

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,  
METALÚRGICA E DE MATERIAIS**

**EDISON SILVA LIMA**

**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE NITRETAÇÃO A PLASMA COM TELA  
ATIVA DE ALTA EFICIÊNCIA**

**Porto Alegre**

**2021**

**EDISON SILVA LIMA**

**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE NITRETAÇÃO A PLASMA COM TELA  
ATIVA DE ALTA EFICIÊNCIA**

**Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Engenharia.**

**Orientador: Prof. Dr. Alexandre da Silva Rocha**

**Porto Alegre**

**2021**

UNIVERSIDADE DO RIO GRANDE DO SUL

Reitor: Carlos André Bulhões Mendes

Vice-reitora: Patrícia Panke

ESCOLA DE ENGENHARIA

Diretora: Carla ten Caten

Vice-diretor: Afonso Reguly

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

Coordenador: Afonso Reguly

Coordenadora Substituta: Andréa Moura Bernardes

#### CIP - Catalogação na Publicação

Lima, Edison Silva

DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE NITRETAÇÃO A  
PLASMA COM TELA ATIVA DE ALTA EFICIÊNCIA / Edison  
Silva Lima. -- 2021.

103 f.

Orientador: Alexandre da Silva Rocha.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio  
Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de  
Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de  
Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2021.

1. Nitretação a plasma. 2. tela ativa. 3. aço M2.  
4. tratamento superficial. I. Rocha, Alexandre da  
Silva, orient. II. Título.

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

**EDISON SILVA LIMA**

**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE NITRETAÇÃO A PLASMA COM TELA  
ATIVA DE ALTA EFICIÊNCIA**

**Esta tese foi analisada e julgada adequada para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e aprovado em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora designada pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.**

**Coordenador: Prof. Dr. Afonso Reguly**

**Orientador: Prof. Dr. Alexandre da Silva Rocha**

**BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Dr. Rafael Menezes Nunes (PPGE3M/UFRGS)**

**Prof. Dr. Mário Wolfart Junior (IFC)**

**Dr. Giovanni Rocha dos Santos (Balzers-Oerlikon)**



Dedico este trabalho a minha  
esposa Neila Sperotto e meu filho  
Henrique Sperotto Lima.

## AGRADECIMENTOS

Agradecemos aos professores Telmo Strohaecker (*in memorian*) e Alexandre da Silva Rocha pela orientação e acompanhamento no desenvolvimento deste trabalho.

Agradecemos aos colegas do Laboratório de Transformação Mecânica - LdTM e do Laboratório de Metalurgia Física – LAMEF pelo apoio e suporte, em especial ao colega Leonardo Fonseca Oliveira, que muito contribuiu em diversas fases deste trabalho.

Agradecemos o apoio do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul (IFRS) pela liberação parcial para a realização deste trabalho; da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) pela disponibilização dos laboratórios e equipamentos necessários ao desenvolvimento do trabalho; da Universidade do Porto (UP), especialmente aos professores Manuel Vieira e Luís Filipe Malheiros que gentilmente apoiaram e contribuíram para a realização de ensaios e testes de amostras nitretadas; do Leibniz Institut für Werkstofforientierte Technologien (IWT) e da Universidade de Caxias do Sul (UCS) pela realização dos GDOES.

Agradecemos também o apoio financeiro da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul (FAPERGS) e da Comunidade Européia através do programa Erasmus Mundus Euro Brasil Windows EBW+.

A resposta certa, não importa nada: o essencial é que as perguntas estejam certas.

Mário Quintana

## RESUMO

Este trabalho apresenta o desenvolvimento de um sistema de nitretação por plasma com tela ativa e tensão de polarização nas peças em tratamento, que apresentam camadas nitretadas semelhantes a nitretação por plasma direto para um mesmo tempo de tratamento. Para a investigação foram desenvolvidas diferentes configurações de tela ativa, sistema de isolamento das amostras e fontes de potência. Foram nitretadas amostras de aço ASTM M2 em 4 configurações diferentes: nitretação por plasma direto com fonte pulsada (DCPN); nitretação com tela ativa dupla sem tampa (ASPN); nitretação com tela ativa dupla sem tampa e tensão de polarização com plasma nas peças (ASBBPN); e nitretação com tela ativa dupla sem tampa e tensão de polarização sem abertura de plasma nas peças (ASDBPN). As nitretações aconteceram em 4h, 3 mbar, 76% N<sub>2</sub> + 24% H<sub>2</sub> e 500° C. Foram feitas análises dos resultados dos tratamentos utilizando-se microscopia, análise por GDOES, medições de dureza e difração de raio - X. A configuração de tela ativa dupla sem tampa na configuração ASDBPN apresentou os melhores resultados, sendo que a camada de compostos e a zona de difusão apresentaram profundidades próximas às obtidas por DCPN. O processo ASPN apresentou uma pequena profundidade de camada nitretada e o processo ASBBPN apresentou a menor profundidade de camada nitretada.

