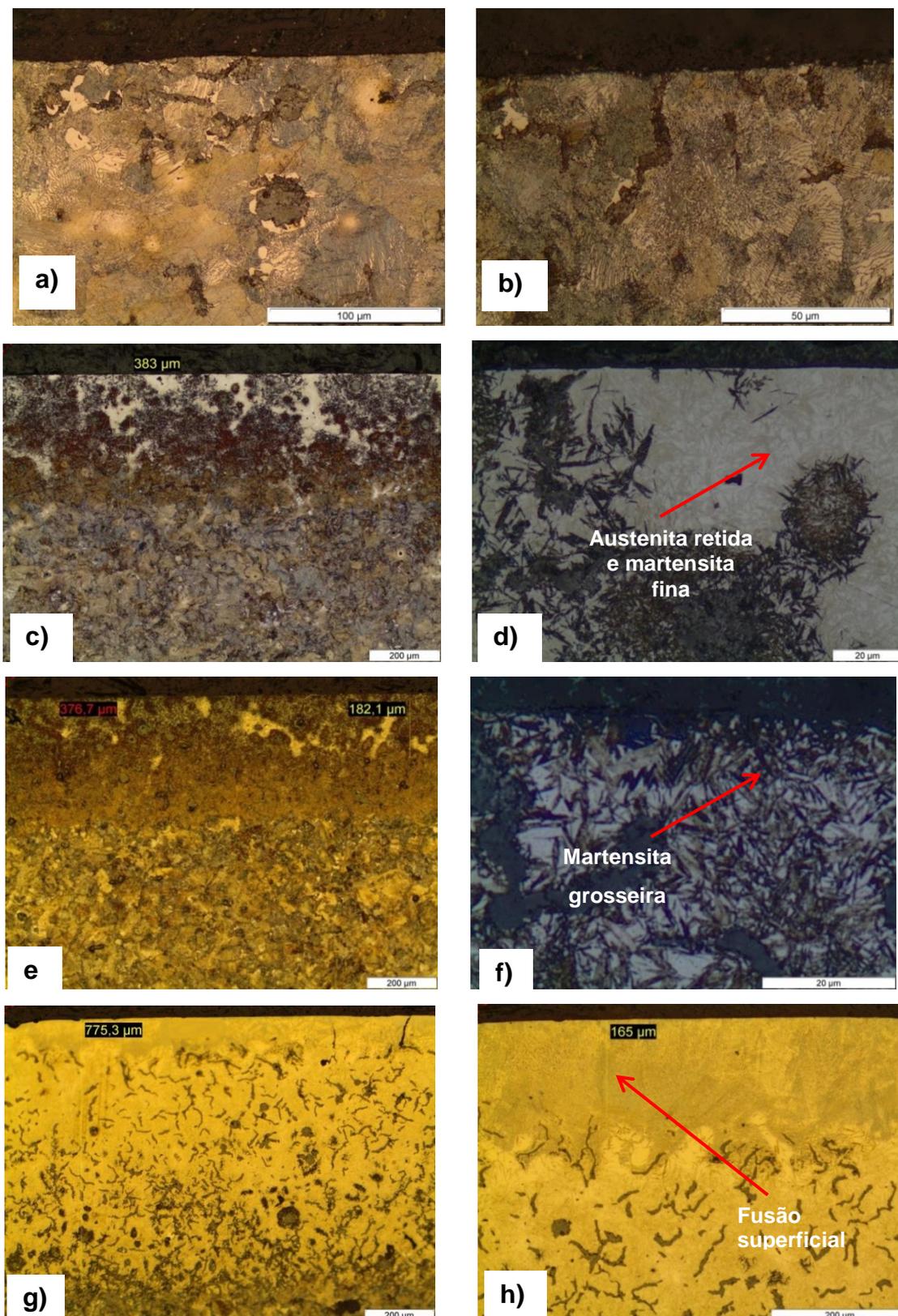
A Tabela 4.3 apresenta os parâmetros realizados nos experimentos preliminares de têmpera a laser. Nas condições 2, 6 e 9 foram analisados os efeitos da potência do laser na velocidade de 5 mm/s e nas condições 2 e 12 foram estudados o efeito da velocidade do feixe do laser com a menor potência, de 400 W, nas propriedades superficiais do FFV.

Tabela 4.3- Parâmetros dos experimentos preliminares de têmpera a laser.

Condição	P (W)	V (mm/s)	D.E. (J/mm <sup>2</sup> )
2	400	5	12,46
6	500	5	15,58
9	600	5	18,69
12	400	2,5	24,92

A Figura 4.7 (a, b, c, d, f) apresenta as micrografias das condições do tratamento de têmpera a laser apresentadas na Tabela 4.3.

Figura 4.7- M.O. da camada temperada do FFV. (a , b) Condição 2; (c , d) Condição 12; (e, f) Condição 6 e (g , h) Condição 9. Ataque nital 4%



Fonte: O autor (2018).

Nas micrografias da Figura 4.7 (a, b) para a condição 2 é possível observar que a potência aplicada de 400 W foi muito baixa para que uma camada superficial do FFV atingisse a temperatura de austenitização na velocidade de 5 mm/s e, conseqüentemente, houvesse a transformação martensítica devido a autotêmpera. Nesta condição houve uma leve redução da dureza, devido ao alívio de tensões promovido pela potência de 400 W.

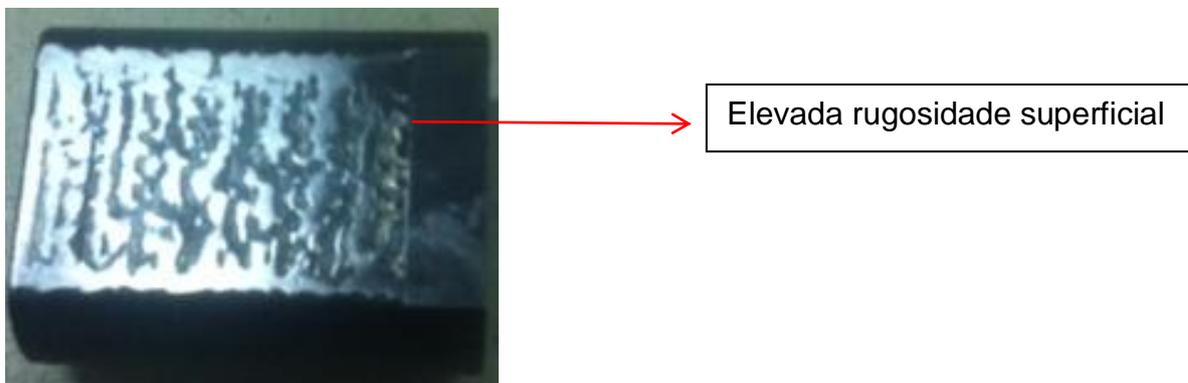
Na condição 12 foi mantida a mesma potência da condição 2, mas com redução da velocidade de 5 para 2,5 mm/s, assim a densidade de energia recebida pela superfície do material foi maior (F), resultando em uma alteração microestrutural com transformação martensítica de aproximadamente 380  $\mu\text{m}$ , como mostra a Figura 4.7 (c, d). Contudo, verifica-se nesta condição uma maior formação de austenita retida (região mais clara). Esta austenita retida se deve ao enriquecimento em carbono da austenita em altas temperaturas, a qual não consegue temperar devido ao valor da temperatura de início da transformação martensítica estar muito abaixo do especificado. Na condição 6, aumentando a potência para 500 W e mantendo a velocidade de 5 mm/s, houve uma alteração microestrutural com transformação martensítica de aproximadamente 380  $\mu\text{m}$  como mostram as Figuras 4.7 (e, f), com a formação de uma martensita grosseira na zona termicamente afetada pelo calor. Diferentemente da condição anterior, mais lenta, o enriquecimento da austenita em carbono foi menor, o que permitiu a presença da martensita.

Na condição 9, Figuras 4.7 (g, h), aumentando a potência para 600 W houve uma alteração microestrutural de aproximadamente 780  $\mu\text{m}$ . Entretanto, devido a alta potência aplicada, houve fusão com dissolução parcial das grafitas. A região de fusão superficial atingiu uma espessura de aproximadamente 170  $\mu\text{m}$  e, logo abaixo desta, pode ser verificada uma camada martensítica.

Os parâmetros preliminares foram importantes para se encontrar uma faixa de potência aplicada ao FFV em que uma potência mínima não resultasse em endurecimento superficial (400 W), e uma potência máxima para que formasse regiões com fusão localizada (600 W). Desta forma, a condição 9 foi descartada dos experimentos finais, pois, apesar da maior profundidade de endurecimento em relação às condições 2, 12 e 6, houve a formação de uma camada de fusão

superficial e que também apresentou uma elevada rugosidade com alterações visíveis a olho nu na superfície como mostra a Figura 4.8.

Figura 4.8- Elevada rugosidade do corpo de prova após o tratamento de têmpera a laser na condição 9, potência de 600 W.



Fonte: O autor (2018).

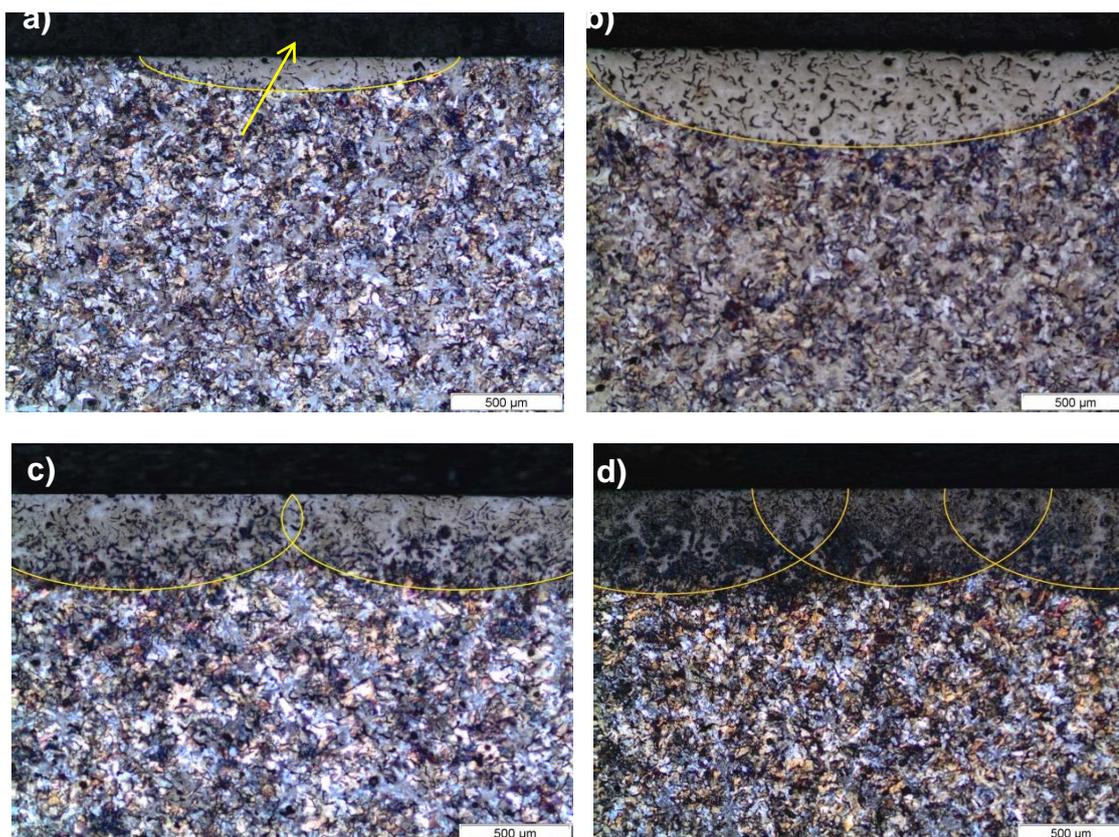
Considerando a faixa de potência mínima e máxima encontrada nos experimentos preliminares, para a realização dos experimentos finais foi considerado o limite de densidade de energia ( $J/mm^2$ ) indicado para atingir o endurecimento superficial, sem fusão, como discutido anteriormente na Figura 2.6. A densidade de energia está indicada pelas linhas tracejadas inclinadas, e este valor para o endurecimento superficial (*Hardening*) se encontra entre 7 e 20  $J/mm^2$ . Esta faixa de densidade de energia é considerada somente como base, pois a mesma pode apresentar diferentes resultados de acordo com a composição química do material a ser tratado. Para o FFV, na potência de 400 W a densidade de energia calculada foi de 12,46  $J/mm^2$  e a densidade de energia na potência de 600 W foi de 18,69  $J/mm^2$ . Ou seja, o limite mínimo de potência para endurecimento superficial no FFV está muito superior, e o limite máximo para ocorrer a fusão superficial está inferior ao indicado na Figura 2.6. Como neste trabalho não se tem o objetivo de estudar o efeito da fusão superficial na camada tratada, nos experimentos finais de L os parâmetros de potência do laser foram definidos baseando-se numa densidade de energia entre 12,46 e 16  $J/mm^2$ , visando maiores durezas superficiais e maiores profundidades de endurecimento. Apesar de não ter obtido alterações microestruturais e aumento da dureza, a condição P1 não foi descartada, devido a resultados significativos obtidos quando aplicada em amostras de FFV nitretado. A Tabela 4.4 apresenta os parâmetros finais dos experimentos de têmpera a laser.

Tabela 4.4-Experimentos finais de têmpera a laser (L).

<b>Condição</b>	<b>L400</b>	<b>L417</b>	<b>L449</b>	<b>L482</b>	<b>L514</b>
<b>P(W)</b>	400	417	449	482	514
<b>D.E.(J/mm<sup>2</sup>)</b>	12,46	13,00	13,99	15,01	16,00

Considerando que foram mantidos constantes a velocidade e o raio do feixe do laser (5 mm/s e 4,09 mm) e a distância entre os feixes, de 2 mm, pode-se notar na Figura 4.9 (a, b, c, d) que maiores potências resultaram em maiores sobreposições do feixe do laser. Da mesma forma, menores potências do laser resultaram em menores ZTA e, conseqüentemente, menores profundidades de endurecimento.

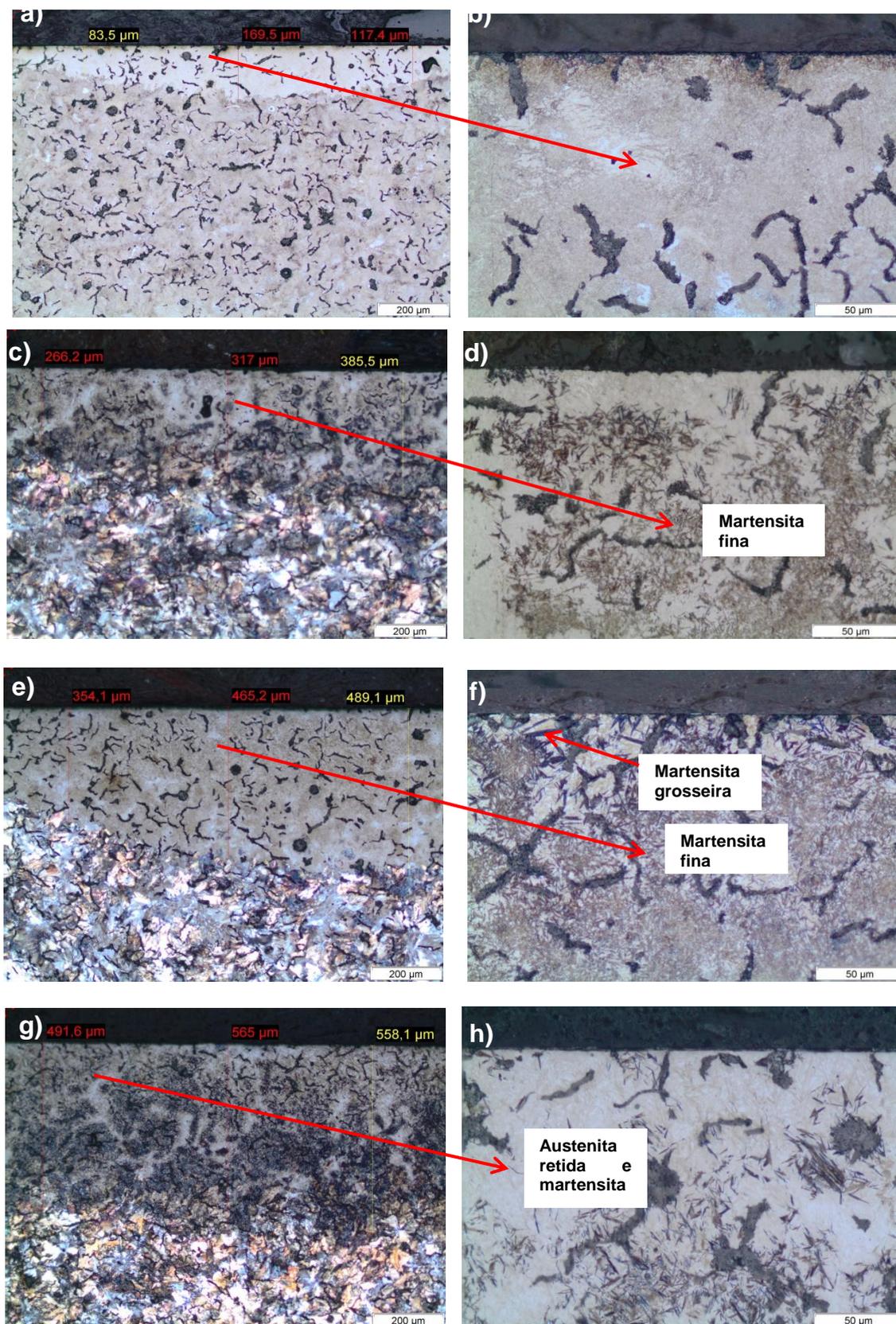
Figura 4.9- M.O da camada temperada do FFV em função da potência do laser empregada. (a) L417; b) L449; (c) L482 e (d) L514.



Fonte: O autor (2018).

A Figura 4.10 mostra em maiores ampliações a ZTA e as alterações microestruturais de acordo com a potência do laser.

Figura 4.10- M.O. da camada temperada do FFV em função da potência empregada. (a, b) L417; (c, d) L449; (e, f) L482 e (g, h) L514.



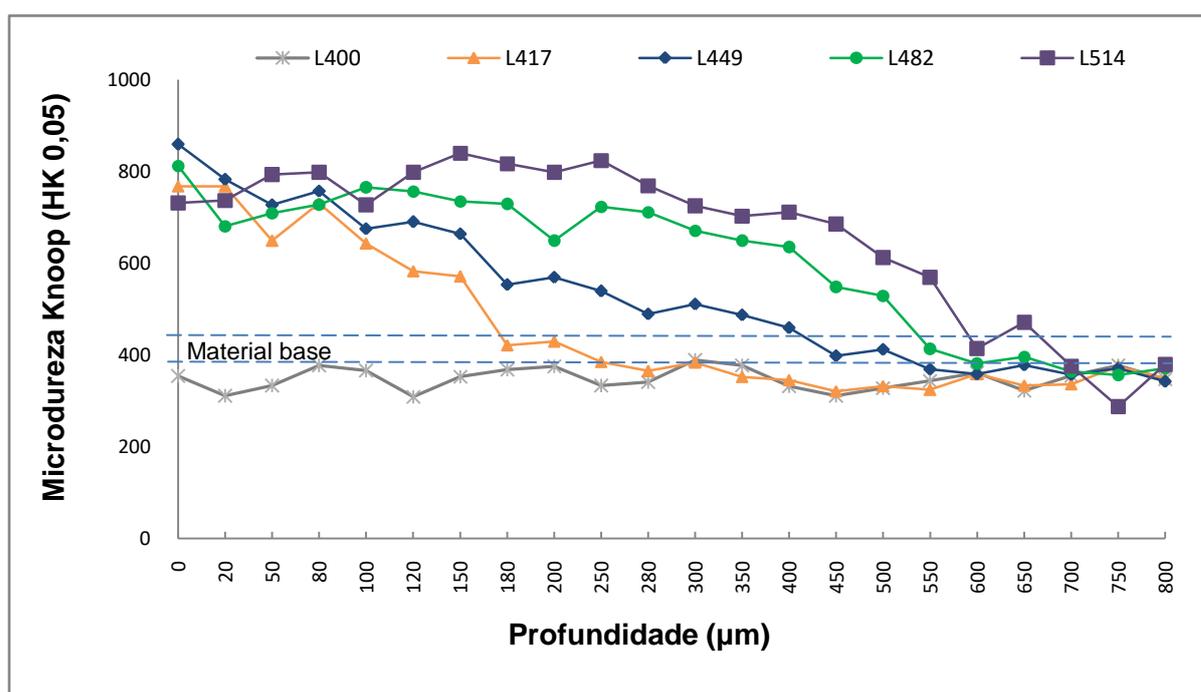
Fonte: O autor (2018).

Com o aumento da potência do laser, maiores ZTA foram obtidas, variando entre 83  $\mu\text{m}$  para a condição L417 e 565  $\mu\text{m}$  para a condição L514, Figuras 4.10 (a, g) respectivamente. Também se observa que a microestrutura destas condições na ZTA, é formada de martensita e austenita retida. Maiores potências do laser favorecem uma maior densidade de energia transferida para a superfície, ou seja, maior energia por área. Desta forma, tem-se a formação de maiores ZTA e conseqüentemente camadas tratadas com maiores profundidades de endurecimento.

#### 4.3.2 Perfil de Microdureza

Medidas de microdureza Knoop foram realizadas em função da profundidade de endurecimento para as condições L400, L417, L449, L482 e L514 como mostra a Figura 4.11.

Figura 4.11– Perfil de microdureza das condições L400, L417, L449, L482 e L514.



Fonte: O autor (2018).

