

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

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE COMPONENTES DE
FERRO SINTERIZADO NITRETADOS POR PLASMA EM
REATOR DE ESCALA INDUSTRIAL**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Cristiano Binder

Orientador: Prof. Aloísio Nelmo Klein, Dr. Ing.

Co-orientadores: Joel Louis Rene Muzart[†] Dr. Fis.

Henrique Cezar Pavanati, Dr. Eng.

Florianópolis, setembro de 2006

“Nada detém um homem que quer chegar lá.
Os obstáculos que surgem servem apenas para
aumentar sua capacidade de realização, e o tornam
mais forte para alcançar o que quer que seja.”

Eric Butterworth

Aos meus pais Flordoaldo e Liria,
Meus irmãos Roberto, Gilberto e Daglioberto,
Minha esposa Gisele,
E a toda minha família e amigos

Ao nosso grande professor e amigo insubstituível Joel Louis Rene Muzart,
Pelo aprendizado científico e humano,
Uma homenagem póstuma

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Aloísio Nelmo Klein, pela competente orientação e dedicação no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Professor José Daniel Biasoli de Mello, por suas fundamentais contribuições, que muito ajudaram no desenvolvimento do trabalho.

Ao Professor Joel Louis René Muzart, por suas fundamentais contribuições, que muito ajudaram no desenvolvimento do trabalho.

Ao doutor Henrique Cezar Pavanati, pela co-orientação neste trabalho.

Aos meus pais Flordoaldo Binder e Liria Terezinha Binder, que me deram a educação básica, fundamental para a formação de um cidadão de bom caráter, aos meus irmãos Roberto, Gilberto e Daglioberto, que acompanharam o meu desenvolvimento humano e aos meus demais parentes sempre presentes nas etapas de minha vida.

Aos membros da banca, professor José Daniel Biasoli de Mello, professor Hazim Ali Al-Qreshi e professora Ana Maria Maliska, pela colaboração e pelas contribuições feitas a este trabalho

Aos colegas e amigos do LabMat-PGMat que acompanharam esta minha longa jornada, companheiros de discussões e entretenimento: Davi, Cynthia, Roberto, Fabio José, Galiotto, Suzy, Jairo, Mafra, Deise, Moisés. Aos alunos, Leonardo Perin, Vagner Bendo, Felipe Gelain, André Teixeira, Nabil Hussein, Mateus Mantovani, pela amizade e pelo fundamental apoio aos experimentos realizados.

À empresa Whirlpool S.A. e à FINEP, pelo financiamento do projeto, que proporcionou a realização deste trabalho.

Em especial, a Gisele Hammes, por todo carinho, incentivo e auxílio na realização deste trabalho.

Ao povo brasileiro, que através da CAPES e CNPq forneceram o incentivo financeiro para a realização deste trabalho.

À Universidade Federal de Santa Catarina e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, instrumentos da minha formação acadêmica.

Às pessoas que, de alguma forma, me ajudaram e que, por um lapso de memória, cometi a injustiça de não agradecer nominalmente aqui.

A todos, muito obrigado.

SUMÁRIO

SUMÁRIO.....	vii
LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE TABELAS	xii
RESUMO	xiii
ABSTRACT	xv
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. MOTIVAÇÃO E OBJETIVO	4
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	6
3.1. Metalurgia do pó.....	6
3.1.1 Etapas do processo de fabricação de componentes sinterizados	7
3.2. plasma aplicado a materiais.....	9
3.2.1 Descargas elétricas	9
3.2.2 Descarga elétrica no regime anormal	10
3.3. Nitretação por plasma.....	11
3.3.1 Diagrama de Fases Fe-N.....	13
3.3.2 Mecanismo do Processo de Nitretação por Plasma.....	15
3.3.3 Endurecimento superficial.....	16
3.3.4 Mecanismos de endurecimento	16
3.3.5 Estrutura da Camada Nitretada.....	18
3.4. Tribologia	20
3.4.1 Tribologia de material sinterizado.....	20
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	25
4.1. Materiais	25
4.2. Tratamentos de nitretação por plasma.....	26
4.2.1 Tratamentos para avaliação da fase de nitreto mais adequada	27
4.2.2 Tratamentos para validação do equipamento – carga completa	27
4.3. Caracterização	28
4.3.1 Caracterização microestrutural.....	28
4.3.2 Análise das fases cristalinas por difratometria de raios X.....	29
4.3.3 Caracterização dimensional.....	29
4.3.4 Caracterização topográfica	29
4.3.5 Caracterização tribológica	30
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	36
5.1. COMPARAÇÃO DO DESEMPENHO DOS DOIS TIPOS DE NITRETOS.....	36
5.1.1 Análise microestrutural	36
5.1.2 Análise topográfica e tribológica.....	38
5.1.3 Ensaio de Deslizamento Alternado	42
5.1.4 Desgaste do contra corpo no ensaio de deslizamento alternado.....	50
5.1.5 Ensaio de Microabrasão	52
5.1.6 Conclusões parciais	57
5.2. Tratamentos para validação do equipamento – carga completa.....	58
5.2.1 Análise microestrutural.....	58

5.2.2	Análise dimensional	62
5.2.3	Análise topográfica e tribológica.....	64
5.3.	teste acelerado em compressor	69
6.	CONCLUSÕES	72
7.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	74
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	75

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1- Curva característica corrente-tensão dos regimes de descarga elétrica, (JONES, 1975).	9
Figura 3.2 - Distribuição de potencial elétrico (PAVANATI, 2005; modificado de CHAPMAN, 1980).	11
Figura 3.3 - Diagrama de equilíbrio Fe-N (METALS HANDBOOK, 1973; JACK e JACK, 1973).	13
Figura 3.4 – Formação e cinética de crescimento da camada nitretada (EDENHOFER, 1974).	15
Figura 3.5 - Desgaste (após 60 minutos) em função da carga: (1) ferro sinterizado, ambiente: ar; (2) ferro sinterizado, ambiente: nitrogênio; (3) ferro sinterizado, ambiente: nitrogênio com partículas de Fe_2O_3 ; (4) ferro sinterizado, ambiente: nitrogênio com partículas de Fe_3O_4 ; (5) ferro sinterizado e oxidado a vapor, ambiente: nitrogênio (AMSALLEN et al., 1973).	21
Figura 3.6 - Representação esquemática do processo em que detritos de desgaste são formados na aresta de um poro aberto. (a) uma asperidade deslizando sobre um poro idealizado contendo detritos alojados em seu interior; (b) Uma saliência é formada na aresta do poro; (c) em repetidos percursos da asperidade resultam em uma extensão da saliência, e após uma trinca é nucleada e o detrito pode ser alojado dentro do poro (LIM; BRUNTON, 1986).	23
Figura 4.1 – Amostras industriais utilizadas no presente trabalho.	25
Figura 4.2 – (a) Reator de nitretação por plasma a nível industrial; (b) montagem parcial da carga a ser tratada.	26
Figura 4.3 - Esquema de distribuição da carga de peças no equipamento; (a) regiões em que foram retiradas peças para análise no sentido longitudinal da carga, ou seja, entre bandejas do suporte; (b) regiões em que foram retiradas peças para análise no sentido radial da carga, ou seja, na bandeja do suporte.	27
Figura 4.4 - Interferômetro a laser utilizado para a caracterização topográfica.	30
Figura 4.5 - Corpos de prova para ensaios de desgaste por deslizamento. a- Após corte. b- Montagem para os ensaios.	31
Figura 4.6 - Tribômetro utilizado nos ensaios tribológicos de deslizamento: (a) equipamento; (b) esquema do ponto de contato.	32
Figura 4.7 - Ensaio de desgaste micro-abrasivo. (a) amostras ensaiadas, (b) princípio de funcionamento. (c) Principais componentes do equipamento Calowear [®] . (d) Formação da calota esférica.	34
Figura 5.1 – Micrografia da camada nitretada da amostra TN-G. (a) seção transversal preparada metalograficamente; (b) espectro de raios x da camada nitretada.	36
Figura 5.2 – Micrografia da camada nitretada da amostra TN-E. (a) seção transversal preparada metalograficamente; (b) espectro de raios x da camada nitretada.	37
Figura 5.3 – Perfis de microdureza das amostras nitretadas.	37
Figura 5.4– Topografia da superfície original; (a) via MEV; (b) por interferometria a laser.	38

Figura 5.5 - Topografia da superfície nitretada da amostra TN-G; (a) via MEV; (b) por interferometria a laser.....	39
Figura 5.6 - Topografia da superfície nitretada da amostra TN-E; (a) via MEV; (b) por interferometria a laser.....	39
Figura 5.7 – Parâmetros estatísticos que caracterizam a superfície nitretada nas condições TN-G e TN-E.....	40
Figura 5.8 – Figura esquemática mostrando a curva de Abbot-Firestone referente a fração de apoio.	41
Figura 5.9 – Distribuição estatística de uma superfície.....	41
Figura 5.10 – Parâmetros estatísticos que caracterizam a superfície nitretada nas condições TN-G e TN-E.....	42
Figura 5.11 – Coeficiente de atrito e potencial de contato da amostra TN-G.....	43
Figura 5.12 – Coeficiente de atrito e potencial de contato da amostra TN-E.....	43
Figura 5.13 – Coeficiente de atrito e potencial de contato médio das amostra TN-G e TN-E.....	44
Figura 5.14 – Imagens das marcas típicas de desgaste das amostras (a) TN-G e (b) TN-E obtidas por interferometria a laser.....	45
Figura 5.15 – Volume desgastado médio das amostras TN-G e TN-E.....	45
Figura 5.16 – Caminho morfológico das amostra TN-G e TN-E.....	46
Figura 5.17 - Topografia via microscopia eletrônica de varredura da região desgastada.....	46
Figura 5.18 - Aspecto da marca de desgaste após ensaios tribológicos em diferentes aumentos, obtidos via microscopia eletrônica. (a) amostra TN-G e (b) amostra TN-E.....	47
Figura 5.19 - Interações físicas entre partículas abrasivas e a superfície do material (ZUM GAHR, 1987).	48
Figura 5.20 – Imagem em detalhe do marca de desgaste (a) e espectro da microsonda EDS (b) do ensaio com a amostra TN-G.....	49
Figura 5.21 – Imagem em detalhe do marca de desgaste (a) e espectros da microsonda EDX (b) do ensaio com a amostra TN-E.....	49
Figura 5.22 – Imagem do contra corpo desgastado (a) e em detalhe (b) do ensaio com a amostra TN-G.....	50
Figura 5.23 – Imagem do contra corpo desgastado (a) e em detalhe (b) do ensaio com a amostra TN-E.....	50
Figura 5.24 – Volume desgastado do contra corpo das amostras TN-G e TN-E.....	51
Figura 5.25 – Imagem em detalhe do contra corpo desgastado (a) e espectro da microsonda EDX (b) do ensaio com a amostra TN-G.....	51
Figura 5.26 – Imagem em detalhe do contra corpo desgastado (a) e espectro da microsonda EDX (b) do ensaio com a amostra TN-E.....	52
Figura 5.27 – Interferometria a laser de uma calota esférica formada por microabrasão: (a) imagem em 3D; (b) detalhe do perfil A-A. Amostra TN-G. Abrasivo: SiC. Tempo de teste: 360s.....	52
Figura 5.28 - Perfil de rugosidade da calota esférica superposta de um arco de circunferência.....	53
Figura 5.29 – Evolução do coeficiente de desgaste abrasivo em função do tempo para as amostras TN-G e TN-E.....	54
Figura 5.30 – Valores médios do coeficiente de desgaste micro-abrasivo para as amostras TN-G e TN-E.....	54
Figura 5.31 – Evolução da profundidade da marca de desgaste com o tempo de duração do ensaio para as amostras TN-G e TN-E.....	55

Figura 5.32 – Efeito do tempo de ensaio no coeficiente de desgaste micro-abrasivo para as amostras TN-G e TN-E.	55
Figura 5.33 – Evolução do coeficiente de desgaste com o tempo de duração do ensaio para as amostras TN-G e TN-E.	56
Figura 5.34 - Aspecto da marca de desgaste após ensaios tribológicos de microabrasão obtidos via microscopia eletrônica. (a) amostra TN-G e (b) amostra TN-E.	56
Figura 5.35 – Espectro de microsonda característicos da calota de desgaste formada.	57
Figura 5.36 - Esquema de distribuição da carga de peças no equipamento; (a) regiões em que foram retiradas peças para análise no sentido longitudinal da carga, ou seja, entre bandejas do suporte; (b) regiões em que foram retiradas peças para análise no sentido radial da carga, ou seja, na bandeja do suporte.	58
Figura 5.37 - Regiões da peça em que foi determinada a espessura da camada branca.	59
Figura 5.38 - Micrografia da camada branca nas 3 diferentes regiões de análise da peça.	60
Figura 5.39 - Valor médio da espessura da camada branca dos 3 ciclos de nitretação com carga completa (5.000 peças)	61
Figura 5.40 - Espectro de raio-X típico das amostras nitretadas durante os experimentos de carga completa.	62
Figura 5.41 - Regiões da peça em que foram determinados o diâmetro e as circularidades para montagem da cilindridade.	63
Figura 5.42 - Medidas de circularidade (de 1 a 5) e da cilindridade (6) de uma das peças analisadas.	63
Figura 5.43- Efeito do equipamento de processamento na rugosidade quadrática média das superfícies.	65
Figura 5.44 - Efeito da rota de fabricação no coeficiente de atrito e potencial elétrico do contato.	66
Figura 5.45 - Efeito da rota de fabricação no coeficiente de atrito e potencial elétrico do contato.	67
Figura 5.46 - Efeito da rota de fabricação no coeficiente de atrito e potencial elétrico do contato.	67
Figura 5.47 - Valores médios do coeficiente de desgaste das peças nitretadas nos dois equipamentos.	68
Figura 5.48 – Marca de desgaste de uma peça que apresentou desgaste do tipo PO (a) e um detalhe apresentando trinca na camada de nitreto (b).	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Fases do sistema Fe-N abaixo da temperatura eutetóide (JACK e LIGHTFOOT, 1973)	14
Tabela 4.1 – Condições de tratamento para obtenção das duas camadas com fases diferentes.	27
Tabela 5.1 – Espessura das camadas nitretadas.....	37
Tabela 5.2 – Espessura da camada branca e gradiente térmico encontrado ao longo da carga 1 de 5.000 peças.....	59
Tabela 5.3 – Espessura da camada branca e gradiente térmico encontrado ao longo da carga 2 de 5.000 peças.....	60
Tabela 5.4 – Espessura da camada branca e gradiente térmico encontrado ao longo da carga 3 de 5.000 peças.....	60
Tabela 5.5 – Fase de nitreto da camada branca e gradiente térmico encontrado ao longo das 3 cargas de 5.000 peças/cada.....	61
Tabela 5.6 - Variação do diâmetro das peças nitretadas no ciclo 1.....	64
Tabela 5.7 - Variação da circularidade das peças nitretadas no ciclo 1.	64
Tabela 5.8 - Espessuras das camadas no olhal e haste das bielas nitretadas no equipamento UFSC e no fornecedor industrial.	68
Tabela 5.9 - padrão de desgaste para a biela.	69
Tabela 5.10- Ensaio on-off com 250.000 ciclos das amostras UFSC e Industriais.....	70
Tabela 5.11 - Ensaio de teste de vida com duração de 2.000 horas das amostras UFSC e Industriais.	70

RESUMO

Neste trabalho foi inicialmente caracterizado e avaliado o desempenho tribológico de duas fases distintas de nitreto de ferro (fases ϵ e γ'), utilizando componentes industriais fabricados em ferro puro sinterizado. A nitretação foi realizada em reator a plasma de escala industrial projetado e construído no LabMat/UFSC. Foram realizadas caracterizações microestruturais, através de microscopia ótica e análise de fases por difração de raios X, topográficas através de interferômetro a laser e tribológicas através de ensaio de deslizamento alternado a seco e microabrasão utilizando SiC como abrasivo. Durante os ensaios de desgaste por deslizamento alternado foram monitorados o coeficiente de atrito e o potencial de contato. O desgaste das peças foi determinado através de perda volumétrica da marca de desgaste pelo uso dos dados de topografia fornecidos por um interferômetro a laser. Também foi avaliado o desgaste do contra-corpo. Os mecanismos de desgaste dos ensaios de deslizamento alternado e microabrasão foram avaliados via microscopia eletrônica de varredura. Após a avaliação da fase de nitreto de melhor desempenho tribológico para este sistema, foram realizados três ciclos de nitretação com carga completa (5.000 peças/ciclo) para certificação do reator. Com o objetivo de verificar possíveis variações nas peças tratadas ao longo da carga, foram analisadas peças de doze regiões diferentes pré-definidas da carga. As análises realizadas foram microestruturais, espessura de camada e fase de nitreto e dimensionais, diâmetro e circularidade das peças. Após a verificação da homogeneidade do tratamento de nitretação ao longo da carga e entre ciclos foram realizadas análises topográficas e tribológicas (ensaios de deslizamento alternado e microabrasão) por amostragem comparando os resultados com peças nitretadas em equipamento comercial importado. Em uma última etapa, peças foram montadas em compressores para testes acelerados e novamente comparadas às peças nitretadas em equipamento comercial importado. Em relação ao desempenho tribológico, a camada de fase ϵ possui uma resistência ao desgaste, para o ensaio de deslizamento alternado, cerca de 2,5 vezes maior em relação a camada de fase γ' . As peças nitretadas no

equipamento LabMat/UFSC apresentaram desempenho levemente superior quando comparadas com as peças nitretadas em equipamento comercial importado. O ensaio de deslizamento alternado mostrou-se eficiente para reproduzir o mecanismo de desgaste das peças apresentando resultados similares aos ensaios acelerados em compressores.

ABSTRACT

Initially, in this work it was characterized and evaluated the tribological behavior of two distinct phases of iron nitride (ϵ and γ') using industrial parts of sintered unalloyed iron. Nitriding was carried out in an industrial scale plasma reactor, designed and constructed in the LabMat/UFSC. Microstructural characterization was carried out through optical microscopy, phase analysis by X-ray diffraction, topographical analysis using laser interferometer and tribological tests through dry reciprocating and microabrasion with SiC abrasive. During the reciprocating tests, the friction coefficient and the contact potential had been monitored. The wear of the parts was determined through volumetric loss of the wear mark, using data of topography supplied by the laser interferometer. The wear of the counter-body was also evaluated. The wear mechanisms of the tribological tests were evaluated using scanning electron microscopy. After the evaluation of the nitride phases of better tribological performance for this system, were carried out three cycles of nitriding with all capacity (5.000 parts/cycle) for certification of the reactor. With the objective to verify possible variations in the treatment throughout the load, parts of twelve pre-defined different regions of the load had been analyzed. The carried out analysis were microstructural (layer thickness and nitride phases) and dimensional (diameter and circularity). After verifying the homogeneity of the nitriding treatment throughout the load and between cycles, topographical and tribological analysis (reciprocating tests and microabrasion) for sampling were carried out and the results were compared with parts nitrided in imported commercial equipment. In a last stage, parts were assembled in compressors for accelerated tests and compared again with the parts nitrided in imported commercial equipment. In relation to the tribological performance, the layer of ϵ phase has wear resistance higher than the layer of γ' phase (about 2,5 times). The parts nitrided in the LabMat/UFSC equipment had presented a slightly superior performance when compared with the parts nitrided in imported commercial equipment. The reciprocating

tests revealed efficient to reproduce the wear mechanism of the parts, presenting similar results to the accelerated tests in compressors.

1. INTRODUÇÃO

As pesquisas envolvendo a tecnologia de plasma apresentam especial destaque no desenvolvimento e aprimoramento das propriedades dos materiais empregados em componentes mecânicos, principalmente no que se refere ao seu uso nas técnicas de processamento por metalurgia do pó e nos materiais sinterizados. A utilização de descargas elétricas em regime anormal em atmosfera controlada no processamento de materiais tem demonstrado a viabilidade do emprego desta forma de plasma de baixo grau de ionização na obtenção e no beneficiamento de componentes metálicos. Processos tais como nitretação, sinterização, cementação, redução de óxidos e extração de ligantes são alguns exemplos conhecidos do potencial de aplicação desta tecnologia.

Muitos produtos obtidos por metalurgia do pó apresentam limitações técnicas decorrentes do seu processo de fabricação. A utilização da tecnologia de plasma permite o desenvolvimento de novas soluções e, conseqüentemente, superação destas limitações técnicas, ampliando o campo de aplicação de componentes sinterizados de forma econômica. O processo de fabricação via metalurgia do pó apresenta uma seqüência de etapas principais: mistura dos pós com lubrificante sólido, compactação, remoção do lubrificante, sinterização, calibração e tratamento térmico e/ou termoquímico (quando necessário). A redução do tempo despendido em parte destas etapas pode ser um fator decisivo para a viabilidade econômica do processo. Dessa forma, agregar etapas distintas em um único equipamento (por exemplo, remover lubrificante e sinterizar em um mesmo forno) pode resultar em diminuição de custos de processamento. A aplicação da tecnologia de plasma à metalurgia do pó, por suas características singulares, possui elevado potencial para reunir etapas distintas como limpeza, extração de lubrificantes, sinterização e tratamento termoquímico (nitretação ou cementação, por exemplo) em um único equipamento. Tal procedimento pode resultar em menor consumo de energia, de insumos e menores gastos com mão de obra.

As aplicações de plasma citadas correspondem a algumas linhas de pesquisa do Laboratório de Materiais/EMC/UFSC (LabMat). Diversos estudos sobre os temas

relacionados levaram a um acúmulo de experiência em aplicações tecnológicas de plasma, abrindo assim, a possibilidade de maior sucesso em âmbito industrial. Como parte de uma estratégia de longo prazo para se chegar ao domínio das tecnologias citadas em caráter industrial, um reator de nitretação por plasma em escala industrial foi projetado e construído no Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC. Cabe salientar que este é o primeiro reator de nitretação a nível industrial projetado e construído no Brasil. Porém, apenas o projeto e a construção do equipamento não asseguram domínio tecnológico, sendo necessário também o entendimento e controle do processo, além da análise econômica do mesmo. Admite-se que o domínio da tecnologia seja adquirido somente quando estas etapas forem cumpridas.

O trabalho desenvolvido visa a realização de um estudo no qual se obtenha a validação do reator industrial de nitretação por plasma construído e instalado nas dependências do Laboratório de Materiais da UFSC, com a finalidade de avaliar e certificar o processo e o produto tratado por este equipamento.

Nesta dissertação estão descritos os materiais e os procedimentos utilizados, além dos ensaios realizados, os resultados obtidos, as discussões e as conclusões deste trabalho, além de sugestões para a sua continuação.

No capítulo 2, é apresentada uma revisão bibliográfica sobre o processo de metalurgia do pó, fundamentos básicos sobre plasma, nitretação de componentes ferrosos por plasma, bem como propriedades microestruturais, topográficas e tribológicas aplicado a materiais sinterizados e nitretados.

No capítulo 3, são apresentados os procedimentos experimentais para a realização do trabalho, tanto para a comparação das duas fases de nitretos quanto para os ensaios com carga completa. Os, parâmetros de tratamentos dos componentes sinterizados, bem como procedimentos de caracterização microestrutural, dimensional, topográfica e tribológica são também descritos neste capítulo.

No capítulo 4 apresentam-se os resultados obtidos juntamente com a sua discussão. Em função da seqüência de realização da pesquisa, este capítulo foi dividido em duas partes: uma com os resultados e discussões referentes à comparação dos dois tipos de fase de nitreto de ferro e outra de caracterização da carga completa no reator industrial com comparação com amostras industrializadas (utilizando equipamento importado). Além disto, é apresentado uma análise econômica do processo de nitretação a plasma utilizando o equipamento industrial desenvolvido no LabMat.

Nos capítulos 5, 6 e 7 são apresentadas as conclusões, sugestões para trabalhos futuros e referências bibliográficas, respectivamente.

2. MOTIVAÇÃO E OBJETIVO

A nitretação por plasma é uma técnica de endurecimento superficial muito difundida na Europa e EUA utilizada por grandes companhias como a Rolls Royce, Pilkington, Volkswagen, Peugeot, Citroën e Renault, através de seus fornecedores. No entanto, esta técnica está ainda em processo de ascensão no Brasil, sendo o principal empecilho para sua difusão o alto custo dos equipamentos importados e a total dependência da tecnologia estrangeira. Porém, apenas o projeto e a construção do equipamento não assegurarão o domínio tecnológico, sendo necessário também o entendimento e controle do processo. Admite-se que o domínio da tecnologia seja adquirido somente quando estas etapas forem cumpridas.

Uma das linhas de pesquisa da equipe de pesquisa do Laboratório de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina (LabMat/UFSC) desde a sua criação em 1988 tem como objetivos tanto tratamentos termoquímicos quanto extração de ligantes e sinterização assistida por plasma. A partir de 1992 após a aprovação, pelo Labmat, do projeto FINEP / PADCT (convênio nº 54.91.0351.00) intitulado “Desenvolvimento de Aços Sinterizados Nitretados por Plasma”, passou-se estudar o processo de nitretação por plasma de componentes de ferro e aço sinterizado. Este projeto teve como principais objetivos:

a) Integração dos laboratórios de plasma e de metalurgia do pó da UFSC; b) Desenvolvimento de reator para a nitretação por plasma de peças (em foco peças produzidas por metalurgia do pó) e de rotas de nitretação por plasma; c) Estudar a influência de elementos de liga sobre o resultado da nitretação de aços sinterizados; d) Estudo do comportamento mecânico e da resistência à corrosão de aços sinterizados nitretados por plasma;

A partir de 2003, com recursos de um novo projeto FINEP (financiado em parceria com a Empresa Brasileira de Compressores - EMBRACO), intitulado “Desenvolvimento de componentes de elevado desempenho para compressores herméticos utilizando tecnologia de plasma” (Convênio FINEP No. 01.02.0149-00),

passou-se a construir um reator de nitretação por plasma tamanho escala industrial e a praticar o processo também em escalas piloto e semi-industrial. Com isto, resta a execução da etapa final do desenvolvimento, a avaliação do material nitretado e a validação do equipamento, para fechamento do ciclo de domínio da tecnologia.

O objetivo principal do presente trabalho experimental de mestrado é a avaliação do desempenho tribológico de ferro sinterizado nitretado por plasma visando a validação do reator de nitretação tamanho industrial projetado e construído pela equipe do LabMat. Para isto o trabalho foi dividido em duas etapas distintas:

a) utilizando componentes industriais fabricados em ferro puro por metalurgia do pó, foram nitretados dois lotes distintos de peças. O primeiro obtendo-se camada branca de nitreto com fase epsilon ou ϵ (Fe_{2-3}N) e o segundo predomínio de camada branca de nitreto de fase gama linha ou γ' (Fe_4N). Após o tratamento de nitretação dos componentes foi feita sua caracterização microestrutural (espessura de camada e fase de nitreto), topográfica (rugosidade, coeficiente de simetria e achatamento e porcentagem de área efetiva de apoio) e tribológica (coeficiente de atrito e taxa de desgaste). Com isto, podemos escolher qual o tipo de camada mais adequada para o tratamento dos componentes industriais.

b) após a escolha da camada mais adequada para o componente definido para validação do equipamento, foram realizados ciclos com carga completa no equipamento (5.000 peças por ciclo) para verificar tolerâncias e variações de especificação de projeto do componente ao longo da carga. Para isto, foram realizadas as seguintes análises: dimensional dos componentes antes e depois do tratamento, microestrutura (espessura de camada e fase de nitreto), topografia de superfície antes e após o ensaio de desgaste (rugosidade, coeficiente de assimetria e achatamento, porcentagem de área efetiva de apoio) e tribologia (ensaios de deslizamento alternado e micro-abrasão).