Palavras chave – nitretação a plasma, tela ativa, aço ASTM M2, tratamento superficial, tensão de polarização.

## ABSTRACT

This work presents the development of a treatment system for plasma nitriding using active screen with bias, which presents results similar to direct current plasma nitriding for the same treatment time. For the investigation different configurations of active screen, sample isolation system and power supply were developed. Treatments were performed on ASTM M2 steel samples using the same processing parameters in 4 different configurations: DCPN, ASPN, ASPN with bright biased specimens (ASBBPN) and ASPN with dark biased specimens (ASDBPN). The parameters used in all configurations were: 4h, 3 mbar, gas with 76% N<sub>2</sub> + 24% H<sub>2</sub> and 773 K. Analyzes of the treatment results were carried out using optical microscopy, nitrogen concentration in the layer nitrided by GDOES, microhardness profile, and structure of the superficial layer with X-ray diffraction. The ASDBPN configuration showed the best results with active screen, with the composite layer and the diffusion zone presenting depths comparable to those obtained by DCPN. The ASPN process and the ASBBPN process presented small nitrided layers.

Key words – plasma nitriding, active screen, ASTM M2 steel, surface treatment, bias.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Equipamento de nitretação a plasma com tela ativa. ....	25
Figura 2 - Dureza superficial de amostras nitretadas com diferentes coberturas da tela ativa. A=cobertura com chapa de aço perfurada; B = cobertura com tela de aço; C = área escura da amostra sem cobertura; D = área clara da amostra sem cobertura; E = cobertura de titânio; F = cobertura de cobre; e G = sem tratamento	27
Figura 3 - Perfil de microdureza de amostras. A = cobertura com chapa de aço perfurada; B = cobertura com tela de aço; C = área escura da amostra sem cobertura; D = área clara da amostra sem cobertura; E = cobertura de titânio; F = cobertura de cobre. ....	27
Figura 4 - Distribuição de nitrogênio nas amostras. A = cobertura com chapa de aço perfurada; C = área escura da amostra sem cobertura; D = área clara da amostra sem cobertura. ....	28
Figura 5 - Perfil de concentração de nitrogênio. ....	29
Figura 6 - Diagrama esquemático da montagem (a) em potencial catódico, (b) em potencial flutuante e (c) em potencial anódico. ....	29
Figura 7 – Perfil de microdureza das amostras nitretadas. DC = em potencial catódico; AS(f) = em potencial flutuante; AS(e) = em potencial anódico. ....	30
Figura 8 - Modelo do mecanismo de nitretação a plasma por tela ativa para imersão em plasma. ....	30
Figura 9 - Microdurezas da amostra nitretada com tela ativa sob o furo e sob a tela. ....	31
Figura 10 - Esquema de montagem das amostras. ....	32
Figura 11 - Esquema dos principais processos de transferencia de massa de nitrogênio em nitretação a plasma com tela ativa em imersão em plasma. ....	33
Figura 12 - Durezas das amostras nitretadas em diferentes condições. ....	34
Figura 13 - Dureza superficial das amostras tratadas. (A) tratamento com depassivação e tensão de polarização nas amostras; (B) somente tensão de polarização nas amostras; (C) somente depassivação das amostras; (D) sem depassivação e sem tensão de polarização nas amostras, (E) e sem tratamento. ....	35