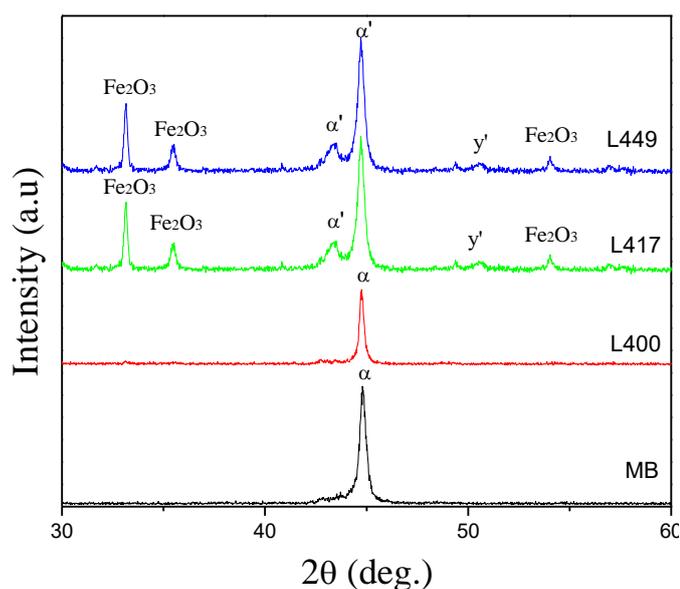
A análise do perfil de microdureza da Figura 4.11 indica que maiores profundidades de endurecimento foram atingidas com o aumento da potência do laser. Como observado na Figura 4.9, com o aumento da potência houve a formação de maiores ZTA e conseqüentemente maiores profundidades de endurecimento (L514

> L482 > L449 > L417). Entretanto, o menor valor de microdureza na superfície ( $730 \pm 30$  HK) foi obtido na condição L514, empregada a maior potência. Este resultado pode ser justificado baseado na Figura 4.9 (d), onde se visualiza que, nesta condição, houve uma maior formação de austenita retida e também maiores regiões com sobreposição do feixe, promovendo um revenimento na região já temperada a laser, reduzindo assim a microdureza. O maior valor de microdureza na superfície, condição L449 ( $860 \pm 40$  HK), foi devido a maior homogeneização da austenita obtida nesta potência. A condição L400 atingiu uma dureza menor do que o material base devido ao alívio de tensões promovido pela potência de 400 W.

### 4.3.3 Difração de Raios-X

A Figura 4.12 apresenta o difratograma realizado na superfície das condições MB, L400, L417, L449.

Figura 4.12– Difratograma de amostras de FFV após o tratamento de têmpera a laser.



Fonte: O autor (2018).

A análise de fases da Figura 4.12 permite observar que o difratograma da condição L400, a qual não houve endurecimento superficial após o tratamento de têmpera a laser devido a baixa potência empregada, é semelhante ao difratograma do MB, sem tratamento. Nas condições L417 e L449 empregadas maiores potências, visualizam-se picos de óxidos ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), da martensita ( $\alpha'$ ) e austenita retida ( $y'$ ),

conforme os padrões JCDS 00-033-0664, 00-044-1290 e 01-071-4649 respectivamente.

#### 4.3.4 Rugosidade

A Tabela 4.5 apresenta os valores de rugosidade para o FFV no estado de fornecimento (retificado) e para as condições após o tratamento de têmpera a laser nas potências de 400, 417, 449, 482 e 514 W. Maiores potências do laser demandam maiores temperaturas superficiais, as quais corroboram para maiores rugosidades, como na condição L514.

Tabela 4.5- Rugosidade das amostras de FFV após o tratamento de têmpera a laser.

	<b>MB retificado</b>	<b>L400</b>	<b>L417</b>	<b>L449</b>	<b>L482</b>	<b>L514</b>
<b>Sq (µm)</b>	0,58±0,5	0,48±0,6	0,66±0,3	0,79±0,1	1,2±0,6	2,3±0,9

#### 4.4 Tratamentos de Nitretação por Plasma seguido de Têmpera a Laser (NP+L)

Nesta seção serão apresentados e discutidos os resultados experimentais relacionados aos tratamentos combinados de NP+L. Alguns resultados dos tratamentos isolados de NP e L serão novamente comentados para o entendimento dos resultados finais.

Como visto nas seções anteriores, a nitretação por plasma (NP) produz no FFV uma fina camada de compostos (com a presença de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ ) conferindo elevadas durezas na superfície. Contudo, uma camada de difusão com maior profundidade de endurecimento é bastante dificultada especificamente no FFV pela matriz perlítica e pela composição química do material (elevado teor de carbono e outros elementos de liga). Neste sentido é que se torna viável a aplicação dos tratamentos de nitretação por plasma (NP) seguido da têmpera a laser (L). Com a nitretação por plasma se obtêm elevadas durezas na superfície por meio da camada de compostos e a têmpera a laser produz maiores profundidades de endurecimento com a transformação martensítica.

Com a aplicação do tratamento de têmpera a laser em amostras do FFV nitretado, observou-se modificações da camada nitretada para todas as condições de nitretação e de potência do laser empregadas. Estas modificações foram bastante

significativas e envolveram maiores camadas tratadas, transformações de fases na camada de compostos, decomposição e solubilização de nitretos e difusão do nitrogênio da camada de compostos para maiores profundidades.

Para a apresentação dos resultados foram selecionadas algumas condições características para representar e discutir as principais diferenças obtidas com os tratamentos de superfície. As condições dos tratamentos combinados de NP+L foram identificadas conforme a Tabela 4.6.

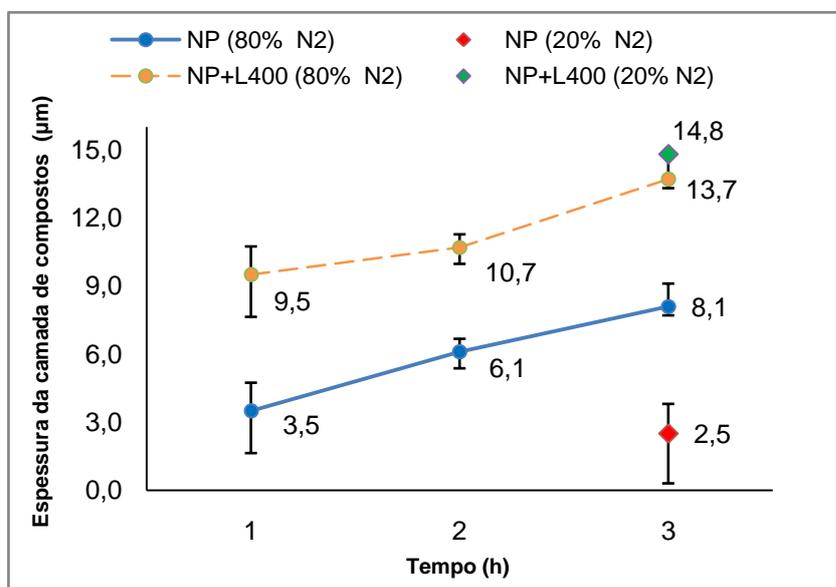
Tabela 4.6- Nomenclatura das condições do tratamento de NP + L no FFV.

<b>Condição</b>	<b>Tratamento (NP+L)</b>
<b>NP1+L400</b>	NP (1h_80% N <sub>2</sub> ) + L (400 W)
<b>NP1+L449</b>	NP (1h_80% N <sub>2</sub> ) + L (449 W)
<b>NP3+L400</b>	NP (3h_80% N <sub>2</sub> ) + L (400 W)
<b>NP4+L400</b>	NP (3h_20% N <sub>2</sub> ) + L (400 W)

A primeira alteração observada após o tratamento de têmpera a laser em amostras nitretadas do FFV foi o crescimento da camada modificada. Para todas as condições de nitretação estudadas verificou-se um crescimento da espessura da camada de compostos, visualizada como uma região branca após preparação metalográfica.

A Figura 4.13 apresenta a espessura da camada de compostos das amostras nitretadas em função da concentração de nitrogênio e a espessura da camada modificada obtida com os tratamentos combinados de NP+L, na menor potência empregada, condição L400.

Figura 4.13- Espessura da camada de compostos das condições de nitretação (NP) e espessura da camada modificada após os tratamentos de NP + L.



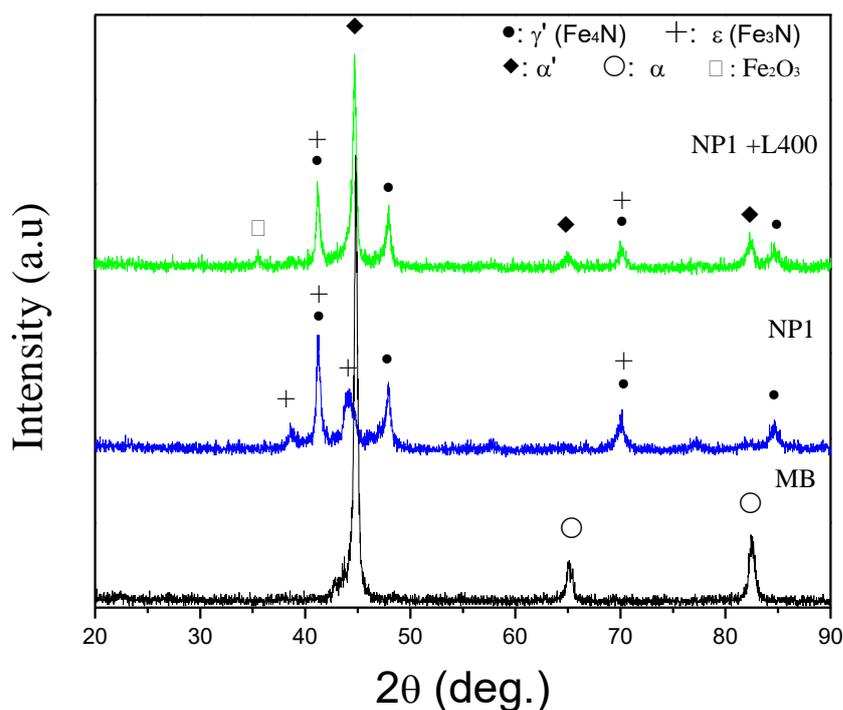
Fonte: O autor (2018).

Na Figura 4.13 é possível comparar a espessura da camada de compostos obtida nas condições de nitretação (NP) e a espessura da camada modificada após o tratamento de têmpera a laser no FFV nitretado (NP+L). A espessura da camada modificada obtida nas condições de nitretação com 80%N<sub>2</sub> (NP1+L400, NP2+L400 e NP3+L400) aumentou de aproximadamente 3,5 para 9,5µm, de 6,1 para 10,7 µm e de 8,1 para 13,7 µm nos tempos de nitretação de 1, 2 e 3 h, respectivamente. Na condição nitretada com 20%N<sub>2</sub> por 3h (NP4+L400) o crescimento da camada modificada aumentou de 2,5 µm para aproximadamente 14,8 µm. Vale a pena ressaltar que esta é a espessura apenas da camada de compostos que foi modificada após o tratamento de têmpera a laser, ou seja, não é a camada total obtida com os tratamentos combinados. A profundidade de endurecimento destas camadas será discutida a partir do item 4.41.

Uma observação importante a ser realizada considerando estes resultados da Figura 4.13 é que o crescimento da espessura da camada modificada, após a têmpera a laser, ocorreu em todas as condições de potência do laser, mesmo na menor potência de 400 W (L400), potência esta que, quando aplicada no FFV na condição de fornecimento, não houve transformações microestruturais e nem ganhos de endurecimento superficial.

Além do crescimento da camada modificada, verificou-se a formação de diferentes fases na superfície das amostras do FFV nitretado após o tratamento de têmpera a laser. A Figura 4.14 apresenta o difratograma realizado por DRX na superfície das condições MB, NP1 e NP1+L400.

Figura 4.14– Difratograma das condições MB, NP1 e NP1+L400.

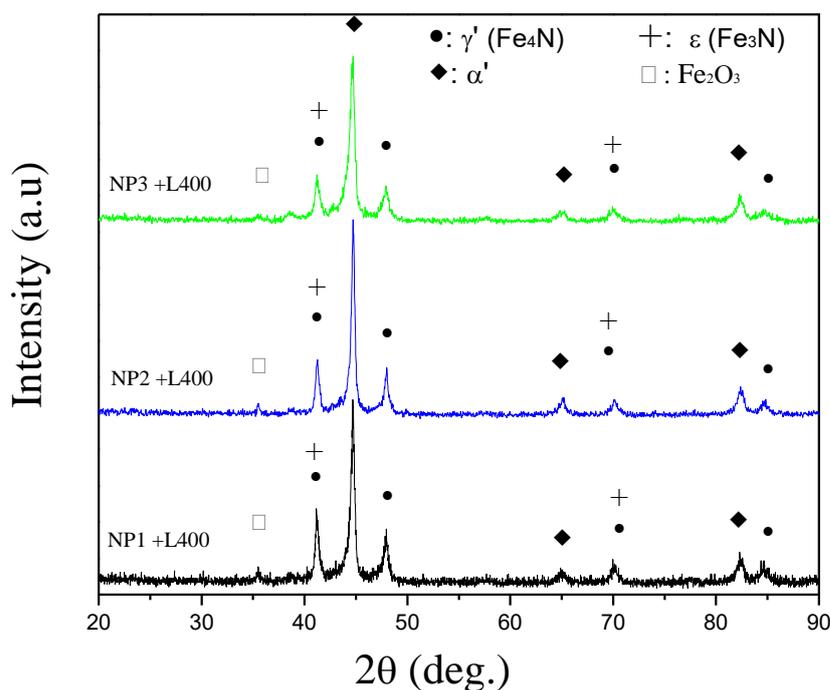


Fonte: O autor (2018).

Conforme a análise do difratograma da Figura 4.14, observa-se que os picos de  $\alpha$  do FFV no seu estado de fornecimento (condição MB) desaparecem após a nitretação por plasma (condição NP1) e surgiram os picos de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ . Após a têmpera a laser no FFV nitretado (condição NP1 + L400) nota-se a presença dos picos de  $\alpha'$  (martensita), o desaparecimento do pico do nitreto  $\epsilon$  em  $44^\circ$  assim como uma leve redução dos picos de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  e a presença dos picos de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (óxidos).

A Figura 4.15 apresenta os difratogramas comparando as condições do tratamento NP1+L400, NP2+L400 e NP3+L400, em que foram nitretadas com maior concentração de nitrogênio ( $80\%N_2$ ) variando o tempo de nitretação (1, 2 e 3 h) e na seqüência temperadas a laser na menor potência de 400 W (L400).

Figura 4.15– Difratoograma das condições NP1+L400, NP2+L400 e NP3+L400.



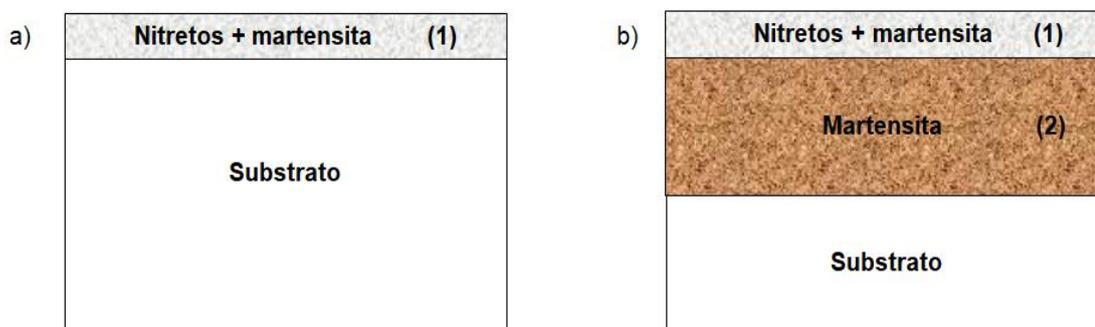
Fonte: O autor (2018).

Verifica-se na Figura 4.15 que não houve alterações significativas nas fases formadas e na intensidade dos picos das condições NP1+ L400, NP2+ L400 e NP3+L400. O comportamento de transformação de fases na superfície foi o mesmo independente do tempo de nitretação.

Com base nos difratogramas das Figuras 4.14 e 4.15 propomos a hipótese de que o surgimento dos picos de martensita ( $\alpha'$ ) nas condições do tratamento de NP+L é que favoreceram o crescimento da espessura da camada modificada após o tratamento de têmpera a laser. Assim sendo, a camada modificada visualizada no microscópio óptico após o tratamento de NP+L é composta principalmente de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  e martensita. Outra hipótese é a formação de carbonitretos de ferro, sendo o carbono fornecido pelo próprio material e o nitrogênio catalisando a fase de carbonitretos, mantendo a mesma estrutura cristalina dos nitretos. Entretanto, os carbonitretos não são detectáveis por DRX.

A variação dos parâmetros dos tratamentos de NP e L, analisados separadamente na primeira etapa deste estudo, influenciaram nos resultados da camada tratada obtida com o tratamento combinado de NP+L. Observou-se a formação de dois tipos de camada modificada, como mostra a Figura 4.16.

Figura 4.16- Tipos de camada tratada obtida com os tratamentos de NP+L. (a) Camada composta de nitretos + martensita (1); (b) Camada composta de nitretos + martensita (1) e martensita (2).



Fonte: O autor (2018).

A Figura 4.16 mostra a formação de dois tipos de camada modificada após os tratamentos de NP+L:

- (a) Camada modificada de menor espessura, composta essencialmente de uma região de nitretos + martensita; ou
- (b) Camada modificada de maior espessura, com duas regiões bem distintas: (1) camada composta de nitretos + martensita e (2) subcamada composta principalmente de martensita.

A formação destas camadas modificadas foi influenciada pelos seguintes parâmetros dos tratamentos:

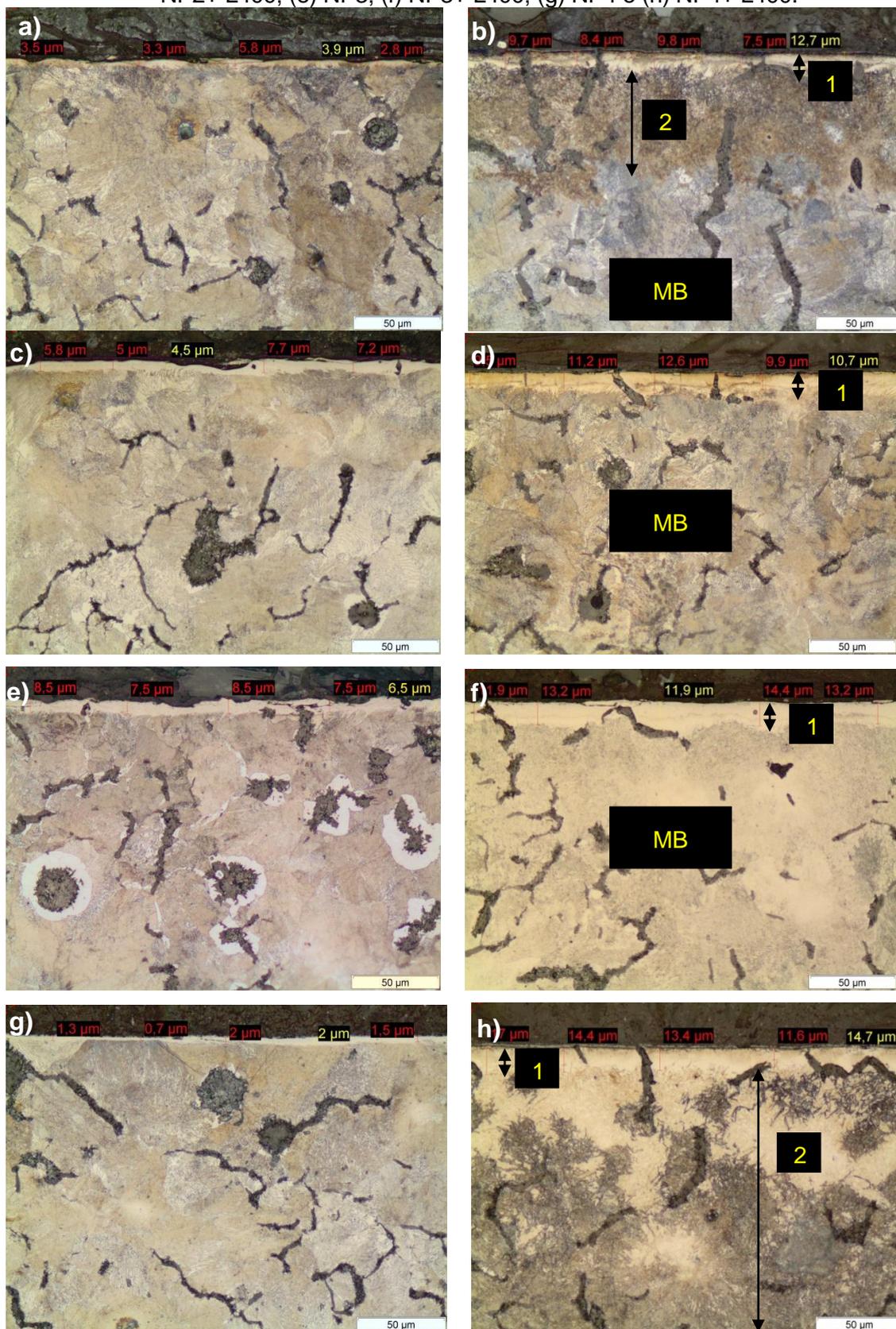
- ❖ Espessura da camada de compostos formada na nitretação por plasma;
- ❖ Potência do laser empregada na têmpera;
- ❖ Atmosfera gasosa empregada na nitretação por plasma.

A seguir será discutida a influência de cada um destes parâmetros nos resultados obtidos com os tratamentos de NP + L no FFV.