Como etapa final, todos os resultados foram comparados com peças tratadas com equipamentos importados e instalados no Brasil, para se verificar o potencial do equipamento nacional. Foram realizados também testes reais em compressores com as peças tratadas nos dois equipamentos.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. METALURGIA DO PÓ

Segundo Kasouf et al. (2002), além da indústria de automóveis, que abrange 70,0% das aplicações da M/P, existem outros campos de aplicação que a utilizam, como por exemplo, para a fabricação de ferramentas e equipamentos esportivos (16,0%), aparelhos domésticos (3,2%), “hardware” (1,3%), equipamentos industriais (3,2%), materiais para escritório (1,3%) e outros (5,0%).

Tradicionalmente, o processo de metalurgia do pó é desenvolvido em quatro etapas básicas, que são: produção dos pós, mistura de pós e aditivos, compactação/moldagem (conformação/obtenção da forma) e sinterização (THÜMMLER; OBERACKER, 1993). A microestrutura obtida no material depende de todas estas etapas. Na etapa de compactação ou moldagem é estabelecida a geometria do componente quando da produção de peças. Na etapa de sinterização estabelece-se a microestrutura e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas. Estas, além de dependerem da composição da liga (elementos de liga presentes) dependem dos parâmetros de processamento como: tipo e tamanho do pó de ferro utilizado, pressão de compactação, temperatura e tempo de sinterização e atmosfera utilizada. Na metalurgia do pó ferrosa os elementos de liga mais utilizados na produção industrial são: Cu, Ni, C, P e Mo (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

A metalurgia do pó ferrosa tem como principais vantagens (METALS HANDBOOK, VOL. 7):

- Perda mínima de matéria-prima;
- Fácil controle da composição química do material;
- Temperatura de sinterização baixa se comparada com a fundição;
- Obtenção de componentes acabados com estreitas tolerâncias dimensionais;
- Versatilidade: diferentes peças podem ser fabricadas com o mesmo equipamento, trocando-se apenas o ferramental de compactação;

- Processo produtivo de fácil automação;
- Uso mais eficiente de matérias-primas e de energia;
- Processo mais econômico para a produção de peças em grandes séries.

Os avanços tecnológicos ocorridos nos processos de produção de pós, levando a pós de elevada qualidade e o aperfeiçoamento das técnicas de compactação e sinterização alcançado nas últimas três décadas, resultaram na obtenção de componentes com desempenho cada vez maior. Adicionalmente, a necessidade de diminuir custos de fabricação, bem como, o crescimento da demanda por peças vem promovendo um contínuo crescimento da metalurgia do pó.

3.1.1 Etapas do processo de fabricação de componentes sinterizados

As etapas básicas do processo de obtenção de componentes sinterizados são as seguintes:

a) Obtenção dos pós

Existem vários processos desenvolvidos para a obtenção de pós metálicos, que podem ser agrupados em processos mecânicos, físicos, químicos ou eletrolíticos. No entanto, a escolha do processo mais adequado depende fundamentalmente do conjunto de propriedades mecânicas, físicas e químicas de cada material (KLEIN, 2002). As tecnologias mais utilizadas para a fabricação de pó de ferro são: atomização de metal líquido, redução de óxido de ferro no estado sólido através de C e H₂ ou a combinação desses dois métodos (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

b) Mistura dos pós

Nesta etapa são adicionados os elementos de liga e também um lubrificante sólido, que tem como função diminuir o atrito das partículas com a parede da matriz e das partículas entre si, durante a compactação. Além disso, o lubrificante possui também a função de diminuir a carga de extração, uma vez que o compactado verde possui resistência muito baixa, o que o torna susceptível ao trincamento quando a

extração é dificultada. O lubrificante é removido por volatilização durante uma etapa anterior a de sinterização (LENEL,1980; THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

c) Compactação

Na compactação ocorre a densificação da massa de pó e se obtém o componente na geometria desejada. A densidade a verde alcançada depende da pressão de compactação e da ductilidade dos pós utilizados. Para pós dúcteis a compactação é principal etapa de densificação no processamento por metalurgia do pó.

Existem várias técnicas de conformação de pós, dentre as quais: compactação uniaxial em matrizes, compactação isostática, injeção de pós, laminação de pós e extrusão de pós. No caso da metalurgia do pó ferrosa, a técnica mais utilizada é a compactação uniaxial em matriz, devido a sua facilidade de automação, alta produtividade e baixo custo. Esta é normalmente realizada a frio por meio de um sistema matriz-punções, onde a carga é aplicada de forma uniaxial com efeito duplo (matriz flutuante) (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

d) Sinterização

Nesta etapa do processo, o compactado verde adquire as propriedades mecânicas características do componente sinterizado, fortemente influenciadas pela porosidade residual, inerente aos produtos obtidos por metalurgia do pó.

Segundo Thümmler e Oberacker (1993, p. 181) "...a sinterização é entendida como sendo o transporte de matéria, ativado termicamente, em uma massa de pós ou um compactado poroso, resultando na diminuição da superfície específica livre pelo crescimento de contatos entre as partículas, redução do volume e alteração da geometria dos poros".

Na metalurgia do pó ferrosa são adotadas como condições usuais para a sinterização temperatura entre 1100 e 1300°C, tempos entre 30 e 60 minutos e atmosferas contendo hidrogênio, nitrogênio, e/ou monóxido de carbono (KLEIN, 2002).

Outras operações complementares, como a calibração, podem ser necessárias, em função das características do pó e do material em questão, bem como de sua aplicação.

3.2. PLASMA APLICADO A MATERIAIS

O conceito de plasma frio segundo Chapman (1980) é a de um gás parcialmente ionizado consistindo de um número equivalente de cargas positivas e negativas, e de um diferente número de átomos ou moléculas neutras não ionizadas. Estes plasmas possuem um grau de ionização em torno de 10^{-4} a 10^{-5} , isto é, 1 íon para cerca de 10 a 100 mil átomos ou moléculas neutras.

3.2.1 Descargas elétricas

As descargas elétricas podem ser obtidas, dentre outras maneiras, através da aplicação de uma diferença de potencial entre dois eletrodos num meio contendo gás sob baixa pressão, produzindo com isto a sua ionização. Estas descargas comportam-se diferentemente em função dos parâmetros do processo, podendo ser classificadas nos regimes (CHAPMAN, 1980; JONES, 1975) conforme esquematizados na Figura 3.1.

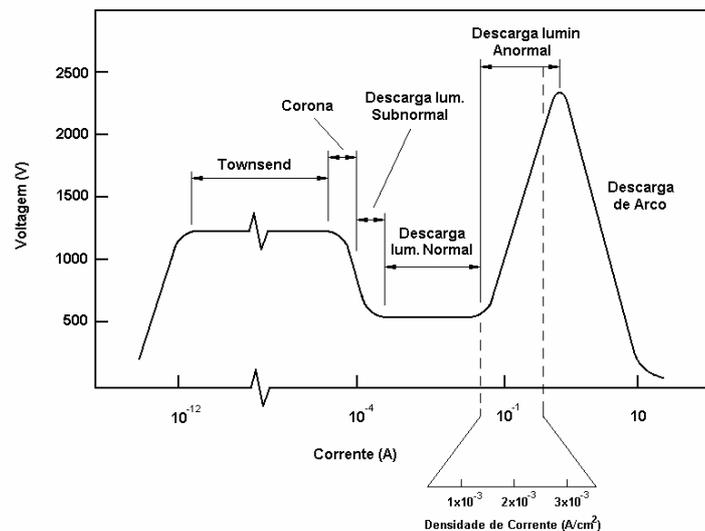


Figura 3.1- Curva característica corrente-tensão dos regimes de descarga elétrica, (JONES, 1975).

Descrição dos diferentes tipos de descargas:

- ✓ Descargas de Townsend, Corona e Subnormal: processamento em correntes muito baixas sendo geralmente utilizadas para tratamento de produtos de indústrias têxteis, em sementes, entre outras;

- ✓ Descarga Luminescente Normal: caracterizada pelo aumento da corrente em tensão constante. Esta descarga possui a característica de não envolver totalmente o cátodo, sendo que este fato na maioria dos casos, inviabiliza processamentos de materiais devido a não uniformidade do plasma;
- ✓ Descarga Luminescente Anormal: nesta descarga a corrente é elevada em proporcionalidade em relação à tensão. Sua principal característica é o envolvimento uniforme pelo plasma em todo o cátodo, possibilitando com isto um tratamento homogêneo de materiais;
- ✓ Descarga de Arco: neste regime a corrente possui comportamento inverso da tensão, ou seja, à medida que se reduz a tensão a corrente tende a valores cada vez maiores, provocando um grande aquecimento;

3.2.2 Descarga elétrica no regime anormal

Uma forma de plasma frio, ou pouco ionizado, denominado descarga elétrica luminescente em regime anormal, permite a aplicação de energia sobre a superfície de materiais promovendo o seu aquecimento em um arranjo cátodo-ânodo sob baixa pressão e atmosfera controlada. Quando uma tensão negativa, da ordem de -500 V é aplicada ao cátodo, a distribuição de potencial elétrico entre os eletrodos assume a configuração da Figura 3.2, onde a queda de potencial se concentra nas proximidades do cátodo, dando origem a um acentuado campo elétrico, em uma região denominada bainha catódica. Nas pressões típicas de trabalho, íons fortemente acelerados neste campo dão origem a um fluxo contínuo de partículas, neutras e ionizadas, que impactam contra o cátodo com alta energia promovendo aquecimento e reações no mesmo. Destes impactos, entre outros fenômenos, resultam elétrons ejetados que, por sua carga negativa, são repelidos pelo campo elétrico e acelerados ao encontro de átomos ou moléculas neutras do gás, produzindo novos fenômenos de ionização que auxiliam na manutenção da descarga. Além disso, são também responsáveis pelos fenômenos de excitação/relaxação que conferem luminescência ao plasma (JONES, 1975).

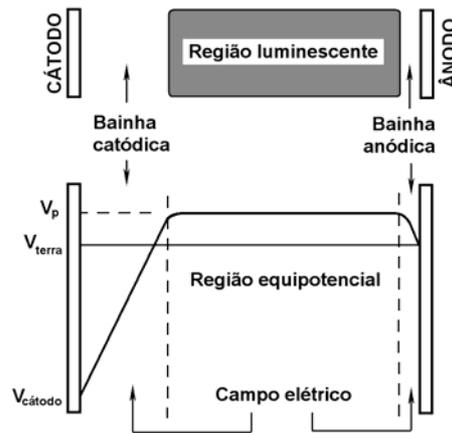


Figura 3.2 - Distribuição de potencial elétrico (PAVANATI, 2005; modificado de CHAPMAN, 1980).

A câmara do vácuo é convenientemente preenchida com gases que, por suas propriedades físicas, facilitam o aquecimento (como o argônio) e auxiliam nos processos de limpeza e redução de óxidos (como o hidrogênio). Espécies que se formam no campo elétrico próximo ao cátodo proporcionam um ambiente muito reativo, com uma eficiência superior na produção das reações desejadas se comparado a outras onde, mantidas as demais condições, estejam presentes os mesmos elementos químicos na atmosfera em seus estados fundamentais.

Um problema relacionado com esta tecnologia é a eventual entrada da descarga em regime de arco. A utilização de alimentação com tensão contínua pulsada e cuidados especiais com a arquitetura interior do sistema são as medidas frequentemente tomadas para a minimização deste fenômeno indesejável.

3.3. NITRETAÇÃO POR PLASMA

A nitretação é um processo de endurecimento superficial de aços e ligas metálicas através da incorporação de átomos de nitrogênio no material submetido ao tratamento. Existem três tipos de processos de nitretação de peças utilizados industrialmente: a nitretação líquida com sais fundidos, a gasosa com amônia e a que utiliza plasma contendo nitrogênio como meio nitretante.

O processo conhecido como nitretação iônica, nitretação em descarga luminosa ou nitretação por plasma, foi patenteado em 1931 por J.J. Egan nos EUA e em 1932 por Berghaus na Alemanha, mas somente em 1960 teve início o seu uso comercial. Pesquisas indicam que as empresas americanas que foram pioneiras na nitretação iônica

há 8 ou 10 anos atrás, já possuem atualmente em suas instalações entre 10 e 20 unidades de nitretação iônica em cada planta. A adaptação do processo por grandes companhias automotivas indica que esse é um dos principais processos de endurecimento de superfícies da atualidade. Companhias como a Rolls Royce, Pilkington e Volkswagen, Peugeot, Citroën e Renault, através de seus fornecedores, utilizam este processo para tratamento de suas peças. No Brasil, a técnica ainda não é muito conhecida no meio empresarial como também entre metalurgistas engenheiros de materiais, tornando sua divulgação restrita em maior parte a pesquisas e desenvolvimentos em universidades, sendo que este quadro está sendo melhorado cada vez mais.

A nitretação via plasma apresenta uma série de vantagens com relação aos processos de nitretação líquida e gasosa, sendo as mais importantes:

- Redução no tempo de tratamento;
- Ausência de resíduos poluentes;
- Menores consumos de gás e energia;
- Facilidade de controle das variáveis do processo;
- Menor risco de alteração dimensional da peça;
- Em componentes sinterizados, que possuem poros residuais como consequência do seu processo de fabricação, os processos convencionais de nitretação não se apresentam adequados. No caso da nitretação líquida, ocorre retenção de sais nos poros que na maioria das vezes são altamente indesejáveis, principalmente pelo fato de serem exsudados durante o uso do componente, acarretando desgaste abrasivo. Já na nitretação gasosa ocorre a formação de precipitados de nitretos de ferro nos contornos dos poros (ao longo dos poros comunicantes) com consequente fragilização do componente. Tanto a retenção de resíduos como a formação de camada composta na superfície interna dos poros não é observada na nitretação por plasma, o que torna este processo o mais adequado para a nitretação de ferro ou aço sinterizado.

O processo de nitretação por plasma consiste em submeter a peça a uma descarga elétrica, numa mistura de gases contendo nitrogênio, a baixa pressão, de modo que o cátodo da descarga seja a própria peça a ser tratada. Com a descarga, elétrons são acelerados formando uma série de espécies químicas, principalmente íons de nitrogênio, que possuem energia suficiente para produzir a ativação e a nitretação da superfície da

peça. Os nitretos formados nas camadas superficiais e sub-superficiais modificam as propriedades químicas, mecânicas e tribológicas.

Os elementos de liga presentes nos aços contribuem consideravelmente na modificação das propriedades obtidas após o tratamento de nitretação. Os elementos que apresentam maior influência na formação da camada nitretada são aqueles com maior afinidade química com o nitrogênio, tais como Al, Ti, Cr, Mo, Si, Mn e V.

3.3.1 Diagrama de Fases Fe-N

A importância prática dos diagramas de equilíbrio Fe-N e Fe-N-C é a compreensão das transformações de fase que ocorrem nas superfícies dos aços durante o processo de nitretação na medida em que se altera o teor de nitrogênio e carbono na mesma, conforme mostra o diagrama de equilíbrio Fe-N da Figura 3.3 (METALS HANDBOOK, 1973; JACK e JACK, 1973).

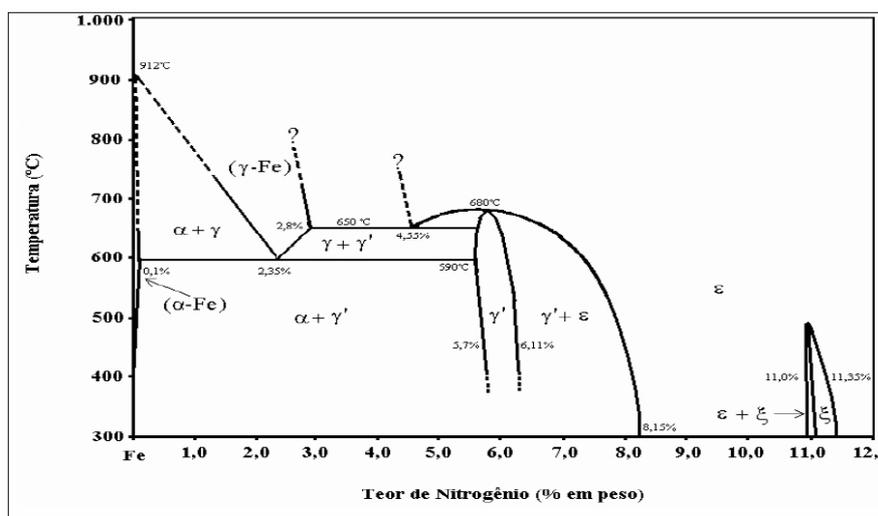


Figura 3.3 - Diagrama de equilíbrio Fe-N (METALS HANDBOOK, 1973; JACK e JACK, 1973).

Descrição das principais fases presentes no diagrama de equilíbrio Fe-N:

- ✓ **Fase Fe- α** (Cúbica de Corpo Centrado): solução sólida contendo pouco nitrogênio com um limite máximo de solubilidade de 0,10% em peso a 590°C. Com a redução da temperatura para 100°C, a solubilidade reduz para

aproximadamente 0,001% em peso (METALS HANDBOOK, 1973; HANSEN, 1958);

- ✓ **Fase Fe- γ** (Cúbica de Face Centrada): solução sólida estável acima de 590°C, com um limite máximo de solubilidade de 2,8% de nitrogênio em peso a 650°C (METALS HANDBOOK, 1973);
- ✓ **Fase Fe₄N- γ'** (Cúbica de Face Centrada): fase presente numa pequena faixa estequiométrica, situando-se entre 5,7 e 6,11%, em peso de nitrogênio a 450°C, e com estabilidade térmica até 680°C (METALS HANDBOOK, 1973; JACK e LIGHTFOOT, 1973);
- ✓ **Fase Fe_{2,3}N- ϵ** (Hexagonal Compacta): pode apresentar nitrogênio em uma faixa ampla, dissolvendo no máximo cerca de 11,10%, em peso, para temperaturas inferiores a 500°C (HANSEN, 1958). O menor limite de solubilidade de nitrogênio nesta fase foi encontrado a 700°C, sendo inferior ao encontrado na fase γ' (METALS HANDBOOK, 1973);
- ✓ **Fase Fe₂N- ξ** - (Ortorrômbica de Face Centrada): presente numa estreita faixa estequiométrica de 11,10 a 11,30%, em peso, de nitrogênio (quantidade máxima de nitrogênio observada no diagrama Fe-N), sendo estável entre, aproximadamente, 320 a 500°C [METALS HANDBOOK, 1973].

A Tabela 3.1 resume as principais características das fases do sistema Fe-N (JACK e LIGHTFOOT, 1973).

Tabela 3.1 - Fases do sistema Fe-N abaixo da temperatura eutetóide (JACK e LIGHTFOOT, 1973)

Fase	Estequiometria	N (% em massa)	Estrutura	Parâmetros de rede (Å)
α	Fe	0,10 max. a 590°C	CCC	a = 2,8864
γ'	Fe ₄ N	5,77-5,88 a 500°C	CFC	a = 3,795
ϵ	Fe _{2,3} N	7,5-11,0 a 500°C	HC	a = 2,764*; c/a = 1,599
ξ	Fe ₂ N	11,14	OFC	a = 5,53; b = 4,48; c = 4,25

* parâmetro de rede para célula unitária na composição limite Fe:N

3.3.2 Mecanismo do Processo de Nitretação por Plasma

Muitos estudos têm sido realizados com o objetivo de elucidar os mecanismos de formação e cinética de crescimento da camada nitretada no tratamento por plasma. O modelo mais aceito é o proposto por Kolbel e ratificado por Edenhofer que está apresentado na Figura 3.4.

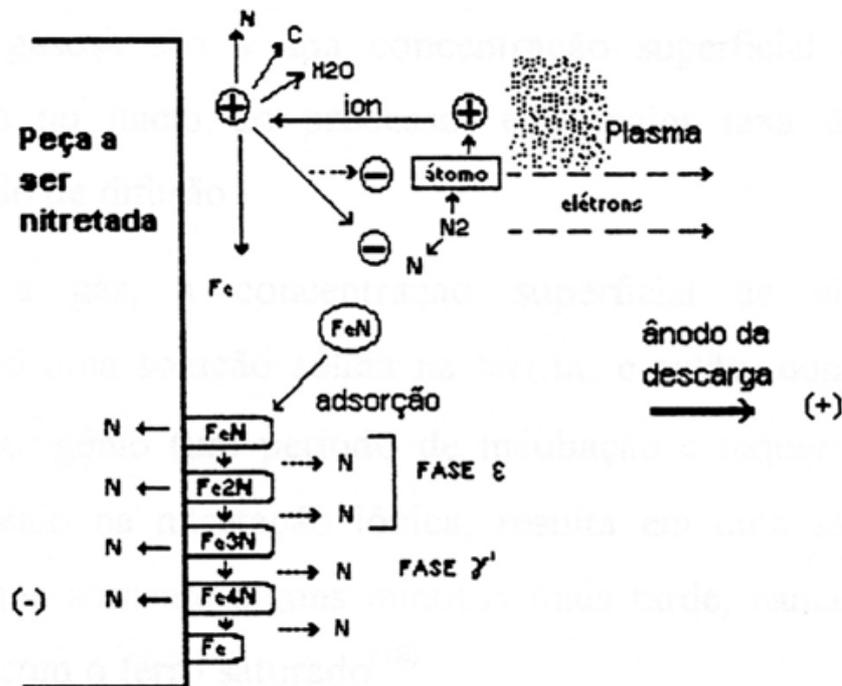


Figura 3.4 – Formação e cinética de crescimento da camada nitretada (EDENHOFER, 1974).

Os átomos de Fe pulverizados da superfície combinam-se com o nitrogênio ativo do plasma formando FeN. Os nitretos formados são retroespalhados, devido às colisões no material pulverizado com as partículas do gás e se condensam na superfície do cátodo. Esses nitretos são instáveis na temperatura em que se encontra o cátodo (350 - 600 °C) e se decompõem em nitretos com menor teor de nitrogênio (Fe₂N, Fe₃N, Fe₄N) (EDENHOFER, 1974).

Parte do nitrogênio que é liberado neste processo irá se difundir na estrutura do material e parte voltará novamente ao plasma. Portanto, o crescimento da camada superficial de nitretos depende da capacidade da rede cristalina em adsorver o nitrogênio, e da retropulverização dos nitretos formados na região do cátodo, que se acumulam durante o tempo de tratamento (EDENHOFER, 1974).

O nitreto de ferro, depositado pela retropulverização e adsorvido na superfície, ao decompor-se, aumenta a concentração de nitrogênio, produzindo um

gradiente de concentração na interface (camada alterada-substrato base), o qual promoverá um fluxo de matéria desta região para as camadas interiores. Além disso, durante o bombardeamento iônico, os átomos do topo da superfície são continuamente removidos deixando vazios interatômicos. Conjuntamente, um grande número de lacunas e interstícios migra do corpo do substrato para superfície. Assim, a região superficial encontra-se em estado de alta mobilidade atômica e vibracional favorecendo a difusão de átomos em solução intersticial e substitucional (EDENHOFER, 1974).

3.3.3 Endurecimento superficial

As características superficiais dos componentes fabricados em ferro puro e aços influenciam algumas de suas propriedades como, resistência a fadiga, coeficiente de atrito, resistência ao desgaste, resistência à corrosão, entre outras. Estas propriedades podem ser modificadas em função das necessidades, ou seja, da especificação técnica do componente requerida pela aplicação específica. Uma forma de alteração destas propriedades superficiais são os tratamentos termoquímicos, como por exemplo, a nitretação, cementação, oxidação, entre outros. Estes tratamentos têm por objetivo alterar as propriedades superficiais dos componentes, promovendo o endurecimento e a passivação da superfície através da modificação da composição química e/ou microestrutural do material mantendo inalteradas as propriedades do núcleo.

3.3.4 Mecanismos de endurecimento

Os mecanismos de endurecimento envolvidos no processo de nitretação por plasma, são basicamente: o endurecimento por precipitação e por solução sólida.

Endurecimento por precipitação

O endurecimento por precipitação é a base de tratamentos térmicos utilizados em ligas leves, bem como, em alguns tipos de aços. Este tratamento aproveita a propriedade de certos elementos químicos de se dissolverem na matriz do material formando soluções sólidas supersaturadas que, em determinadas condições, precipitam compostos no interior da matriz, na forma de partículas, placas ou agulhas (segunda fase

precipitada). Os compostos formados durante a nitretação a plasma são geralmente nitretos-carbonitretos de ferro ou dos elementos de liga presentes na liga que está sendo tratada. A formação dos precipitados depende de parâmetros como a temperatura, o tempo de tratamento, tipo de liga tratada e porcentagem de nitrogênio no processo. O nitrogênio se dissolve nos interstícios octaédricos do ferro alfa, conforme expressa o diagrama de fases Fe-N (Figura 3.3), para temperaturas usuais de nitretação. O nitrogênio pode ser dissolvido no ferro até concentrações de 0,1% em peso. Quando este teor de nitrogênio é alcançado, precipitam nitretos γ' , de composição estequiométrica Fe_4N . Este nitreto de estrutura cristalina cúbica de faces centradas é estável abaixo de 680°C (CHIAVERINI, 1984). Se as concentrações de nitrogênio excedem 6% os nitretos γ' começam a mudar para nitretos tipo ϵ , de composição estequiométrica Fe_xN ($2 < x < 3$). Estes nitretos apresentam célula unitária hexagonal. Abaixo de 500°C nitretos ξ começam a se formar. O teor de nitrogênio desta fase está em torno de 11%, e sua composição estequiométrica é Fe_2N , com uma estrutura cristalina ortorrômbica (DIETER, 1988; B. J. LIGHTFOOT, D. H. JACK, 1973).

Endurecimento por solução sólida

A introdução de átomos de soluto em solução sólida em uma rede de átomos de solvente produz uma liga com maior dureza que o material original. Dependendo da relação entre o tamanho dos átomos de soluto e solvente, ocorrem dois tipos de solução sólida: substitucional e intersticial (CHIAVERINI, 1984).

Na solução sólida substitucional os átomos de soluto possuem tamanho similar aos átomos do solvente ocupando sítios da rede que normalmente deveriam estar preenchidos por átomos do solvente. Se a diferença de tamanho dos átomos de solvente é inferior a 15% em volume, o fator de tamanho é favorável para que ocorra a solução sólida substitucional, sendo que diferenças maiores que este valor reduz a 1% a formação de solução sólida substitucional (CHIAVERINI, 1984).

O principal mecanismo de endurecimento utilizado pela nitretação a plasma é a formação de uma zona de difusão com nitrogênio em solução sólida e finos precipitados de nitretos. Além de proporcionar o aumento de resistência através da distorção do reticulado e modificação do parâmetro de rede, obtém-se um aumento significativo na

capacidade de sustentação de carga do material, possibilitando a utilização de depósitos com maior eficiência.