Figura 14 - Condições do tratamento para nitretação a plasma com tela ativa e tensão de polarização x profundidade de camada (variáveis entre círculos, em micrometros).....	36
Figura 15 - Esquema de montagem dos ensaios.....	37
Figura 16 - Posição e tensão de polarização ( $V_{pol}$ ) de amostras nos experimentos 1 e 2.....	38
Figura 17 – Distribuição de fases e concentração de nitrogênio em função da profundidade da camada.....	39
Figura 18 – Desenho esquemático do reator.....	42
Figura 19 – Gaiola catódica 120 montada no reator.....	44
Figura 20 – Detalhe da montagem da amostra nos isoladores.....	44
Figura 21 – Gaiola catódica 220 montada no reator.....	45
Figura 22 – Foto da tela ativa dupla 175.....	46
Figura 23 – Montagem para tela ativa dupla 175.....	47
Figura 24 – Sistema com tela ativa dupla 175.....	47
Figura 25 – Montagem das amostras na mesa principal.....	48
Figura 26 – Montagem da tela ativa dupla 300.....	49
Figura 27 – Tela dupla 245 montada na mesa.....	50
Figura 28 – Conjunto da mesa principal.....	51
Figura 29 - Desenho do sistema de mesas.....	51
Figura 30 – Tubo isolador cerâmico.....	52
Figura 31 – Amostras montadas na mesa auxiliar.....	52
Figura 32 – Montagem com tela ativa.....	53
Figura 33 – Sistema com plasma.....	53
Figura 34 - Esquema elétrico da fonte de potência retificada.....	54
Figura 35 - Esquema elétrico da fonte de potência pulsada.....	55
Figura 36 – Montagem dos mostradores de temperatura.....	57
Figura 37 – Termopares totalmente isolados.....	57
Figura 38 – Gráfico de temperaturas dos termopares totalmente isolados.....	58
Figura 39 – Termopares com bainhas expostas.....	59
Figura 40 – Gráfico de temperaturas dos termopares com bainhas expostas.....	59
Figura 41 – Termopares com vidros diferentes.....	60
Figura 42 – Gráfico de temperaturas dos termopares com vidros diferentes.....	61
Figura 43 – Termopares de comprimentos diferentes.....	61

Figura 44 - Gráfico de temperaturas dos termopares de comprimentos diferentes. .	62
Figura 45 – Esquema de ligação das fontes de potência. ....	63
Figura 46 - Gráfico das tensões na tela dupla (fonte principal senoidal retificada) e nas amostras (fonte auxiliar onda quadrada). ....	63
Figura 47 – Campos eletromagnéticos. (A) tensão elétrica máxima na tela dupla. (B) tensões elétricas de mesma intensidade. (C) tensão elétrica máxima na amostra. ..	64
Figura 48 - Representação esquemática do processo DCPN. ....	68
Figura 49 – Gráfico das variáveis dos ensaios de nitretação direta DCPN. ....	69
Figura 50 - Representação esquemática do processo ASPN. ....	70
Figura 51 - Gráfico das variáveis dos ensaios de nitretação com tela ativa ASPN. ..	70
Figura 52 - Representação esquemática do processo ASBBPN. ....	71
Figura 53 - Gráfico das variáveis dos ensaios de nitretação com tela ativa com tensão de polarização e plasma nas amostras ASBBPN. ....	72
Figura 54 – Representação esquemática do processo ASDBPN. ....	72
Figura 55 - Gráfico das variáveis dos ensaios de nitretação com tela ativa com tensão de polarização sem plasma nas amostras ASDBPN. ....	73
Figura 56 – Preparação das amostras após tratamento. ....	74
Figura 57 - Microscopia ótica de corte transversal da amostra nitretada - processo DCPN. ....	76
Figura 58 - Microscopia ótica de corte transversal da amostra nitretada - processo ASDBPN. ....	77
Figura 59 - Microscopia ótica de corte transversal da amostra nitretada - processo ASPN. ....	78
Figura 60 - Microscopia ótica de corte transversal da amostra nitretada - processo ASBBPN. ....	79
Figura 61 – Aspecto micrográfico da amostra nitretada – processo DCPN. ....	80
Figura 62 - Aspecto micrográfico da amostra nitretada - processo ASDBPN. ....	81
Figura 63 – Aspecto micrográfico da amostra nitretada - processo ASPN. ....	82
Figura 64 – Aspecto micrográfico da amostra nitretada - processo ASBBPN. ....	83
Figura 65 – Perfil de concentração de nitrogênio até 100 $\mu\text{m}$ . ....	84
Figura 66 – Perfil de concentração de nitrogênio até 4 $\mu\text{m}$ . ....	84
Figura 67 – Perfil de concentração de carbono até 100 $\mu\text{m}$ . ....	85
Figura 68 – Perfil de concentração de carbono até 4 $\mu\text{m}$ . ....	86
Figura 69 – Dureza superficial com carga variável (HV). ....	87

Figura 70 – Perfil de microdureza. ....	88
Figura 71 - XRD de DCPN, ASDBPN e M2 não nitretado. ....	89
Figura 72 - XRD de ASPN, ASBBPN e M2 não nitretado. ....	91
Figura 73 - Esquema de nitretação ASDBPN.....	93
Figura 74 - Esquema de nitretação ASBBPN.....	94