#### 4.4.1 Influência da espessura da camada de compostos formada na NP

A espessura da camada de compostos obtida na NP mostrou-se um fator importante na formação do tipo de camada tratada após o tratamento de têmpera a laser. A Figura 4.17 apresenta as micrografias do tratamento de NP em função dos parâmetros estudados e as micrografias do tratamento de NP+L, na menor condição de potência empregada, L400.

Figura 4.17- M.O. de FFV tratados com NP e NP + L. (a) NP1; (b) NP1+L400; (c) NP2; (d) NP2+ L400; (e) NP3; (f) NP3+ L400; (g) NP4 e (h) NP4+ L400.

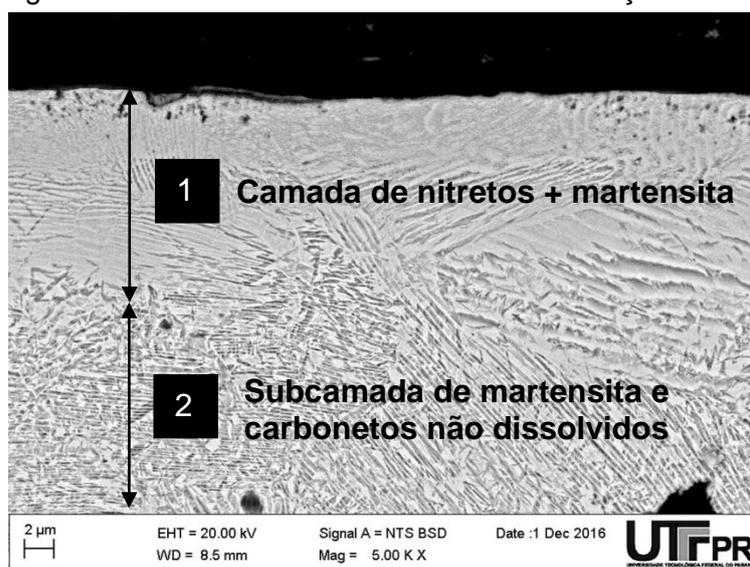


Fonte: O autor (2018).

As micrografias da Figura 4.17 (d, f) permitem observar que os tratamentos de t mpera a laser em FFV nitretado das condi es NP2+ L400 e NP3+ L400 resultaram na forma o de uma camada modificada de menor espessura, composta de nitretos + martensita (1). Como mostra a Figura 4.17 (c, e) a espessura m dia da camada de compostos destas condi es de nitreta o NP2 e NP3 foram maiores, 6,1 e 8,1  $\mu\text{m}$  respectivamente, que provavelmente serviram como uma barreira na transfer ncia do calor para maiores profundidades.

Entretanto, uma camada modificada de maior espessura pode ser observada nas micrografias da Figura 4.17 (b, h) das condi es NP1+ L400 e NP4+ L400. Para estas condi es houve a forma o de duas regi es bem distintas na camada modificada, uma camada composta de nitretos + martensita (1) e uma subcamada composta principalmente de martensita (2). Nas condi es de nitreta o NP1 e NP4, Figura 4.17 (b, g), obteve-se uma espessura m dia da camada de compostos menor, de 3,5 e 2,5  $\mu\text{m}$  respectivamente, que provavelmente propiciaram a transfer ncia de calor para maiores profundidades para uma mesma pot ncia empregada. Pode-se notar ainda na Figura 4.17 (h) que a subcamada martens tica (2) formada na condi o NP4+L400 foi maior do que na condi o NP1+ L400, Figura 4.17 (b). A Figura 4.18 apresenta uma imagem obtida por MEV da se o transversal da condi o NP1+ L400, com a forma o de uma camada tratada com maior espessura, visualizando duas regi es bem distintas (1) e (2).

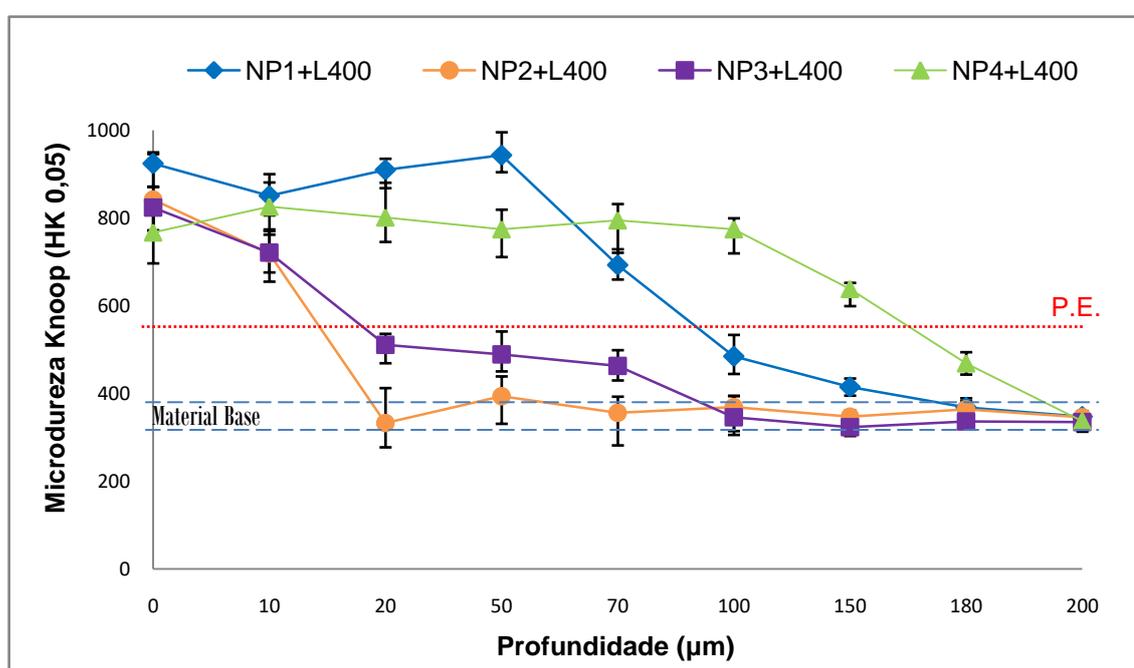
Figura 4.18- M.E.V da camada tratada da condi o NP1+ L400.



Fonte: O autor (2018).

Observando a Figura 4.18, nota-se na região (1) uma camada composta principalmente de nitretos e martensita e, na região (2) uma subcamada composta principalmente de martensita e carbonetos não dissolvidos. Cabe ressaltar que a identificação da interface entre estas duas camadas é dificultada pela heterogeneidade do material e pela sinergia das reações metalúrgicas que ocorrem no emprego de tratamentos combinados. A Figura 4.19 apresenta o perfil de microdureza das condições NP1+L400, NP2+ L400, NP3+ L400 e NP4+ L400.

Figura 4.19- Perfil de microdureza das condições NP1+ L400, NP2+ L400, NP3+ L400 e NP4+L400.



Fonte: O autor (2018).

Nota-se na Figura 4.19 que a microdureza da superfície, de aproximadamente 920 HK, obtida na condição NP1+ L400 foi a maior comparada as condições NP2+ L400, NP3+ L400 e NP4+ L400 (840, 820 e 770 HK) respectivamente. Este resultado acompanhou o mesmo comportamento das condições somente nitretadas. Os valores de microdureza da superfície das condições após o tratamento de têmpera a laser em FFV nitretado apresentaram uma redução quando comparados aos valores das condições somente nitretadas. Este resultado se deve às transformações da microestrutura, principalmente em relação à redução da quantidade de nitretos na

superfície e ao aparecimento da fase martensita e austenita retida após a têmpera a laser. Em relação às condições somente temperadas a laser, houve um aumento da microdureza da superfície devido à presença dos nitretos.

Considerando o valor de 500 HK como a profundidade mínima de endurecimento (P.E.), a Figura 4.19 permite observar que as condições NP1+ L400, NP2+ L400, NP3+ L400 e NP4+ L400 obtiveram 70, 20, 60 e 180  $\mu\text{m}$  de profundidade, respectivamente. A condição NP4+L400 resultou na maior profundidade de endurecimento das condições de têmpera a laser em FFV nitretado, entretanto, a microdureza na superfície de aproximadamente 770 HK foi a menor das condições. Observa-se também que na condição NP4+ L400 o gradiente de dureza entre a camada tratada e o substrato é bem mais reduzido, devido à maior profundidade de endurecimento da camada martensítica.

#### **4.4.2 Influência da potência do laser**

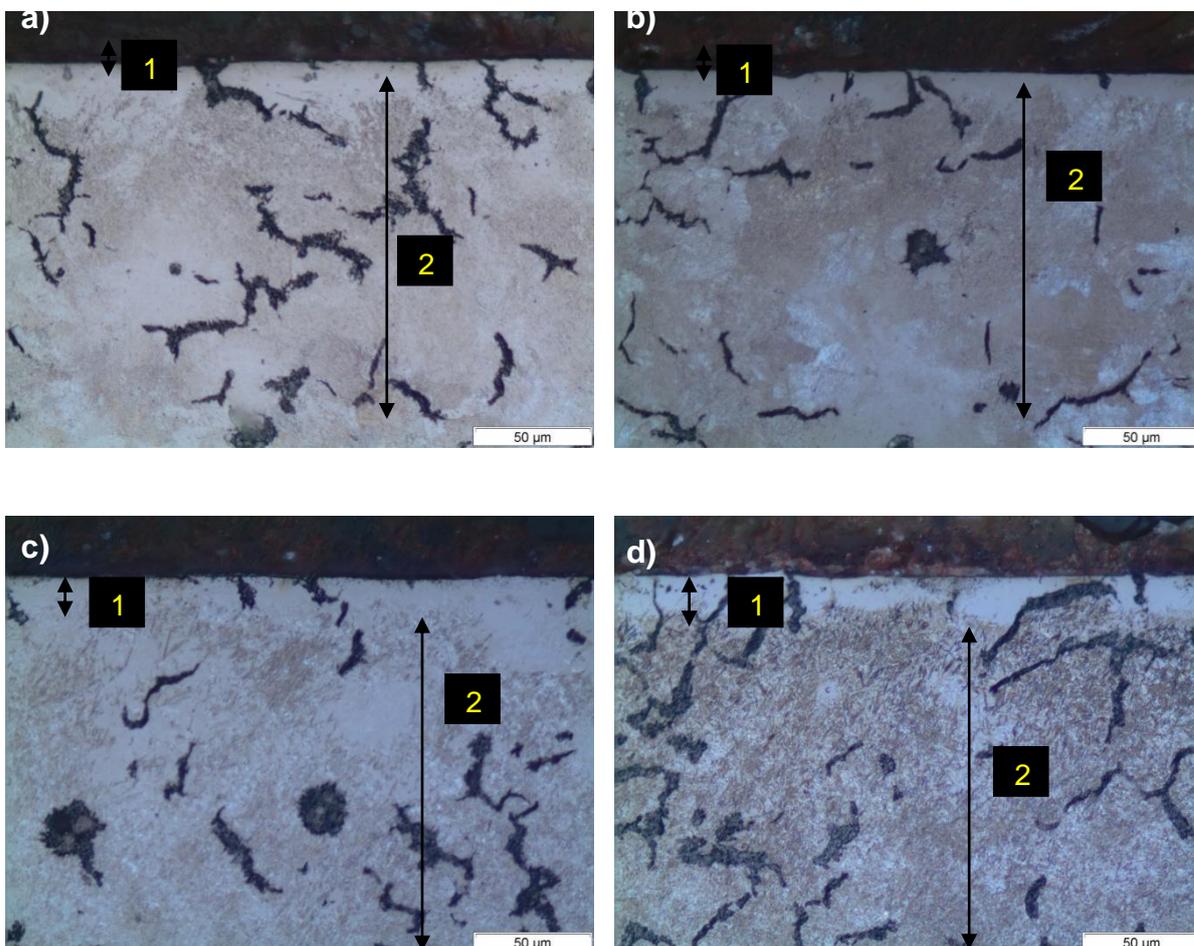
A aplicação de uma potência do laser maior que 400 W nos tratamentos de NP+L permitiu obter comportamentos diferenciados na camada modificada.

O primeiro comportamento verificado foi que maiores potências resultaram em maiores camadas tratadas, com a formação de duas regiões distintas (1) e (2), mesmo nas condições de nitretação com as maiores espessuras da camada de compostos, como a NP3, por exemplo.

Para a condição de nitretação NP3, após a têmpera a laser realizada na menor potência de 400 W, houve a formação de uma camada modificada de menor espessura, composta apenas por uma região de nitretos + martensita + óxidos (1), verificou-se que, quando maiores potências foram empregadas (L417, L449, L482 e L514 W) houve a formação de uma camada modificada com maior espessura, composta por duas regiões bem distintas (1) e (2), como mostra a Figura 4.20 (a, b, c, d).

A aplicação da têmpera a laser com uma potência maior que 400 W foi adequada para fornecer à superfície do material uma maior densidade de energia, capaz de ultrapassar a camada de compostos.

Figura 4.20– M.O. de amostras de FFV com tratamento de NP+L. (a) NP3+L417; (b) NP3+L449; (c) NP3+L482 e (d) NP3+L514. Ataque Nital 4%.



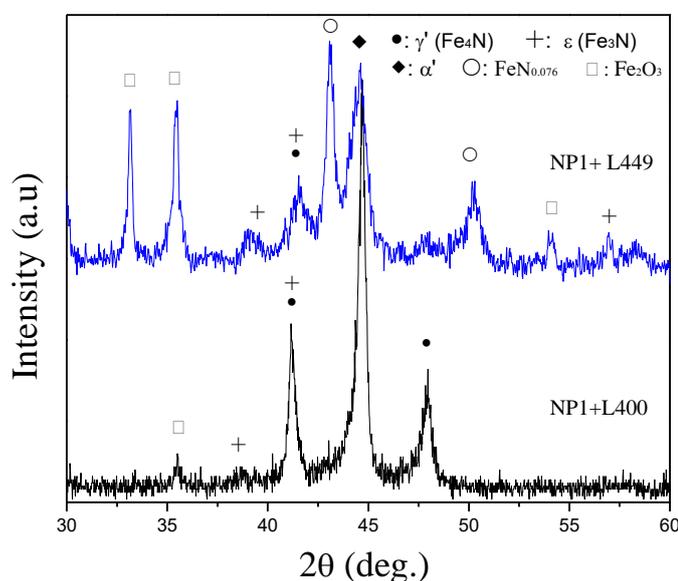
Fonte: O autor (2018).

É possível observar nas micrografias da Figura 4.20 (a, b, c, d) que, com o aumento da potência do laser, houve um crescimento da espessura da camada (1) região composta de nitretos + martensita + óxidos, assim como um aumento da quantidade de martensita presente na camada (2). A profundidade de endurecimento das camadas modificadas das condições NP3+L417, NP3+L449, NP3+L482 e NP3+L514 também aumentou com a potência do laser, 180, 200, 415 e 550  $\mu\text{m}$  respectivamente.

Outro comportamento verificado com o aumento da potência nos tratamentos de NP+L foi a transformação de fases obtida após a têmpera a laser no FFV nitretado. A

Figura 4.21 apresenta o difratograma das condições NP1+L400 e NP1+L449, em função do aumento da potência de 400 para 449 W respectivamente.

Figura 4.21– Difratograma das condições do tratamento NP1+L400 e NP1+L449.

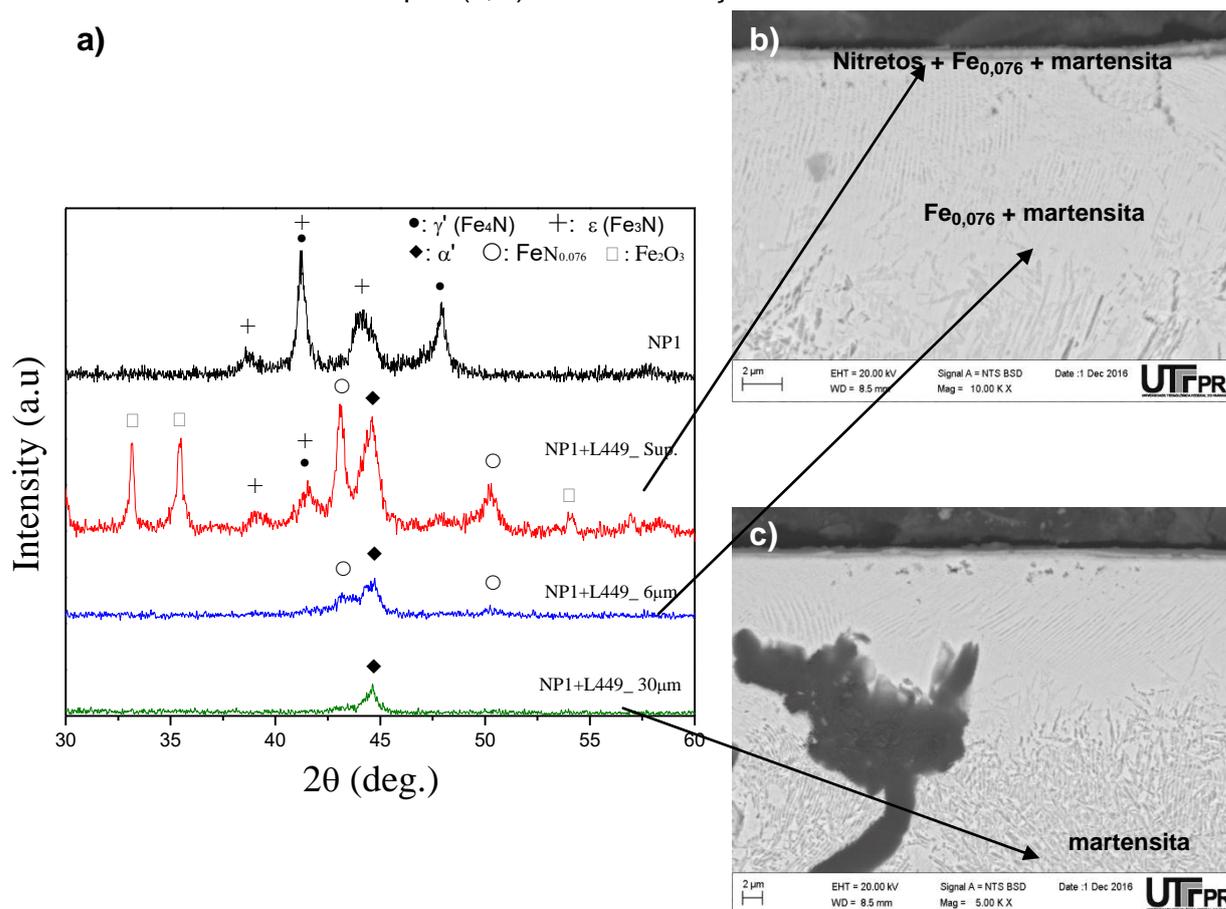


Fonte: O autor (2018).

Na Figura 4.21, na superfície da condição NP1+L400 estão presentes os picos dos nitretos ( $\epsilon$  e  $\gamma'$ ), da martensita ( $\alpha'$ ) e dos óxidos ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Na condição NP1+L449 verifica-se um aumento da intensidade dos picos de óxidos devido à maior potência do laser e assim uma maior oxidação superficial; uma redução na intensidade dos picos referentes às fases nitretos ( $\epsilon$  e  $\gamma'$ ); uma redução da intensidade do pico da martensita e o aparecimento de picos na posição  $2\theta$  43,17 (1,1,1),  $2\theta$  50,28 (2,0,0) e  $2\theta$  89,58 (3,1,1) referentes à fase  $\text{FeN}_{0,076}$ , conforme cartão JCPDS 01-075-2131. Com o aumento da potência, e conseqüentemente do aquecimento promovido pelo laser, foram evidenciados dois fenômenos na camada modificada: a difusão do nitrogênio para maiores profundidades e a decomposição dos nitretos para a fase austenítica  $\text{FeN}_{0,076}$ , do grupo espacial Fm-3m, de peso molecular 56,91, com nitrogênio em solução sólida. Esta fase também foi observada no trabalho de Wang *et al.*, (2015), após o processo de têmpera a laser ( $\text{CO}_2$ ) em amostras nitrocarbonetadas do aço 38CrMoAl. A camada tratada obtida neste trabalho é composta de martensita, óxidos e uma pequena quantidade da fase  $\text{FeN}_{0,076}$ .

Buscando um melhor entendimento referente ao comportamento de difusão do nitrogênio após o tratamento de têmpera a laser no FFV nitretado, realizou-se uma análise de fases por DRX em profundidade. A Figura 4.22 apresenta os difratogramas das condições NP1, NP1+L449 na superfície e NP1+L449 a 6 e 30  $\mu\text{m}$  de profundidade.

Figura 4.22– (a) Difratograma da condição NP1, NP1+L449 na superfície e na profundidade de 6 e 30  $\mu\text{m}$ . (b, c) MEV da condição NP1+L449.



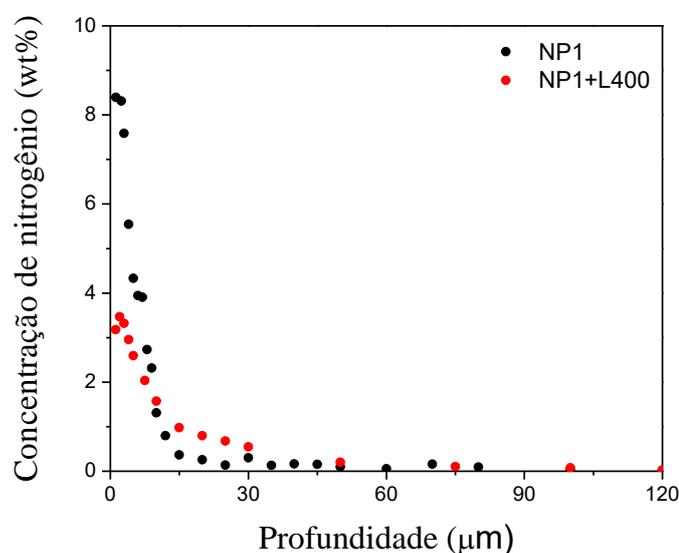
Fonte: O autor (2018).