3.3.5 Estrutura da Camada Nitretada

A camada de compostos

A camada, ou zona de compostos é a região onde precipitam predominantemente os nitretos-carbonitretos de ferro. Também conhecida como camada branca devido ao fato de ser inerte ao ataque de reagentes químicos (e apresentar cor branca ao microscópio ótico), é formada na região mais superficial do material. A zona de compostos pode ser uma mistura de nitretos (carbonitretos) do tipo ϵ e γ' , podendo ser formada por apenas uma das fases de nitretos ou pelas duas simultaneamente. Para que a mesma exista é necessário que sejam atingidas as condições críticas para que ocorra a precipitação dos nitretos (tempo, temperatura e potencial de nitrogênio); sendo que quando satisfeitas, o primeiro nitreto a ser formado é o γ' -Fe₄N (DIETER, 1988; B. J. LIGHTFOOT, D. H. JACK, 1973).

Para a formação do nitreto ϵ , é necessário o aumento do potencial de nitrogênio (pode ser obtido através do aumento do teor de N₂ e adicionando baixos teores de CH₄ na mistura gasosa). Na prática, a fase γ' não ocorre sempre nas condições esperadas. Mesmo com potencial de nitrogênio elevado o suficiente, pode se obter na superfície uma camada de nitretos tipo ϵ e, não necessariamente, haverá uma camada interna de nitretos do tipo γ' . Segundo Lightfoot e Jack, isto ocorre porque sendo a concentração de nitrogênio na interface gás/camada superficial de nitretos ϵ muito elevada, o gradiente de concentração na interface entre a fase ϵ e a matriz também é muito elevado (B. J. LIGHTFOOT, D. H. JACK, 1973).

Existe uma região na interface gás/camada mais superficial de nitretos ϵ onde a fase γ' é termodinamicamente estável. Entretanto, se o nitrogênio for rapidamente consumido pela fase ϵ antes que a fase γ' tenha tempo de nuclear, não observaremos desta maneira a formação da fase γ' . Deste modo, a formação da fase γ' ocorrerá sempre que o gradiente de concentração de nitrogênio cair abaixo da concentração crítica para a

formação do nitreto ϵ , ou porque a concentração é baixa ou porque a camada atingiu uma determinada espessura (CHIAVERINI, 1984).

Com a coexistência de ambas as fases na camada de compostos, esta fica denominada camada de fase dupla, sendo a mesma indesejável por possuir algumas características que a tornam mais susceptível à fratura. Ambas as fases apresentam fraca adesão uma em relação à outra, e ainda possuem diferentes coeficientes de expansão térmica. Deste modo, camadas que são invariavelmente espessas ou que são submetidas a variações de temperatura em serviço estão sujeitas a falhas (DIETER, 1988; B. J. LIGHTFOOT, D. H. JACK, 1973).

A porosidade da camada de compostos pode ser considerada como outro mecanismo para enfraquecimento desta. Em sua camada mais externa forma-se uma região porosa associada às altas pressões envolvidas na recombinação de N atômico para formação de nitrogênio molecular (N_2). Por este mecanismo a camada porosa pode ocorrer em qualquer meio de reação (ROCHA, 2000; CHIAVERINI, 1984)

A espessura e a composição da camada de compostos devem ser selecionadas previamente conforme as condições de operação do componente nitretado. A camada ϵ é adequada para aplicações de resistência ao desgaste livres de choques ou altas tensões localizadas. A camada γ' é tenaz e mais adequada para situações com carregamentos mais severos (ROCHA, 2003).

De uma maneira geral, a ductilidade da camada de compostos pode ser atribuída, principalmente a dois fatores. O primeiro é a homogeneidade, onde deve ser monofásica, ou seja, composta por somente um tipo de nitreto. Se a camada for composta por γ' e ϵ , serão criadas altas tensões entre as diferentes estruturas nas regiões de transição, podendo gerar microtrincas se a peça for solicitada externamente. O segundo é a espessura da camada, devendo ser a menor possível para se obter a necessária resistência ao desgaste e à corrosão.

Na nitretação por plasma é possível o controle da estequiometria dos nitretos para se obter uma camada monofásica ou até mesmo se evitar a formação da camada branca, por se ter um controle mais preciso dos parâmetros do processo. A escolha da espessura e da composição da camada deve ser realizada previamente de acordo com as condições de operação do componente que está sendo nitretado.

A zona de difusão

A zona de difusão de nitrogênio pode ser entendida como a matriz de ferro com nitrogênio em solução sólida e finos precipitados de nitretos (carbonitretos) de ferro ou dos elementos de liga presentes no material (HEUMANN, 1989). Para matrizes ferrosas, o nitrogênio fica em solução sólida até que o limite de solubilidade seja alcançado. A partir daí pode começar a nucleação e crescimento dos precipitados. Normalmente os tempos para nitretação a plasma são reduzidos, o que evita um crescimento excessivo dos precipitados (endurecimento por dispersão). A profundidade de difusão depende do gradiente de concentração de nitrogênio, do tempo de tratamento, da temperatura e da composição química da peça (FROELICH, 2003). A concentração de nitrogênio aumenta em direção à superfície da peça, deste modo precipitados coerentes bastante finos são formados quando se excede o limite de solubilidade do nitrogênio na matriz. Os precipitados formados são fases de elevada dureza, e sua precipitação ainda provoca uma distorção da rede cristalina, o que promove um maior efeito em aumento de resistência.

3.4. TRIBOLOGIA

Os materiais produzidos por metalurgia do pó apresentam certa porosidade e com isto estão mais sujeitos ao desgaste que os materiais obtidos pela metalurgia convencional. Tratamentos superficiais, como nitretação e nitrocementação, são normalmente usados nestes aços com a finalidade de melhorar as propriedades tribológicas dos mesmos (MALISKA et al., 2001, MOLINARI et al., 1994).

3.4.1 Tribologia de material sinterizado

Apesar do uso extensivo de componentes produzidos por metalurgia do pó em situações de deslizamento, há muito poucos trabalhos que tratam do comportamento tribológico. Este número é menor ainda para componentes ferrosos sinterizados e

nitretados.

Em aplicações de deslizamento, quando ocorre uma falha de lubrificação e em consequência um contato metal-metal, os componentes sofrem desgaste. De acordo com Amsallem et al. (1973), no caso de uma falha no filme lubrificante, o atrito de um componente sinterizado com um contra corpo de aço leva ao desgaste crítico do componente.

A maioria dos sistemas reais utiliza predominantemente lubrificação. Contudo o estudo do comportamento do desempenho dos materiais em deslizamento a seco nos fornece informações do comportamento tribológico em condições severas como, por exemplo, no início do movimento de mancais em que a lubrificação hidrodinâmica ainda não é totalmente efetiva. Além disto, ensaios de deslizamento a seco nos fornecem informações a respeito de deformação plástica no material responsável pelo desgaste adesivo, sempre presente em condições de lubrificação limite.

Amsallem et al. (1973) estudaram o comportamento do desgaste a seco do ferro sinterizado em função da carga aplicada durante o ensaio. Eles ressaltaram a importância da formação de óxidos e a influencia do ambiente sobre a formação dos mesmos durante o desgaste. A síntese dos resultados pode ser visualizada na Figura 3.5.

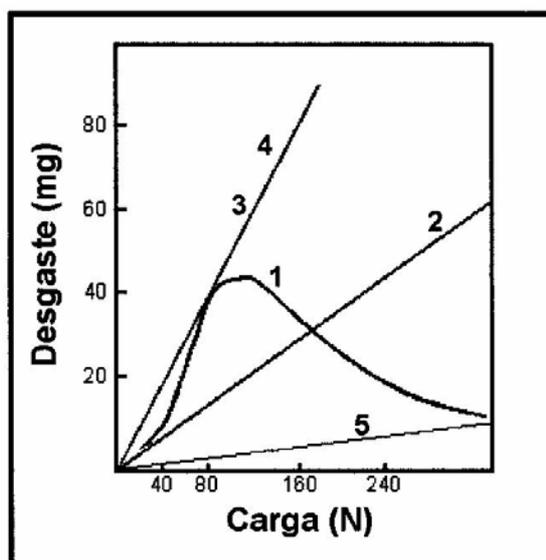


Figura 3.5 - Desgaste (após 60 minutos) em função da carga: (1) ferro sinterizado, ambiente: ar; (2) ferro sinterizado, ambiente: nitrogênio; (3) ferro sinterizado, ambiente: nitrogênio com partículas de Fe₂O₃; (4) ferro sinterizado, ambiente: nitrogênio com partículas de Fe₃O₄; (5) ferro sinterizado e oxidado a vapor, ambiente: nitrogênio (AMSALLEN et al., 1973).

Na curva (1), com o ensaio ao ar, temos um aumento do volume desgastado com o aumento da carga até uma carga de 80 N e após esta carga uma redução do volume desgastado. Isto é explicado pela presença de uma mistura de óxidos (Fe_2O_3 e Fe_3O_4) em função da temperatura atingida até a carga de ensaio de 80 N. À medida que é aumentada a carga, a temperatura também se eleva, e com isto é favorecida a formação de uma camada mais homogênea contendo predominantemente Fe_3O_4 , que é uma boa camada protetora durante o desgaste (AMSALLEM et al., 1973). Na curva (2) temos o comportamento do desgaste, tendo como meio o nitrogênio. Observa-se que à medida que aumentamos a carga há um aumento do volume desgastado, pois não temos a formação de camada de óxidos. Para as curvas (3) e (4) o comportamento do desgaste é similar, sendo que o tipo de partícula abrasiva (hematita e magnetita) afeta de forma similar, em função da carga aplicada, o desgaste (AMSALLEM et al., 1973). Para a curva (5) que possui uma camada homogênea de magnetita obtida por um processo de ferroxidação temos um menor volume desgastado.

Lim e Brunton (1986) analisaram detalhadamente o comportamento do deslizamento a seco de ferro puro sinterizado em testes realizados em um tribômetro pino-sobre-disco no interior de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) e observaram dois mecanismos de desgaste em função da pressão de contato: um mecanismo de microcorte, predominante em altas pressões de contato e um mecanismo de desgaste por delaminação predominante em baixas pressões. Neste caso foi evidenciada a importância da porosidade superficial na produção e aprisionamento dos fragmentos de desgaste. Quando a maioria dos poros superficiais é coberta pelo fluxo de material deformado devido ao deslizamento o comportamento do desgaste se aproxima àquele de um material sem poros. Este mecanismo de preenchimento dos poros pelos fragmentos de desgaste pode ser visualizado na Figura 3.6.

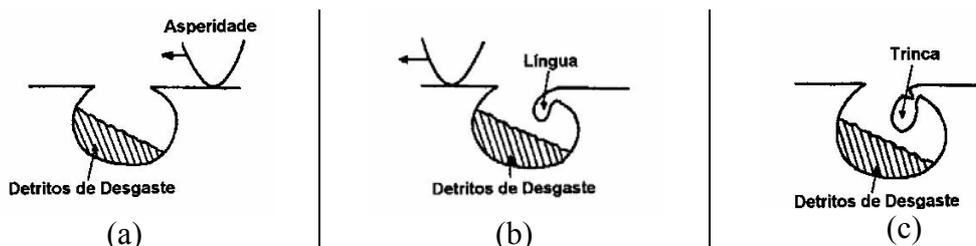


Figura 3.6 - Representação esquemática do processo em que detritos de desgaste são formados na aresta de um poro aberto. (a) uma asperidade deslizando sobre um poro idealizado contendo detritos alojados em seu interior; (b) Uma saliência é formada na aresta do poro; (c) em repetidos percursos da asperidade resultam em uma extensão da saliência, e após uma trinca é nucleada e o detrito pode ser alojado dentro do poro (LIM; BRUNTON, 1986).

Um importante ponto que podemos extrair do trabalho de Lim e Brunton (1986) relaciona-se a avaliação do desgaste de materiais sinterizados através de medidas de massa, pois esta perda de massa não reflete o desgaste verdadeiro do material devido ao alojamento dos detritos de desgaste na porosidade do material. Sendo assim, devemos sempre levar este fato em consideração para não interpretarmos errado resultado de desgaste de materiais sinterizados.

Na literatura, vários autores usaram testes distintos tanto em termos de condições tribológicas quanto geométricas. Como a tribologia possui caráter sistêmico (ZUM GAHR, 1987) torna-se difícil fazer comparações entre os dados publicados.

Diversas técnicas são empregadas para a melhoria da resistência ao desgaste dos componentes produzidos por metalurgia do pó ferrosa. Entre elas, os tratamentos superficiais são bastante utilizados neste sentido e pode-se citar como os mais importantes a ferroxidação, nitretação e nitrocementação (MALISKA et al., 2001; MOLINARI et al., 1999; DE MELLO; HUTCHINGS, 2001).

Tribologia de componentes ferrosos sinterizados e nitretados

Como já citado, poucas pesquisas envolvendo estudo tribológicos em materiais sinterizados e nitretados foram realizadas em comparação com trabalhos usando material não sinterizado nitretado.

Park et al. (1999) estudaram o comportamento ao desgaste em um tribômetro pino-sobre-disco da liga Fe-C-Mo-Cu nitretadas e nitrocementadas a plasma. Para o estudo nas condições usadas pelos autores, o desgaste das amostras nitrocementadas é duas vezes menor que das nitretadas, sendo o mecanismo uma mistura de adesão e

abrasão para as amostras nitretadas e predominantemente abrasão para as nitrocementadas. O coeficiente de atrito das amostras nitrocementadas é maior que o das nitretadas. Este fato é relacionado principalmente devido à redução da área de contato efetiva entre o pino e a superfície do disco através do aumento da dureza superficial ocasionado pelo tratamento (PARK et al., 1999). Os autores também verificaram a delaminação da camada de nitreto causada pela fragilização da camada pelos poros do corpo sinterizado.

Em outro trabalho, Straffelini et al. (1995) estudaram a influência da nitretação a plasma no desgaste por deslizamento em aço Fe-Mo sinterizado. Neste trabalho os autores usaram substrato apenas tratado termicamente (tempera e revenimento), tratados termicamente e nitretado e apenas nitretado. Para o material apenas tratado termicamente o mecanismo de desgaste é a oxidação independente da carga aplicada e duração do ensaio. Entretanto, para os materiais nitretados, diferentes estágios de desgaste são observados durante os testes sendo controlados por diferentes mecanismos dependendo da carga aplicada. Em cargas baixas a camada branca é capaz de resistir ao desgaste no início do teste, tendo o estágio inicial caracterizado por uma taxa de desgaste pequeno. A medida que o teste procede, tem-se o aumento da temperatura local induzindo a oxidação da camada branca que por sua vez aumenta a taxa de desgaste. Com o aumento da carga aplicada o primeiro estágio desaparece sendo a taxa de desgaste elevada. Para as condições utilizadas nos ensaios pelos autores o material de melhor resultado foi o aço apenas tratado termicamente.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Este trabalho foi realizado no Laboratório de Materiais (LabMat), do departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina. As amostras de ferro puro sinterizado processadas em condições industriais, foram produzidas por um fornecedor do parceiro industrial (Whirlpool S.A – Unidade EMBRACO – Compressores e Soluções de Refrigeração). Os tratamentos de nitretação por plasma foram realizados em um reator industrial nas dependências do LabMat, bem como os ensaios de caracterização microestrutural. Os ensaios de topografia de superfície e tribologia foram realizados no Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM) da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia e a caracterização dimensional foi realizada na empresa Whirlpool S.A.

4.1. MATERIAIS

Componentes de ferro puro sinterizado, produzidos em condições industriais, foram utilizados para as análises e caracterizações com o objetivo de validação do equipamento industrial projetado e construído no LabMat. Estes componentes, mostrados na Figura 4.1, são bielas de compressores herméticos com dimensões de aproximadamente 30 mm de altura e diâmetro interno do olhal de 10 mm, sendo esta a região que sofre desgaste.



Figura 4.1 – Amostras industriais utilizadas no presente trabalho.

4.2. TRATAMENTOS DE NITRETAÇÃO POR PLASMA

Para o tratamento de nitretação por plasma foi utilizado um reator industrial com capacidade de processamento de 3000 a 8000 peças seriadas, dependendo do tamanho das mesmas. O equipamento pode ser visualizado na Figura 4.2.



(a)



(b)

Figura 4.2 – (a) Reator de nitretação por plasma a nível industrial; (b) montagem parcial da carga a ser tratada.

O equipamento possui, como principais características, aquecimento auxiliar resistivo dividido em três zonas controladas independentemente, volume útil para tratamento um cilindro de 800 mm de diâmetro e 1500 mm de altura, temperatura máxima de trabalho de 650 °C, total controle dos parâmetros do processo (taxa de aquecimento, tipo e porcentagem de gases, energia de plasma, potencial de plasma no suporte de tratamento e pressão de trabalho). Este equipamento foi projetado e construído no LabMat no âmbito do Projeto FINEP intitulado “Desenvolvimento de componentes de elevado desempenho para compressores herméticos utilizando tecnologia de plasma”.

4.2.1 Tratamentos para avaliação da fase de nitreto mais adequada

Na primeira etapa dos tratamentos de nitretação, realizaram-se dois ciclos de processamentos para a obtenção de camada de composto (camada branca) monofásica, uma com fase ϵ e outra com fase γ' . As condições de tratamento para a obtenção das camadas especificadas estão apresentadas na Tabela 4.1.

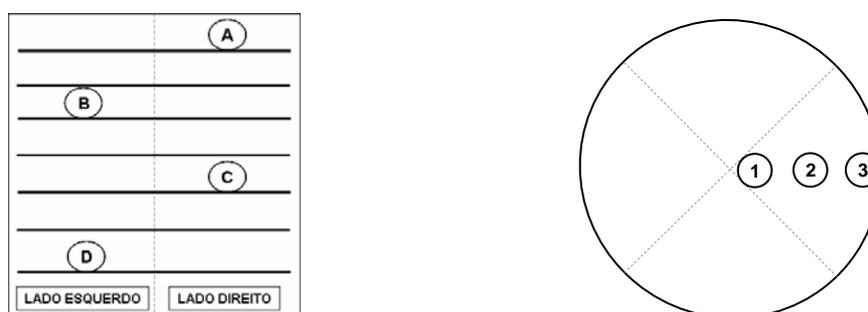
Tabela 4.1 – Condições de tratamento para obtenção das duas camadas com fases diferentes.

Código da amostra	Fase desejada	Condições de tratamento
TN-G	Predominância de γ'	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Temperatura: 560°C; ✓ Mistura gasosa: 20%N₂-80%H₂; ✓ Pressão: 3 torr; ✓ Tempo de patamar: 2 horas.
TN-E	ϵ	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Temperatura: 520°C; ✓ Mistura gasosa: 90%N₂-9%H₂-1%CH₄; ✓ Pressão: 3 torr; ✓ Tempo de patamar: 2 horas.

Após os tratamentos foram realizadas as seguintes análises: medição de espessura de camada por preparação metalográfica e microscopia ótica; difração de raios X para verificar as fases presentes; topografia de superfície e ensaios de desgaste do tipo deslizamento alternado e microabrasão.

4.2.2 Tratamentos para validação do equipamento – carga completa

Após a escolha da fase de nitreto mais adequada para o componente sinterizado industrial definido para a realização da certificação do equipamento e do processo, foram realizados ciclos de tratamento de nitretação com cargas de 5.000 peças distribuídas conforme demonstrado no esquema da Figura 4.3.



(A) topo – lado direito; (B) intermediário 1 – lado esquerdo; (C) intermediário 2 – lado direito; (D) base – lado esquerdo.

(1)centro (2)meio (3)borda da placa.

Figura 4.3 - Esquema de distribuição da carga de peças no equipamento; (a) regiões em que foram retiradas peças para análise no sentido longitudinal da carga, ou seja, entre bandejas do suporte; (b) regiões em que foram retiradas peças para análise no sentido radial da carga, ou seja, na bandeja do suporte.

Após os ciclos de tratamentos foram realizadas as seguintes análises nas peças retiradas das posições definidas na Figura 4.3:

- ✓ Dimensional antes e após o tratamento e comparação entre as posições radiais e longitudinais;
- ✓ Espessura da camada e fase de nitreto e comparação entre as posições radiais e longitudinais;
- ✓ Topografia de superfície antes e após os ensaios de tribologia e comparação entre as posições radiais e longitudinais;
- ✓ Ensaios de tribologia (deslizamento alternado e micro abrasão) e comparação entre as posições radiais e longitudinais.

No próximo item são descritas, com detalhamento, as etapas de caracterização utilizadas para análise das peças tratadas.

4.3. CARACTERIZAÇÃO

As amostras foram caracterizadas quanto às suas propriedades microestruturas, dimensionais, topográficas e tribológicas.

4.3.1 Caracterização microestrutural

Preparação metalográfica

As amostras sinterizadas foram seccionadas utilizando-se uma máquina de corte (Isomet) com disco adiantado de baixa densidade. Em seguida as amostras foram embutidas com resina epóxi de alta dureza (Isofast – Struers) com a finalidade de minimizar o arredondamento das bordas da amostra. As mesmas foram submetidas a uma seqüência de lixamento e polimento. A microestrutura (contornos de grãos, camada de compostos ou precipitados de nitretos) foi revelada utilizando-se Nital 2% (98 ml de álcool PA e 2 ml ácido nítrico).

Microscopia óptica

As amostras tratadas foram caracterizadas por microscopia óptica, utilizando microscópio Leica – DM 4000 M com câmera digital acoplada (Leica DC 300). As imagens foram obtidas em tonalidades de cinza com resolução de 1044 e 775 pixels na vertical e horizontal, respectivamente.

4.3.2 Análise das fases cristalinas por difratometria de raios X

Para a caracterização das fases presentes foi utilizado difratômetro Philips X'Pert MPD com anodo de cobre, radiação k_{α} ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$). A configuração utilizada foi geometria Bragg-Bretano, potência de 40 kV e 30 mA. No caminho ótico foram utilizadas fendas Soller e Divergente de 1° e $\frac{1}{4}^{\circ}$, respectivamente, rotacionador de amostras (60 rpm), colimador, e monocromador com monocristal plano de grafite. Os parâmetros de leitura utilizados foram tamanho do passo angular de $0,05^{\circ}$ e tempo de passo igual a 1 segundo. A análise de fases foi realizada com o auxílio do programa computacional Philips - PC Identify 2.1 e do banco de dados ICDD PDF-2 2001.

4.3.3 Caracterização dimensional

Para a análise dimensional foi utilizada uma máquina de medição por coordenadas com apalpação mecânica, fabricada pela Carls Zeiss do Brasil Ltda, modelo Spectrum. O equipamento utiliza sonda de gatilho de toque que possibilita coleta de dados rápida, precisa e em um único ponto, com praticamente nenhuma flexão da agulha ou histerese. A força é constante em todas as direções e independe da direção. Ela utiliza um princípio patenteado de sonda dupla, no qual um pulso de sondagem é gerado (com uma força de medição menor que 0,01 N) e seguido por uma deflexão mecânica. Somente então os dados são capturados.

4.3.4 Caracterização topográfica

As amostras foram avaliadas topograficamente em um interferômetro a laser tridimensional da UBM Messtechnik GmbH, modelo Microfocus Expert IV, mostrado na Figura 4.4

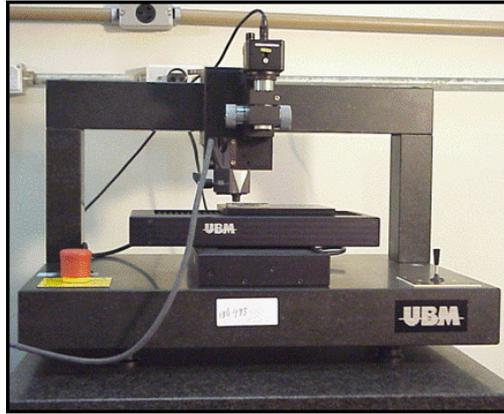


Figura 4.4 - Interferômetro a laser utilizado para a caracterização topográfica.

Os parâmetros avaliados foram:

- ✓ Rugosidade média quadrática;
- ✓ Rugosidade média geométrica;
- ✓ Coeficiente de achatamento (K): representa a forma da distribuição estatística característica da superfície;
- ✓ Coeficiente de assimetria (S_k): representa a forma da distribuição estatística característica da superfície;
- ✓ Área de apoio (T_p): representa a capacidade de suporte de carga da superfície.

Foram realizadas quatro avaliações por amostra em uma área de 2x1 mm, com uma densidade de pontos de 1000 x 500 pontos nas direções X e Y, respectivamente. As amostras foram analisadas antes e após o ensaio de desgaste para verificar alterações nas características topográficas.

4.3.5 Caracterização tribológica

Ensaio de deslizamento alternado

Para estes ensaios, os olhais das amostras foram seccionados utilizando-se corte por disco adiamantado refrigerado em um aparelho Miniton[®], no seu sentido longitudinal, em duas partes simétricas, Figura 4.5 (a). Adicionalmente, eliminou-se, também por corte abrasivo, a parte da haste da biela. Na seqüência, os corpos de prova foram limpos por 5 minutos no ultra-som com acetona, seguidos por mais 5 minutos em

álcool e finalmente secos, por 10 minutos, em um jato de ar morno. Devido ao pequeno tamanho das amostras produzidas e a inexistência de porta amostra adequado, as amostras assim obtidas foram coladas em partes de buchas previamente seccionadas. Para garantir o monitoramento do potencial elétrico do contato durante os ensaios foi soldado, por micro solda a ponto, um terminal elétrico na lateral da amostra, Figura 4.5(b).

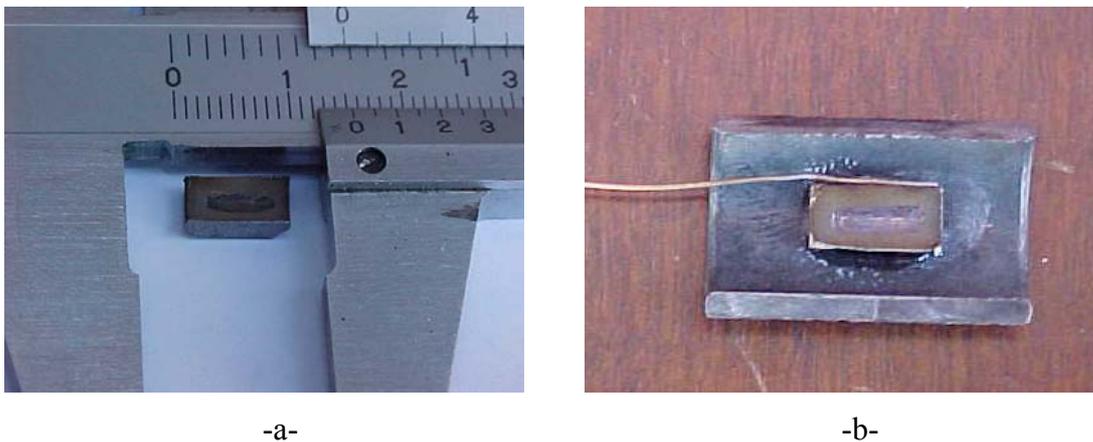
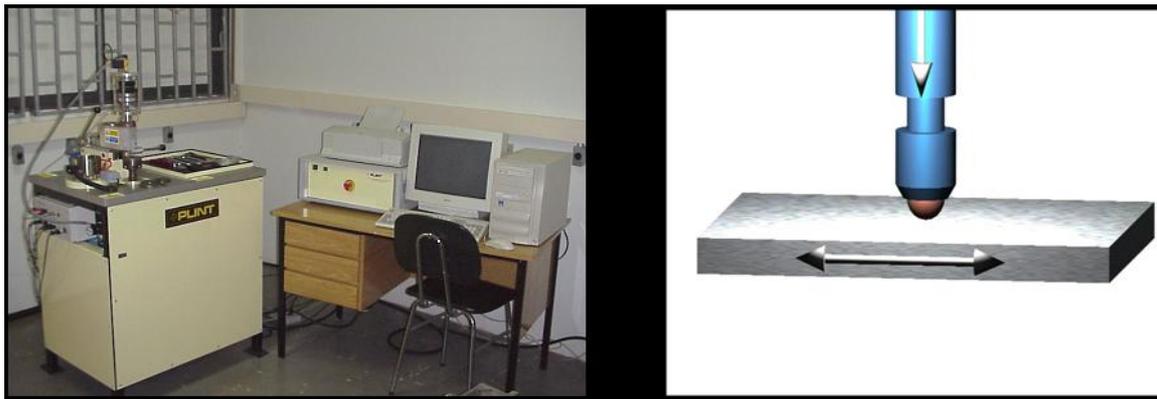


Figura 4.5 - Corpos de prova para ensaios de desgaste por deslizamento. a- Após corte. b- Montagem para os ensaios.