Nota-se no difratograma da Figura 4.22 (a) a presença dos picos de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  na condição de nitretação NP1. Na superfície da condição NP1+L449 após o tratamento de têmpera a laser no ferro fundido nitretado, verifica-se que, nesta potência de 449 W, houve a decomposição dos nitretos com o surgimento da fase  $\text{FeN}_{0.076}$ , além da presença da martensita, dos óxidos e alterações na intensidade dos picos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ . No difratograma da condição NP1+L449 a 6  $\mu\text{m}$  de profundidade, nota-se que a intensidade dos picos do nitreto  $\text{FeN}_{0.076}$  e da fase martensita são menores do

que na superfície, e desapareceram os picos dos nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  em  $2\theta$  ( $38,69$  e  $41,22^\circ$ ) e dos óxidos ( $33,08$  e  $35,42^\circ$ ). Na condição NP1+L449 a  $30\ \mu\text{m}$  de profundidade observa-se a presença apenas da martensita. As Figuras 4.22 (b, c) mostram em imagens de MEV a região das fases presentes na camada modificada, conforme o difratograma.

Na Figura 4.23 são apresentados os perfis de nitrogênio da condição de nitretação NP1 e após o tratamento de têmpera a laser, condição NP1+L400. Os resultados indicam que a camada superficial da condição nitretada NP1 obteve um enriquecimento de nitrogênio de até 8,4% e que, após o tratamento de têmpera a laser realizado na seqüência, com a menor potência do laser (400 W), a concentração diminuiu para aproximadamente 3%. Este resultado evidencia também o aumento da profundidade de penetração do nitrogênio, devido à difusão, decorrente do calor absorvido por meio da potência aplicada pelo laser.

Figura 4.23– Concentração de nitrogênio x profundidade

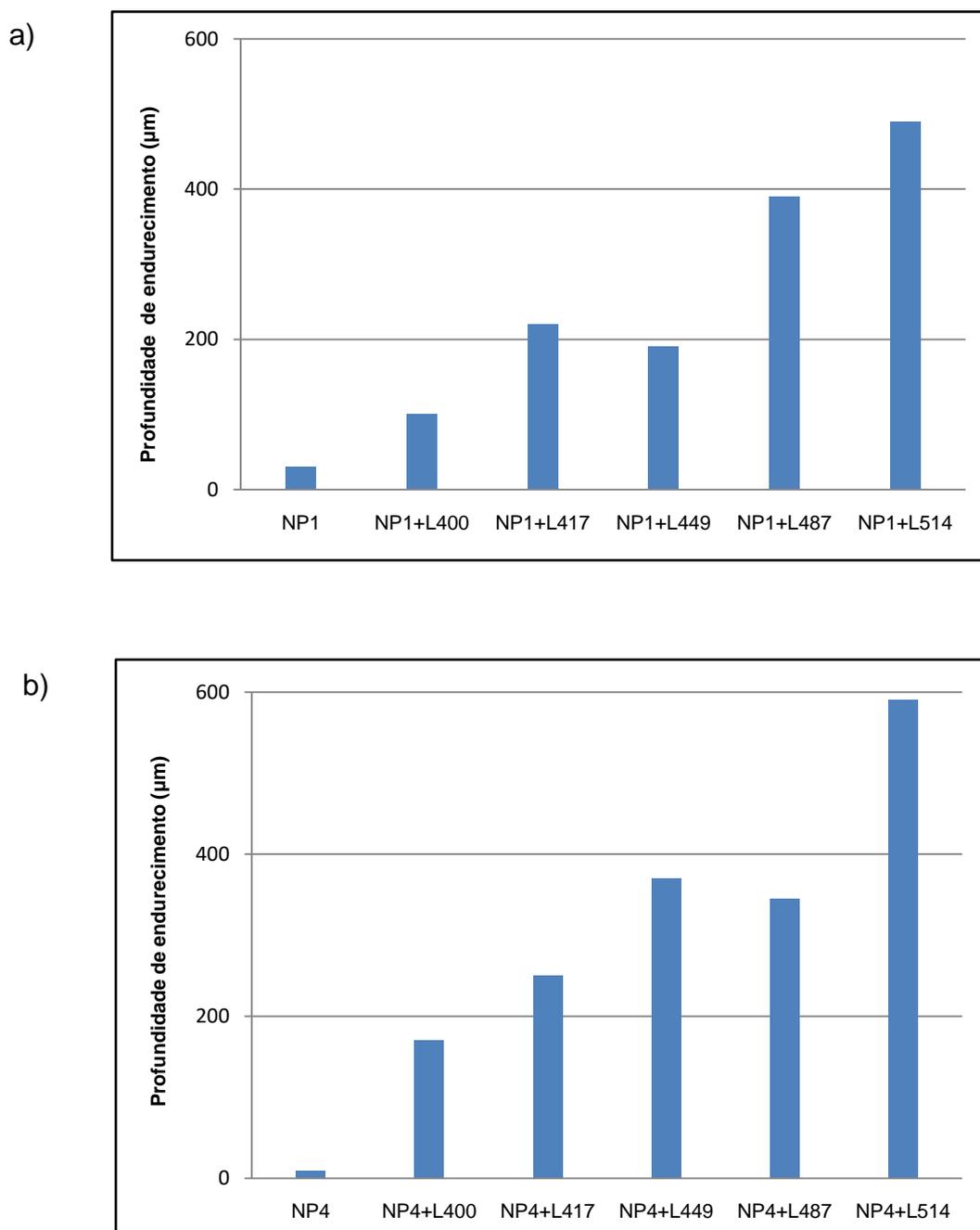


Fonte: O autor (2018).

A profundidade de endurecimento também foi influenciada pela potência do laser empregada nos tratamentos de NP+L. A Figura 4.24 (a, b) apresenta a profundidade de endurecimento para as condições de nitretação NP1 e NP4 e as condições do tratamento NP+L em função do aumento da potência, 400, 417, 449, 482 e 514 W.

Verificou-se nos resultados uma tendência de incremento de profundidade de endurecimento em função do aumento da potência do laser. Maiores temperaturas na superfície são atingidas com maiores potências do laser, favorecendo uma austenita mais homogênea e assim obtendo martensita em maiores profundidades.

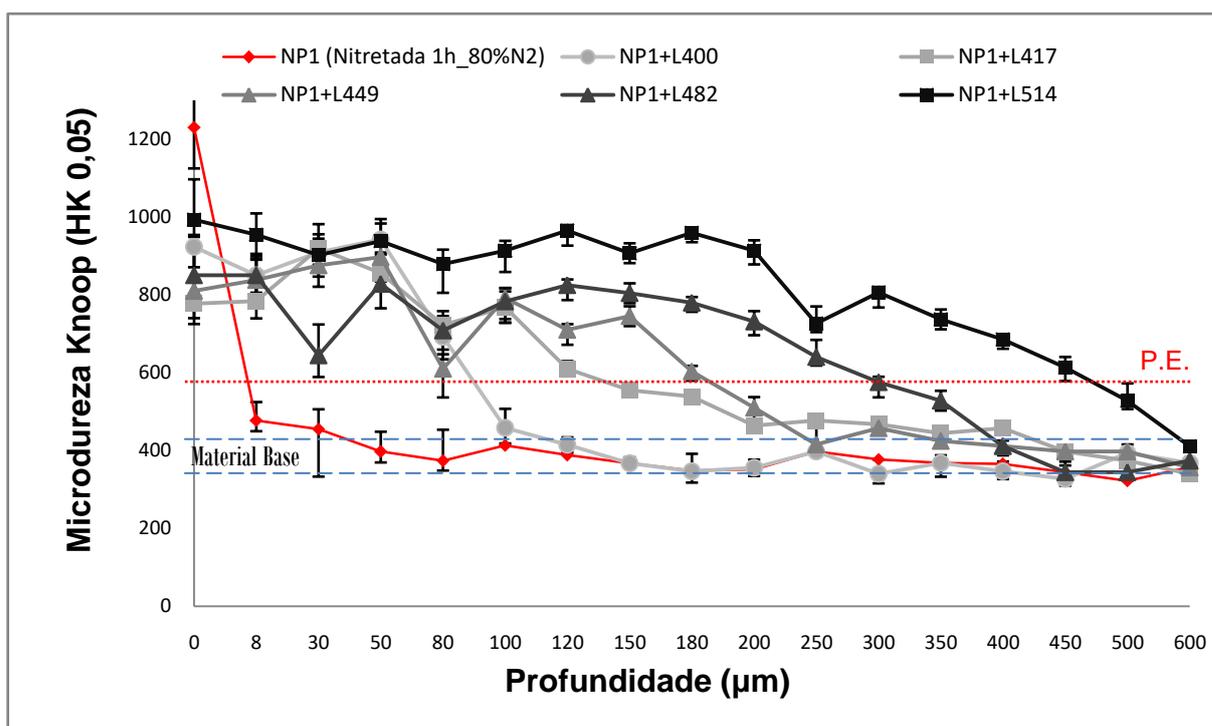
Figura 4.24– Profundidade de endurecimento (500 HK) das condições de têmpera a laser no FFV nitretado em função da potência do laser empregada. (a) NP1 e (b) NP4.



Fonte: O autor (2018).

A Figura 4.25 apresenta o perfil de microdureza da condição nitretada NP1 e após o tratamento de têmpera a laser variando a potência.

Figura 4.25- Perfil de microdureza das condições NP1, NP1+L400, NP1+L417, NP1+L449, NP1+L487 e NP1+L514.



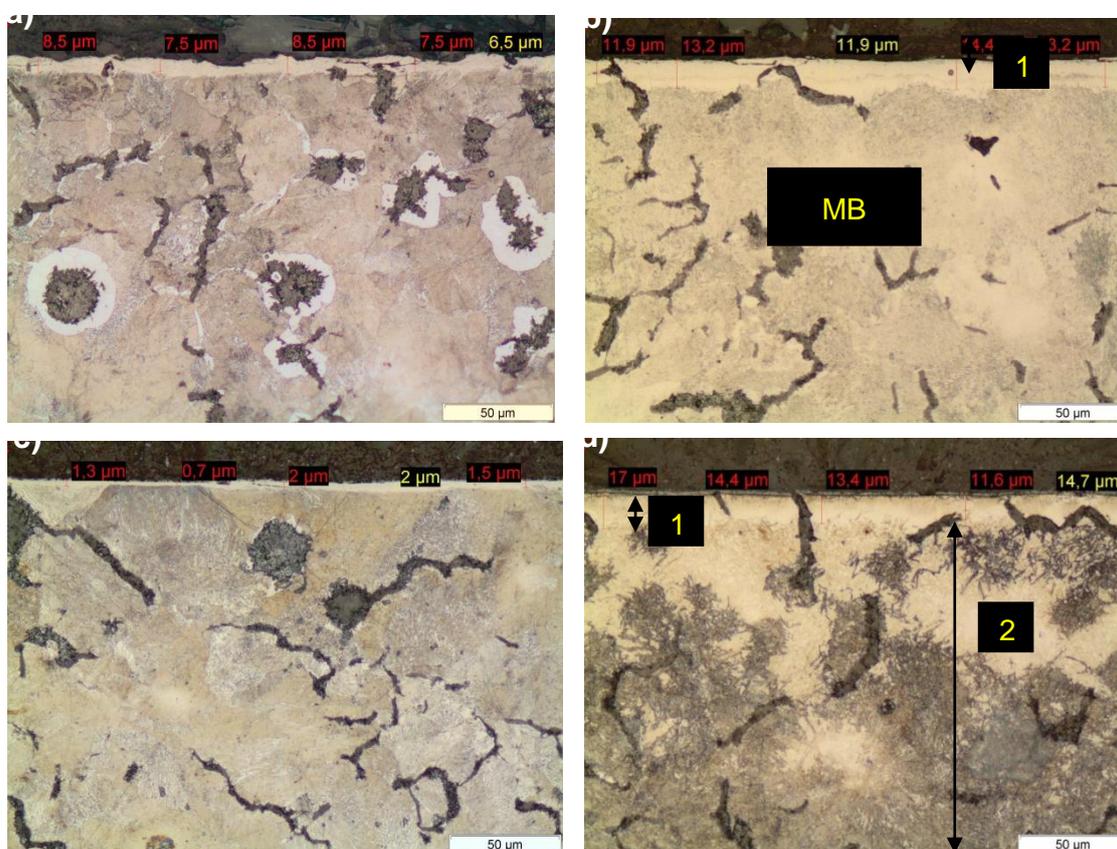
Fonte: O autor (2018).

Nota-se na Figura 4.25 que a microdureza da superfície das condições de nitretação seguida de têmpera a laser (NP1+L400, NP1+L417, NP1+L449, NP1+L487 e NP1+L514), é menor do que a condição somente nitretada (NP1). A condição NP1+L514 obteve a maior microdureza de superfície e a maior profundidade de endurecimento entre as condições tratadas com NP+L. Este resultado pode ser justificado por fenômenos concomitantes terem ocorrido como: (1) a formação de uma austenita mais homogênea por meio de maiores potências do laser, promovendo a transformação martensítica em maiores profundidades; (2) a decomposição de nitretos; (3) difusão do nitrogênio para maiores profundidades.

#### 4.4.3 Influência da atmosfera gasosa

A atmosfera gasosa utilizada no tratamento de nitretação por plasma se mostrou um parâmetro importante nas transformações obtidas após a têmpera a laser em amostras de FFV nitretado. Primeiramente se observou uma influência significativa na profundidade de endurecimento. A Figura 4.26 (a, c) apresenta as micrografias das condições de nitretação NP3 e NP4 e a Figura 4.26 (b, d) das condições após a têmpera a laser, NP3+L400 e NP4+L400.

Figura 4.26- M.O de amostras de FFV após os tratamentos de NP e NP+L. (a) NP3; (b) NP3+L400; (c) NP4 e (d) NP4+L400.



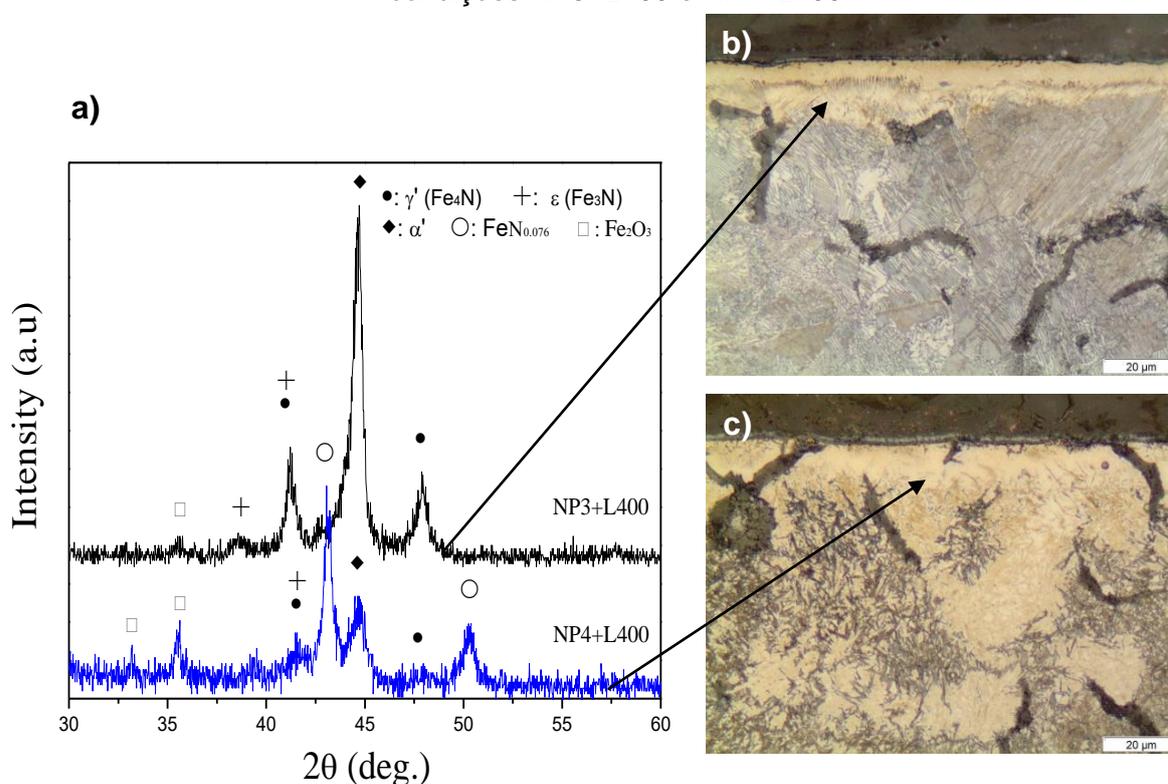
Fonte: O autor (2018).

Uma comparação entre as duas condições de nitretação, NP3 e NP4, Figura 4.26 (a, c) as quais foram nitretadas com os mesmos parâmetros de tempo, temperatura, tensão, etc., exceto variando a atmosfera gasosa, de 80 para 20% de N<sub>2</sub> respectivamente, verificou-se que a nitretação com maior concentração de nitrogênio

resultou numa camada modificada de menor espessura após a têmpera a laser, composta apenas de uma região (1), Figura 4.26 (b). Na condição NP4+L400, Figura 4.26(d) observa-se a formação de uma camada modificada de maior espessura após a têmpera a laser, composta por duas regiões (1) e (2). Assim, as condições de nitretação realizadas com menor concentração de nitrogênio resultaram em camadas modificadas com maior profundidade de endurecimento após o tratamento de têmpera a laser.

A Figura 4.27 (a, b, c) apresenta os difratogramas das condições NP3+L400 e NP4+L400 e as micrografias correspondentes.

Figura 4.27 – (a) Difratograma das condições NP3+ L400 e NP4+L400; (b, c) M.O. das condições NP3+L400 e NP4+L400.



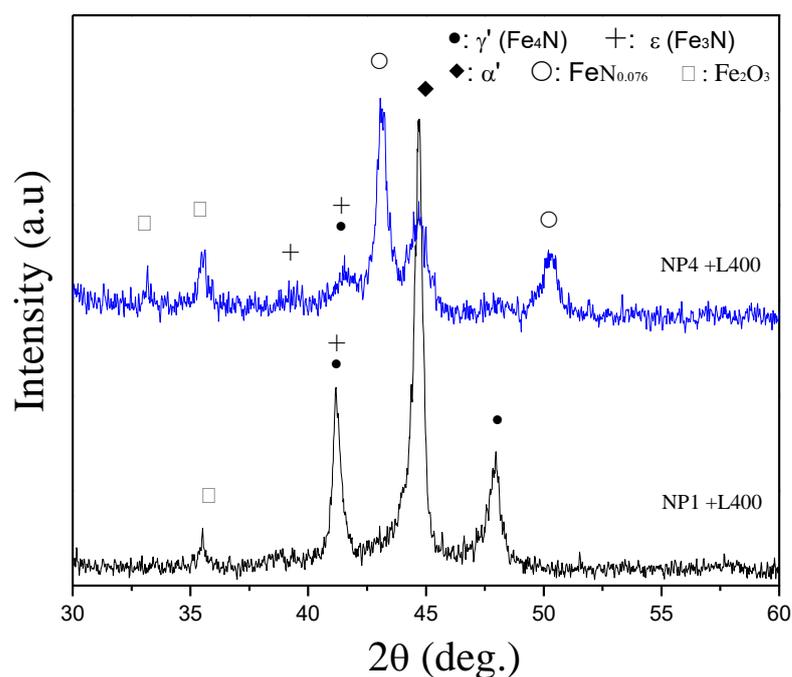
Fonte: O autor (2018).

Na análise realizada por DRX na superfície das condições NP3+L400 e NP4+L400 da Figura 4.26 (a) pode-se notar as seguintes diferenças em relação à formação das fases com a variação da atmosfera gasosa: (1) a intensidade do pico onde há a presença de nitretos mistos ( $\epsilon$  e  $\gamma'$ ) é menor na condição NP4+L400, devido à menor concentração de nitrogênio na nitretação; (2) a intensidade do pico da

martensita é menor na condição NP4+L400, entretanto ocorreu a decomposição de nitretos, surgindo a fase  $\text{FeN}_{0,076}$ , mesmo na menor potência de 400 W empregada; (3) a intensidade dos picos de óxidos são maiores na condição NP4+L400.

A Figura 4.28 apresenta os difratogramas da superfície das condições NP1+L400 e NP4+L400, que obtiveram na nitretação por plasma uma espessura média similar da camada de compostos, NP1 e NP4 (3,5 e 2,5  $\mu\text{m}$  respectivamente).

Figura 4.28– Difratograma na superfície das condições NP1+L400 e NP4+L400.