Para a realização dos ensaios foi utilizado um tribômetro universal marca Plint & Partners modelo TL 67 mostrado na Figura 4.6. Em função da experiência adquirida anteriormente iniciaram-se os testes utilizando-se as seguintes condições tribológicas:

- ✓ Contra corpo: Esfera de aço para rolamento, diâmetro 5 mm;
- ✓ Carga: 40,80 N;
- ✓ Frequência: 2 Hz;
- ✓ Amplitude: 3 mm;
- ✓ Lubrificação: Sem;
- ✓ Temperatura e umidade: ambientes.



(a) (b)
Figura 4.6 - Tribômetro utilizado nos ensaios tribológicos de deslizamento: (a) equipamento; (b) esquema do ponto de contato.

Os parâmetros medidos e monitorados ao longo do teste foram a frequência, a força tangencial (em consequência, o coeficiente de atrito) e o potencial de contato. A taxa de desgaste foi obtida pela variação volumétrica determinada através de interferometria laser, também já apresentada anteriormente. Para cada marca de desgaste o volume desgastado foi determinado ao menos três vezes.

Ensaio de micro-abrasão

Os ensaios de desgaste abrasivo, realizados na lateral da haste da biela, Figura 4.7 (a) foram efetuados em um equipamento de micro abrasão do tipo esfera livre, cujo princípio de funcionamento está ilustrado esquematicamente na Figura 4.7 (b). Nesse tipo de equipamento a esfera gira sobre a amostra movida por um eixo motor. A amostra é fixa em um porta-amostra acoplado a uma célula de carga, que mede continuamente a força normal durante o teste. A esfera, ou contra-corpo, é de aço inoxidável martensítico com um raio de 30 mm, sendo devidamente limpa antes de cada teste.

O meio abrasivo utilizado foi uma lama composta de partículas abrasivas em suspensão em água destilada, a uma concentração de 75 g de abrasivo por 100 ml de água. Foi utilizada esta alta concentração por que tem sido mostrado na literatura que baixas concentrações de abrasivo aumentam a probabilidade da impressão de desgaste se formar imperfeitamente, com arestas, em uma geometria não esférica.

A lama abrasiva foi agitada continuamente durante cada teste para prevenir a decantação das partículas abrasivas. Essa mistura é bombeada até a esfera usando uma

bomba peristáltica de vazão regulável. Fixou-se a vazão em cerca de uma gota a cada 3 segundos em todos os testes. A foto da Figura 4.7 (c) mostra os principais componentes do equipamento de micro-abrasão.

A rotação do eixo motor foi fixada em 150 rpm, gerando uma velocidade entre a superfície da esfera e a amostra de aproximadamente $0,11 \text{ m.s}^{-1}$.

A força normal do teste é determinada pela massa da esfera, bem como pela inclinação da mesa onde se fixa o porta-amostra e pela posição do conjunto em relação ao eixo motor. No presente estudo, a força normal é medida através de uma célula de carga acoplada ao porta-amostra, sendo mantida em $0,52 \pm 0,01 \text{ N}$ com o sistema estático.

A Figura 4.7 (d) mostra esquematicamente como se forma a impressão de desgaste. Os diâmetros da impressão são visualizados através de um microscópio ótico acoplada ao aparelho. Este microscópio possui uma precisão de 1 micrometro. As medições são realizadas ao fim de cada teste após a amostra ter sido devidamente limpa.

Neste tipo de teste é assumido que a geometria da cratera de desgaste reproduz a geometria esférica da esfera que a originou. A equação 1 determina o volume da calota esférica, V , a partir do diâmetro, b , medido na impressão de:

$$\text{para } b \ll R \dots\dots\dots(1)$$

onde R é o raio da esfera (30 mm) utilizada para realizar os testes.

Em materiais homogêneos e não revestidos o volume de desgaste pode ser expresso em função da distância total de deslizamento, S , e da força normal de contato, N , por um simples modelo relativo ao desgaste abrasivo, que é equivalente a equação de Archard para desgaste por deslizamento. A distância total de deslizamento é calculada em função do tempo do teste de desgaste.

A equação 2 mostra a relação entre o volume, a distância deslizada e a força normal.

$$V = k \cdot S \cdot N \dots\dots\dots(2)$$

onde k é o coeficiente de desgaste cuja unidade é dada em $\text{m}^3 \cdot (\text{N} \cdot \text{m})^{-1}$

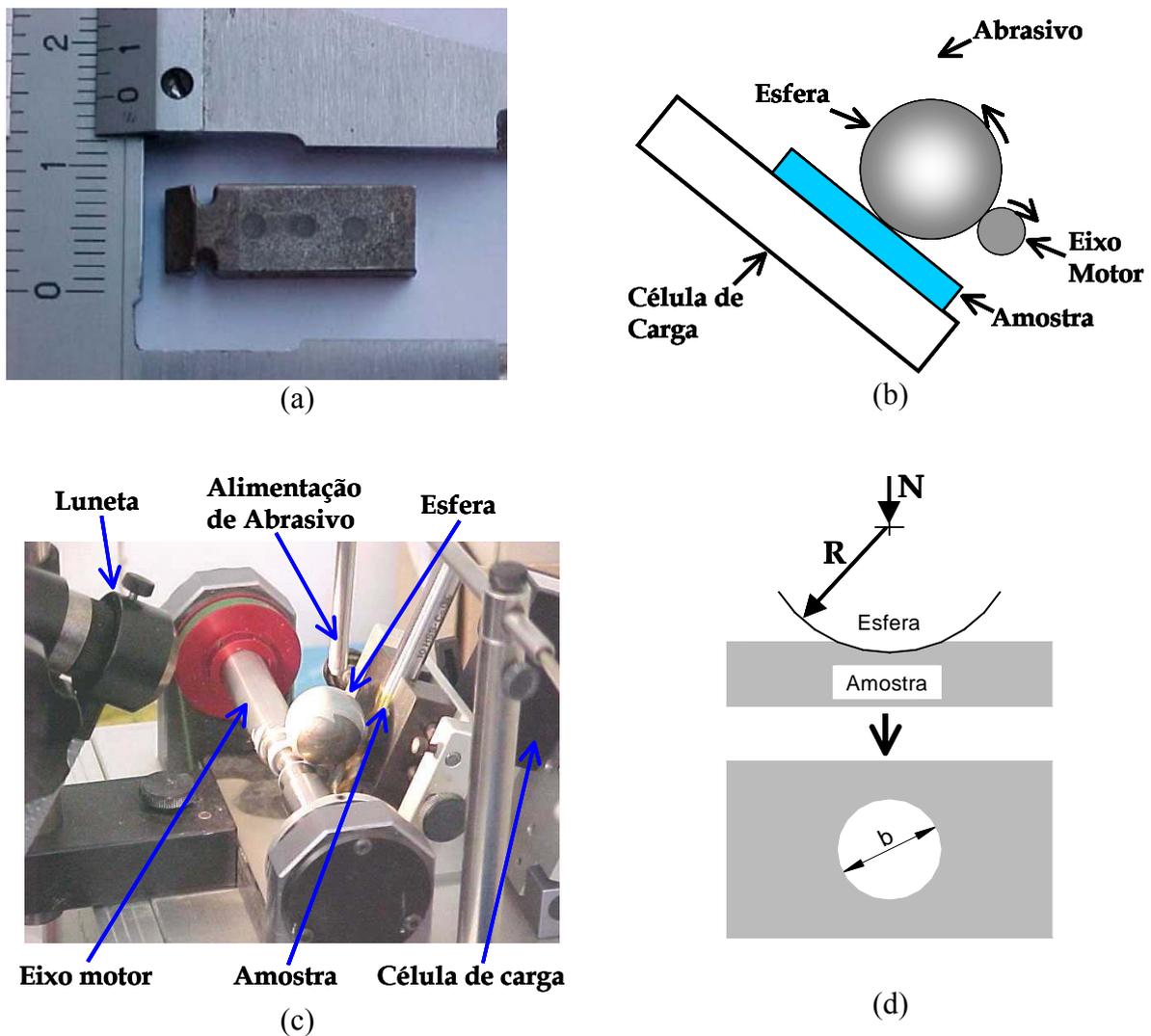


Figura 4.7 - Ensaio de desgaste micro-abrasivo. (a) amostras ensaiadas, (b) princípio de funcionamento. (c) Principais componentes do equipamento Calowear[®]. (d) Formação da calota esférica.

As equações 1 e 2 nos levam a definição do coeficiente de desgaste em função dos parâmetros medidos nos testes, que pode ser expresso pela equação 3:

$$k = \frac{\pi \cdot b^4}{64 \cdot R \cdot S \cdot N} \text{ para } b \ll R \dots \dots \dots (3)$$

Os testes de uma bateria foram realizados na mesma posição. A quantidade de testes, bem como o tempo de duração de cada teste, foi definido em ensaios preliminares, onde se analisou a estabilidade do regime de desgaste.

Considera-se que o regime permanente de desgaste é alcançado quando o valor do coeficiente de desgaste médio se mantém constante. Analisando o comportamento

geral de todas as amostras, observou-se que o regime permanente é alcançado com 300 segundos de ensaio. Assim todos os testes foram realizados por um tempo de 6 minutos (360 segundos).

Foram realizados três ensaios por amostra e analisadas quatro amostras por condição de fabricação totalizando doze ensaios para cada lote avaliado.

Para a caracterização dos mecanismos de desgaste as amostras foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. COMPARAÇÃO DO DESEMPENHO DOS DOIS TIPOS DE NITRETOS

Após a realização dos tratamentos de nitretação por plasma dos dois lotes de peças, foi realizada a caracterização microestrutural, topográfica e tribológica nos componentes tratados. A seguir são apresentados os resultados.

5.1.1 Análise microestrutural

Na Figura 5.1(a) pode-se verificar a microestrutura da camada nitretada da amostra TN-G. Observa-se uma camada branca compacta (isenta de poros) e de espessura constante. Com base nos resultados da difração de raios-x apresentada na Figura 5.1(b) verifica-se que a camada branca é formada predominantemente pela fase γ' . A obtenção de uma camada monofásica γ' é dificultada devido a estreita faixa em que a mesma é estável, verificado no diagrama de fase na Figura 3.3.

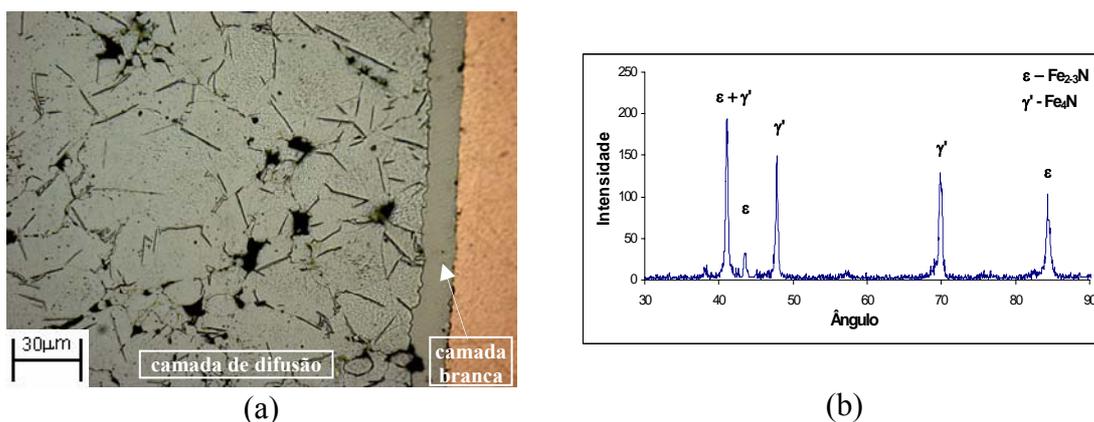


Figura 5.1 – Micrografia da camada nitretada da amostra TN-G. (a) seção transversal preparada metalograficamente; (b) espectro de raios x da camada nitretada.

Na Figura 5.2(a) podemos verificar a microestrutura da camada nitretada da amostra TNE-E. Observa-se uma camada branca compacta (isenta de poros) e de espessura constante. Na Figura 5.2(b) verifica-se que a camada branca é monofásica ϵ .

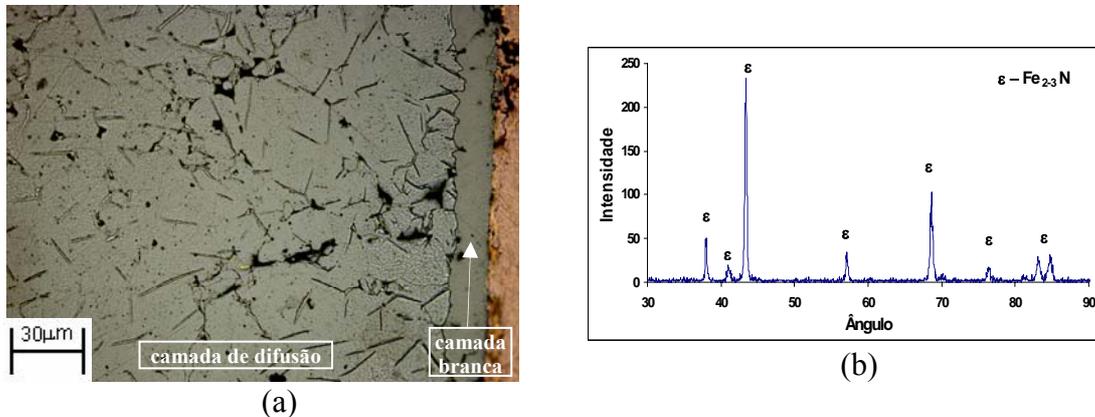


Figura 5.2 – Micrografia da camada nitretada da amostra TN-E. (a) seção transversal preparada metalograficamente; (b) espectro de raios x da camada nitretada.

Abaixo na Tabela 5.1 temos a espessuras das camadas de nitretos (branca e difusão) dos dois lotes tratados. Na Figura 5.3 encontra-se o perfil de microdureza das camadas dos dois lotes tratados. Em ambas as análises os resultados são a média de 10 peças diferentes sendo três análises diferentes por peça.

Tabela 5.1 – Espessura das camadas nitretadas.

	Amostra TNE-G		Amostra TNE-E	
	Camada branca	Camada difusão	Camada branca	Camada difusão
Espessura (μm)	$11,0 \pm 0,7$	350 ± 15	$10,8 \pm 0,6$	400 ± 20

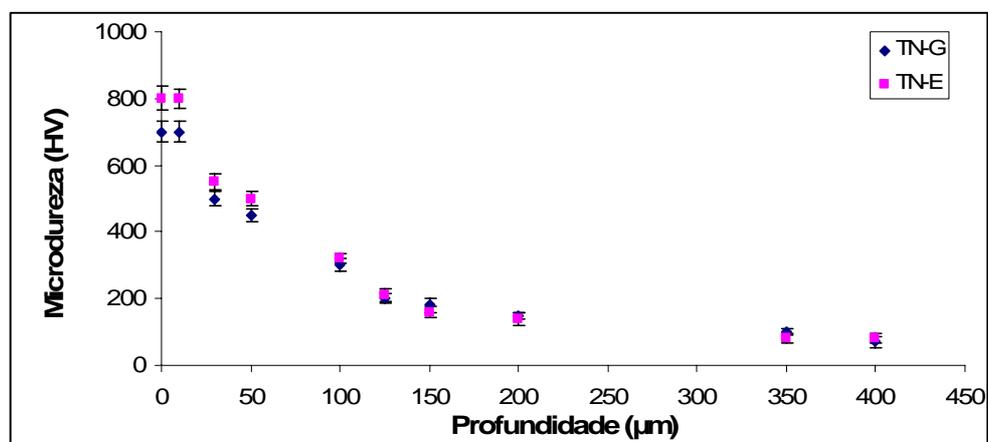


Figura 5.3 – Perfis de microdureza das amostras nitretadas.

Através das análises realizadas verificamos que ambas as camadas apresentam as características desejadas: espessura da camada branca em torno de 10 μm homogênea e fases distintas. Com isto foram realizadas as análises topográficas e tribológicas.

5.1.2 Análise topográfica e tribológica

A Figura 5.4 mostram a topografia original típica obtida por microscopia eletrônica de varredura e por interferometria a laser das amostras. Como se observa, todas as amostras apresentam uma porosidade superficial e características topográficas bastante semelhantes. Nas Figura 5.5 e Figura 5.6 podemos visualizar a topografia original das amostras nitretadas nas duas condições, ou seja, antes dos ensaios de desgaste, através da microscopia eletrônica de varredura e da interferometria a laser. Também podemos observar que as figuras apresentam características bastante semelhantes. Para a aquisição das imagens através do MEV as amostras foram inclinadas 35° para melhor visualização da topografia. A imagem gerada por interferometria a laser é apenas da rugosidade da superfície, ou seja, foram subtraídas as forma e ondulação da superfície. Para isto foi utilizado o software Mountains Map Universal[®] versão 3.1.9 – Demo, produzido pela Digital Surf.

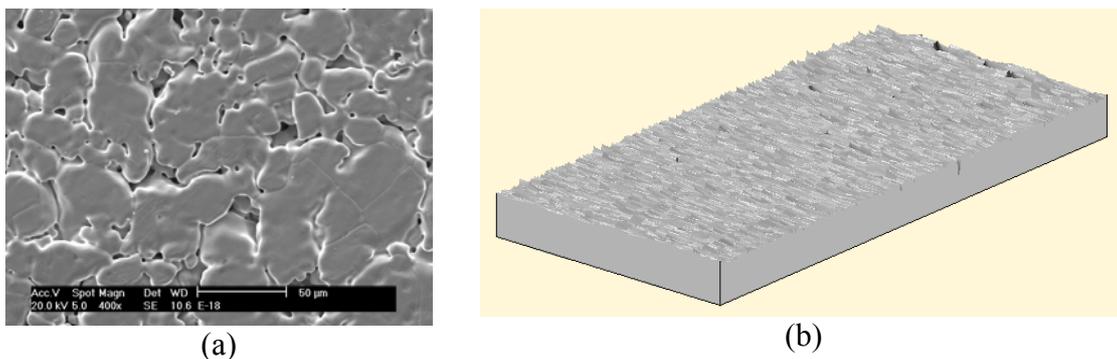


Figura 5.4– Topografia da superfície original; (a) via MEV; (b) por interferometria a laser.

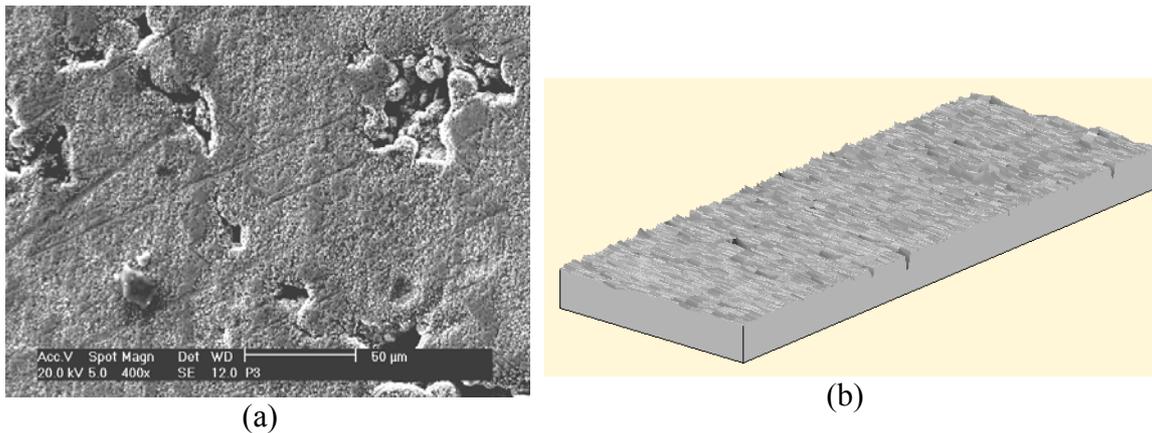


Figura 5.5 - Topografia da superfície nitretada da amostra TN-G; (a) via MEV; (b) por interferometria a laser.

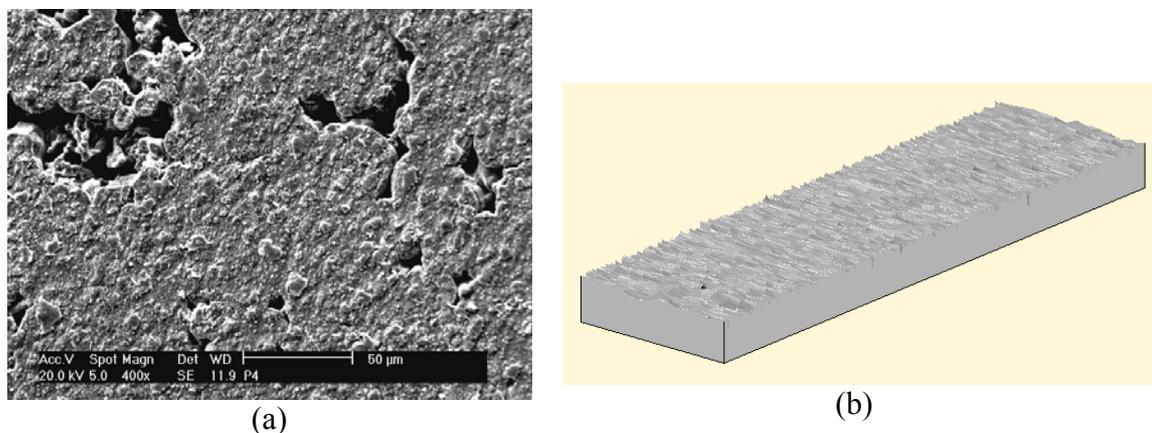


Figura 5.6 - Topografia da superfície nitretada da amostra TN-E; (a) via MEV; (b) por interferometria a laser.

Os parâmetros estatísticos utilizados para caracterizar a superfície foram divididos em três famílias: uma representativa da altura das irregularidades (S_q – ou rugosidade quadrática média); dois representativos da forma da distribuição estatística característica da superfície (Coeficiente de achatamento – K e o coeficiente de simetria – S_k) e um derivado da curva de Abbot & Firestone que caracteriza a capacidade de suporte de carga da superfície (T_p). Na Figura 5.7 pode-se visualizar estes parâmetros sendo que uma análise de variância de todos os resultados mostra que os mesmos são estatisticamente equivalentes entre as superfícies originais e entre as nitretadas.

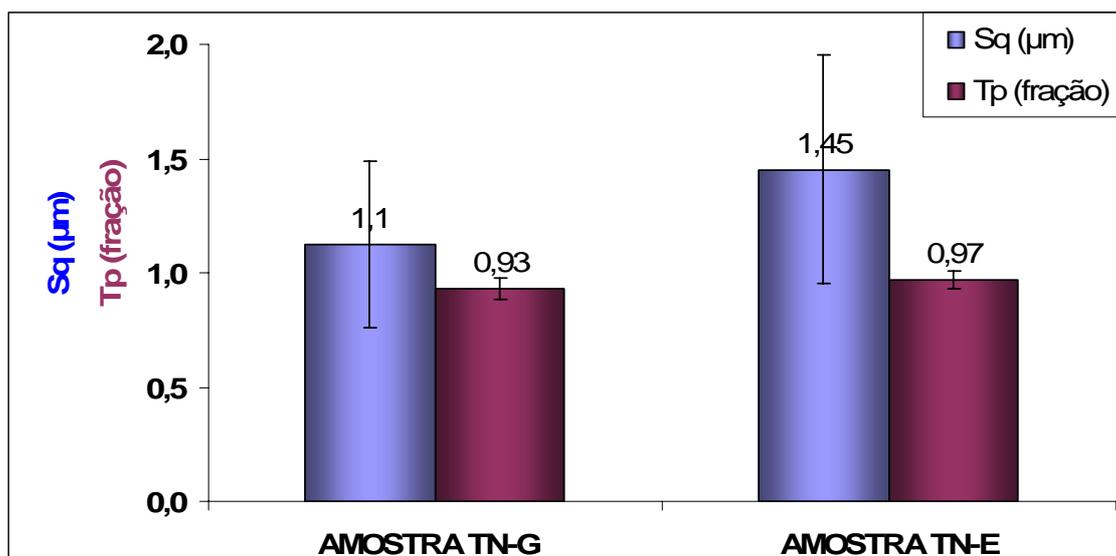


Figura 5.7 – Parâmetros estatísticos que caracterizam a superfície nitretada nas condições TN-G e TN-E.

A Figura 5.7 mostra, visualmente, que a rugosidade quadrática média das superfícies (Sq) foi muito pouco afetada pela condição de tratamento. Ainda que uma ligeira tendência de aumento de rugosidade apareça para as amostras TN-E, uma análise de variância aplicada aos dados mostrou que os mesmos são estatisticamente equivalentes.

O parâmetro Tp fornece a informação contida na curva da fração de apoio ou de suporte, conhecida também como curva de Abbot-Firestone (Figura 5.8), baseada no percentual de apoio em função da profundidade das irregularidades de uma superfície, como mostrado esquematicamente na Figura 5.8. A rugosidade quadrática média mede a variância da função de distribuição de amplitude de suas irregularidades e desta forma, quanto maior o valor de Sq, mais rugosa a superfície. É um parâmetro de rugosidade universalmente reconhecido, e o mais utilizado. **Corresponde à média aritmética dos valores absolutos do perfil.** No seu cálculo não há distinção entre picos e vales, pois se utiliza valores absolutos do perfil. Assim, picos ou vales não típicos têm pouca influência no valor deste parâmetro. Finalmente este parâmetro não fornece informações sobre a forma das irregularidades ou do perfil.

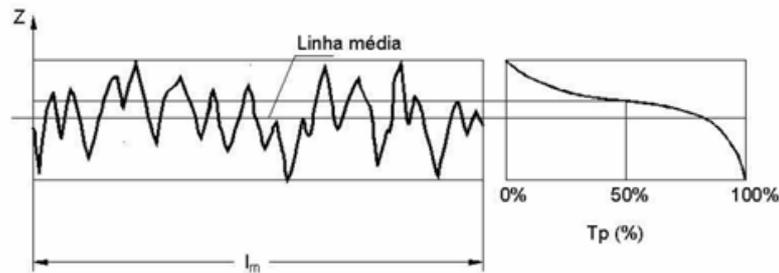


Figura 5.8 – Figura esquemática mostrando a curva de Abbot-Firestone referente a fração de apoio.