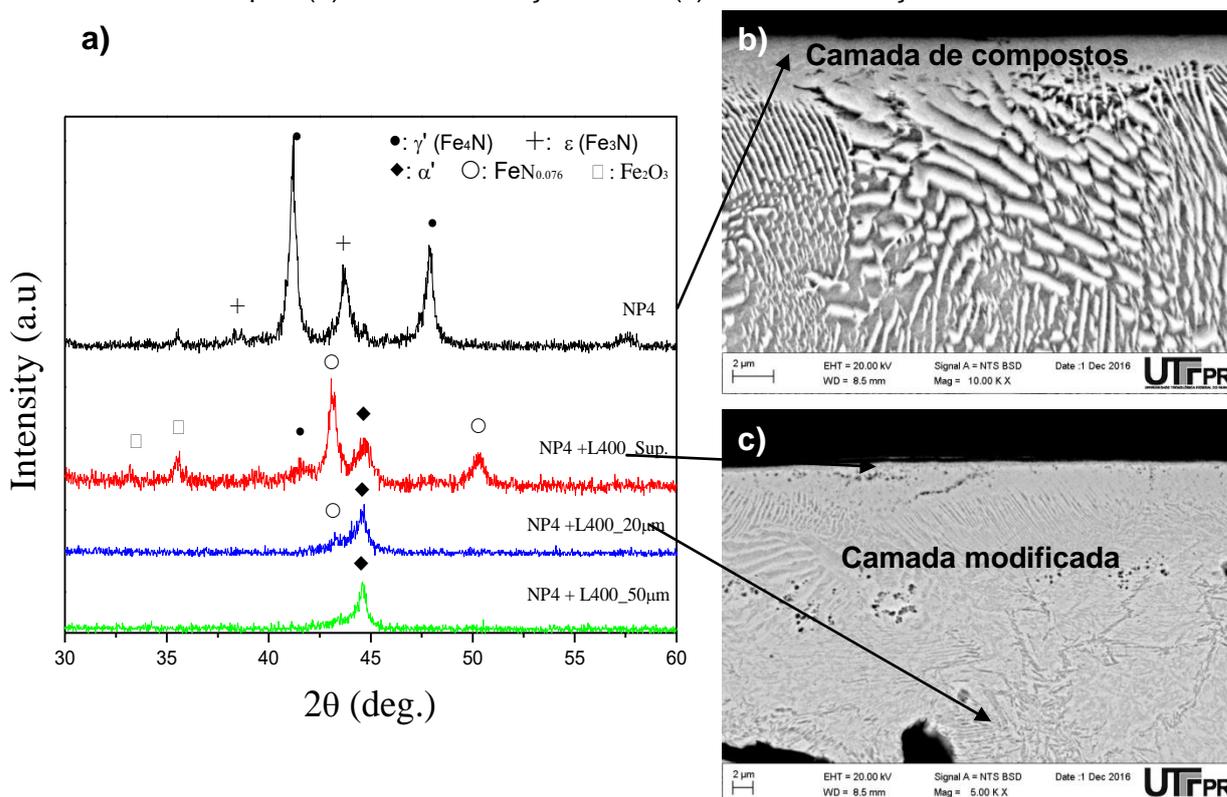
Fonte: O autor (2018).

Na análise realizada por DRX na superfície das condições NP1+L400 e NP4+L400, Figura 4.28, verifica-se que espessuras similares da camada de compostos obtiveram diferentes transformações de fases na superfície devido à influência da atmosfera gasosa. A condição NP4+L400 nitretada com menor concentração de nitrogênio favoreceu a redução dos picos dos nitretos, assim como a decomposição destes, surgindo a fase  $\text{FeN}_{0,076}$  e uma menor intensidade dos picos referente à fase martensita. Na condição NP1+L400 nitretada com maior concentração de nitrogênio observa-se, principalmente, a maior intensidade do pico da fase martensita. Estes resultados são atribuídos às fases presentes nas amostras

de partida para a t mpera a laser, sendo que na condi o NP4 prevaleceu a forma o da fase  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) em compara o a condi o NP1.

A Figura 4.29 (a, b, c) apresenta o difratograma realizado por DRX da condi o NP4+L400 na superf cie e a 20 e 50  $\mu\text{m}$  de profundidade, e as micrografias correspondentes. Na an lise por DRX da Figura 4.29 (a) observa-se que na superf cie da condi o nitretada NP4 est o presentes os picos dos nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ , onde prevaleceu a forma o de  $\gamma'$ . Na superf cie da condi o NP4+L400 nota-se que a maioria destes picos desapareceu ap s a t mpera a laser, e surgiram os picos da fase martensita ( $\alpha$ ), do nitreto  $\text{FeN}_{0,076}$  e dos  xidos. Na profundidade de 20 e 50  $\mu\text{m}$  somente a fase martensita est  presente. Na Figura 4.29 (b, c) observa-se a transforma o da microestrutura da camada de compostos da condi o NP4 para a camada modificada da condi o NP4+L400 ap s a t mpera a laser.

Figura 4.29– (a) Difratograma da condi o NP4, NP4+L400 na superf cie e na profundidade de 20 e 50  $\mu\text{m}$ . (b) MEV da condi o NP4 e (c) MEV da condi o NP4+L400.



Fonte: O autor (2018).

Para o esclarecimento de qual dos parâmetros (espessura da camada de compostos ou atmosfera gasosa) teve maior influência nos resultados de profundidade de endurecimento nos tratamentos de NP+L, experimentos adicionais de nitretação foram realizados com atmosfera gasosa diferente (80 e 20% de N<sub>2</sub>), mas obtendo uma espessura da camada de compostos muito similar. Verificou-se que, após o tratamento de têmpera a laser, maiores profundidades de endurecimento são obtidas nas condições de nitretação com menor concentração de nitrogênio (20%) do que nas condições com maior concentração de nitrogênio (80%). Este resultado pode ser atribuído a uma maior absorvidade do laser numa condição em relação à outra.

#### 4.5 Resistência ao riscamento de FFV's

Nesta seção serão apresentados os resultados do ensaio de resistência ao riscamento linear de amostras do ferro fundido vermicular (FFV) sem tratamento e após os tratamentos de superfície. Para a discussão dos resultados serão analisadas algumas condições características: a condição de fornecimento (MB), uma condição de nitretação (NP2) e duas condições de nitretação seguidas da têmpera a laser (NP1+L400 e NP2+L400).

A Figura 4.30 apresenta a topografia das superfícies das condições MB, NP2, NP1+L400 e NP2+L400 antes do risco. O acabamento da superfície antes de qualquer tratamento é retificado, como mostra a Figura 4.30 (a) da condição MB.

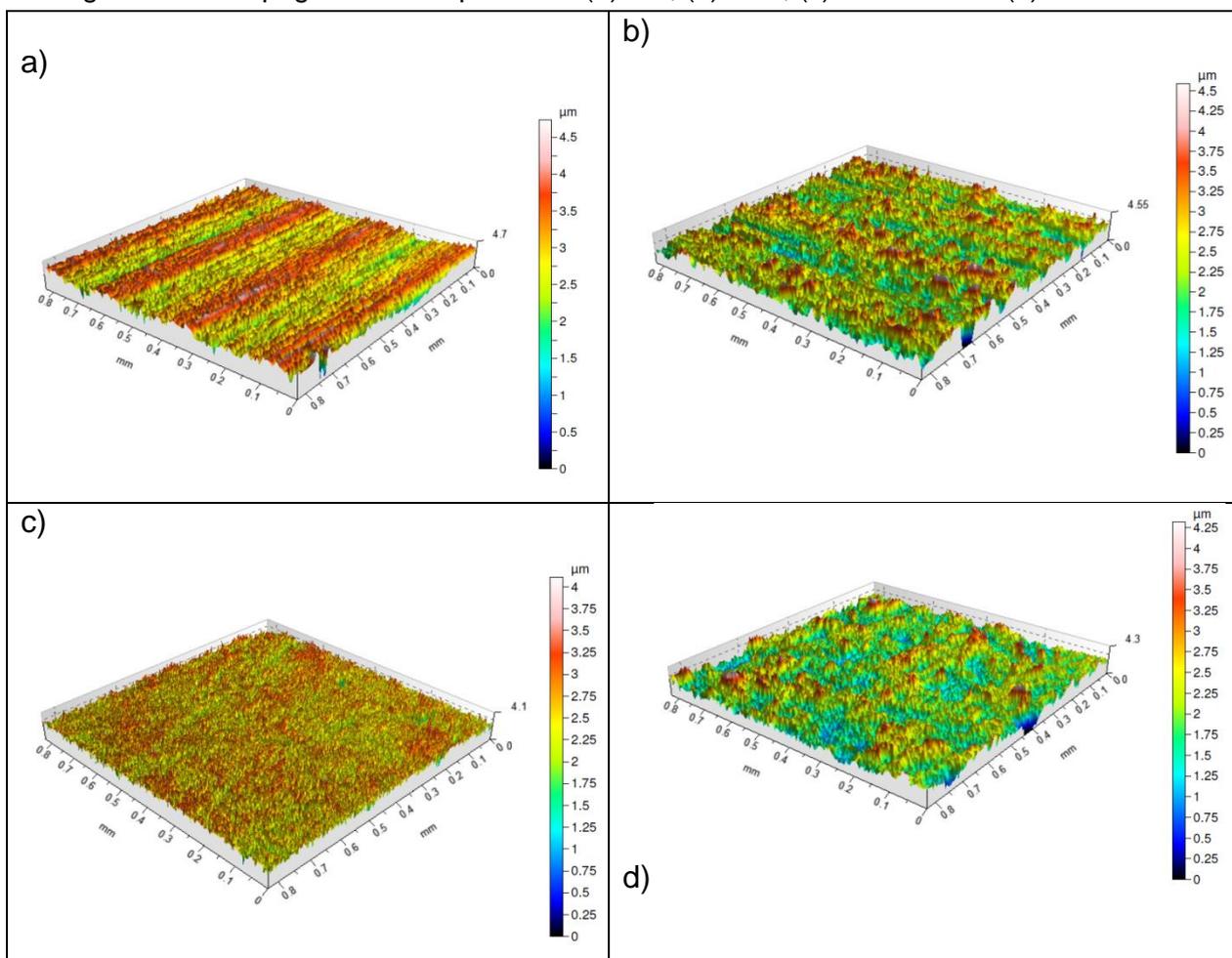
A tabela 4.7 apresenta a rugosidade das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400.

Tabela 4.7- Rugosidade Sq do FFV

	<b>MB retificado</b>	<b>NP2</b>	<b>NP2+L400</b>	<b>NP1+L400</b>
<b>Sq (µm)</b>	0,58±0,02	0,56±0,03	0,54±0,11	0,42±0,07

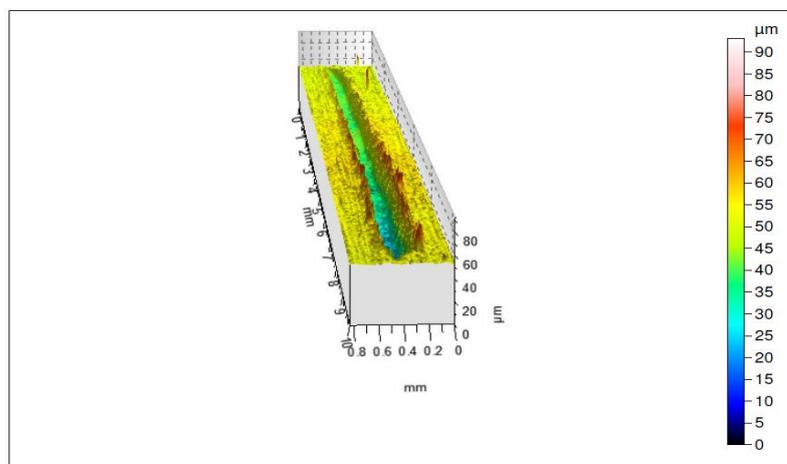
O ensaio de riscamento linear com carga progressiva foi selecionado pela possibilidade de se obter uma estimativa da profundidade máxima dos riscos das condições após os tratamentos de superfície. A Figura 4.31 apresenta uma imagem 3D do risco realizado na condição NP2 com carga de 40 a 70 N.

Figura 4.30– Topografia das superfícies. (a) MB; (b) NP2; (c) NP1+L400 e (d) NP1+L400.



Fonte: O autor (2018).

Figura 4.31– Imagem 3D do risco realizado na condição NP2 com carga progressiva de 40 a 70 N.



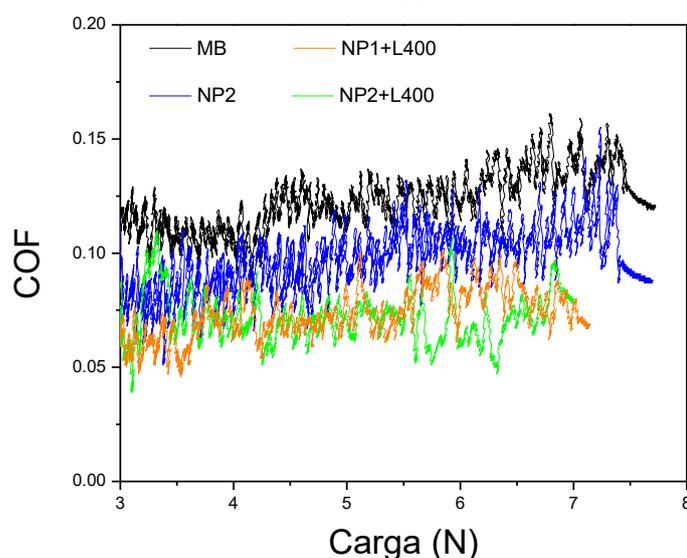
Fonte: O autor (2018).

Os resultados do coeficiente de atrito médio (COF) e da profundidade do risco obtidos serão apresentados de acordo com as faixas de carga aplicadas.

#### 4.5.1 Faixa de carga de 3 a 8 N

A Figura 4.32 apresenta o COF x carga de 3 a 8 N para as condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400.

Figura 4.32– COF obtido na faixa de carga de 3 a 8 N das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400.



Fonte: O autor (2018).

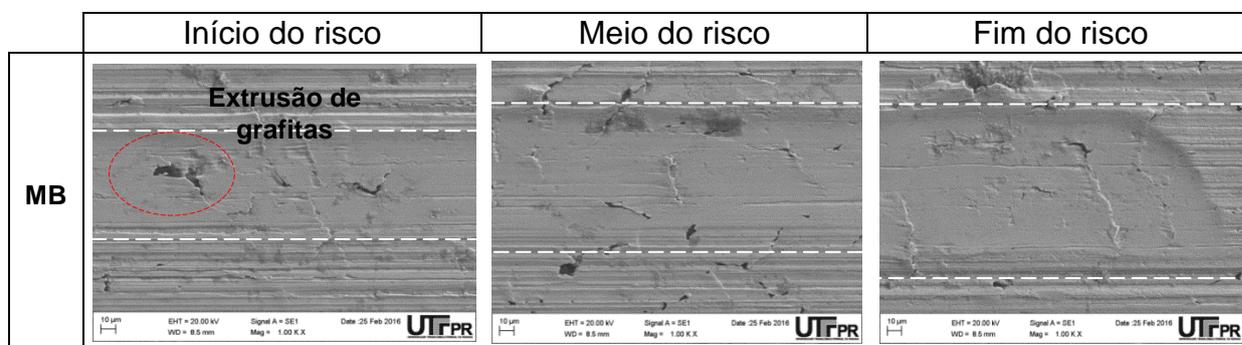
Observa-se, primeiramente, na Figura 4.32 que o comportamento do COF para todas as condições apresentou um elevado nível de ruído, o qual foi certamente afetado pela rugosidade da superfície, Tabela 4.7, nesta faixa de carga de 3 a 8 N.

O COF máximo obtido nas condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400 foi de 0,16, 0,15, 0,11 e 0,10 respectivamente, ou seja, o MB obteve o maior valor de COF, e, entre as condições tratadas, as amostras nitretadas obtiveram o maior coeficiente de atrito nesta faixa de carga. Rovani *et al.*, (2017), neste mesmo tribômetro, realizaram experimentos de resistência ao risco comparando amostras de aço inoxidável martensítico nitretadas e cementadas por plasma a baixa temperatura. Para estes experimentos realizados nas cargas de 8 e 15 N, os menores valores de COF foram obtidos nas amostras nitretadas, ficando aproximadamente entre 0,06 e

0,08, respectivamente. Entretanto, apesar do menor COF das amostras nitretadas em relação às amostras cementadas por plasma, as amostras cementadas apresentaram um melhor comportamento tribológico com uma densidade de trincas bem menor do que as amostras nitretadas.

A Figura 4.33 apresenta as imagens de MEV da condição do MB. Nesta faixa de carga de 3 a 8 N os riscos das condições com tratamentos de superfície não foram perceptíveis nem com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura. Este fato pode ser atribuído à elevada dureza das camadas e à baixa carga aplicada.

Figura 4.33– MEV da superfície desgastada da condição MB, após o ensaio de riscamento linear na faixa de carga de 3 a 8 N.



Fonte: O autor (2018).

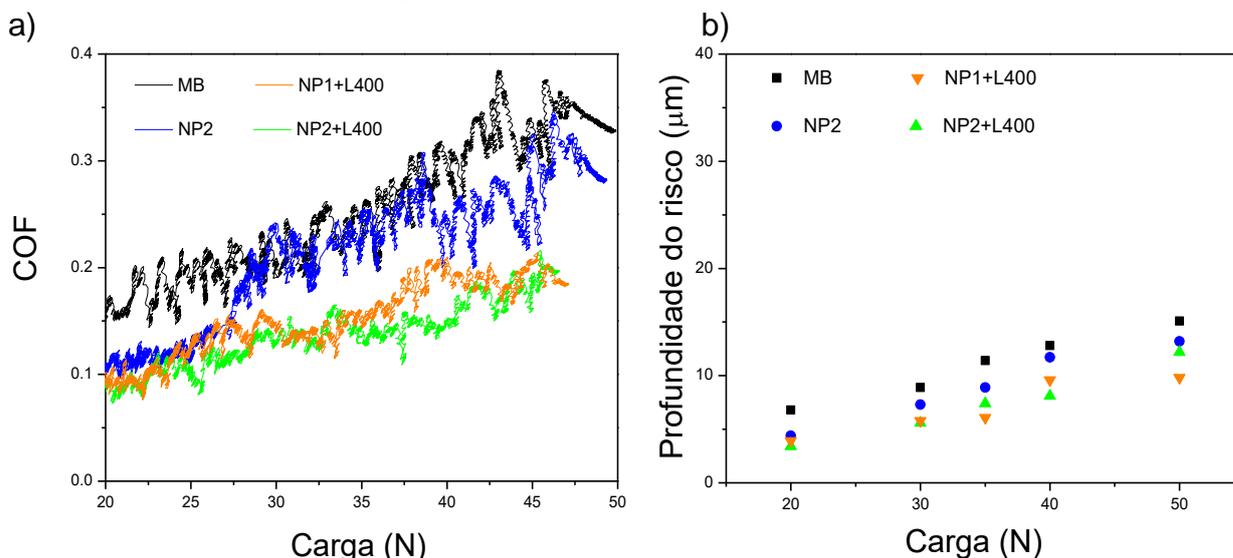
Nota-se, primeiramente, na Figura 4.33 a variação da largura do risco em relação à carga progressiva aplicada, considerando na imagem de início do risco uma carga entre 3 e 4 N aproximadamente e a imagem do fim do risco uma carga aplicada entre 7 e 8 N. Verifica-se também o processo de extrusão das grafitas logo no início do percurso do risco, causado por tensões compressivas geradas pelo indentador. Vale *et al.*, (2016) também observaram a extrusão de grafitas em ensaios tribológicos de ferros fundidos cinzento e vermicular realizados neste mesmo equipamento, além de verificar que a presença de grafitas causou alterações abruptas ao longo dos riscos, resultando em variações de profundidade e largura dos riscos.

Como não foi possível visualizar a superfície desgastada das condições com os tratamentos de superfície, foram realizados ensaios numa faixa de carga maior, 20 a 50 N e 40 a 70 N.

#### 4.5.2 Faixa de carga de 20 a 50 N

A Figura 4.34 (a, b) apresenta o COF e a profundidade dos riscos x carga (20 a 50 N) para as condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400.

Figura 4.34– (a) COF e (b) Profundidade dos riscos na faixa de carga de 20 a 50 N das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400.



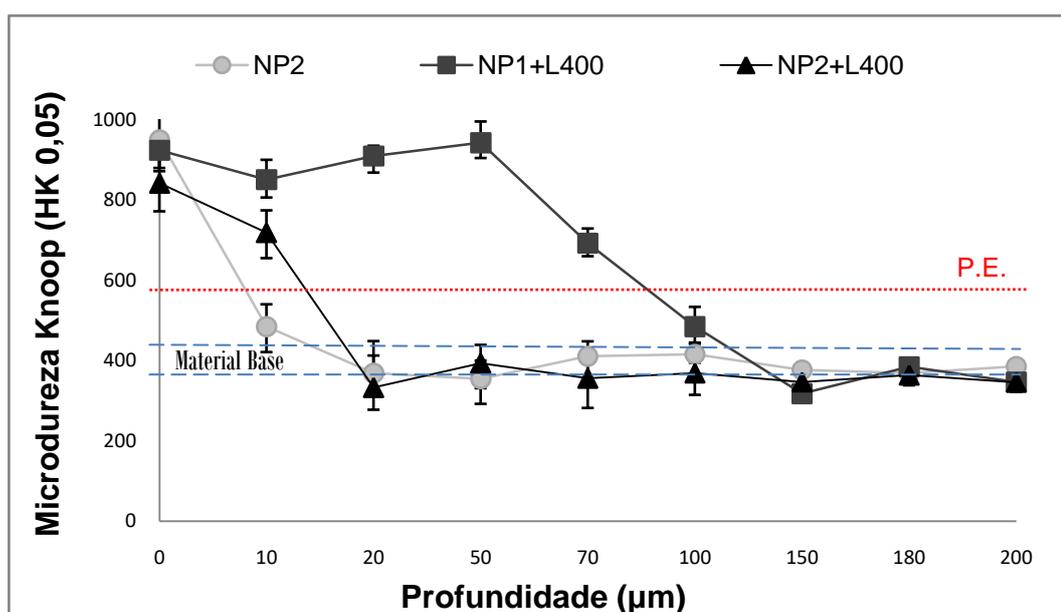
Fonte: O autor (2018).