A assimetria (S_k) é um outro parâmetro estatístico de rugosidade que mede a assimetria da função de distribuição de amplitude de suas irregularidades ou equivalentemente mede a simetria da variação de um perfil em torno de sua linha média. Deste modo, superfícies com assimetria positiva possuem altos picos que se elevam acima de uma superfície mais plana. Superfícies com assimetria negativa possuem vales profundos em um platô suave. Superfícies gaussianas tem assimetrias próximas de zero. O achatamento (K) é o último parâmetro estatístico de rugosidade considerado e se relaciona com a uniformidade da função de distribuição de amplitude de suas irregularidades ou achatamento desta função. Na Figura 5.9, temos as variações dos coeficientes de assimetria e achatamento de uma superfície demonstrando se a mesma é formada por planaltos, vales, picos e variações entre eles.

Perfil	Distribuição o estatística	Parâmetro de forma
		$\gamma_1 < 0$
		$\gamma_1 > 0$
		$\gamma_1 = 0$ $\beta_2 = 3$
		$\gamma_1 = 0$ $\beta_2 > 3$
		$\gamma_1 = 0$ $\beta_2 < 3$
$\beta_2 > \gamma_1 + 1$		

Figura 5.9 – Distribuição estatística de uma superfície.

A Figura 5.10 mostra os coeficientes de assimetria e achatamento em função da condição de tratamento das amostras. A condição da amostra TN-G produz superfícies ativas mais achatadas e com menor assimetria negativa, ou seja, superfícies com menor amplitude de variação das alturas das irregularidades e uma menor tendência à morfologia planalto-vales.

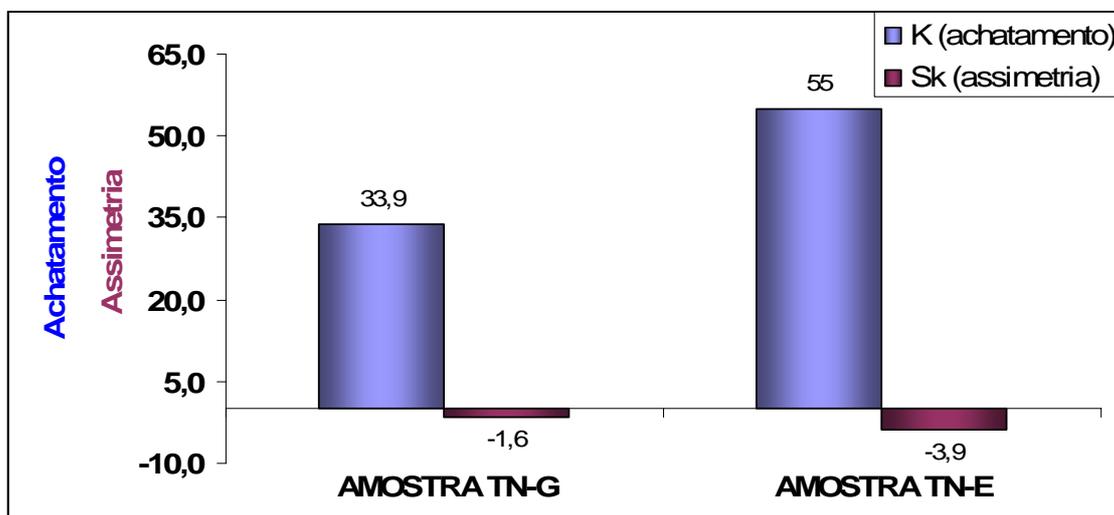


Figura 5.10 – Parâmetros estatísticos que caracterizam a superfície nitretada nas condições TN-G e TN-E.

A análise topográfica das amostras após os ensaios de desgaste por deslizamento alternado será apresentada em conjunto com os resultados de desgaste no capítulo seguinte.

5.1.3 Ensaio de Deslizamento Alternado

As Figura 5.11 e Figura 5.12 mostram os aspectos típicos da evolução do coeficiente de atrito e do potencial elétrico do contato com o tempo de ensaio das amostras TN-G e TN-E, respectivamente. O coeficiente de atrito cresce inicialmente, eventualmente atingindo um máximo para em seguida cair e atingir um valor estável, a uma distância de deslizamento de 20 metros, até o final do teste. Foi computada a média deste valor estável como sendo representativo do coeficiente de atrito. Cabe enfatizar que o coeficiente de atrito é uma propriedade dependente do sistema tribológico e não uma propriedade intrínseca dos dois materiais em contato. Portanto, como os dados de coeficiente de atrito são particulares para cada tribossistema, as comparações de coeficientes de atrito entre diferentes tribossistemas são de validade duvidosa (BLAU, 1997; BLAU, 2001).

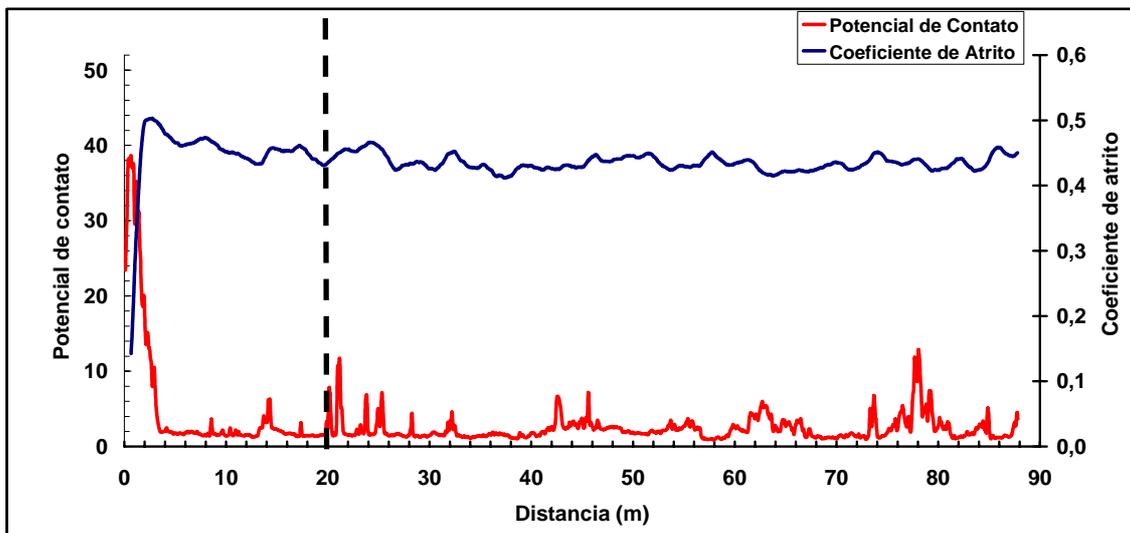


Figura 5.11 – Coeficiente de atrito e potencial de contato da amostra TN-G.

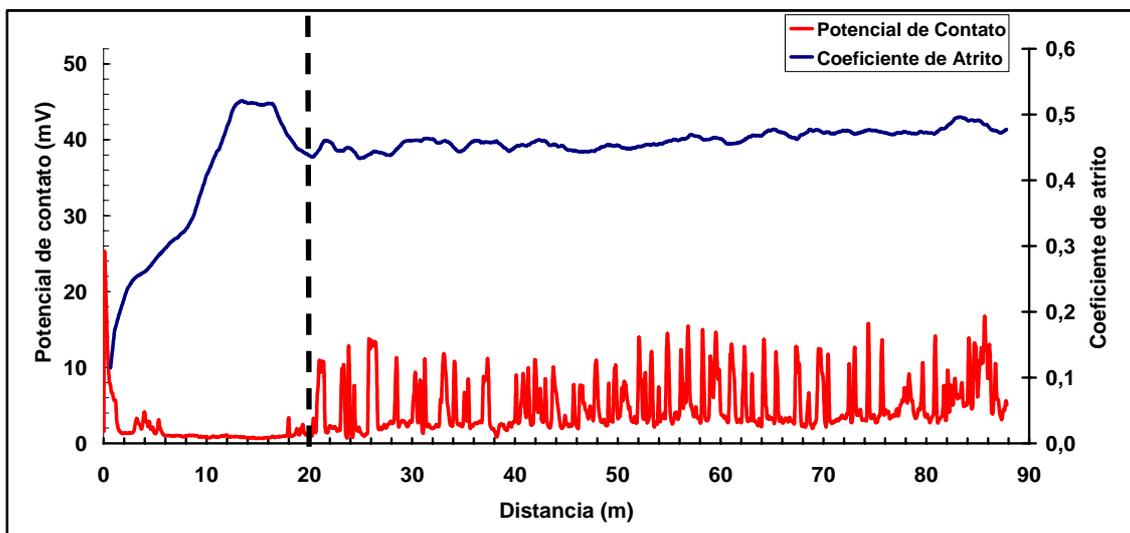


Figura 5.12 – Coeficiente de atrito e potencial de contato da amostra TN-E.

O potencial elétrico do contato, indicador da presença de compostos triboquímicos isolantes no contato, tem valores iniciais bastante baixos, característicos de contatos metal-metal e na sequência aumenta sem um padrão constante. Os valores médios do potencial do contato foram calculados no mesmo intervalo de tempo no qual o coeficiente de atrito permaneceu estável. A análise e interpretação destes resultados não é trivial. As únicas afirmações que podem ser retiradas é que os maiores valores de

potencial de contato se relacionam à formação de filmes de óxidos de alta resistência elétrica, sendo que a oscilação no valor ao longo do ensaio pode ser relacionado com a formação e remoção desta tribocamada repetidas vezes, como também verificado pelo alto desvio padrão do potencial de contato visualizado na Figura 5.13.

A Figura 5.13 apresenta os valores médios apresentados pelo coeficiente de atrito e potencial elétrico do contato das amostras TN-G e TN-E.

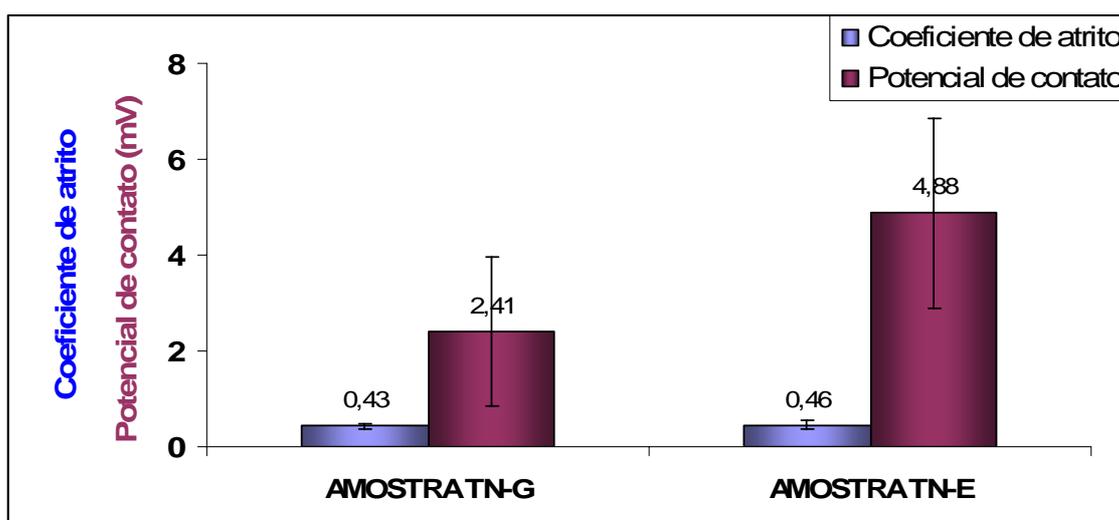


Figura 5.13 – Coeficiente de atrito e potencial de contato médio das amostra TN-G e TN-E.

A condição de tratamento não afetou o coeficiente de atrito que se mostrou bastante uniforme em todos os ensaios. O potencial de contato, no entanto, apresentou uma maior variação. Muito embora visualmente pareça que a amostra TN-E tenha apresentado potenciais de contato maiores, uma análise de variância mostrou que os dados, face a variação, são estatisticamente equivalentes.

A Figura 5.14 mostra as imagens obtidas por interferometria a laser das marcas de desgaste típicas, deixando antever uma influência da condição de tratamento no desgaste por deslizamento das amostras tratadas. Este fato confirmado pelos valores médios do desgaste volumétrico mostrados na Figura 5.15, em que a amostra TN-G possui em volume de desgastado cerca de 2 vezes maior que a amostra TN-E.

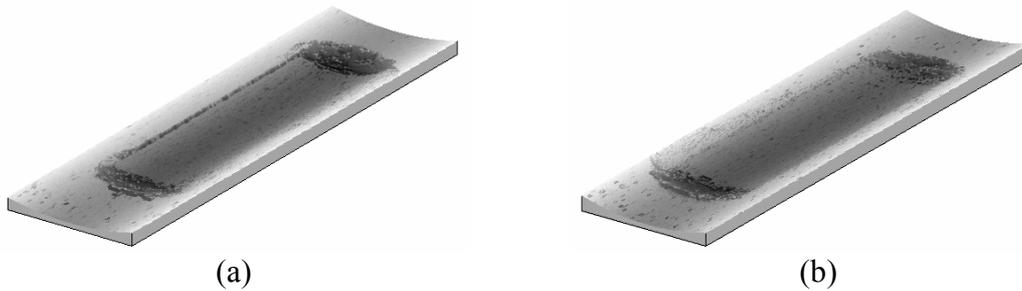


Figura 5.14 – Imagens das marcas típicas de desgaste das amostras (a) TN-G e (b) TN-E obtidas por interferometria a laser.

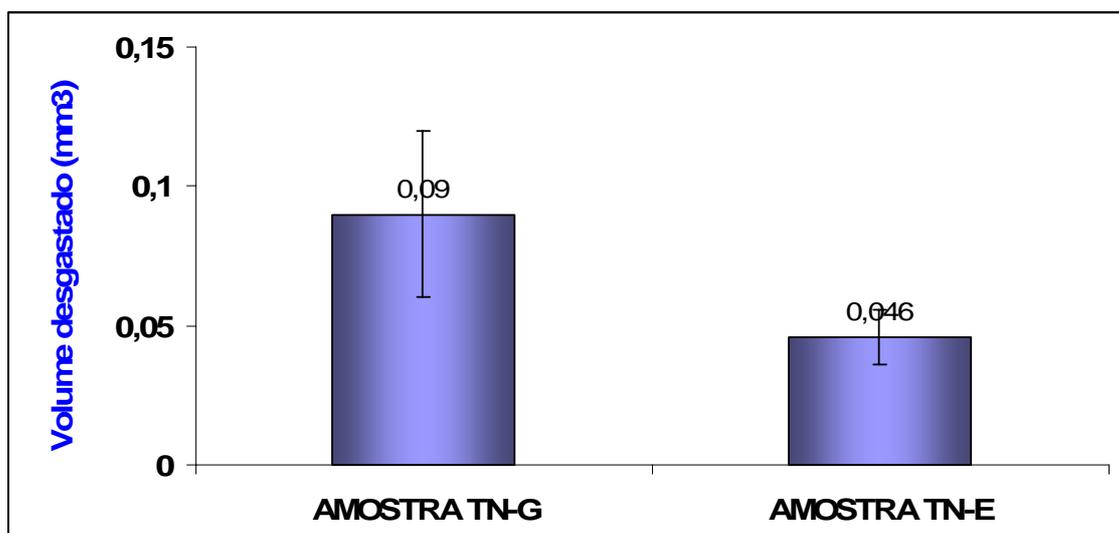


Figura 5.15 – Volume desgastado médio das amostras TN-G e TN-E.

Para todas as amostras, o processo de desgaste por deslizamento aumenta tanto a assimetria negativa quanto o achatamento das curvas como mostrados pelos caminhos morfológicos seguidos pelas amostras produzidas pelas duas condições de tratamento, conforme visualizado na Figura 5.16. Neste caso, a morfologia das superfícies tende acentuadamente para o tipo planalto-vale evidenciando uma característica de evolução natural do desgaste.

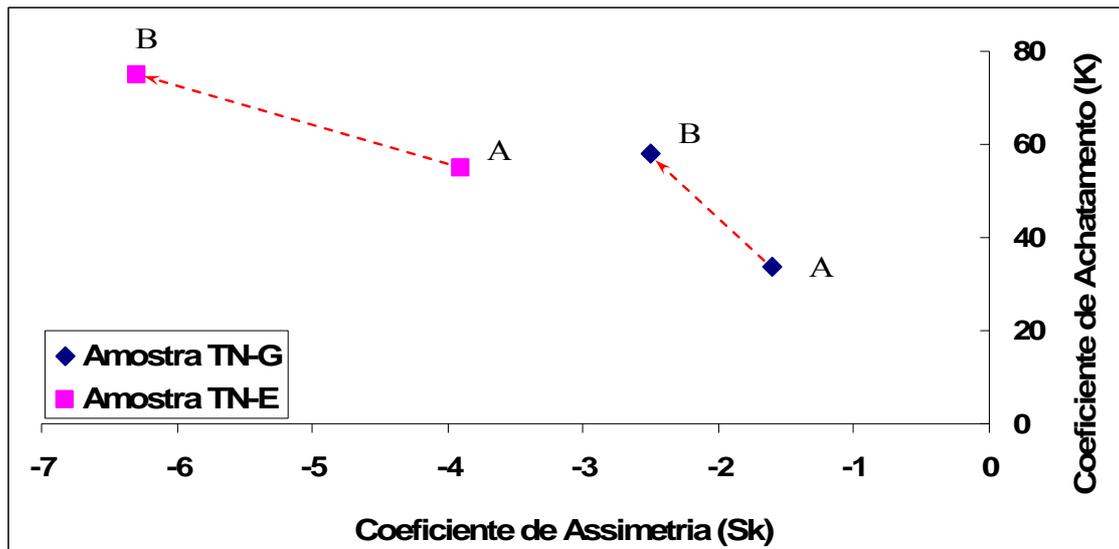


Figura 5.16 – Caminho morfológico das amostra TN-G e TN-E.

Na Figura 5.17, pode-se constatar este fato através da imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (Figura 5.17) na amostra TN-E. Para a amostra TN-G o efeito observado é o mesmo e não serão apresentadas as imagens.

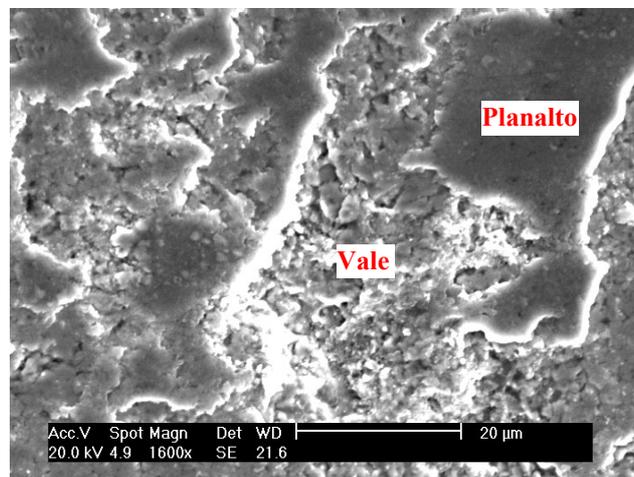


Figura 5.17 - Topografia via microscopia eletrônica de varredura da região desgastada.

Mecanismo de desgaste das amostras

Os mecanismos e características do desgaste foram analisados através de micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das superfícies de desgaste das amostras. A Figura 5.18 mostra as características morfológicas das superfícies de desgaste das amostras TN-E e TN-G em diferentes ampliações.

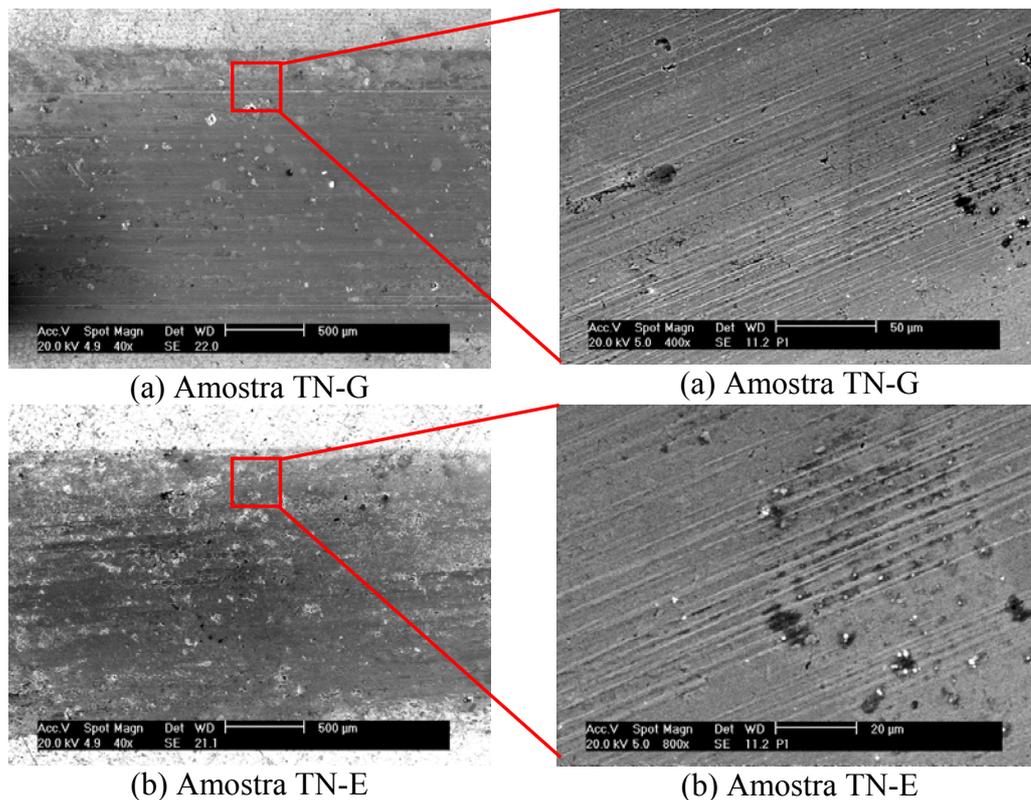


Figura 5.18 - Aspecto da marca de desgaste após ensaios tribológicos em diferentes aumentos, obtidos via microscopia eletrônica. (a) amostra TN-G e (b) amostra TN-E.

As superfícies de desgaste formadas após os ensaios apresentam um aspecto morfológico praticamente idêntico. Observa-se a predominância de mecanismo de desgaste por deformação plástica por abrasão, como é indicado pelos sulcos de desgastes paralelos a direção do deslizamento. Neste caso, foram observadas características de abrasão pelos micromecanismos de microcorte e microsulcamento, com predominância do microsulcamento (conforme esquematizado na Figura 5.19).

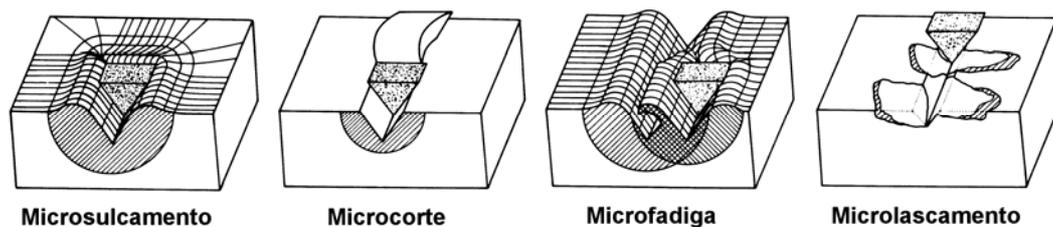


Figura 5.19 - Interações físicas entre partículas abrasivas e a superfície do material (ZUM GAHR, 1987).

Além disto, observa-se a fragmentação ou microlascamento da tribocamada formada durante o ensaio. Observa-se também, que todas as superfícies de desgaste não apresentam a porosidade característica das suas superfícies originais, ocorrendo portanto o fechamento dos poros superficiais devido ao processo de desgaste.

A predominância dos mecanismos de deformação plástica por abrasão ao final dos ensaios, pode ser explicada como sendo devido à destruição completa ou quase completa da camada superficial de nitreto. As partículas fragmentadas de nitretos de ferro devido sua elevada dureza atuam como partículas abrasivas na região de contato, determinando o mecanismo de desgaste abrasivo, como observado. Além disso, na região de contato, tem-se a presença de partículas de desgaste metálicas altamente deformadas e/ou partículas metálicas oxidadas do contra-corpo e do próprio substrato. Além destas partículas soltas atuando como um terceiro corpo e causando a abrasão da amostra, também pode atuar como abrasivo, asperidades duras do contra-corpo, causando deste modo abrasão a dois corpos.

Deve-se também considerar que o tipo e a configuração utilizada nos ensaios (alternado, esfera-sobre-plano) contribui para que a grande parte dos detritos de desgaste gerados fossem mantidos no sistema, devido a ausência de forças centrífugas e do movimento bidirecional. Nestes ensaios, os detritos de desgaste soltos são transportados para frente e para trás e eliminados do sistema em uma direção perpendicular ao movimento da amostra (GODET, 1984; LEHEUP AND PENDLEBURY, 1991). Isso contribui para o desenvolvimento e manutenção de uma grande quantidade de detritos que pode atuar como um terceiro corpo, desempenhando sua ação abrasiva entre a amostra de ferro sinterizado nitretada e o contra-corpo.

Apesar do mecanismo de desgaste predominante ser a deformação plástica, normalmente vários mecanismos operam simultaneamente, entre os quais o desgaste oxidativo, formando óxidos que podem se aglomerar e fragmentar. Na Figura 5.20, podemos visualizar a marca de desgaste na amostra TN-G, onde observamos regiões

escuras (região A) contendo oxigênio conforme identificado através de EDX. O mesmo efeito é encontrado na amostra TN-E conforme visualizado na Figura 5.21. Para esta amostra na região clara (região A), onde se tem a presença de óxidos, se encontra a presença de cromo proveniente do desgaste do contra corpo. Este fato pode ser atribuído pela maior taxa de desgaste do contra-corpo, tendo com isto uma maior oferta de detritos para incrustar na peça, ou simplesmente pela limpeza não tão eficiente, realizada em banho no ultrassom, antes das análises de microscopia eletrônica.

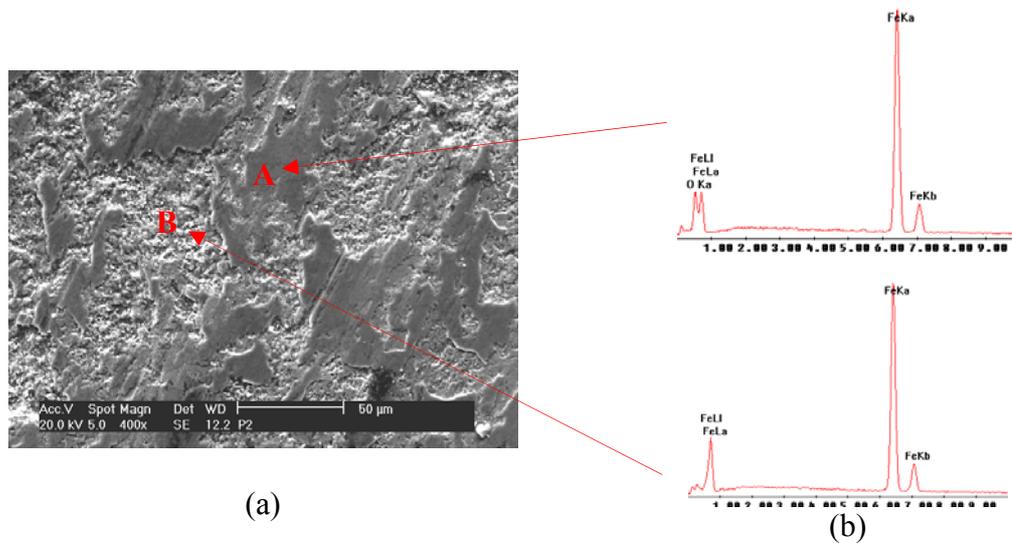


Figura 5.20 – Imagem em detalhe do marca de desgaste (a) e espectro da microsonda EDX (b) do ensaio com a amostra TN-G.

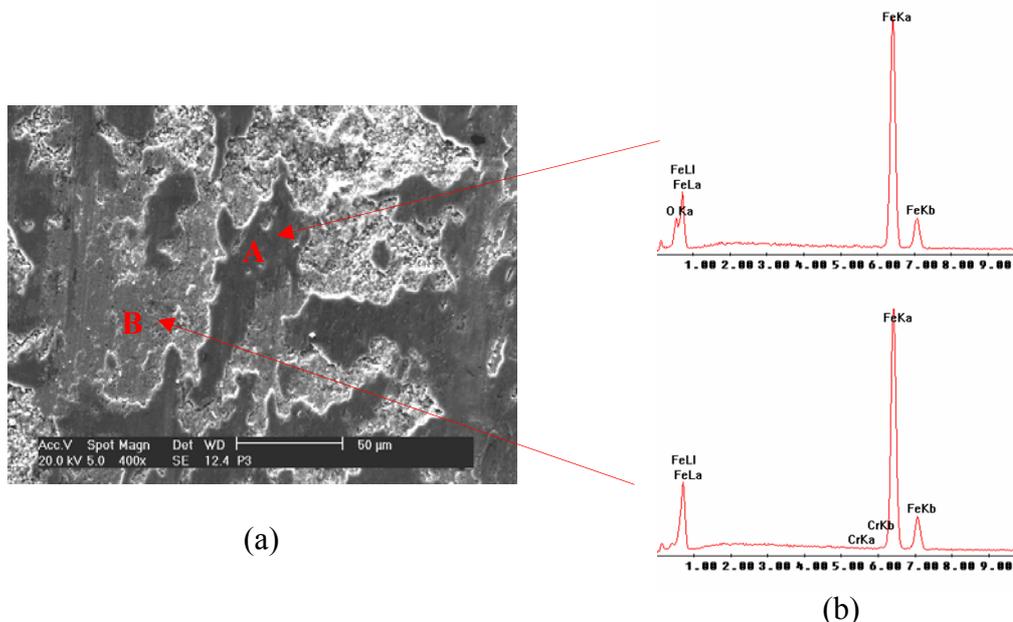


Figura 5.21 – Imagem em detalhe do marca de desgaste (a) e espectros da microsonda EDX (b) do ensaio com a amostra TN-E.

5.1.4 Desgaste do contra corpo no ensaio de deslizamento alternado

A avaliação do diâmetro da calota de desgaste das esferas foi realizada através de imagens destas calotas obtidas por microscopia eletrônica de varredura, e não através de imagens obtidas por microscopia ótica, devido à falta de contraste e definição de suas bordas nas observações por microscopia ótica.

Nas Figura 5.22 e Figura 5.23 são mostradas as calotas de desgaste típicas do contra corpo utilizado nos ensaios de deslizamento das amostras TN-G e TN-E.

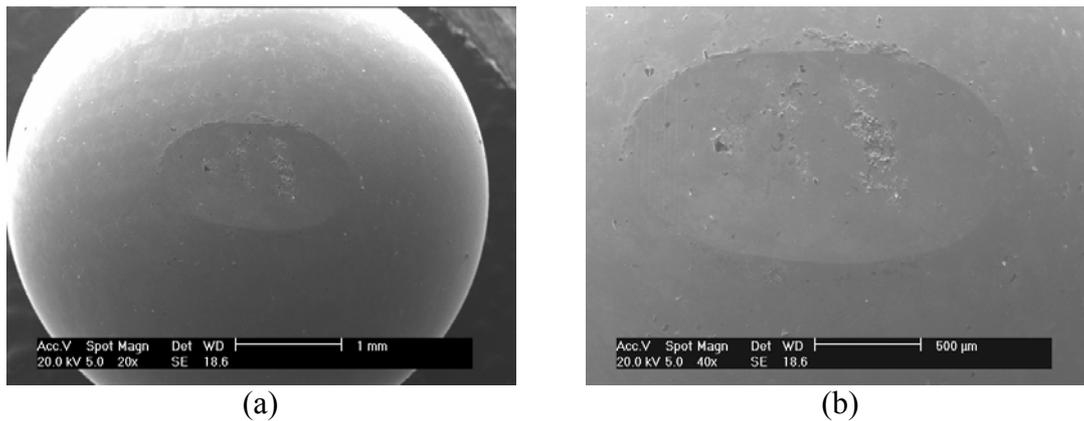


Figura 5.22 – Imagem do contra corpo desgastado (a) e em detalhe (b) do ensaio com a amostra TN-G.

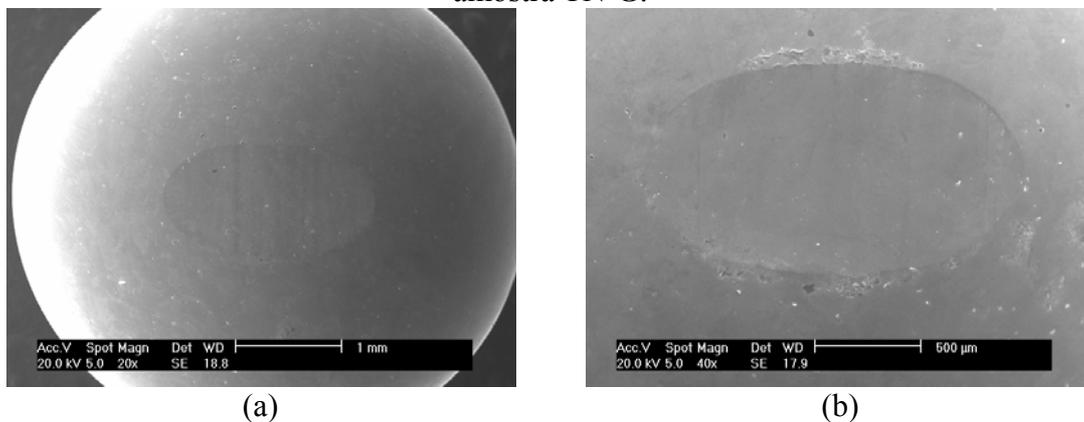


Figura 5.23 – Imagem do contra corpo desgastado (a) e em detalhe (b) do ensaio com a amostra TN-E.

Como pode ser visualizado na Figura 5.22 e Figura 5.23, o diâmetro da marca de desgaste não apresenta variações significativas em função da condição de tratamento. Fato que é confirmado na Figura 5.24, em que são apresentados os valores médios desgastados dos contra corpos utilizados nos ensaios de deslizamento alternado. Uma análise de variância mostrou que os dados, face a variação, são estatisticamente equivalentes. A comparação dos valores do desgaste das esferas com os das amostras mostrou que o desgaste das esferas foi similar aos das amostras TN-G e TN-E.

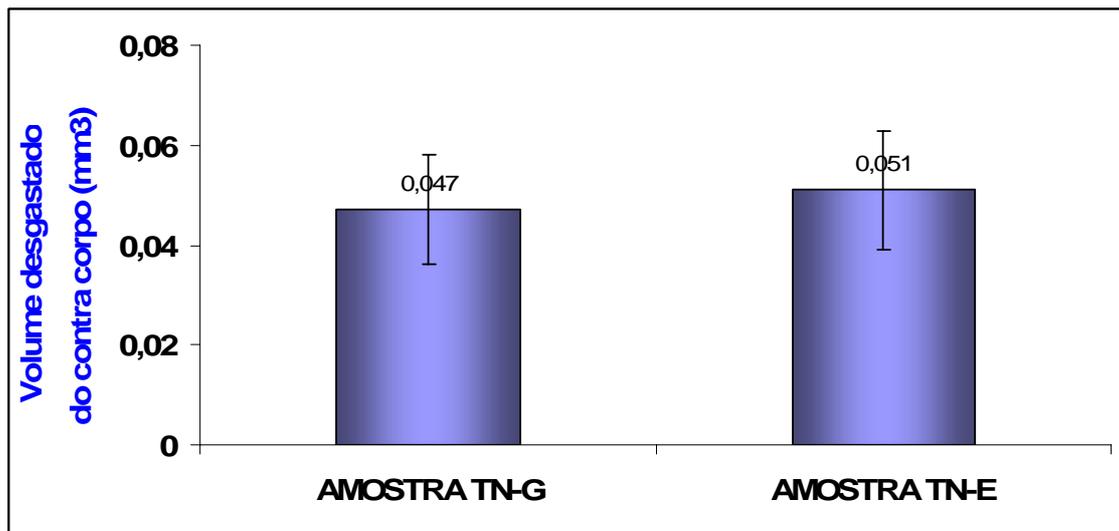


Figura 5.24 – Volume desgastado do contra corpo das amostras TN-G e TN-E.

Analisando com maior detalhe as marcas de desgaste do contra corpo, utilizando imagens de microscópio eletrônico de varredura, verifica-se a presença de partículas escuras na superfície desgastada, conforme visualizado na Figura 5.25-a. Através de análise química por microsonda EDX observa-se que as mesmas possuem elevado teor de oxigênio (Figura 5.25- b). A superfície desgastada apresenta também regiões de tons cinza, conforme indicado na Figura 5.25-a, que através de análise química por microsonda também se observa a presença de oxigênio. Este fato já era esperado uma vez que os ensaios tribológicos de deslizamento alternado foram realizados ao ar. Este efeito é encontrado tanto nos ensaios das amostras TN-G quanto nas amostras TN-E (Figura 5.26).

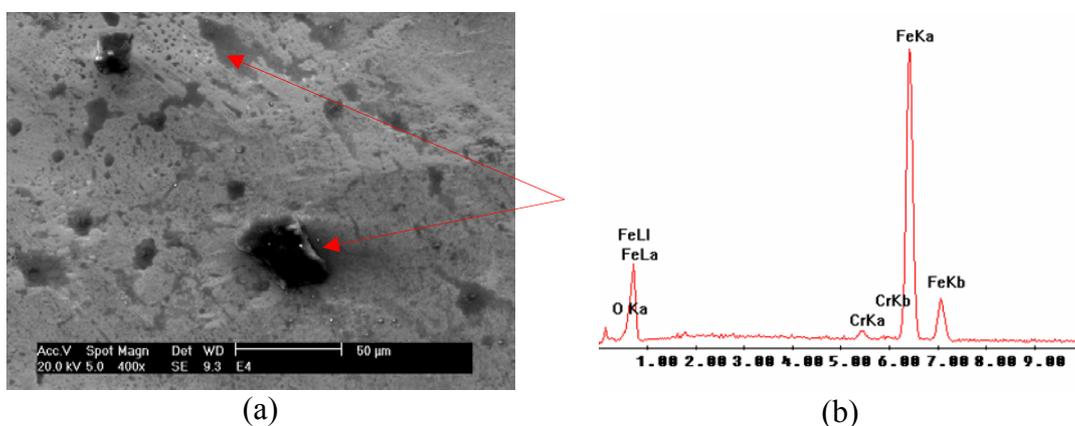


Figura 5.25 – Imagem em detalhe do contra corpo desgastado (a) e espectro da microsonda EDX (b) do ensaio com a amostra TN-G.

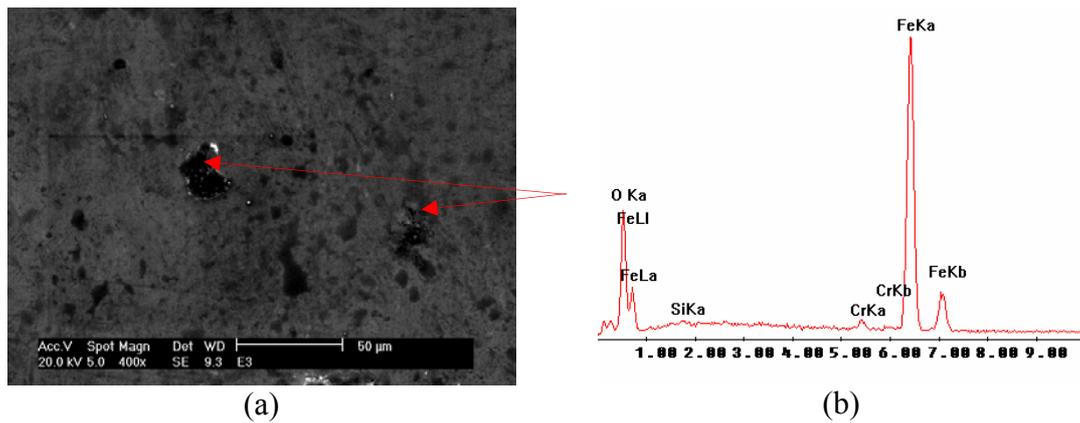


Figura 5.26 – Imagem em detalhe do contra corpo desgastado (a) e espectro da microsonda EDX (b) do ensaio com a amostra TN-E.

5.1.5 Ensaio de Microabrasão

A Figura 5.27 mostra a topografia da superfície desgastada da amostra TN-G, produzida pelo teste de micro abrasão, utilizando SiC como abrasivo.

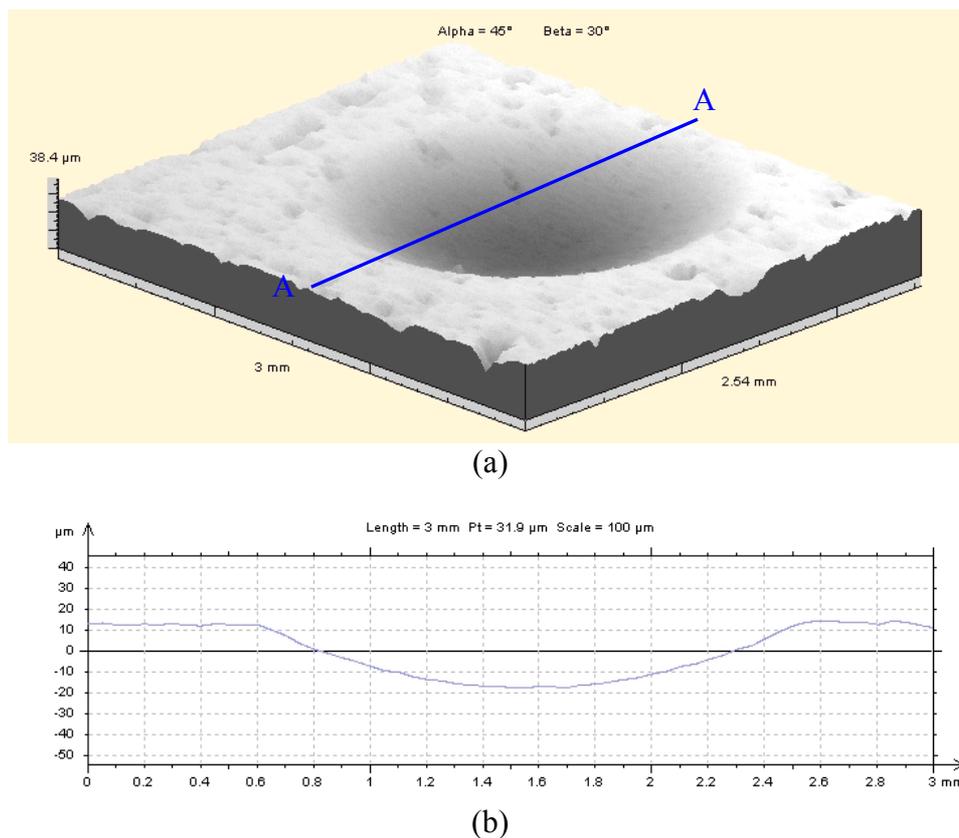


Figura 5.27 – Interferometria a laser de uma calota esférica formada por microabrasão: (a) imagem em 3D; (b) detalhe do perfil A-A. Amostra TN-G. Abrasivo: SiC. Tempo de teste: 360s.

A Figura 5.27 foi produzida pela técnica de interferometria a laser. A área de varredura do interferômetro a laser cobre a calota de desgaste e suas imediações. Observa-se que a rugosidade no interior da superfície desgastada é menor que na porção externa a esta. A Figura 5.27-b mostra um perfil de rugosidade (perfil A-A) que passa pela região central da calota. A Figura 5.28 é uma ampliação do perfil A-A na faixa que compreende a calota de desgaste. Nesta figura, um arco de circunferência é sobreposto ao perfil de rugosidade, como indicado, mostrando que a superfície desgastada se aproxima à forma deste arco. Desta forma, a calota formada durante o desgaste tende a assumir a forma da esfera que a formou.

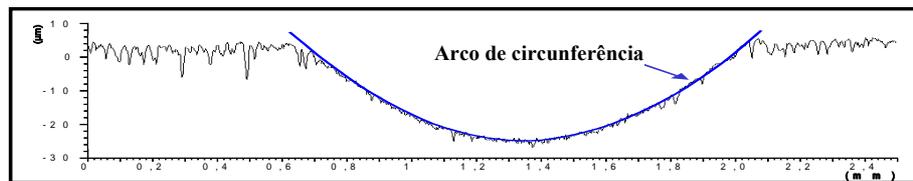


Figura 5.28 - Perfil de rugosidade da calota esférica superposta de um arco de circunferência.

A identidade entre a calota formada na superfície da amostra e o contra-corpo esférico é reportado pela literatura (RUTHERFORD E HUTCHINGS, 1997; TREZONA E HUTCHINGS, 1999; RUTHERFORD E HUTCHINGS, 1996). Em seu trabalho, Trezona e Hutchings (1999) mostram que a microabrasão de materiais dúcteis, e não revestidos, pode gerar impressões de desgaste cujo formato não é perfeitamente esférico, contendo alterações na borda da calota. Entretanto, estes autores mostraram que para se obter o coeficiente de desgaste abrasivo de materiais moles é necessário uma análise da forma da calota. Para o cálculo deste coeficiente é considerado somente o diâmetro da parte mais interna da impressão, que reproduz o formato da esfera. Apesar do ferro puro sinterizado ser um material mole, a nitretação promoveu a formação de uma fase dura no material, que contribuiu com a reprodução da forma esférica das calotas. Esse fato garante a validade da abordagem matemática utilizada neste trabalho.

A evolução do coeficiente de desgaste com o tempo de ensaio é mostrado na Figura 5.29. Foram realizados três ensaios em quatro amostras distintas para cada condição de tratamento. A Figura 5.30 mostra a evolução para a média de cada amostra. Observa-se que o regime permanente acontece após 300 segundos de ensaio. Desta forma, o coeficiente de desgaste apresentado representa a média dos três últimos valores para cada amostra (300, 330 e 360 segundos de teste).

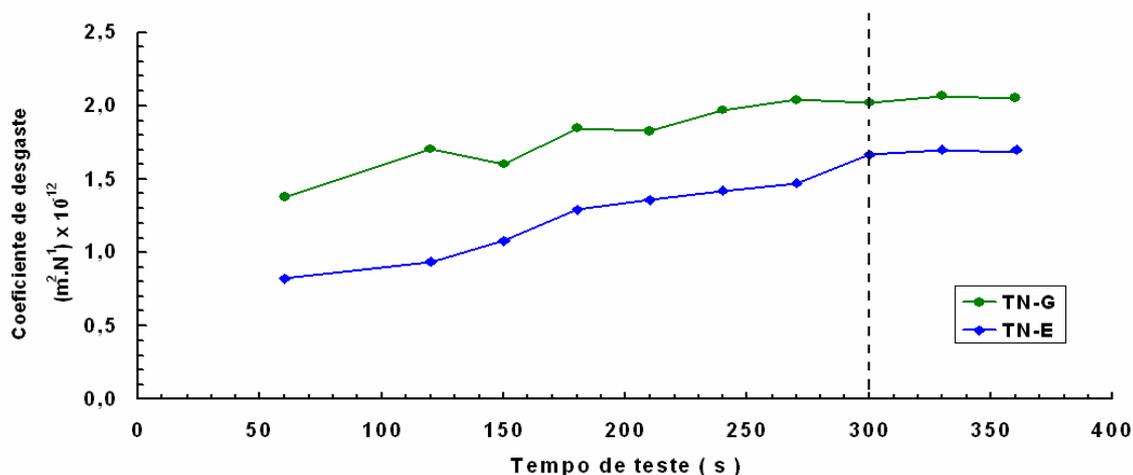


Figura 5.29 – Evolução do coeficiente de desgaste abrasivo em função do tempo para as amostras TN-G e TN-E.

As amostras produzidas pela condição TN-E apresentam um coeficiente de desgaste cerca de 20% inferior aos apresentados pelas amostras TN-G. Este fato pode ser correlacionado com os valores de microdureza das amostras. Como a resistência à abrasão possui alta influência da dureza do material, a amostra TN-E, por apresentar maior valor de microdureza, possui melhor desempenho em situações de desgaste abrasivos.

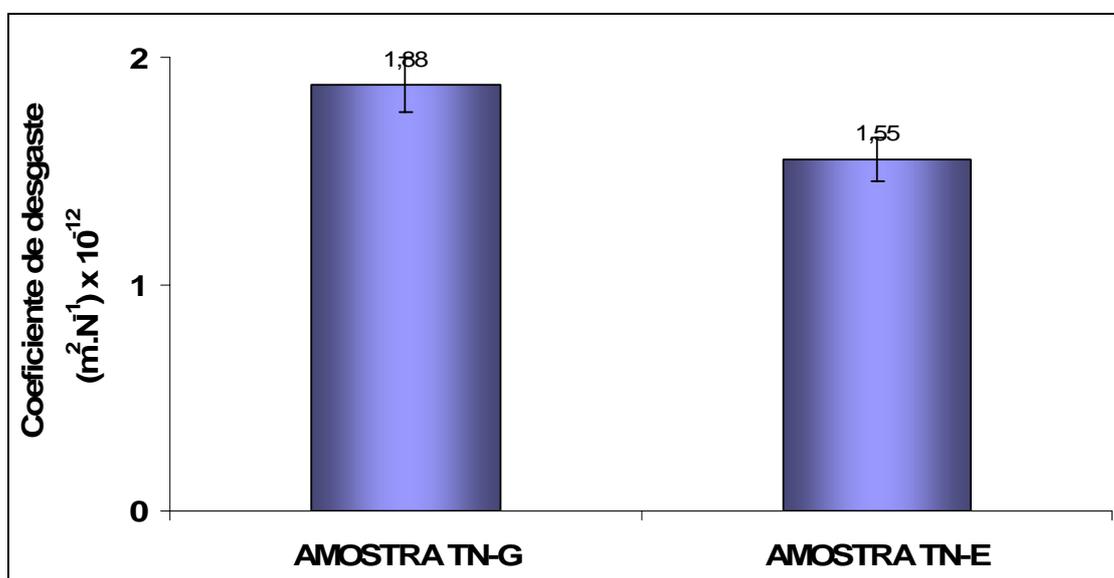


Figura 5.30 – Valores médios do coeficiente de desgaste micro-abrasivo para as amostras TN-G e TN-E.

Procurando analisar a evolução da profundidade da marca de desgaste com o tempo de duração do ensaio, Figura 5.31, pode-se constatar que a profundidade da

calota esférica, no regime permanente de desgaste, é superior a 20 μm que por sua vez é um valor superior a espessura da camada branca produzida pela nitretação em ambas as condições (espessura da camada branca \cong 10 μm).

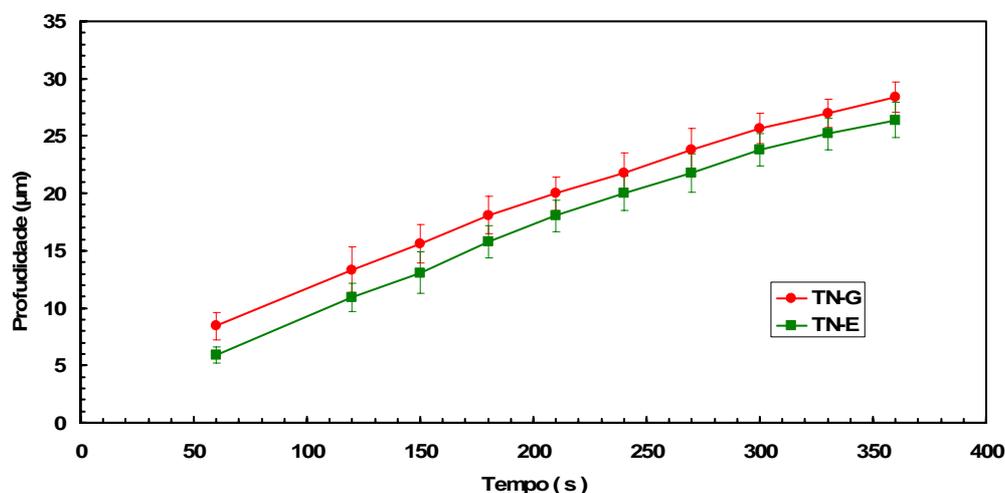


Figura 5.31 – Evolução da profundidade da marca de desgaste com o tempo de duração do ensaio para as amostras TN-G e TN-E.

Acompanhando a evolução do coeficiente de desgaste médio com o tempo de ensaio, na Figura 5.32, constatam-se que as amostras tratadas na condição TN-E, possuem menores coeficientes de desgaste e que o efeito é mais benéfico nos tempos iniciais do teste, Figura 5.33, provavelmente pelo fato de que nesta situação o desgaste está ocorrendo predominantemente na camada branca. A medida que o tempo de ensaio evolui começa a ocorrer contado do contra-corpo com o substrato e com isto a relação área de contato com camada/substrato começa a diminuir.

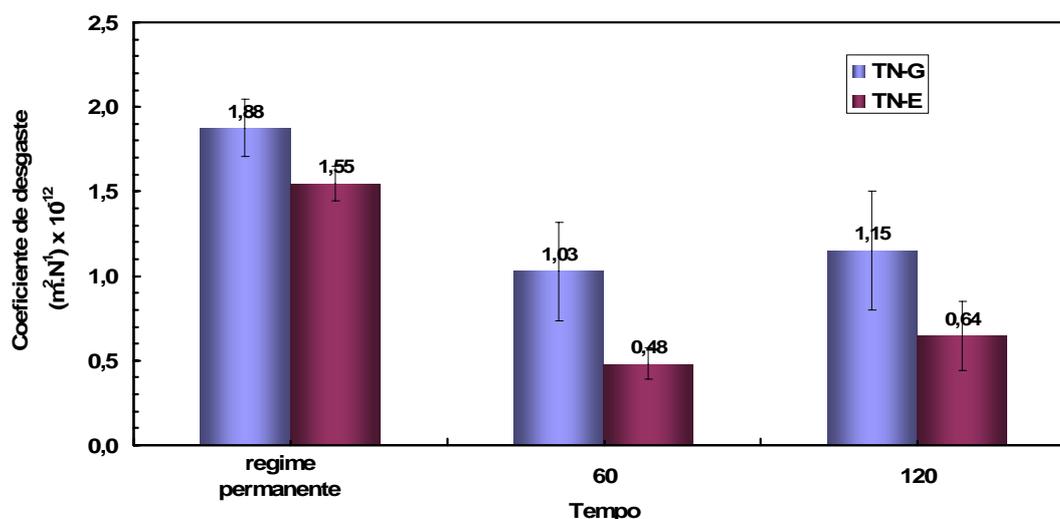


Figura 5.32 – Efeito do tempo de ensaio no coeficiente de desgaste micro-abrasivo para as amostras TN-G e TN-E.