Na Figura 4.34 (a) o COF de todas as condições apresentou um comportamento crescente com o aumento da carga aplicada de 20 a 50 N. O COF máximo de aproximadamente 0,38, 0,35, 0,21 e 0,21 foi obtido na carga máxima de 50 N para as condições MB, NP2, NP1+L400 e NP2+L400, respectivamente. Desta forma, as condições nitretadas seguidas de têmpera a laser obtiveram um resultado de COF aproximadamente duas vezes menor do que a condição MB. Como o coeficiente de atrito é influenciado pela composição das fases presente na camada superficial, estes resultados podem ser atribuídos à camada modificada após o tratamento de têmpera a laser com a redução dos nitretos, e à presença da martensita e dos óxidos ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). O filme óxido pode exibir um efeito lubrificante entre os dois corpos em atrito, levando a um menor COF. Resultados similares foram obtidos pelos autores YAN *et al.*, (2014) e WANG *et al.*, (2015), nos quais o COF das amostras após tratamentos duplex, (aplicando o tratamento de têmpera a laser na segunda etapa do processo) foi menor do que das amostras somente nitretadas ou nitrocementadas por plasma. WANG *et al.*, (2015) aplicando a nitrocementação seguida da têmpera a laser em um aço 38CrMoAl obtiveram um COF de aproximadamente 0,42 em relação ao de 0,60 das

amostras somente nitrocementadas. Os autores comentam que a camada superficial das amostras somente nitretadas é composta principalmente de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  e que, devido sua elevada dureza se torna fácil uma fragmentação e delaminação durante o deslizamento, aumentando o coeficiente de atrito. Nas amostras nitrocementadas e temperadas a laser na seqüência, os autores atribuíram a queda do COF a presença dos óxidos na camada superficial, principalmente  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e de um composto de baixo nitrogênio  $\text{FeN}_{0,076}$ . Segundo os autores, os óxidos contribuem para a melhora da resistência ao desgaste devido ao efeito lubrificante e a fase  $\text{FeN}_{0,076}$  pela tendência durante o deslizamento de se transformar em martensita sob pequenas tensões.

Na Figura 4.34 (b), verifica-se que a profundidade dos riscos na condição MB na carga de 20 a 50 N variou de 6,7 a 15, na condição NP2 a profundidade variou de 4,4 a 14 e nas condições de nitretação seguidas de têmpera a laser, NP2+L400 e NP1+L400 as profundidades variaram de 3,4 a 12 e 3,9 a 9,8  $\mu\text{m}$  respectivamente. Ou seja, a profundidade máxima dos riscos de 15, 14, 12 e 9,8  $\mu\text{m}$  foi obtida na carga de 50 N para as condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400 respectivamente. A maior profundidade do risco nesta carga foi atingida nas condições MB e NP2, e a menor profundidade na condição NP1+L400 após os tratamentos de nitretação seguido de têmpera a laser. Um dos fatores que contribuiu para estes resultados foi a profundidade de endurecimento das condições, como mostra a Figura 4.35.

Figura 4.35– Perfil de microdureza das condições NP2, NP2+L400 e NP1+L400.

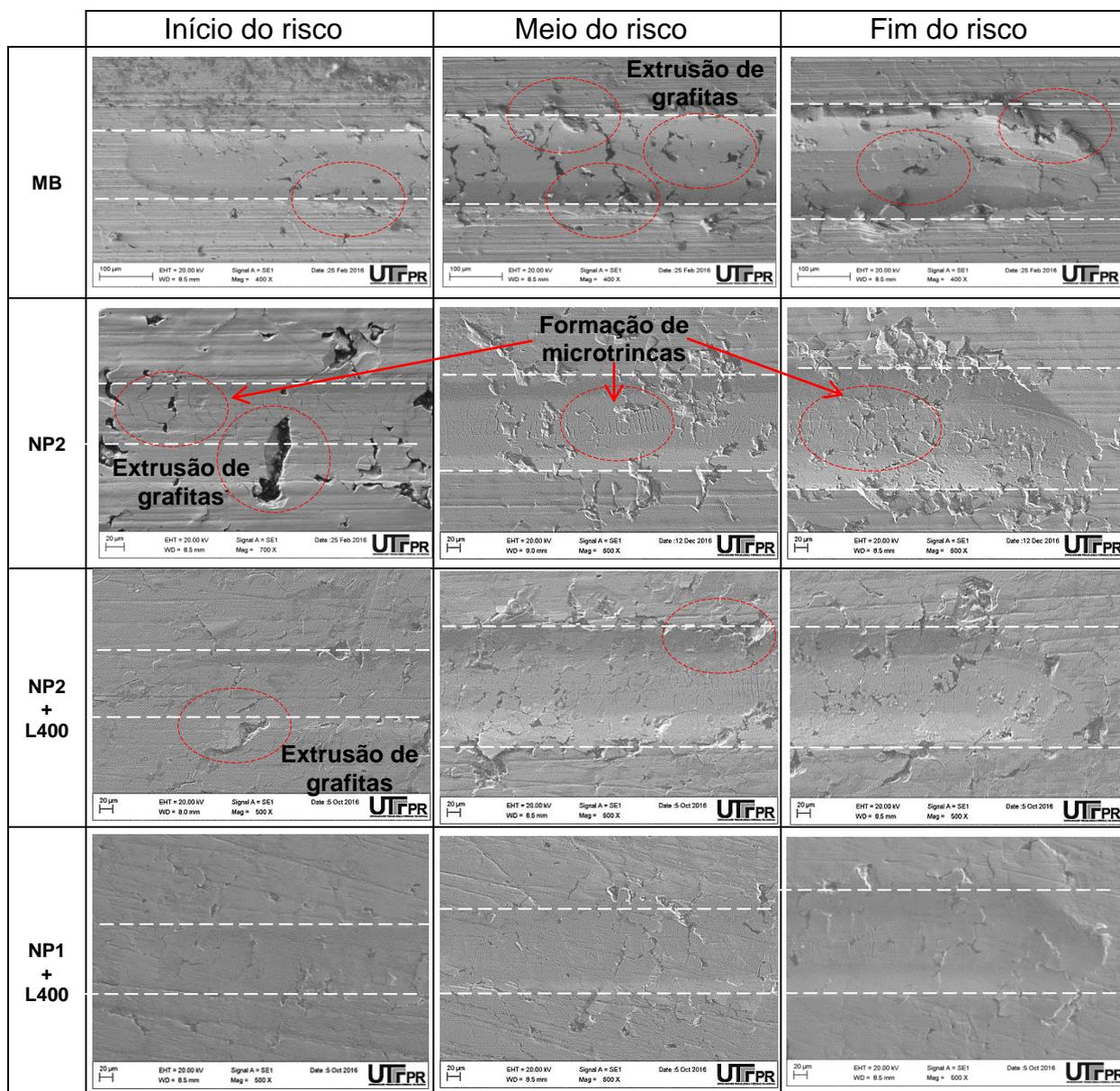


Fonte: O autor (2018).

A condição NP2 com a menor profundidade de endurecimento, de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  como mostra a Figura 4.35, resultou na maior profundidade de risco das condições tratadas, 14  $\mu\text{m}$ . A condição NP2+L400 com uma profundidade de endurecimento de aproximadamente 11  $\mu\text{m}$  obtida após a têmpera a laser, atingiu uma maior profundidade de risco das amostras nitretadas seguidas de têmpera a laser, 12  $\mu\text{m}$ . Desta forma, a condição NP2 ultrapassou a camada tratada e atingiu o substrato a partir da carga de 30 N e a condição NP2+L400 a partir de 40 N. Já a condição NP1+L400 com a maior profundidade de endurecimento, de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ , como mostra a Figura 4.35, obteve a menor profundidade de risco, de 9,2  $\mu\text{m}$ . Ou seja, na condição NP1+L400 a profundidade máxima do risco de 9,2  $\mu\text{m}$  atingiu menos de 10% da camada total de 100  $\mu\text{m}$ . Atribui-se este resultado ao fato de que a condição NP1+L400 obteve uma camada tratada composta de duas regiões distintas: (1) uma camada de nitretos, martensita e óxidos, e abaixo desta, (2) uma subcamada composta principalmente de martensita, conforme Figura 4.17 (b). Já a condição NP2+L400 possui apenas uma camada de menor espessura, composta de nitretos, martensita e óxidos, Figura 4.17 (d). Levando em consideração que as fases presentes na superfície das condições NP1+L400 e NP2+L400 são as mesmas, conforme Figura 4.15, sugere-se então que, a diferença no comportamento tribológico entre estas condições se deve ao fato de que a subcamada composta principalmente de martensita da condição NP1+L400 forneceu um suporte mecânico para a camada mais próxima da superfície sob cargas críticas de desgaste. WANG *et al.*, (2015) também verificaram em ensaios de desgaste que as amostras nitrocementadas seguidas de têmpera a laser resultaram numa taxa de desgaste 71,4% menor do que as amostras somente nitrocementadas, indicando assim que, com o tratamento de têmpera a laser após a nitrocementação, obtêm-se melhores resultados de resistência ao desgaste.

A Figura 4.36 apresenta o aspecto das superfícies desgastadas das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400 na faixa de carga de 20 a 50 N.

Figura 4.36– Imagens obtidas por MEV da superfície desgastada das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400 após o ensaio de riscamento na faixa de carga de 20 a 50N.

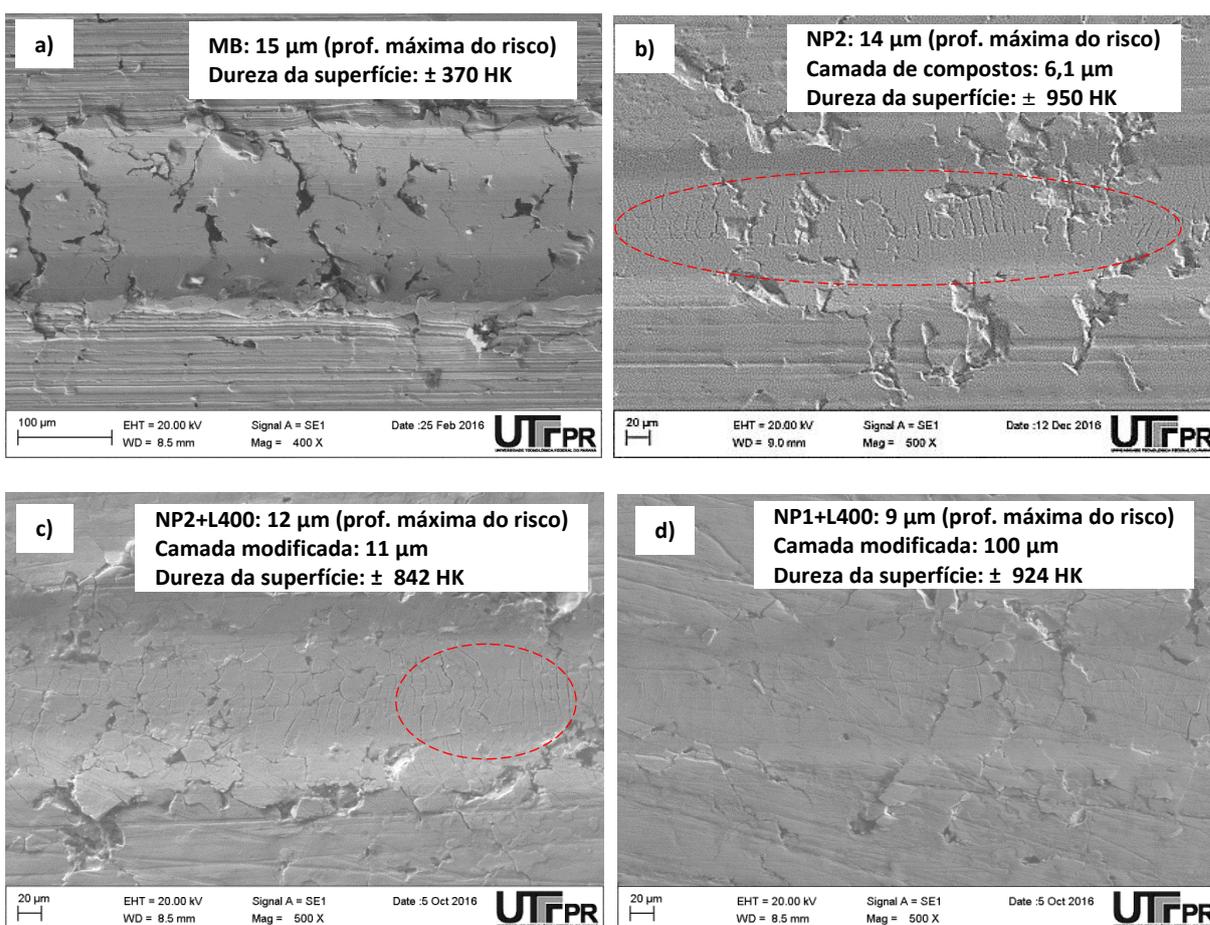


Fonte: O autor (2018).

Nota-se na Figura 4.36 que o processo de extrusão de grafitas na condição MB aumentou com o aumento da carga, e também se observa, mais evidentemente, o mecanismo de deformação plástica nesta condição em comparação às amostras tratadas. Na superfície da camada da condição NP2, Figura 4.36, observa-se visivelmente o mecanismo de desgaste abrasivo e uma maior ocorrência de microtrincas desde o início e ao longo do risco em comparação às outras

condições. Também comparando a superfície desgastada das condições tratadas, verifica-se que a largura do sulco formado na condição NP1+L400 é menor do que nas condições NP2+L400 e NP2. As maiores diferenças nos mecanismos de desgaste foram observadas a partir do meio do risco, numa faixa de carga a partir de 30 N, como mostra as Figuras 4.37 (a, b, c, d).

Figura 4.37—Imagens obtidas por MEV da superfície desgastada na faixa de carga de 20 a 50 N das condições: (a) MB; (b) NP2, (c) NP2+L400 e (d) NP1+L400.



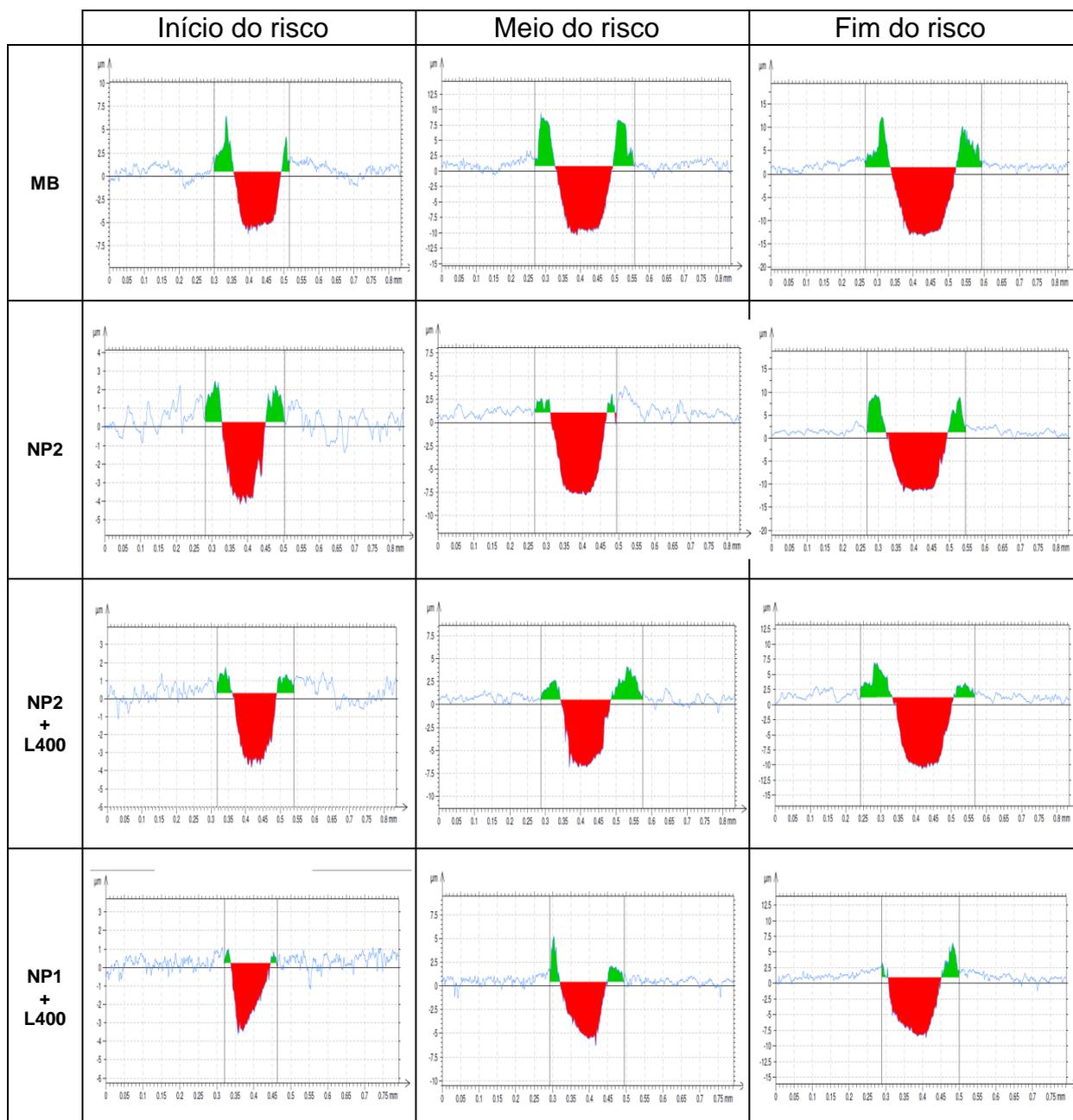
Fonte: O autor (2018).

Na Figura 4.37 (a) observa-se na condição MB que, devido a deformação plástica ocorreu o mecanismo de micro-sulcamento, ou seja, houve deslocamento do material sem ser removido. Pela profundidade do risco obtida na condição NP2 na carga de 30 N, visualiza-se a imagem do substrato na Figura 4.37 (b) após o risco ter ultrapassado a camada tratada. Nesta região visualiza-se uma grande frequência de

microtrincas em toda sua extensão. Esta frequência de microtrincas da condição NP2 foi maior do que nas condições NP2+L400 e NP1+L400, Figuras 4.37 (c, d), respectivamente. Este resultado é devido à elevada dureza da superfície da condição NP2, de aproximadamente 950HK, composta de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ , que a torna mais frágil do que as condições NP2+L400 e NP1+L400. Devido a predominância de trincamento da condição NP2, o mecanismo que ocorre é o micro-corte. Na condição NP2+L400, Figura 4.37(c), a formação de trincas foi postergada para cargas maiores, devido à dureza da superfície de aproximadamente 842 HK e as fases presentes na superfície. Na Figura 4.37(d), condição NP1+L400, verifica-se uma morfologia da superfície de desgaste mais suave, assim como sinais de deformação plástica bem menos visíveis, devido à modificação da camada tratada, promovida pelo processo de têmpera a laser após a nitretação por plasma, que resultou em uma redução dos nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ , na formação de martensita e óxidos ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), além de formar uma subcamada de martensita. WANG *et al.*, (2015) em seus experimentos de desgaste, também verificaram que os óxidos formados no tratamento de têmpera a laser formam um filme sobre a superfície evitando fragmentações e lascamento de partículas.

Quanto aos sulcos formados nas condições tratadas, observa-se que são mais profundos das condições NP2 e NP2+L400 do que na condição NP1+L400, assim como houve uma maior formação de *pile-up* (bordas) nestas condições. Com o mecanismo de deformação plástica e, na sequência, o deslocamento de material, ocorre a formação de *pile-up*, ou seja, a formação de bordas nos dois lados do risco. A Figura 4.38 apresenta a seção transversal dos riscos de desgaste das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400. Visualmente nota-se que a maior formação de bordas é na condição MB, devido à menor dureza da superfície e ao maior coeficiente de atrito. Na condição NP1+L400 o sulco mais suave também foi acompanhado da menor formação de bordas entre todas as condições, atribuído este resultado à natureza das fases presentes na superfície.

Figura 4.38–Seção transversal dos riscos de desgaste na faixa de carga de 20 a 50 N das condições MB; NP2, NP2+L400 e NP1+L400.



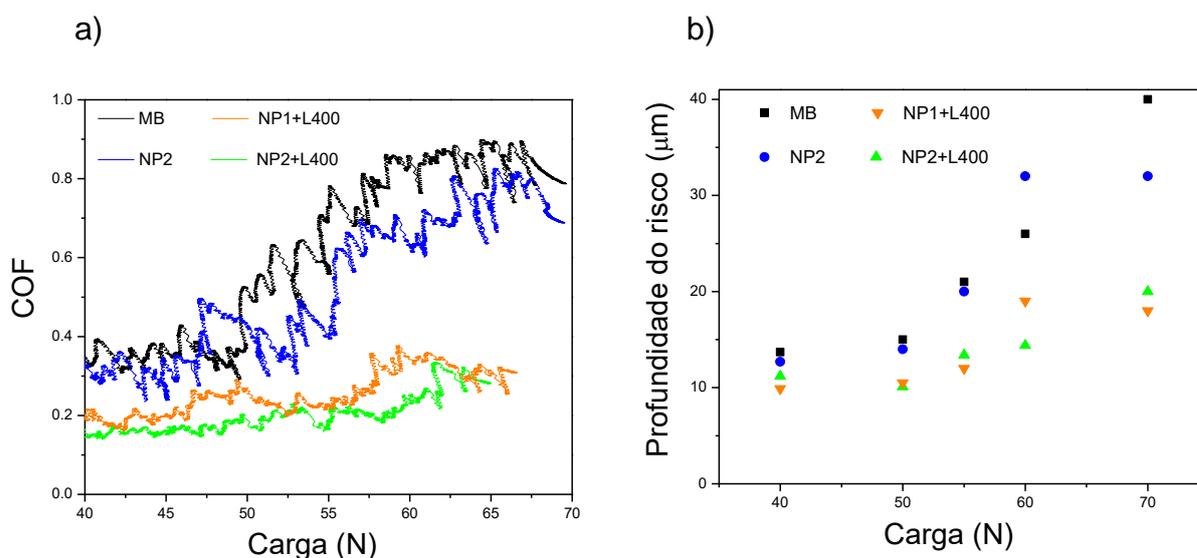
Fonte: O autor (2018).