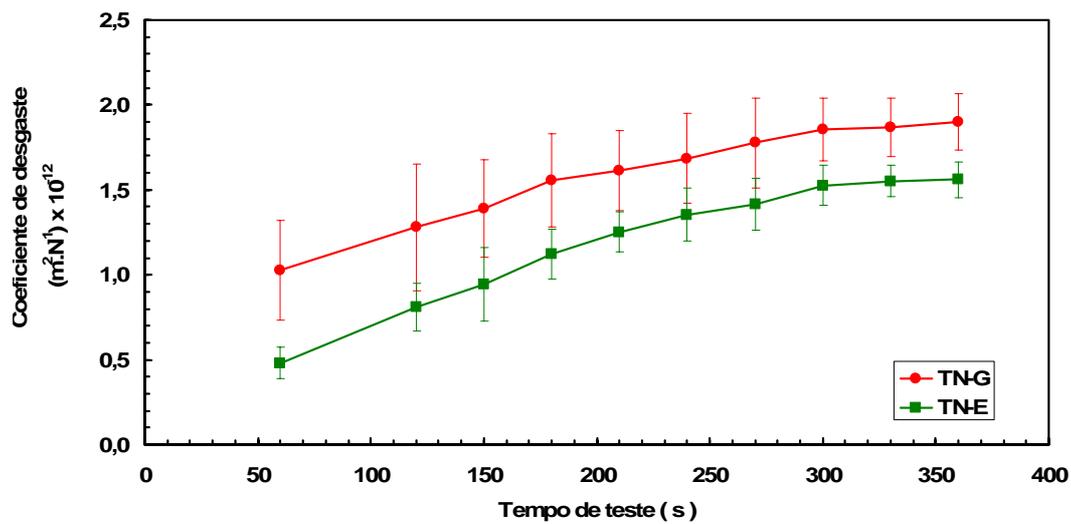


Figura 5.33 – Evolução do coeficiente de desgaste com o tempo de duração do ensaio para as amostras TN-G e TN-E.

Mecanismo de desgaste das amostras

Os mecanismos e características do desgaste foram analisados através de micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das superfícies de desgaste das amostras. A Figura 5.34 mostra as características morfológicas das superfícies de desgaste das amostras TN-G e TN-E.

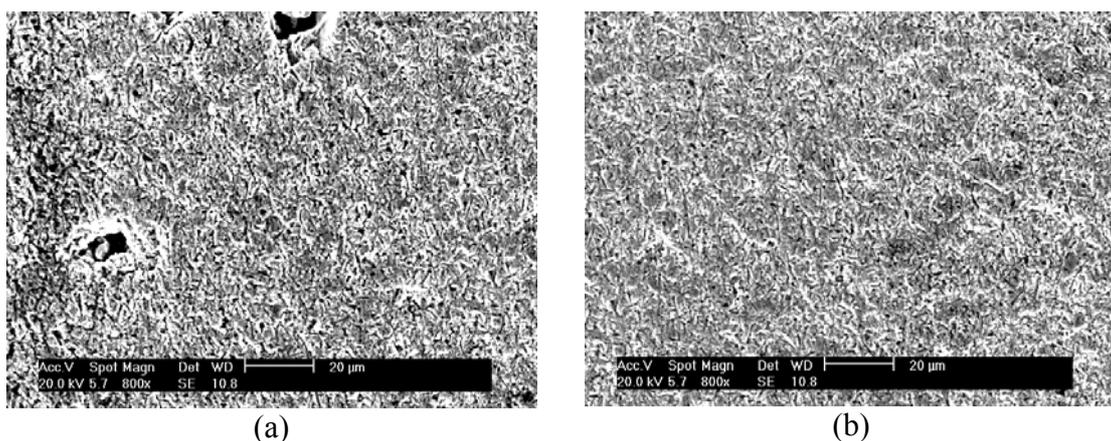


Figura 5.34 - Aspecto da marca de desgaste após ensaios tribológicos de microabrasão obtidos via microscopia eletrônica. (a) amostra TN-G e (b) amostra TN-E.

A ausência de riscos característicos da abrasão é observada nas duas amostras. O aspecto da superfície indica que o mecanismo de desgaste predominante é a intensa deformação plástica decorrente de indentações formadas pelo rolamento das partículas

abrasivas entre as superfícies móveis. A Figura 5.34 mostra ainda a existência de porosidade remanescente que atua como reservatório de abrasivo durante o ensaio de microabrasão. Na análise de microsonda, visualizada na Figura 5.35, verifica-se na região desgastada de ambas as peças a presença dos elementos químicos Si e C proveniente do abrasivo, presença do elemento químico N proveniente da camada nitretada e presença do elemento químico O devido a realização do ensaio em ambiente atmosférico, sendo que estes elementos são encontrados em toda a calota de desgaste formada.

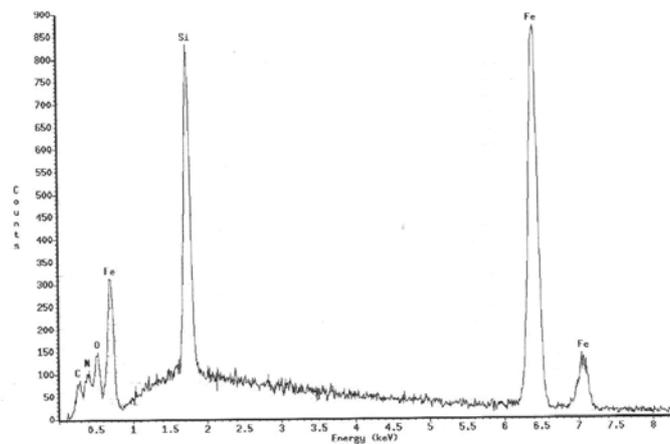


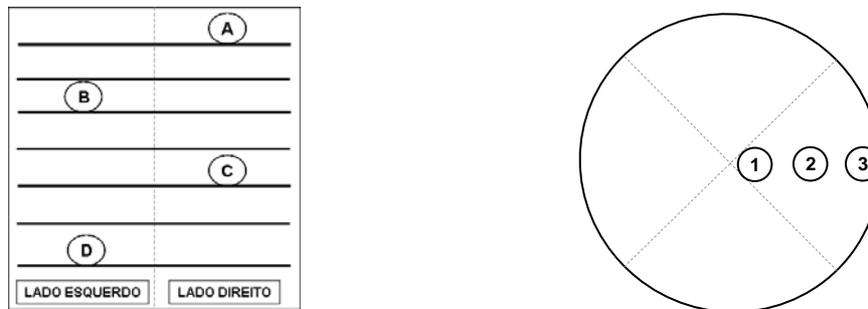
Figura 5.35 – Espectro de microsonda característicos da calota de desgaste formada.

5.1.6 Conclusões parciais

Em função dos resultados apresentados e discutidos neste capítulo verifica-se que as camadas de nitretos atendem as especificações microestruturais almejadas. Na comparação topográfica as duas fases apresentaram comportamento similar. Em relação ao desempenho tribológico a camada de nitreto de fase ϵ apresenta melhores resultados para este sistema, sendo com isto a fase a ser utilizada nos componentes para a etapa de validação do equipamento com carga completa de 5.000 peças.

5.2. TRATAMENTOS PARA VALIDAÇÃO DO EQUIPAMENTO – CARGA COMPLETA

Após a escolha da fase de nitreto mais adequada para o componente sinterizado industrial escolhido, foram realizados três ciclos de tratamento de nitretação com cargas de 5.000 peças cada, distribuídas conforme demonstrado no esquema da Figura 5.36.



(A) topo – lado direito; (B) intermediário 1 – lado esquerdo; (C) intermediário 2 – lado direito; (D) base – lado esquerdo.

(1)centro (2)meio (3)borda da placa.

Figura 5.36 - Esquema de distribuição da carga de peças no equipamento; (a) regiões em que foram retiradas peças para análise no sentido longitudinal da carga, ou seja, entre bandejas do suporte; (b) regiões em que foram retiradas peças para análise no sentido radial da carga, ou seja, na bandeja do suporte.

Após a realização dos ciclos de nitretação foram retiradas cinco peças de cada posição para análises dimensionais, microestruturais, topográficas e tribológicas para avaliação de possíveis gradientes nas características e propriedades das peças tratadas em função da posição no equipamento. A seguir serão apresentados estes resultados.

5.2.1 Análise microestrutural

Conforme esquema de coleta de amostras em diferentes posições do reator apresentado anteriormente, realizou-se análise microestrutural das peças, tendo como foco dois parâmetros: espessura da camada branca e fases de nitreto formada. A espessura da camada branca foi determinada em três diferentes regiões da peça, conforme visualizado na Figura 5.37, com o objetivo de verificar também a homogeneidade da camada ao longo do componente. Para cada posição nas placas o valor da espessura da camada foi determinado pela média das três regiões em três diferentes peças.

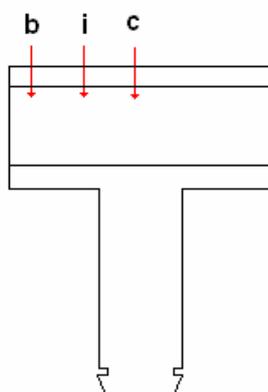


Figura 5.37 - Regiões da peça em que foi determinada a espessura da camada branca.

As Tabela 5.2, Tabela 5.3 e Tabela 5.4 apresentam os valores médios da espessura da camada branca ao longo da carga dos três ciclos de nitretação realizados, bem como o valor médio do gradiente térmico medido ao longo da carga. Pode-se observar que a espessura da camada branca é bastante homogênea ao longo da carga tanto no sentido radial quanto no sentido longitudinal. Outro ponto importante avaliado foi o gradiente térmico ao longo da carga, que se mostrou bastante homogêneo e dentro das margens aceitáveis para o processo. Em todas as regiões a camada branca apresentou espessura dentro do especificado ($>10 \mu\text{m}$) para este componente e para as três cargas, com espessuras entre $10,2$ e $12,2 \mu\text{m}$.

Tabela 5.2 – Espessura da camada branca e gradiente térmico encontrado ao longo da carga 1 de 5.000 peças.

		CARGAS 1				
		Espessura da camada (μm) - Posição na Placa -			ΔT na placa ($^{\circ}\text{C}$)	ΔT entre as placas A e D ($^{\circ}\text{C}$)
		Centro (1)	Meio (2)	Borda (3)		
Placa	A	$11,0 \pm 0,5$	$10,8 \pm 0,5$	$10,8 \pm 0,6$	6 ± 3	15 ± 3
	B	$11,0 \pm 1,0$	$11,0 \pm 0,8$	$11,0 \pm 0,7$	7 ± 2	
	C	$10,7 \pm 0,4$	$11,0 \pm 0,7$	$11,2 \pm 0,6$	5 ± 2	
	D	$11,5 \pm 0,7$	$10,6 \pm 0,4$	$10,7 \pm 0,6$	8 ± 3	

Tabela 5.3 – Espessura da camada branca e gradiente térmico encontrado ao longo da carga 2 de 5.000 peças.

		CARGAS 2				
		Espessura da camada (μm) - Posição na Placa -			ΔT na placa ($^{\circ}\text{C}$)	ΔT entre as placas A e D ($^{\circ}\text{C}$)
		Centro (1)	Meio (2)	Borda (3)		
Placa	A	$10,8 \pm 0,5$	$10,8 \pm 0,7$	$11,0 \pm 0,6$	5 ± 2	13 ± 3
	B	$11,0 \pm 0,8$	$11,5 \pm 0,8$	$11,0 \pm 0,5$	6 ± 2	
	C	$11,0 \pm 0,4$	$11,0 \pm 0,5$	$11,5 \pm 0,6$	8 ± 2	
	D	$11,5 \pm 0,8$	$11,0 \pm 1,0$	$10,8 \pm 0,6$	7 ± 3	

Tabela 5.4 – Espessura da camada branca e gradiente térmico encontrado ao longo da carga 3 de 5.000 peças.

		CARGAS 3				
		Espessura da camada (μm) - Posição na Placa -			ΔT na placa ($^{\circ}\text{C}$)	ΔT entre as placas A e D ($^{\circ}\text{C}$)
		Centro (1)	Meio (2)	Borda (3)		
Placa	A	$11,5 \pm 0,5$	$11,5 \pm 0,5$	$11,0 \pm 0,6$	5 ± 3	13 ± 3
	B	$11,0 \pm 1,0$	$11,0 \pm 0,6$	$11,5 \pm 0,7$	7 ± 2	
	C	$10,5 \pm 0,6$	$11,0 \pm 0,8$	$10,7 \pm 0,4$	7 ± 2	
	D	$11,0 \pm 0,7$	$10,6 \pm 0,5$	$10,7 \pm 0,6$	4 ± 3	

Na Figura 5.38 pode-se observar as micrografias das três diferentes regiões de uma das peças analisadas. As camadas apresentaram-se compactas e homogêneas ao longo da seção da peça. O mesmo fato é encontrado nas outras 107 peças analisadas.



região b (borda) região i (intermediário) região c (centro)
 Figura 5.38 - Micrografia da camada branca nas 3 diferentes regiões de análise da peça.

Após a verificação da homogeneidade da espessura da camada ao longo da carga foi realizada uma comparação entre as cargas com o objetivo de avaliar a repetibilidade

do processo. Para isto foi determinado um valor médio para a carga total do ciclo utilizando todas as medidas de espessura de camada realizadas. O mesmo procedimento foi realizado nos três ciclos de tratamento e os resultados podem ser visualizados na Figura 5.39. Uma análise de variância aplicada aos resultados demonstra que os mesmos podem ser considerados dentro da mesma faixa demonstrando a repetibilidade do processo de nitretação nos três ciclos realizados.

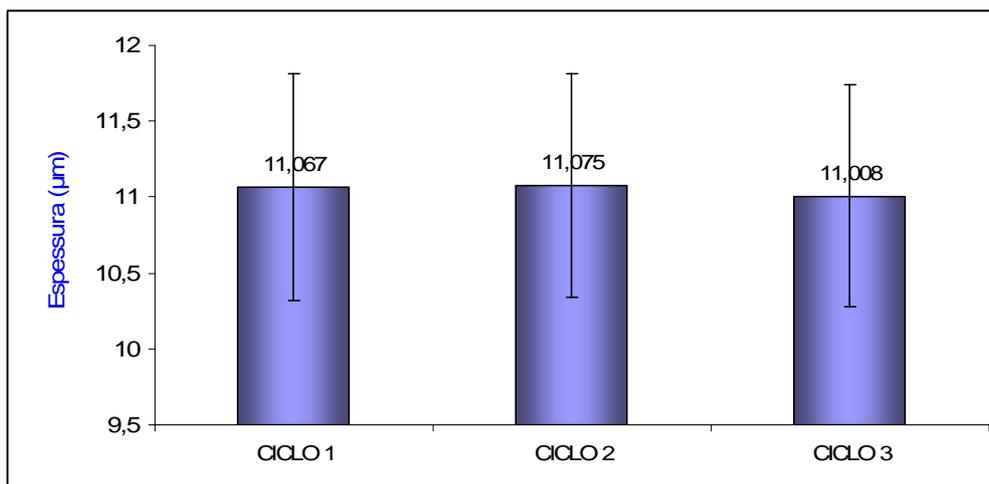


Figura 5.39 - Valor médio da espessura da camada branca dos 3 ciclos de nitretação com carga completa (5.000 peças)

Outra técnica utilizada para determinar a microestrutura das camadas nitretadas foi a difratometria de raios – X. Para todas as peças nas diferentes posições ao longo da carga e nos três ciclos de nitretação realizados a fase de nitreto encontrada foi sempre a fase ϵ , que é a desejada para este componente conforme resultados mostrados anteriormente. Na

Tabela 5.5 se pode visualizar, de forma esquemática, a formação apenas da fase de nitreto ϵ ao longo da carga.

Tabela 5.5 – Fase de nitreto da camada branca e gradiente térmico encontrado ao longo das 3 cargas de 5.000 peças/cada.

		CARGAS de 1 a 3				
		Espessura da camada (μm) - Posição na Placa -			ΔT na placa ($^{\circ}\text{C}$)	ΔT entre as placas A e D ($^{\circ}\text{C}$)
		Centro (1)	Meio (2)	Borda (3)		
Placa	A	ϵ	ϵ	ϵ	6 ± 3	15 ± 3
	B	ϵ	ϵ	ϵ	7 ± 2	
	C	ϵ	ϵ	ϵ	5 ± 2	
	D	ϵ	ϵ	ϵ	8 ± 3	

Na Figura 5.40, por exemplo, pode-se visualizar um espectro de difratograma de raios-X típico de uma das peças nitretadas.

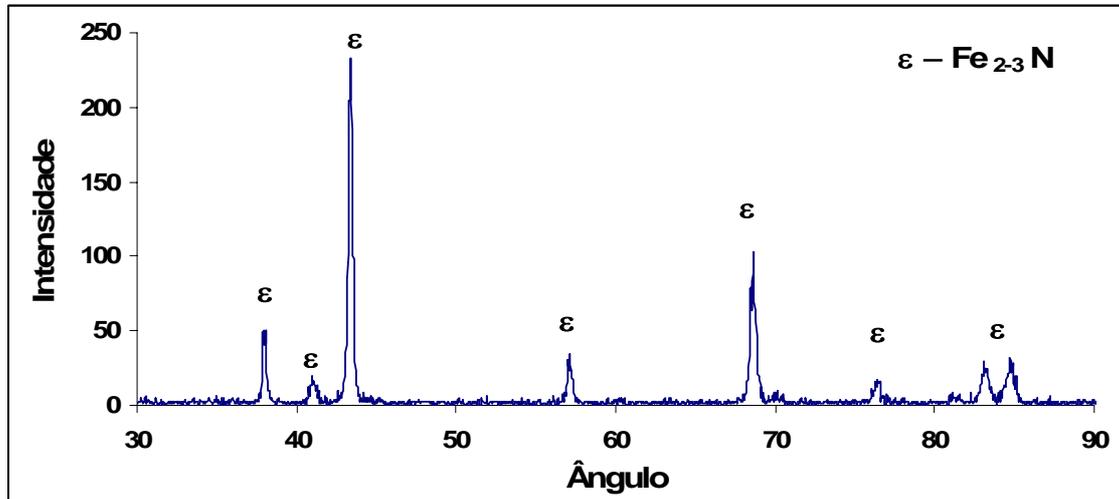


Figura 5.40 - Espectro de raio-X típico das amostras nitretadas durante os experimentos de carga completa.

Em função dos resultados microestruturais se mostrarem homogêneos, podemos com isto afirmar que toda a carga possui as mesmas características microestruturais. Ou seja, todas as 5.000 peças possuem as mesmas características microestruturais analisadas.

5.2.2 Análise dimensional

Para o componente industrial escolhido para avaliação do novo equipamento nitretação desenvolvido, foram utilizadas duas grandezas para a avaliação dimensional, o diâmetro e a circularidade do olhal, conforme visualizado na Figura 5.41. O diâmetro é medido com micrômetro interno, sendo o diâmetro considerado o de menor dimensão. A circularidade é determinada através da diferença entre o menor e maior diâmetro medido das 5 regiões definidas na Figura 5.41 e através deles é determinado a cilindricidade do olhal que indica o erro de forma da região interna da peça (Figura 5.42).

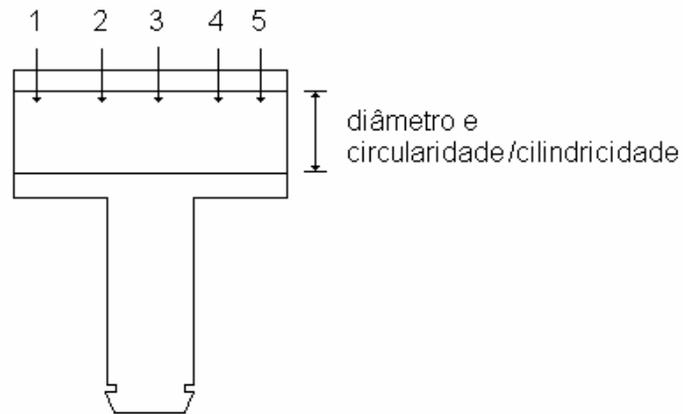


Figura 5.41 - Regiões da peça em que foram determinados o diâmetro e as circularidades para montagem da cilindridade.

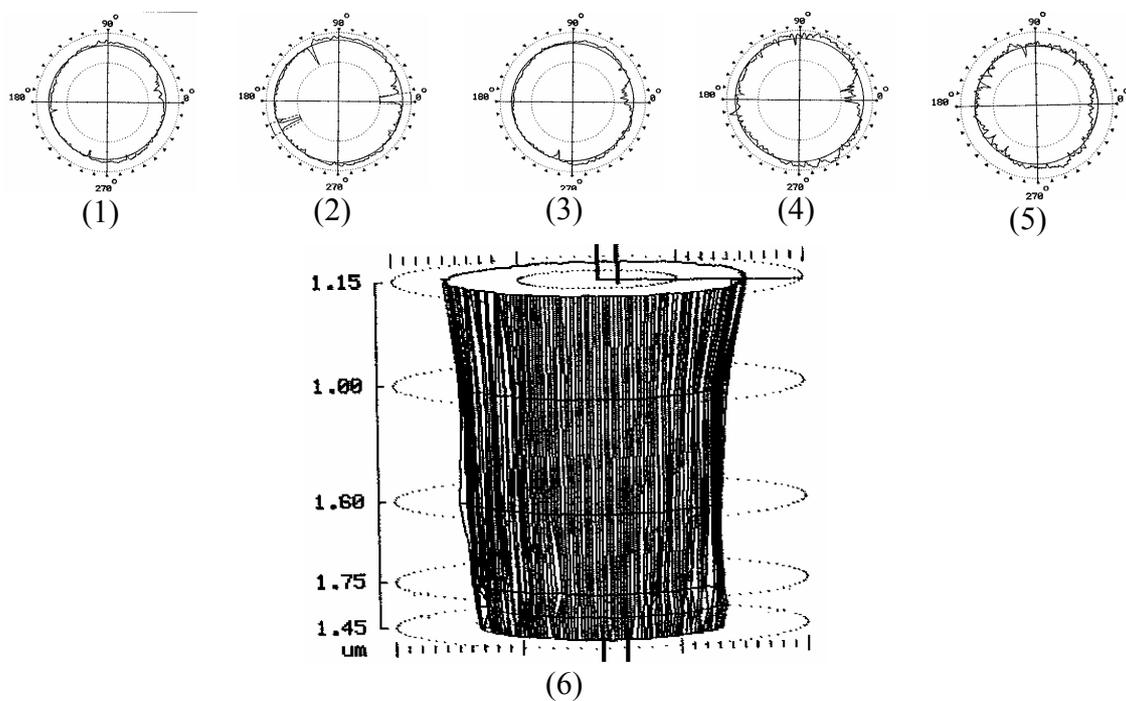


Figura 5.42 - Medidas de circularidade (de 1 a 5) e da cilindridade (6) de uma das peças analisadas.

A variação dimensional foi avaliada em apenas um dos ciclos em função dos resultados microestruturais demonstrarem homogeneidade das características das camadas nitretadas e gradiente térmico ao longo da carga e entre os ciclos. Além disto, o processo de medição das peças é bastante trabalhoso, e em função da elevada quantidade de peças a serem medidas por ciclo (60 peças).

As peças foram medidas antes e após os tratamentos de nitretação para verificar possíveis variações ao longo da carga. Nas Tabela 5.6 e Tabela 5.7 pode-se visualizar as

variações dimensionais do diâmetro e da circularidade das peças nitretadas, ou seja, a diferença entre a medida antes e após o tratamento.

Tabela 5.6 - Variação do diâmetro das peças nitretadas no ciclo 1.

		CARGA 1				
		Diâmetro da peça (mm) - Posição na Placa -			ΔT na placa (°C)	ΔT entre as placas A e D (°C)
		Centro (1)	Meio (2)	Borda (3)		
Placa	A	-0,005 ± 0,001	-0,005 ± 0,002	-0,003 ± 0,001	6 ± 3	15 ± 3
	B	-0,004 ± 0,000	-0,005 ± 0,000	-0,004 ± 0,001	7 ± 2	
	C	-0,003 ± 0,001	-0,004 ± 0,001	-0,004 ± 0,001	5 ± 2	
	D	-0,004 ± 0,001	-0,005 ± 0,001	-0,005 ± 0,001	8 ± 3	

Tabela 5.7 - Variação da circularidade das peças nitretadas no ciclo 1.

		CARGA 1														
		Circularidade da peça (µm) - Posição na Placa -														
		Centro (1)					Meio (2)					Borda (3)				
		posição na peça					posição na peça					posição na peça				
		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Placa	A	-0,55 ±0,49	-0,90 ±0,64	-0,60 ±0,48	-0,80 ±0,45	-0,60 ±0,47	-0,67 ±0,39	-0,60 ±0,43	-0,57 ±0,48	-0,70 ±0,45	-0,63 ±0,33	-0,63 ±0,44	-0,59 ±0,34	-0,74 ±0,37	-0,64 ±0,47	-0,74 ±0,47
	B	-0,65 ±0,34	-0,77 ±0,54	-0,50 ±0,48	-0,73 ±0,55	-0,55 ±0,37	-0,65 ±0,43	-0,58 ±0,34	-0,50 ±0,38	-0,63 ±0,37	-0,57 ±0,37	-0,45 ±0,39	-0,62 ±0,34	-0,59 ±0,42	-0,71 ±0,45	-0,68 ±0,34
	C	-0,67 ±0,49	-0,70 ±0,54	-0,74 ±0,48	-0,60 ±0,45	-0,67 ±0,43	-0,55 ±0,39	-0,76 ±0,54	-0,63 ±0,48	-0,55 ±0,39	-0,68 ±0,47	-0,55 ±0,49	-0,54 ±0,38	-0,57 ±0,38	-0,52 ±0,35	-0,64 ±0,42
	D	-0,56 ±0,38	-0,63 ±0,34	-0,72 ±0,48	-0,56 ±0,35	-0,62 ±0,43	-0,55 ±0,49	-0,72 ±0,44	-0,57 ±0,38	-0,57 ±0,38	-0,69 ±0,37	-0,73 ±0,49	-0,63 ±0,42	-0,62 ±0,47	-0,69 ±0,47	-0,72 ±0,49

A análise dos resultados demonstra que a carga apresenta homogeneidade dimensional ao longo da carga, fato que já era esperado em função dos resultados das análises microestruturais e do gradiente térmico dentro da faixa aceitável encontrado no equipamento durante o processamento. As variações dimensionais determinadas apresentam-se dentro das tolerâncias aceitáveis para o componente.

5.2.3 Análise topográfica e tribológica

Um função dos resultados das caracterizações microestruturais e dimensionais realizados ao longo da carga consideramos com isto a carga constante e repetitiva. Em

função deste resultado a análise topográfica e tribológica serão realizadas por amostragem e comparadas com peças nitretadas comerciais utilizando equipamento importado. Denominaremos as peças nitretadas no equipamento nacional desenvolvido e construído no LabMat/EMC/UFSC de “AMOSTRAS UFSC ” e as peças nitretadas em equipamento importado de “AMOSTRAS INDUSTRIAIS”. Para a comparação foram analisadas doze amostras de cada equipamento, e os resultados apresentados a seguir são os valores médios dos mesmos.