Para uma verificação mais expressiva dos mecanismos de desgaste destas camadas estudadas, foram realizados ensaios aumentando a faixa de carga para 40 a 70 N.

### 4.5.3 Faixa de carga de 40 a 70 N

A Figura 4.39 apresenta o COF e a profundidade dos riscos x carga (40 a 70 N) para as condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400.

Figura 4.39– COF e Profundidade dos riscos na faixa de carga de 40 a 70 N das condições: MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400.



Fonte: O autor (2018).

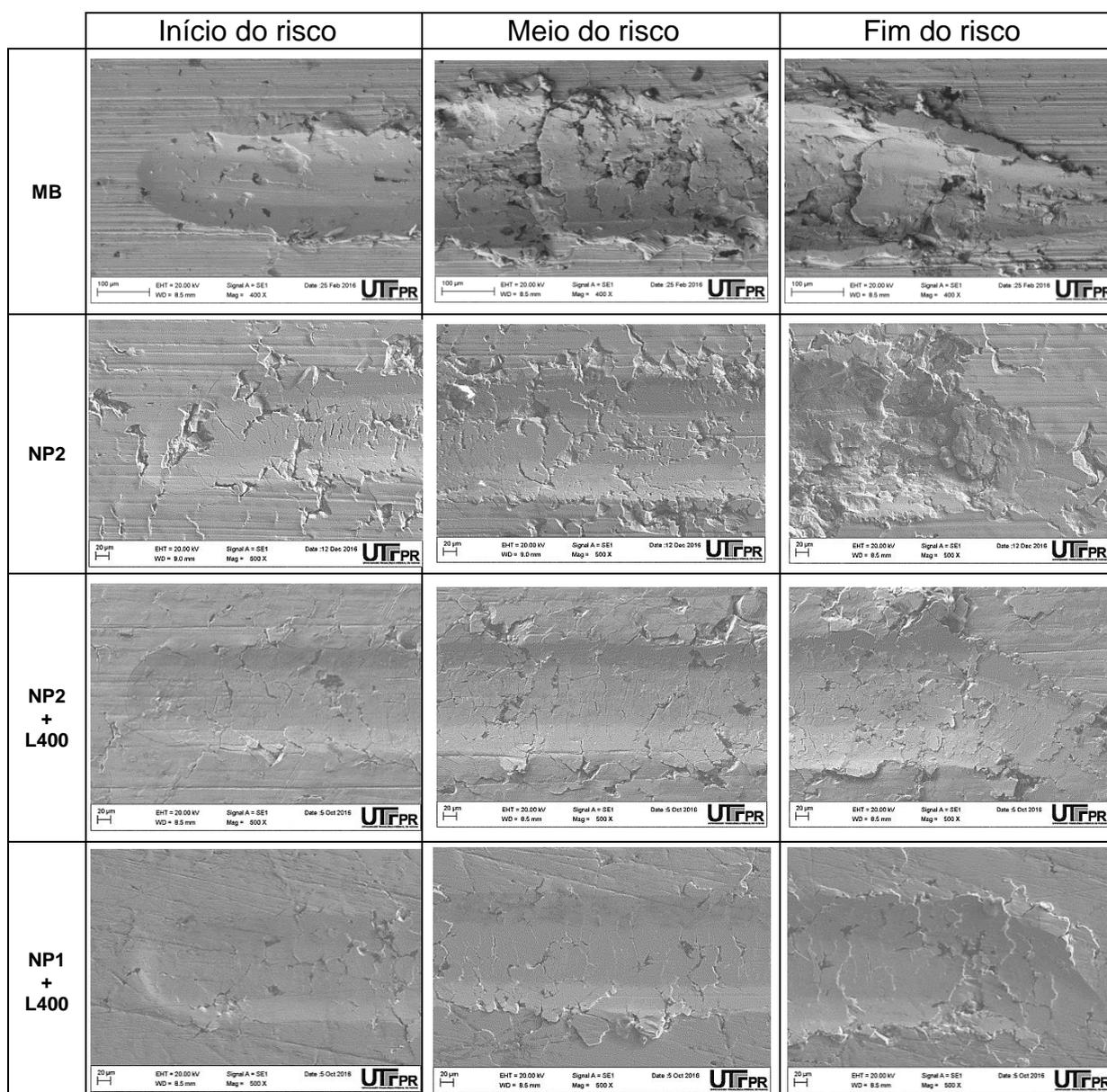
Na Figura 4.39 (a) o COF das condições de fornecimento (MB) e da condição nitretada NP2 tiveram um comportamento crescente com o aumento da carga aplicada de 40 a 70 N, atingindo um valor máximo de 0,9 e 0,8 na carga de 70 N. Já para as condições de nitretação seguidas de têmpera a laser, NP2+L400 e NP1+L400 o COF apresentou um comportamento mais constante, atingindo um valor máximo de 0,34 e 0,38, respectivamente. Desta forma, as condições nitretadas seguidas de têmpera a laser obtiveram um resultado de COF aproximadamente duas vezes e meia menor do que a condição MB.

Na Figura 4.39 (b), a profundidade máxima dos riscos de 40, 32, 21 e 18  $\mu\text{m}$  na carga de 70 N foi obtida nas condições de fornecimento (MB), NP2, NP2+L400 e NP1+L400 respectivamente. E, novamente, repetindo o comportamento da faixa de carga menor, de 20 a 50 N, a profundidade dos riscos ultrapassou a camada tratada das condições NP2 e NP2+L400, atingindo o substrato. Exceto para a condição NP1+L400 que a profundidade máxima do risco atingiu aproximadamente 20% da espessura da camada tratada na carga máxima de 70N. Verifica-se na Figura 4.39 (a,

b) que a partir da carga de 50 N, os resultados de COF e de profundidade dos riscos de NP1+L400 e NP2+L400 se tornaram mais divergentes em relação às condições NP2 e MB, indicando melhores resultados de resistência ao desgaste.

A Figura 4.40 apresenta o aspecto das superfícies desgastadas das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400 na faixa de carga de 40 a 70 N.

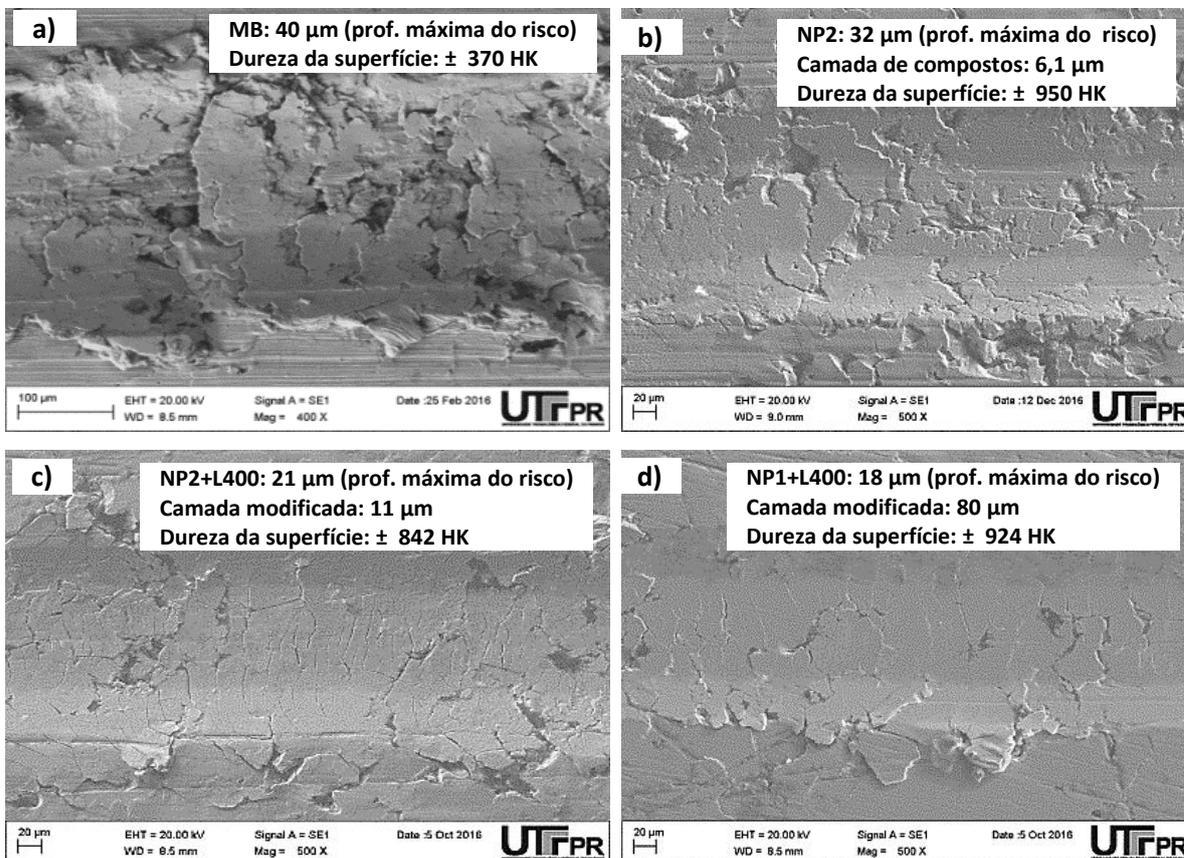
Figura 4.40-Imagens obtidas por MEV da superfície desgastada das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400, após o ensaio de riscamento na faixa de carga de 40 a 70N.



Fonte: O autor (2018).

Na Figura 4.40 observa-se que o mecanismo de extrusão das grafitas e a formação de trincas foram muito maiores nas condições MB e NP2 do que nas condições NP2+L400 e NP1+L400. Quando partículas duras e frágeis são arrancadas, estas podem fazer parte do sistema tribológico, desencadeando novos danos à superfície ao longo do trajeto do risco. Este fato pode ter contribuído para o comportamento do COF crescente das condições MB e NP2 nesta faixa de carga. Principalmente para a condição NP2 nota-se na Figura 4.40 que muitos fragmentos foram arrancados da superfície, devido à maior dureza de 950 HK, promovida pela presença dos nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ . Observa-se também na Figura 4.40 que os sulcos gerados nas condições MB e NP2 são bem mais profundos do que nas condições NP2+L400 e NP1+L400. Como a partir de 50 N (meio do risco) o mecanismo de desgaste entre as amostras foi mais divergente, a Figura 4.41 apresenta a diferença da morfologia das superfícies desgastadas entre as condições MB, NP2, NP1+L400 e NP2+L400.

Figura 4.41—Imagens obtidas por MEV da superfície desgastada na faixa de carga de 40 a 70 N das condições: (a) MB; (b) NP2, (c) NP2+L400 e (d) NP1+L400.



Fonte: O autor (2018).

Nota-se, na Figura 4.41 (a), condição MB, que devido à baixa dureza da superfície, a deformação plástica foi mais intensa, assim como a extrusão das grafitas. Na Figura 4.41 (b) observa-se na condição NP2 que a presença de micro trincamento foi mais expressiva nesta faixa de carga, com uma superfície mais fragmentada e com arrancamento de diversas partículas. Verifica-se nas condições NP2+L400 e NP1+L400, Figuras 4.41 (c, d) a formação de um sulco mais suave, com poucos fragmentos e lascamentos de partículas em relação à condição NP2, Figura 4.41 (b). Também por comparação, fica evidente na condição NP1+L400 uma menor profundidade dos riscos e uma menor densidade de trincas em relação as outras condições. A Figura 4.42 apresenta a seção transversal dos riscos das condições MB, NP2, NP2+L400 e NP1+L400.

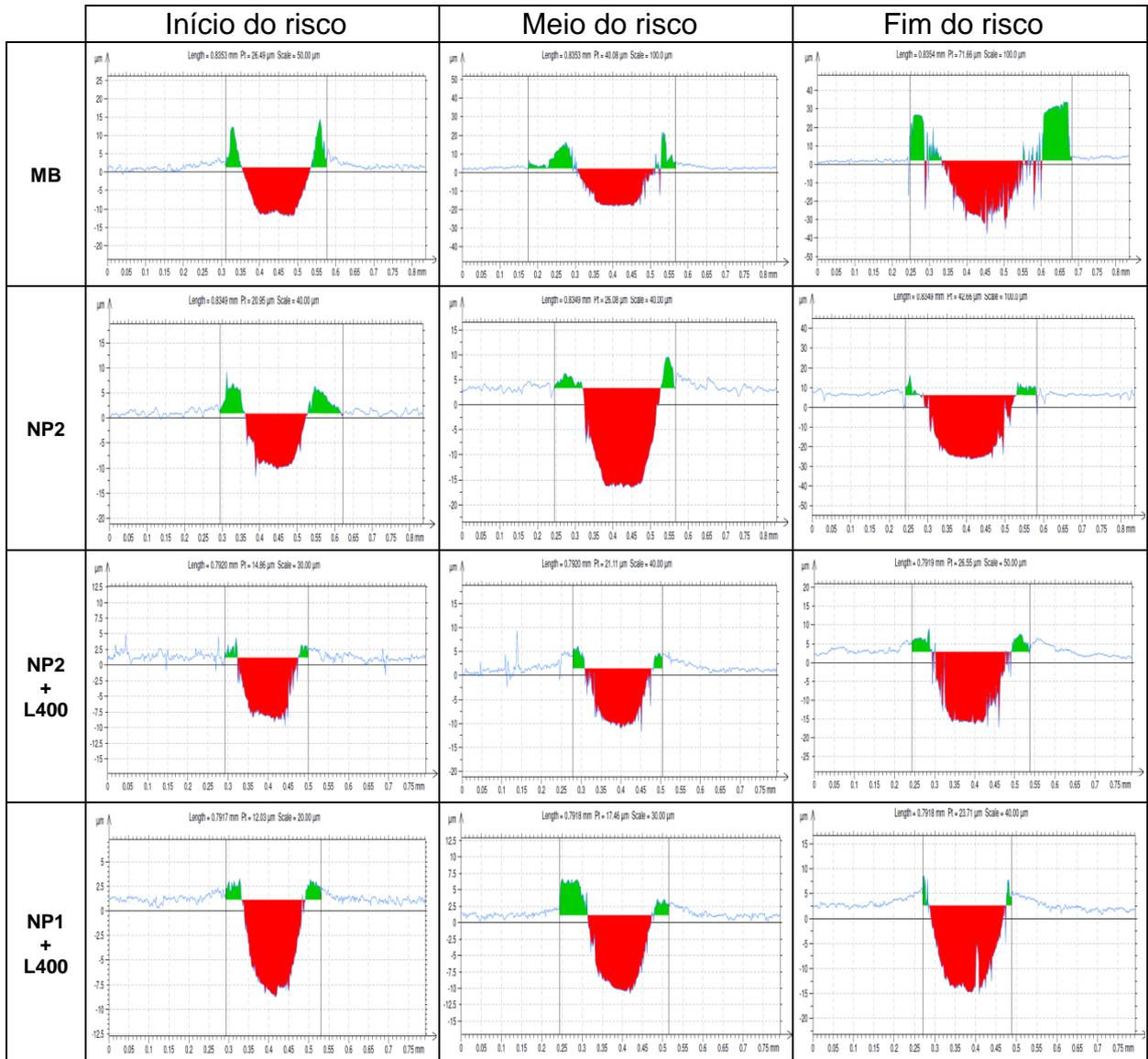
A partir destes resultados, conclui-se que, mais do que a influência da dureza da superfície no comportamento tribológico, existe a influência das fases presentes na superfície. Ou seja, os melhores resultados no comportamento tribológico da condição NP1+L400 são decorrentes da redução dos nitretos após a têmpera a laser e da presença da martensita e dos óxidos na camada superficial. Para a subcamada composta principalmente de martensita da condição NP1+L400 foi observada sua influência principalmente na profundidade dos riscos para maiores cargas aplicadas.

A Tabela 4.8 apresenta um resumo dos principais resultados obtidos com o ensaio de riscamento nas diferentes faixas de carga e condições de tratamento.

Por fim, enfatiza-se que os resultados obtidos no ensaio de riscamento linear com carga progressiva em amostras de FFV tratado mostraram que a aplicação de tratamentos de superfície combinados, como a nitretação por plasma seguida da têmpera a laser (NP+L), atingiu um melhor comportamento tribológico (menor COF e menores profundidades do risco) do que os resultados destes tratamentos isolados. Por meio de um rápido aquecimento e autoresfriamento, o tratamento de têmpera a laser no FFV nitretado promoveu mecanismos de transformações de fases contribuindo para uma redução dos nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  e a formação de martensita e óxidos. A camada modificada resultante dos parâmetros otimizados de ambos os tratamentos, promoveram maiores profundidades de endurecimento e uma redução do gradiente de dureza entre a camada tratada e o substrato. As camadas modificadas de maior profundidade de endurecimento, composta por duas regiões

distintas, uma camada composta de nitretos, martensita e óxidos e uma subcamada composta principalmente de martensita, fornecem um suporte mecânico para a camada mais próxima da superfície sob cargas críticas de desgaste. Os óxidos formados a partir do tratamento de têmpera a laser podem exercer um efeito lubrificante durante o ensaio, contribuindo para melhores resultados de desgaste, como menores valores de coeficiente de atrito.

Figura 4.42–Seção transversal dos riscos de desgaste na faixa de carga de 40 a 70 N das condições MB; NP2, NP2+L400 e NP1+L400.



Fonte: O autor (2018).

Tabela 4.8- Resumo das principais características do ensaio de riscamento linear com carga progressiva, das condições: MB, NP2, NP1+L400, NP2+L400.

Condição	Tipo da camada	Prof. End. ( $\mu\text{m}$ )	Dureza Superficial (HK)	3 a 8 N		20 a 50 N		40 a 70 N	
				COF máx.	Prof. Risco ( $\mu\text{m}$ )	COF máx.	Prof. Risco ( $\mu\text{m}$ )	COF máx.	Prof. Risco ( $\mu\text{m}$ )
MB	-	-	$\pm 370$	0,16	0,6 a 1,8	0,38	6,8 a 15	0,90	13 a 40
NP2	Camada de compostos (nitretos $\epsilon$ e $\gamma'$ )	$10 \pm 1,5$	$\pm 950$	0,15	-	0,35	4,5 a 14	0,83	12 a 32
NP2+L400	Camada modificada composta de uma região de nitretos $\epsilon$ e $\gamma'$ + martensita + óxidos	$20 \pm 2,5$	$\pm 842$	0,11	-	0,21	3,4 a 12	0,34	11 a 20,5
NP1+L400	Camada modificada composta de duas regiões: (1) nitretos $\epsilon$ e $\gamma'$ + martensita + óxidos e (2) subcamada de martensita	$100 \pm 3,5$	$\pm 924$	0,10	-	0,21	3,9 a 9,8	0,38	10 a 18

## 5 CONCLUSÕES

As diferentes condições estudadas nos tratamentos de superfície de nitretação por plasma (NP), têmpera a laser (L) e nos tratamentos combinados de NP +L no Ferro Fundido Vermicular (FFV) possibilitaram as seguintes conclusões:

- Todos os parâmetros estudados da nitretação por plasma foram eficientes para formar uma fina camada de compostos, com a presença de nitretos  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_3\text{N}$ ) e  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) na superfície do FFV;
- As condições de nitretação com maior concentração de nitrogênio (80%) resultaram em maiores espessuras da camada de compostos do que as condições com menor concentração de nitrogênio (20%);
- O tratamento de têmpera a laser realizado em amostras do FFV com a menor potência de 400 W, não produziu martensita. Potências maiores de 417, 449, 482 e 514 W favoreceram a formação de martensita e um aumento da profundidade de endurecimento com o aumento da potência;
- Todas as condições do tratamento de têmpera a laser realizado em FFV nitretado promoveram transformações na camada de compostos. Estas transformações envolveram maiores profundidades de endurecimento, transformações de fases, difusão e solubilização do nitrogênio e redução do gradiente de dureza entre a camada tratada e o substrato;
- Todos os parâmetros da têmpera a laser aplicados no FFV nitretado transformaram a camada de compostos (com a presença de nitretos  $\epsilon$   $\text{Fe}_3\text{N}$  e  $\gamma'$   $\text{Fe}_4\text{N}$ ) em uma camada modificada de maior espessura, composta de nitretos, martensita e óxidos. Nesta camada modificada foi observada uma redução dos picos dos nitretos, assim como, em algumas condições, foi verificada a decomposição destes nitretos para a fase  $\text{Fe}_{0,076}$ ;
- Com os parâmetros dos tratamentos de NP e L estudados isolados, foi possível observar a formação de dois tipos de camada modificada quando aplicados os tratamentos combinados de NP+L: (a) uma camada modificada de menor profundidade de endurecimento, composta de apenas uma região de nitretos,

martensita e óxidos; (b) uma camada modificada de maior profundidade de endurecimento, composta de duas regiões bem distintas: (1) uma camada de nitretos, martensita e óxidos e abaixo desta (2) uma subcamada composta principalmente de martensita. Estes resultados de profundidade de endurecimento foram influenciados pela espessura da camada de compostos formada na nitretação por plasma, sendo que, a profundidade de endurecimento diminui com o aumento da espessura da camada de compostos;

- A atmosfera gasosa empregada na NP também influenciou nos resultados de profundidade de endurecimento e na decomposição dos nitretos da camada modificada após os tratamentos de NP+L. As condições de nitretação com menor concentração de nitrogênio (20%) resultaram em maiores profundidades de endurecimento do que as condições com maior concentração de nitrogênio (80%), assim como foi observada a decomposição dos nitretos a partir da potência mais baixa, de 400 W. Já as condições de nitretação com maior concentração de nitrogênio (80%) a decomposição dos nitretos foi observada a partir da potência do laser de 449 W;
- Por meio de análise realizada por WDS, verificou-se que a camada superficial da condição nitretada obteve um enriquecimento de nitrogênio de até 8,4%. Após o tratamento de têmpera a laser realizado no FFV nitretado, com a menor potência do laser de 400 W, a concentração superficial diminuiu para aproximadamente 3%. Esta alteração do perfil de concentração de nitrogênio nas amostras após o tratamento combinado de NP+L comprova a formação de uma camada modificada, enriquecida com nitrogênio, decorrente do aquecimento promovido pelo laser;
- Com os tratamentos combinados de NP+L foi possível obter camadas com profundidade de endurecimento de até 500  $\mu\text{m}$  e com valores de dureza na superfície de aproximadamente 1000 HK, ou ainda uma camada de 11  $\mu\text{m}$  com dureza superficial de 820 HK, mostrando uma grande amplitude de resultados que podem ser atingidos com a sinergia entre estes processos combinados;
- Ensaio de riscamento linear com carga progressiva mostraram que a aplicação de tratamentos de superfície combinados de NP+L atingiram um melhor comportamento tribológico (menor COF e menores profundidades do

risco para todas as faixas de carga analisadas) do que os resultados destes tratamentos isolados. O rápido aquecimento e autoresfriamento promovido pelo tratamento de têmpera a laser no FFV nitretado resultou em mecanismos de transformações de fases, contribuindo para uma redução da fragilidade da camada nitretada. Ainda, a condição do tratamento combinado NP1+L400 obteve um melhor desempenho tribológico do que a condição NP2+L400, decorrente da formação de uma camada modificada com maior profundidade de endurecimento, composta de duas regiões distintas: (1) uma camada composta por nitretos, martensita e óxidos e abaixo desta e (2) uma subcamada composta principalmente de martensita;

- Verificou-se que a camada modificada obtida com os tratamentos de NP+L de maior profundidade de endurecimento, composta por uma subcamada de martensita, forneceu um suporte mecânico sob cargas críticas de desgaste para a camada mais próxima da superfície;
- Os óxidos formados a partir do tratamento de têmpera a laser podem exercer um efeito lubrificante durante o ensaio, contribuindo para um menor coeficiente de atrito.

## 6 PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

Com a intenção de complementar esta pesquisa, bem como esclarecer algumas reações metalúrgicas dos tratamentos realizados, seguem algumas sugestões para trabalhos futuros:

- Analisar em maiores detalhes o perfil de nitrogênio e de carbono das camadas modificadas após os tratamentos de NP+L, por meio de WDS;
- Realizar uma análise dos microconstituintes da camada modificada, como a caracterização nanoestrutural pela técnica de MET (Microscopia eletrônica de Transmissão);
- Realizar um estudo mais detalhado sobre a absorvidade do laser em FFV nitretado;
- Estudar os efeitos da sobreposição do laser na microestrutura, dureza e perfil de nitrogênio e carbono no FFV após os tratamentos de NP+L;
- Aplicar a técnica de SHTPN no FFV e comparar com os resultados obtidos com o tratamento de têmpera a laser.

## REFERÊNCIAS

AKONO, A. T.; ULM, F.J. **An improved technique for characterizing the fracture toughness via scratch test experiments.** Wear 313, p.117 – 124, 2014.

ALABEEDI, K.F.; ABBOUD, J.H.; BENYOUNIS, K.Y. **Microstructure and erosion resistance enhancement of nodular cast iron by laser melting.** Wear 266, p. 925–933, 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Alloy phase diagrams.** In: Metals Handbook, vol. 3, p. 1741. 1992.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Heat treating.** In: Metals Handbook, vol. 4, p. 2173. 1991.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metallography and Microstructures.** In: Metals Handbook, vol. 9, p. 2733. 2004.

ASM INTERNATIONAL HANDBOOK: **Cast Iron Science and Technology**, vol.1A, 2017.

ASM INTERNATIONAL HANDBOOK: **Plasma Nitriding**, 1991.

ASM INTERNATIONAL HANDBOOK: **Surface Engineering**, Vol.5, 1994.

ASM INTERNATIONAL HANDBOOK: **Surface Engineering**, Vol.5, 1994.

ASM INTERNATIONAL HANDBOOK.: **Friction, Lubrification, and Wear Technology**, v.18, p. 820, 1992.

ASTM E 384-11: **Standart Test Method for Microindentation Hardness of Materials.**

BARTKOWSKA, A.; PERTEK, A.; KULKA, M.; KLIMEK, L. **Laser surface modification of boronickelized medium carbon steel.** Optics & Laser Technology 74, p. 145–157, 2015.

BATISTA, J.C.A.; GODOY, C.; PINTAÚDE, G.; SINATORA, A.; MATTHEWS, A. **An approach to elucidate the diferente response of PVD coatings in diferente tribological tests.** Surface & Coatings Technology 174 – 175, p. 891 – 898, 2003.

BELL, T. **Surface engineering: past, present and future.** Surface Engineering, p. 31-40, 1990.

BELL, T.; DONG, H; SUN, Y. **Realising the potential of duplex surface engineering.** Tribology International Vol. 31, pp. 127–137, 1998.

BERTON, E.M.; NEVES, J.C.K.; MAFRA, M.; BORGES, P.C. **Nitrogen enrichmanet of AISI 409 stainless steel by solution heat treatment after plasma nitriding.** Kovove Mater 55; nº 5, 2017.

BOGAERTS, A.; NEYTS, E.; GIJBELS, R.; MULLEN, J. **Gas discharge plasmas and their applications.** Spectrochimica Acta Part B 57, p. 609–658, 2002.

BORGES, P. C., ROCHA, L. A. **Solution heat treatment of plasma nitrided 15-5PH stainless steel - Part I: Improvement of the corrosion resistance.** Kovové Materiály, v. 49, pp. 107-117, 2011.

CHAPMAN, B. **Glow Discharge Processes.** Ed. John Wiley & Sons, New York - EUA, 1980.

CHENG, X.; HU S.; SONG, W.; XIONG X. **Improvement in corrosion resistance of a nodular cast iron surface modified by plasma beam treatment.** Applied Surface Science, Vol. 286, pp.: 334-343, 2013.

CHENG, X.; HU S.; SONG, W.; XIONG X. **A comparative study on gray and nodular cast irons surface melted by plasma beam.** Vacuum, Vol. 101, pp.: 177-183, 2014.

CHIAVERINI V.; **Aços e Ferros Fundidos.** 6ª Edição, 1990.

COLOMBINI, E.; SOLA, R.; PARIGI, G.; VERONESI, P.; POLI, G. **Laser quenching of ionic nitrided steel: Effect of process parameters on microstructure and**

**optimization.** The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International. Vol. 45A, p. 5562-5573, 2014.

CUEVA, G.; SINATORAB A.; GUESSER, W.L.; TSCHIPTSCHIN, A.P. **Wear resistance of cast irons used in brake disc rotors.** Wear 255 (2003) 1256–1260, 2003.

DAWSON, S. **The effect of Metallurgical Variables on the Machinability of Compacted Graphite Iron.** In: **COMPACTED GRAPHITE IRON.** Machining Workshop. Bad Nauheim, 1999.

DOYLE, E. D.; HUBBARD, P. **Innovation in nitriding.** International Heat Treatment and Surface Engineering, Vol. 4, p. 33-40, 2010.

EDENHOFER, B.; GRÄFEN, W.; ZILLER, M. **Plasma-carburising a surface heat treatment process for the new century.** Surface and Coatings Technology 142 – 144, p. 225-234, 2001.

EDENHOFER, B. **Production ionitriding.** Metal Progress, March, p. 38-42, 1976.

G171-03: **Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus.** 2009.

GHODRAT, S.; JANSSEN, M.; KESTENS, L.A.I.; SIETSMA, J. **Volume Expansion of Compacted Graphite Iron Induced by Perlite Decomposition and the Effect of Oxidation at Elevated Temperature.** Oxid Met 80, 2013.

GRÄFEN, W.; EDENHOFER, B. New developments in thermo-chemical diffusion processes. Surface & Coatings Technology, 2005.

GUESSER, L.W.; SCHROEDER, T.; DAWSON, S. **Production Experience With Compacted Graphite Iron Automotive Components.** American Foundry Society, 2001.

GUESSER, L.W. **Ferro Fundido com Grafita Compactada.** Metalurgia e Materiais. P. 403-404, 2002.

GUESSER, L.W. **Propriedades Mecânicas dos Ferros Fundidos**. 1ª ed. São Paulo: Editora Buchler. pp 336, 2009.

GUESSER, W.L.; MASSIER, E.J. **Avaliação da usinabilidade do ferro fundido vermicular através de ensaios de furação**. In: COBEF, 2011, Caxias do Sul - RS. Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, 2011.

INAL, O. T.; ROBINO, C. V. Structural characterization of some ion-nitrided steels. Preparation and characterization. Thin solid films, 95, p. 195-207, 1982.

ION, J.C. **Laser Processing of Engineering Materials**. Principles, procedure and industrial application. Elsevier. First published, 2005.

IPG Photonics, Fiber laser, model YLR-2000, PL0501900, **Manual do equipamento**, 70 p., 2005.

JACK, K. H.; JACK, D. H. **Carbides and Nitrides in Steel**. Materials and Science and Engineering, 11, p.1-27, 1973.

JACK, K. H. **The synthesis and characterization of bulk  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub>**. Journal of Alloys and Compounds, 222, p. 160-166, 1995.

JEONG, B.; KIM, M. **Corrosion characteristics of duplex surface-treated spheroidal graphite cast iron**. Surface & Coatings Technology, 141, pp.: 262-268, 2001.

JEONG, B.; JEONG, C.; KIM, M. **Thermal fatigue characteristics of plasma duplex treated nodular cast irons**. Surface & Coatings Technology, 205, p. 896-901, 2010.

KAMAT, A.M.; COPLEY, S.M.; TODD, J. A. **Effect of processing parameters on microstructure during laser sustained plasma (LSP) nitriding of commercially-pure titanium**. Acta Materialia 107, p. 72-82, 2016.

KENNEDY, E.; BYRNE, G.; COLLINS, D. N. **A review of the use of high power diode lasers in surface hardening**. Journal of Materials Processing Technology, Vol. 155-156, pp.: 1855-1860; 2004.

KONG, D.J.; XIE, C.W. **Effect of laser quenching on fatigue properties and fracture morphologies of boronized layer on Cr12MoV steel.** International Journal of Fatigue, 80, p. 391-396, 2015.

KULKA, M.; PERTEK, A. **Microstructure and properties of borocarbured 15CrNi6 steel after laser surface modification.** Applied Surface Science 236, p. 98–105, 2004.

KULKA, M.; MAKUCH, N.; PERTEK, A.; PIASECKI, A. **Microstructure and properties of borocarbured and laser-modified 17CrNi6-6 steel.** Optics & Laser Technology 44, p. 872–881, 2012.

KULKA, M.; MAKUCH, N.; PERTEK, A. **Microstructure and properties of laser-borided 41Cr4 steel.** Optics & Laser Technology 45, p. 308–318, 2013.

KULKA, M.; PANFIL, D.; MICHALSKI, J.; WACH, P. **The effects of laser surface modification on the microstructure and properties of gas-nitrided 42CrMo4 steel.** Optics & Laser Technology 82, p. 203–219, 2016.

LEITE, M. V.; BERNADELLI, E. A.; BORGES, P. C.; PINTAUDE, G. **Influência da nitretação a plasma na dureza do ferro fundido nodular austemperado.** In: COBEF, 2011, Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, 2005.

LIMA, M.S.F.; GÓIA F.A.; RIVA, R.; SANTO, A.M.E. **Laser Surface Remelting and Hardening of an Automotive Shaft Sing a High-power Fiber Laser,** Materials Research, Vol. 10, No. 4, 461-467, 2007.

LIMA, M.S.F.; GÓIA F.A.; CARVALHO, S.M.; DESTRO, M.G.; RIVA, R. **Tratamentos a laser de Ferro Fundidos Vermiculares,** COBEF, 2011.

MAILLET, H. **O Laser, Princípios e técnicas de aplicação.** Editora Manole Ltda. 1987.

MALISKA, A. M. **Influência de elementos de liga e do oxigênio no processo de nitretação por plasma em aços sinterizados.** Tese (doutorado), UFSC, Florianópolis, 1995.

MARTINS, R. **Comparação das propriedades mecânicas e de fadiga entre ferro fundido vermicular e cinzento utilizados em blocos de motores diesel.** Dissertação de Mestrado em Engenharia. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2012.

MEHRAN, Q.M.; FAZAL, M.A.; BUSHROA, A. R.; RUBAIEE, S. **A critical review on physical vapor deposition coatings applied on diferente engine componentes.** Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, vol.0, NO.0, 1-18, 2017.

METIN, E. & INAL, O. T. **Formation and growth of iron nitrides during ion-nitriding.** Journal of Materials Science, v.22, p. 2783-2788, 1987.

NAKAMURA, R.; IWABUCHI, A. **Role of graphite in cast iron on tribological behavior in nano-scratch test.** Journal of Advanced Mechanical Design, Systems and Manufacturing. Vol.6, N.7, 2012.

NICOLETTO, G.; TUCCI, A.; ESPOSITO, L. **Sliding wear behavior of nitrided and nitrocarburized cast irons.** Wear 197, p. 38-44, 1996.

NIE, X.; WANG, L.; YAO, Z.C.; ZHANG, L.; CHENG, F. **Sliding wear behaviour of electrolytic plasma nitrided cast iron and steel.** Surface & Coatings Technology 200 , p. 1745 – 1750, 2005.

OKURA, H. N.; WOLLMANN, D.; NEVES, J. C. K. **Effect of pressure on the plasma nitriding of quenched and tempered ductile cast iron without compound layer formation.** Proceedings of International Conference: CBRAVIC XXXI Congresso Brasileiro de Aplicações de Vácuo na Indústria e na Ciência. Campos do Jordão, Brasil, Setembro, 2010.

PANFIL, D.; KULKA, M.; WACH, P.; MICHALSKI, J.; PRZESTACKI, D. **Nanomechanical properties of iron nitrides produced on 42CrMo4 steel by controlled gas nitriding and laser heat treatment.** Journal of alloys and Compounds; 706: 63-75, 2017.

PARIONA, M.M.; TELEGINSKI, V.; SANTOS, K.; LIMA, A. A.O.C.; ZARA, A. J.; MICENE, K. T.; RIVA, R. **Influence of laser surface treated on the**

**characterization and corrosion behavior of Al-Fe aerospace alloys.** Applied Surface Science 276, p. 76–85, 2013.

PENHA, N; MORILLA, J. C.; VATAVUCK, J.; CANALE, L. C. F.: **“Nitriding effect on fatigue resistance of grey and nodular cast irons”**. International Heat Treatment and Surface Engineering, 6, pp.: 33-37, 2012.

PERTEK , A.; KULKA, M. **Characterization of complex (B p C) diffusion layers formed on chromium and nickel-based low-carbon steel.** Applied Surface Science 202, p.252–260, 2002.

PERTEK , A.; KULKA, M. **Characterization of single tracks after laser surface modification of borided 41Cr4 steel.** Applied Surface Science 205, p. 137–142, 2003.

PITHAN, C.; KATORI, K.; HAYASHI, K.; ASO, K.; PETZOW, G. **Phase relations and the martensitic transformation in Fe-N-based thin films.** Journal of Alloys and Compounds, 222, p. 173-175, 1995.

KULKA, M.; PERTEK , A. **Microstructure and properties of borocarbured 15CrNi6 steel after laser surface modification.** Applied Surface Science 236, p. 98–105, 2004.

KULKA, M.; PERTEK , A. **Laser surface modification of carburized and borocarbured 15CrNi6 steel.** Materials Characterization, 58, p. 461–470, 2007.

REIS, R. F. **Elevação do teor superficial de nitrogênio no aço inoxidável austenítico ISO 5832-1.** Tese de D. Sc., UTFPR, Curitiba, PR, Brasil, 2007.

REIS, R. F.; MALISKA, A. M.; BORGES, P. C. **Nitreção a plasma do aço ISO 5832-1: Influência de temperaturas elevadas de processamento.** Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v. 26, pp. 205-210, 2007.

REIS, R. F.; MALISKA, A. M.; BORGES, P. C. **Nitrogen surface enrichment of austenitic stainless steel ISO 5832-1.** J Mater Sci, v. 46, pp. 846-854, 2011.

REIS, R. F.; MALISKA, A. M.; BORGES, P. C., **Nitretação a plasma do aço ISO 5832-1: Influência do tempo de tratamento.** Revista Matéria, v. 13, n. 2, pp. 304-315, 2008.

REIS, R.F.; MALISKA, A.M.; BORGES, P.C. **Nitretação à plasma do aço inoxidável austenítico ISO 5832-1: influência do tempo de tratamento.** Revista Matéria, v. 13, n. 2, pp. 304 – 315, 2008.

ROVANI, A. C.; SOUZA, G. S.; BREGANON, R.; BRUNATTO, S. F.; PINTAUDE, G. **Scratch resistance of low-temperature plasma nitrided and carburized martensitic stainless steel.** Wear, 2017.

SANTOS, S.; BRANCO, C. H.; **Metalurgia dos ferros fundidos cinzentos e nodulares.** IPT, p.2-5, 1991.

SCHAAF, P. Laser nitriding of metals. Progress in Materials Science 47, 1-161, 2002.

SILVA, F.S.; GUESSER, W.L.; COSTA, C.E.; FONTANA, L.C.: **Nitretação iônica de ferro fundido nodular.** Congresso Anual da ABM, 2005.

SLATTER, T.; LEWIS, R.; J, A.H. **The influence of induction hardening on the impact wear resistance of compacted graphite iron (CGI).** Wear 270, p. 302–311, 2011.

SLATTER,T.; TAYLOR, H.; LEWIS, R.; KING, P. **The influence of laser hardening on wear in the valve and valve seat contact.** Wear 267, p. 797–806. 2009.

SOKOLOV, O. D.; MANNAPOVA, O. V.; KOSTRZHYTS'KYI, A. I.; OLIK, A. P. **Enhancement of the corrosion resistance of gray cast iron by ion nitriding.** Materials Science, Vol. 42, No. 6, 2006.

STEEN, M.W. **Laser Material Processing** .Third Edition, Springer-Verlag London Ltda. 2003.

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

TOSIC, M.M.; GLIGORIJEVI, R. **Plasma nitriding improvements of fatigue properties of nodular cast iron crankshafts**. Materials Science and Engineering, A 140, p. 469-473, 1991.

TUPY FUNDIÇÃO. **Tupy conquista novo cliente para fornecimento de blocos de motor em ferro vermicular**. Disponível em [www.tupy.com.br](http://www.tupy.com.br). Acesso em outubro, 2015.

VALE, J L.; CORTZ, M.; BERTOLINI, V. M. S.; SILVA, C. H.; PINTAUDE, G. **Comparison of scratch resistance of lamellar and compacted graphite irons used in cylinder liners**. The Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering, 2016.

VERHAEGHE, G. **The fiber laser: a newcomer for material welding and cutting**. Welding Journal, v.84, n.8, 2005, p.56-60.

WANG, N.; LIU, J. **Effect of Process Parameters on Gas Nitriding of Grey Cast Iron**. Advances in Materials Science and Engineering. Article ID217848, 6 pages. 2013.

WANG, X.; ZHANG, W.; GUO, B. **Investigation on the Thermal Crack Evolution and Oxidation Effect of Compacted Graphite Iron Under Thermal Shock**. Journal of Materials Engineering and Performance. Volume 24, 2015.

WOLLMANN, D.; VASCO, M. C.; NEVES, J. C. K. Plasma nitriding of quenched and tempered ductile cast iron without compound layer formation. Proceedings of International Conference: Icam 2009 – 11th International Conference on Advanced Materials 2009. SBPMat Brazil-MRS. Rio de Janeiro, Brasil, Setembro, 2009.

WRITZL, V.; BORGES, P. C.; PINTAÚDE, G. **Influência dos parâmetros da têmpera superficial a laser por diodo na dureza do aço ferramenta vd2**. In: CONEM : Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 2012, São Luis - Maranhão. CONEM 2012 VII Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 2012.

WRITZL, V.; BORGES, P. C.; PINTAUDE, G. **Influência dos parâmetros da têmpera superficial a laser por diodo na dureza do aço ferramenta VF800AT**. In:

COBEF, 2011, Caxias do Sul - RS. Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, 2011.

YAN, M.F.; WANGA, Y.X.; CHENA, X.T.; GUO, L.X., ZHANG; C.S., YOU, Y.; BAI, B.; CHENB, L.; LONGB, Z.; LIB, R.W. **Laser quenching of plasma nitrided 30CrMnSiA steel**. Materials and Design 58 , p. 154–160, 2014.

YAN, M.F.; WANGA, Y.X.; CHENA, X.T.; GUO, L.X.; ZHANG, C.S.; YOU, Y.; BAI, B.; CHENB, L.; LONGB, Z.; LIB, R.W. **Surface properties of low alloy steel treated by plasma nitrocarburizing prior to laser quenching process**. Optics & Laser Technology 67, p. 57–64, 2015.

YILBAS, B.S. **Laser Duplex Treatment of surfaces for improved properties**. Comprehensive Materials Processing. Vol.9. Elsevier. 2014.

ZHENG, C; LIU,Y.; WANG, H.; ZHU, H.; LIU, Z.; SHEN, Y. **Research on the effect of gas nitriding treatment on the wear resistance of ball seat used in multistage fracturing**. Materials and Design 70, p. 45–52, 2015.

XIE, Z.; ZENG, Q.; HUANG, H.; CAI, Z.; ZHAO, Y. **Laser quenching and ion sulphidizing complex surface treat technology for diesel engine cylinder**. Journal of Wuhan University of Technology\_Mater. Vol. 27, p. 115-119, 2012.