5.3.2.1 Topografia de superfície

A Figura 5.43 mostra, visualmente, que a rugosidade quadrática média das superfícies foi muito pouco afetada pelo tipo de equipamento. Ainda que uma ligeira tendência de aumento de rugosidade apareça para as amostras produzidas pelo equipamento importado, uma análise de variância aplicada aos dados mostrou que os mesmos são estatisticamente equivalentes. A superfície efetiva de apoio para as peças tratadas nos dois equipamentos mostrou-se bastante próxima.

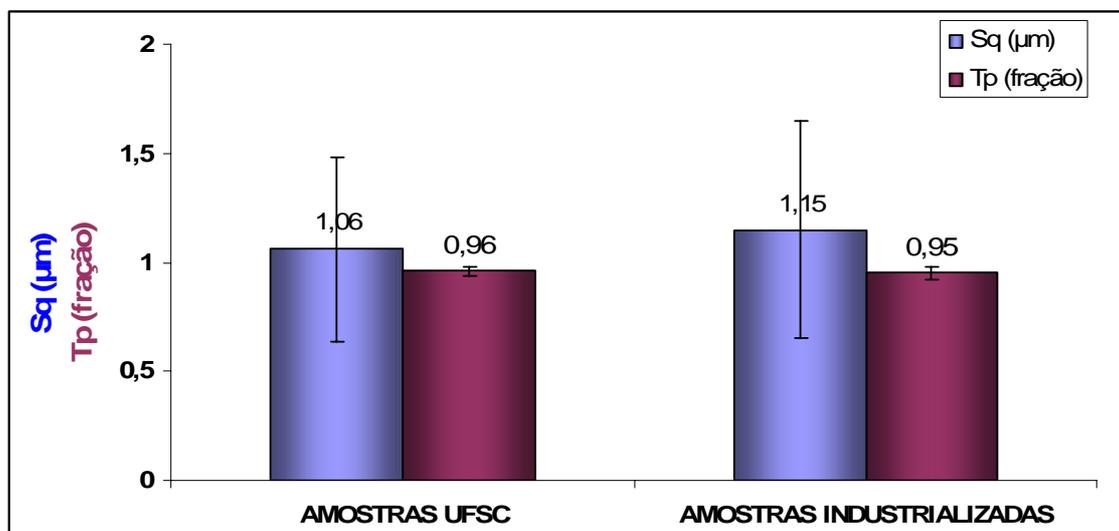


Figura 5.43- Efeito do equipamento de processamento na rugosidade quadrática média das superfícies.

Ensaio de desgaste por deslizamento alternado

A Figura 5.44 apresenta os valores médios apresentados pelo coeficiente de atrito e potencial elétrico do contato das peças tratadas nos dois equipamentos.

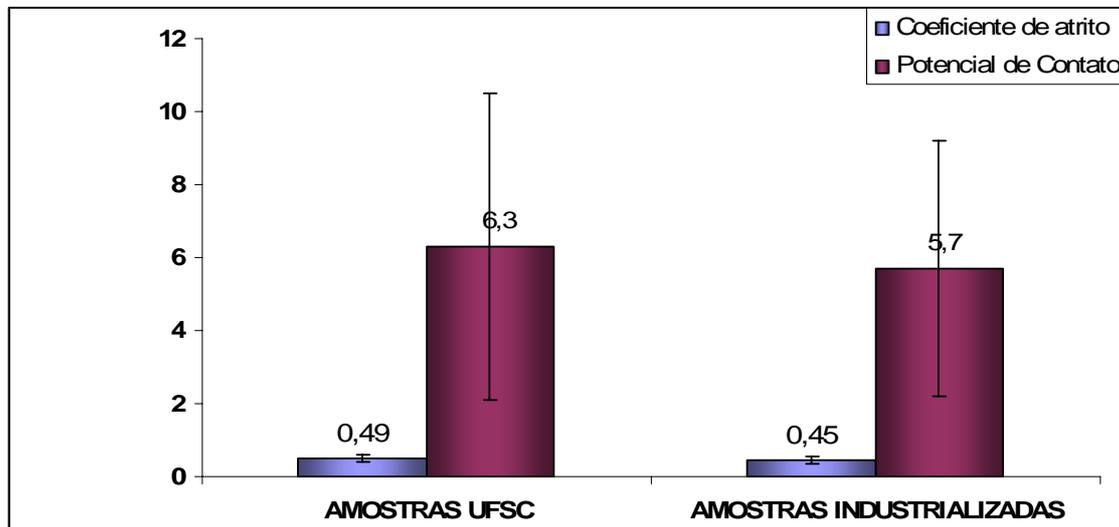


Figura 5.44 - Efeito da rota de fabricação no coeficiente de atrito e potencial elétrico do contato.

O equipamento de processamento não afetou o coeficiente de atrito que se mostrou bastante uniforme em todos os ensaios. O potencial de contato, no entanto, apresentou uma maior variação. Muito embora visualmente apareça que as peças nitretadas na UFSC tenham apresentado potenciais de contato maiores, uma análise de variância mostrou que os dados, face a variação, são estatisticamente equivalentes.

A Figura 5.45 sintetiza os resultados da taxa de desgaste das amostras, sendo que os melhores resultados foram encontrados nas amostras nitretadas pela UFSC, que apresentam volume médio desgastado cerca de duas vezes inferior quando comparado ao volume desgastado das peças tratadas pelo equipamento importado. Outro ponto importante é a alta variação dos resultados apresentado pelas amostras fabricadas e nitretadas pelo equipamento industrial, o que nos leva a afirmar que as mesmas possuem uma grande variação na qualidade do tratamento.

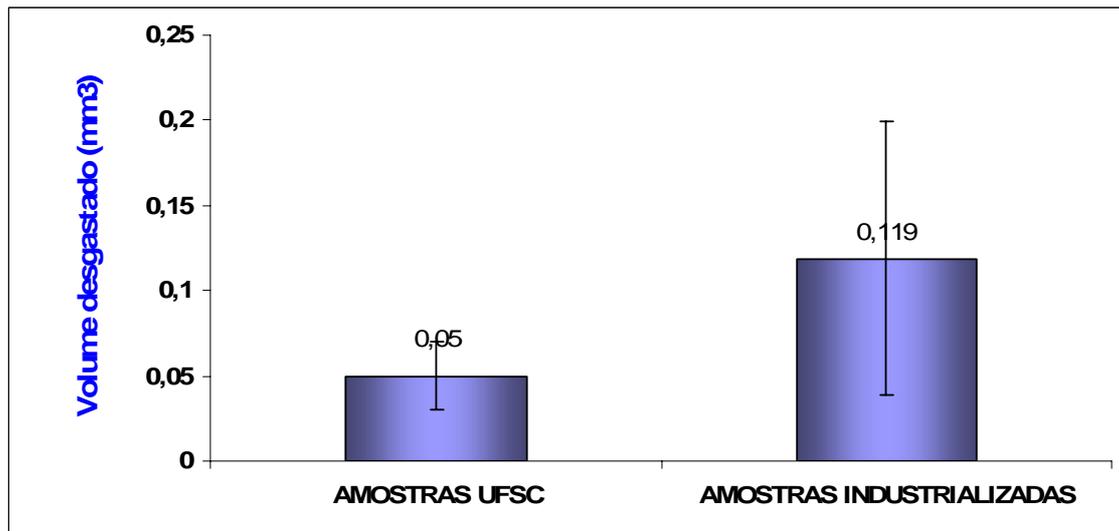


Figura 5.45 - Efeito da rota de fabricação no coeficiente de atrito e potencial elétrico do contato.

Outro ponto de importante análise é a taxa de desgaste do contra-corpo, que nos fornece uma noção do desgaste do componente em que a biela terá contato. Os resultados estão apresentados na Figura 5.46, sendo que as peças industriais apresentam, visualmente, o maior desgaste médio do contra-corpo, porém uma análise de variância nos mostra que os resultados são todos estatisticamente iguais.

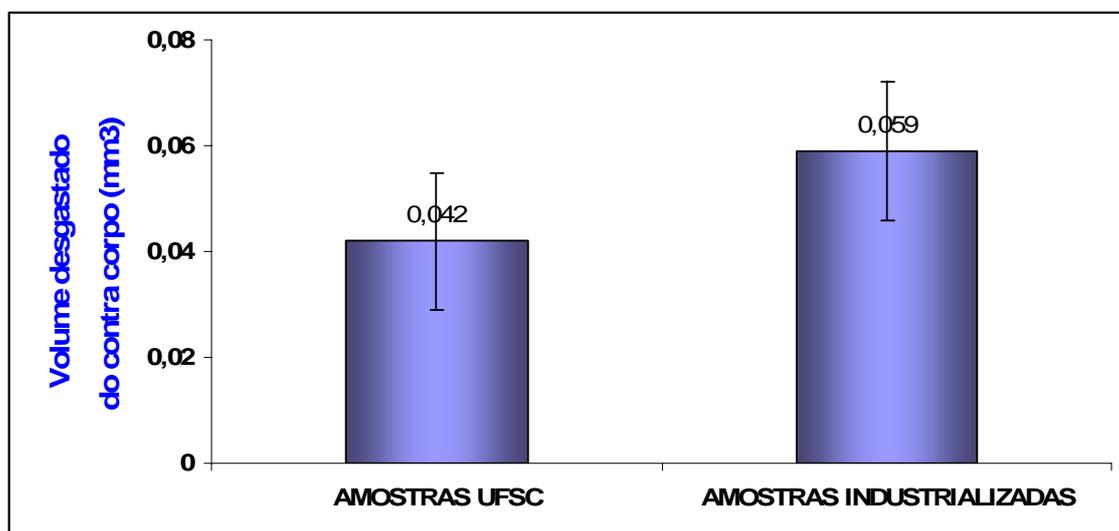


Figura 5.46 - Efeito da rota de fabricação no coeficiente de atrito e potencial elétrico do contato.

Ensaio de desgaste por micro abrasão

Foram realizados ensaios em doze peças distintas para cada equipamento a ser avaliado. O regime permanente acontece após 300 segundos de ensaio. A Figura 5.47 mostra os valores médios do coeficiente de desgaste micro-abrasivo. As amostras produzidas pelo equipamento UFSC tem um coeficiente de desgaste cerca de duas vezes superior aos apresentados pelas peças industriais.

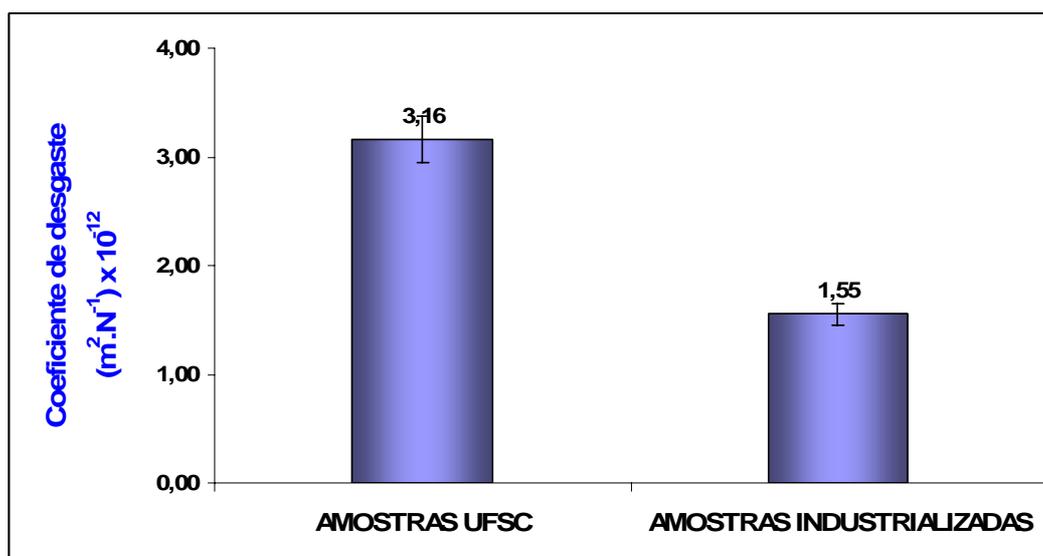


Figura 5.47 - Valores médios do coeficiente de desgaste das peças nitretadas nos dois equipamentos.

Como para a realização do ensaio de microabrasão é necessária uma região plana, com isto os ensaios foram realizados na haste da peça (Figura 4.7). Realizando uma análise de espessura de camada nas amostras processadas nos dois equipamentos verificamos que a espessura da camada branca apresenta variação em comparação com a espessura no interior do olhal, que é a região de interesse do componente, conforme visualizado na Tabela 5.8.

Tabela 5.8 - Espessuras das camadas no olhal e haste das bielas nitretadas no equipamento UFSC e no fornecedor industrial.

fornecedor	Espessura da camada (μm)	
	olhal	haste
UFSC	$11,0 \pm 0,7$	$9,5 \pm 0,5$
Industrial	$11,0 \pm 0,5$	$13,0 \pm 1,0$

Em função destes resultados podemos afirmar que o desempenho inferior das peças UFSC são em função da espessura da camada branca inferior em relação a camada das peças industrializadas. Com isto nos ensaios realizados nas peças industriais teremos uma profundidade maior nitretada a ser desgastada antes de desgastarmos o substrato, com isto as peças industriais apresentam um desempenho superior.

5.3. TESTE ACELERADO EM COMPRESSOR

Após a realização dos ensaios em tribômetros, dez peças nitretadas nos dois equipamentos foram selecionadas e montadas em compressores para teste acelerado. Os testes foram divididos em dois conjuntos. No primeiro cinco peças foram montadas em compressores para teste liga-desliga. Este teste é muito importante, pois no momento em que temos a parada e partida do motor temos a perda da formação do filme de óleo que mantém separada a biela do pino ocorrendo o contato metal-metal que pode levar a uma falha do sistema por desgaste excessivo do par biela-pino. Estes testes são realizados em pressões acima do normal para se elevar o nível de severidade e ao todo são realizados 250.000 ciclos de ligamento e desligamento do compressor. No segundo teste é realizada uma análise de vida do sistema. Para isto cinco peças foram montadas em compressores e os mesmos operaram 2.000 horas em condições de funcionamento mais severas que o normal. As condições utilizadas foram temperatura elevada e rotação do motor baixa para uma formação ineficiente do filme de óleo para lubrificação hidrodinâmica entre a biela e o pino. Após os ensaios os compressores são desmontados, os componentes limpos e analisados visualmente para verificação de desgaste. Esta análise visual segue padrão definido pela empresa conforme Tabela 5.9.

Tabela 5.9 - padrão de desgaste para a biela.

Intensidade do desgaste	Brando	Moderado	Severo
Classificação	1	2	3
Tipo de desgaste	Polimento	Riscamento	Adesão
Classificação	PO	RI	AD

A intensidade do desgaste está correlacionada com a área afetada no interior do olhal da biela e o tipo de desgaste com o nível de dano ocasionado na peça após os ensaios. Nas Tabela 5.10 e Tabela 5.11 pode-se visualizar os resultados das análises realizadas nas peças para ensaios on-off e teste de vida em compressores respectivamente.

Tabela 5.10- Ensaio on-off com 250.000 ciclos das amostras UFSC e Industriais.

Fornecedor	AMOSTRAS UFSC					AMOSTRAS INDUSTRIAIS				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Classificação	1	1	1	1PO	1	1	1PO	1	1	2PO

Tabela 5.11 - Ensaio de teste de vida com duração de 2.000 horas das amostras UFSC e Industriais.

Fornecedor	AMOSTRAS UFSC					AMOSTRAS INDUSTRIAIS				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Classificação	1	1PO	1	1	1	1	1PO	1	1	1PO

Para todas as amostras analisadas a classificação do desgaste chega no máximo em 2PO, ou seja, de um desgaste moderado do tipo polimento que é aceitável para este componente. As amostras UFSC apresentam um desempenho levemente superior as industriais, pois apresentaram severidade de desgaste apenas brando. Na Figura 5.48 visualiza-se uma marca de desgaste de uma das peças que apresentaram desgaste PO obtidas via microscopia eletrônica de varredura.

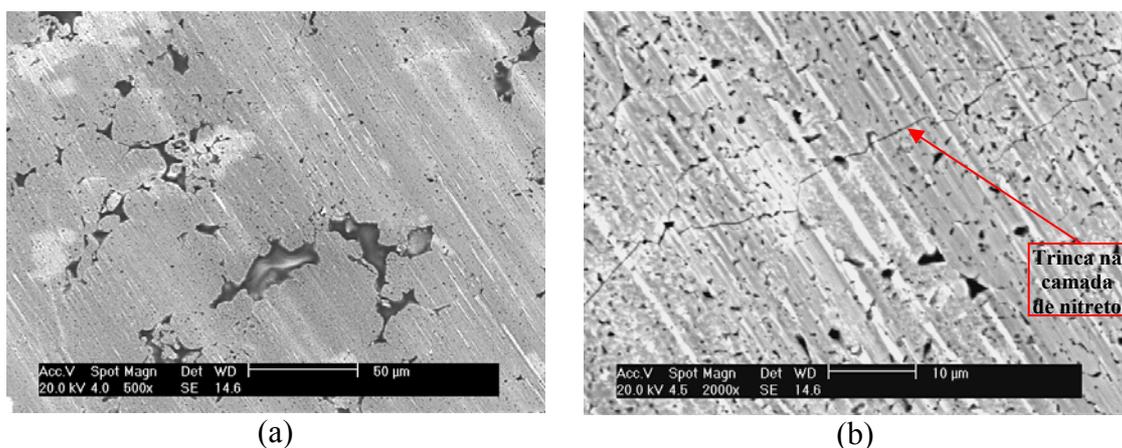


Figura 5.48 – Marca de desgaste de uma peça que apresentou desgaste do tipo PO (a) e um detalhe apresentando trinca na camada de nitreto (b).

Observa-se que o mecanismo de desgaste atuante na biela é abrasivo, sendo que na Figura 5.48(b) pode-se visualizar trincas na camada que irão gerar partículas duras que atuarão como terceiro corpo em um desgaste abrasivo.

Estes resultados mostram que o ensaio de deslizamento alternado em tribômetro reproduz o mecanismo de desgaste das peças. Além disto, o resultado de desempenho das amostras UFSC apresentara-se levemente superiores quando comparados as amostras industriais tanto no teste em compressor quanto no tribômetro. Com isto, pode-se afirmar que o ensaio de deslizamento alternado em tribômetro para este sistema aproxima-se muito do sistema real de desgaste da peça.

6. CONCLUSÕES

Os testes de nitretação realizados no equipamento industrial projetado e construído e as análises realizadas nas peças nitretadas permitem concluir que:

A) Em relação à avaliação das duas fases de nitretos:

- 1) É possível, mediante a variação adequada dos parâmetros de processamento, obter camadas nitretadas tanto com predominância da fase γ' quanto monofásica de fase ϵ ;
- 2) É possível obter a espessura de camada nitretada (no caso, $\geq 10 \mu\text{m}$) exigida pelo usuário da peça, interessado no projeto do equipamento;
- 3) Os testes de topografia mostram que a superfície das camadas de nitreto ϵ e γ' são similares;
- 4) O mecanismo de desgaste para o ensaio de deslizamento alternado é abrasão e para o ensaio de microabrasão é de desgaste por intensa deformação plástica decorrente de indentações formadas pelo rolamento das partículas abrasivas entre as superfícies móveis;
- 5) Os ensaios tribológicos mostram que, para o sistema tribológico avaliado, o nitreto de fase ϵ apresenta o melhor desempenho;

B) Em relação à avaliação da carga completa de 5.000 peças:

- 1) A espessura e a fase da camada de nitreto obtidos ao longo da carga mostraram-se uniforme e dentro das especificações desejadas (espessura $\geq 10 \mu\text{m}$ e fase ϵ). Os mesmos resultados foram obtidos realizando análises entre os três ciclos de nitretação;

- 2) As variações dimensionais das peças processadas nas diversas posições predefinidas no interior do volume do reator mantêm-se dentro das tolerâncias exigidas pelo componente, demonstrando a eficiência do processo e do equipamento projetado e construído no LabMat;
- 3) As características topográficas das peças nitretadas pelo equipamento UFSC e pelo equipamento do fornecedor industrial são similares;
- 4) Para o ensaio de deslizamento alternado, o volume desgastado médio nas peças nitretadas pelo equipamento UFSC foi cerca de duas vezes inferior em relação ao volume desgastado médio das peças nitretadas em equipamento do fornecedor industrial;
- 5) Como o ensaio de microabrasão foi realizado na haste da biela e esta é 30% mais espessa nas peças do fornecedor industrial, o coeficiente de desgaste médio das peças UFSC é cerca de duas vezes superior em relação às peças do fornecedor industrial;
- 6) Para os testes acelerados em compressores as peças UFSC apresentaram resultado superior em relação às peças do fornecedor industrial, sendo o mecanismo de desgaste abrasivo.
- 7) Podemos relacionar diretamente o ensaio de deslizamento alternado em tribômetro com o teste acelerado em compressor, pois o mesmo reproduz o mecanismo de desgaste do sistema e o desempenho da peças.
- 8) Em função das análises microestruturais, dimensionais e tribológicas, realizadas ao longo da carga de 5.000 peças e entre cargas, pode-se afirmar que o processo esta certificado.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para a continuidade deste trabalho sugere-se os seguintes itens para pesquisa:

- ✓ Realizar um estudo sistemático para obtenção de uma camada monofásica γ' e seu desempenho tribológico;
- ✓ Realizar um estudo das propriedades topográficas e tribológicas de amostras nitretadas e oxidadas;
- ✓ Análise mais detalhada dos mecanismos de desgaste por microabrasão e a atuação da porosidade do material neste mecanismo para peças nitretadas;
- ✓ Variar as condições do ensaio de microabrasão para obter mecanismo de desgaste similar ao que ocorre no compressor.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BLAU, P., 1997, “Four Great Challenges Confronting our understanding and modelling of Sliding Friction”, *Proceedings of 24th Leeds-Lyon Symposium on Tribology*, London, U.K, pp. 147-162.

BLAU, P., 2001, “The Significance and Use of the Friction Coefficient”, *Tribology Internacional*, Vol. 34, pp. 585-591.

CHIAVERINI, V., “*Aços e Ferros Fundidos*”, 5a edição, 1984.

CHAPMAN, B.N. *Glow discharge processes*. John Wiley & Sons, 1980.

DE MELLO, J. D. B.; HUTCHINGS, I. M. Effect of processing parameters on the surface durability of steam-oxidized sintered iron, *Wear*, v. 250, p. 435-448, 2001.

DIETER, G. E. *Mechanical Metallurgy*. McGraw Hill Book Company, 1988.

EDENHOFER, B, *Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding*. Heat Treatment of Metals. 1974.

ESPER, F. J.; SONSINO, C. M. Fatigue design for PM components. Manual for design and production engineers. *Published by European Powder Metallurgy Association (EPMA)*, Old Bank Buildings, Bellstone, Shrewsbury, SY1 1HU, England, 1994.

FROELICH, A. R. Estudo do tratamento superficial DUPLEX com TiN e CrN de aços ferramenta para trabalho a quente da classe H13 para matrizes de injeção de ligas de alumínio. Tese para a obtenção do título de Doutor em Engenharia, PPGEM, UFRGS, 2003.

Godet, M., 1984, "The Third Body Approach", *Wear*, Vol. 100, p.p. 437-452.

HANSEN, M.; *Metallurgy and metallurgical engineering series*; McGraw Hill Book Company, p.671; 1958.

HEUMANN, T. H. *Diffusion in Mettallen: Grundlagen, Theorie, Vorgänge in Reinmetallen und Legierungen*". 2^a edição, Springer- Verlag, 1989.

JACK, D.H.; LIGHTFOOT, B.J.; Kinetics of nitriding with and without white layer formation; *Heat Treatment 73*; The Metals Society, London; p.59-65; 1973.

JONES, C. K.; MARTIN, S. W.; STRUGES, D. J.; HUDIS, M. Ion Nitriding, *Heat Treatment'73*, London, The Metal Society, p. 71-79, 1975.

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

KASOUF, C. J.; APELIAN, D.; GUMMESON, U. Opportunities and Challenges of P/M: Retrospective and Prospective Views of the Industry, *The International Journal of Powder Metallurgy*, Princeton, NJ, v. 38, n. 4, p. 72-81, 2002.

Klein, A.N. Metalurgia do pó e materiais sinterizados. Material didático utilizado em sala de aula, UFSC, 2002.

Leheup, E.R. and Pendlebury, R.E., 1991, "Unlubricated Reciprocating Wear of Stainless Stee with an Interfacial Air Flow", *Wear*, Vol. 142, pp 351-372.

LENEL, F. V. *Powder Metallurgy: Principles and Applications*. Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1980. 589 p.

LIGHTFOOT, B. J.; JACK, D. H., Kinetics of nitriding with and without White-layer formation, *The Metals Society*, pg 248-254, 1973

MALISKA, A.M.; DE OLIVEIRA, A.M.; KLEIN, A.N.; MUZART, J.L.R. Surface Porosity Sealing Effect of Plasma Nitrocarburizing on Sintered Unalloyed Iron, *Surface and Coating Technology*, n. 141, p. 128-134, 2001.

METALS HANDBOOK; Metalography, Structures and Phase Diagrams; *Ed.ASM International*, 8a ed., v.8, p.303, 360, 411 e 412; 1973

METALS HANDBOOK, *ASTM: Powder metallurgy, v. 7*, 9th edition, 1984.

MOLINARI, A.; STRAFFELINI, G. Wear process in high-strength sintered alloys under dry rolling-sliding, *Wear*, n. 173, p. 121-128, 1994.

PAVANATI, H.C. Sinterização de ferro puro com enriquecimento superficial simultâneo de cromo em descarga elétrica em regime anormal. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 190 f., 2005.

Powder metallurgy. Design manual. Second Edition. Published by: MPIF, 1995, Princeton, New Jersey, USA.

ROCHA, A.S., STROHAECKER, T., HIRSCH, T., “Effect of different surfaces states before plasma nitriding on properties and machining behaviour of M 2 high-speed steel, *Surface and Coatings Technology*, volume 165, cap. 2, (2003), p.176-185.

ROCHA, A. S, Influência do Estado Superficial Prévio na Nitretação a Plasma do Aço AISI M2, Tese para a obtenção do título de Doutor em Engenharia, PPGEM, UFRGS, 2000.

RUTHERFORD, K. L. AND HUTCHINGS, I.M., 1996, “a Micro-abrasive Wear Test, With Particular Application to Coated Systems”, *Surface and Coatings Technology*, Vol 79, pp 231-239.

RUTHERFORD, K. L. AND HUTCHINGS, I.M., 1997, "Theory and Application of a Micro-Scale Abrasive Wear Test", *Journal of Testing and Evaluation*, Vol 25, pp 250-260.

TREZONA, R. I. AND HUTCHINGS, I.M, 1999, "Three-body Abrasive Wear Testing of Soft Materials", *Wear*, Vol 233-235, pp 209-221.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. Introduction to Powder Metallurgy. Published in 1993 by The Institute of Materials 1 Carlton House Terrace London SW1Y5DB.

ZAPATA, W. C. Estado Atual da Metalurgia do Pó. Metalurgia - *ABM*. v. 43, n. 361, Dezembro, 1987, São Paulo, p. 880-892.

ZUM GAHR, K. H., Microstructure and wear of materials, Tribology Series 10. Amsterdam: Elsevier, 1987, 560 p.