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Temperatura e dureza do aço rápido AISI M2 nitretado a plasma. ....	40
Tabela 2 Configurações de montagens dos termopares. ....	56
Tabela 3 Parâmetros de processo. ....	65
Tabela 4 Composição química das amostras (percentagem de massa). ....	66
Tabela 5 Montagem dos ensaios .....	68
Tabela 6 Processos, métodos e equipamentos de avaliação das camadas nitretadas. .....	75

## LISTA DE SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

AISI – *American Iron and Steel Institute* – Instituto Americano do Ferro e Aço

ASBBPN – *Active Screen Brigh Bias Plasma Nitriding* - nitretação com tela ativa com tensão de polarização e plasma nas amostras

ASDBPN – *Active Screen Dark Bias Plasma Nitriding* - nitretação com tela ativa com tensão de polarização sem plasma nas amostras

ASPN - *Active Screen Plasma Nitriding* – Nitretação a plasma com tela ativa

ASTM - *American Society for Testing and Materials* – Sociedade Americana de Testes e Materiais

DCPN - *Direct Discharge Plasma Nitriding* – Nitretação a plasma por descarga direta

GDOES – *Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy* - espectroscopia de emissão ótica de descarga luminescente

GES - Grupo de Pesquisa em Engenharia de Superfícies

HRC – dureza Rockwell C.

HV – dureza vikers

IGBT – *Insulated Gate Bipolar Transistor* - transistor bipolar de porta isolada

LdTM - Laboratório de Transformação Mecânica

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

UFRGS - Universidade Federal do Rio Grande do Sul

XDR – X – *Ray Diffraction* - difração de raio X

## SUMÁRIO

SUMÁRIO .....	17
1 INTRODUÇÃO .....	19
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	21
2.1 NITRETAÇÃO A PLASMA .....	21
2.2 TELA ATIVA .....	24
2.3 IMERSÃO EM PLASMA .....	26
2.4 TENSÃO DE POLARIZAÇÃO .....	34
2.5 FORMAÇÃO DE CAMADAS DE NITRETOS NO AÇO .....	38
3 DESENVOLVIMENTO DO EQUIPAMENTO E DO PROCESSO .....	42
3.1 O REATOR .....	42
3.2 DESENVOLVIMENTO DA TELA ATIVA .....	43
3.2.1 Gaiolas Catódicas 120 e 220 .....	43
3.2.3 Tela Ativa Dupla 175 .....	46
3.2.4 Tela Ativa Dupla 300 .....	48
3.2.5 Tela Ativa Dupla 245 .....	49
3.3 SISTEMAS DE MESAS .....	50
3.4 FONTES DE POTÊNCIA .....	54
3.4.1 Fonte de Potência Retificada .....	54
3.4.2 Fonte de Potência Pulsada .....	54
3.5 MEDIÇÃO DE TEMPERATURA .....	55
3.5.1 Termopares Totalmente Isolados .....	57
3.5.2 Termopares com Bainhas Expostas .....	58
3.5.3 Termopares com Vidros Diferentes .....	60
3.5.4 Termopares de Comprimentos Diferentes .....	61
3.6 PARÂMETROS ELETROMAGNÉTICOS .....	63
3.7 CONTROLE E MEDIÇÃO DOS PARÂMETROS DO PROCESSO .....	65
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL NOS TRATAMENTOS DAS AMOSTRAS ...	66
4.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS .....	66
4.2 PARÂMETROS DE ATMOSFERA, TEMPO E TEMPERATURA .....	67
4.3 TENSÃO DE POLARIZAÇÃO .....	67
4.4 MONTAGENS DOS ENSAIOS .....	68

4.4.1 Montagem DCPN .....	68
4.4.2 Montagem ASPN .....	69
4.4.3 Montagem ASBBPN .....	71
4.4.4 Montagem ASDBPN.....	72
4.5 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS TRATADAS .....	74
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES DOS TRATAMENTOS REALIZADOS.....	75
5.1 MICROSCOPIA ÓTICA .....	75
5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	80
5.3 PERFIL DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA.....	84
5.4 DUREZA SUPERFICIAL.....	87
5.5 PERFIL DE MICRODUREZA.....	88
5.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS X .....	89
5.7 ANÁLISE DO PROCESSO DCPN .....	91
5.8 ANÁLISE DO PROCESSO ASDBPN.....	92
5.9 ANÁLISE DO PROCESSO ASPN .....	93
5.10 ANÁLISE DO PROCESSO ASBBPN .....	94
6 CONCLUSÕES .....	95
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	97
REFERENCIAL BIBLIOGRÁFICO .....	98

## 1 INTRODUÇÃO

Tratamentos de nitretação a plasma são aplicados para alcançar excelentes propriedades de superfície em peças e ferramentas de aço, como maior dureza superficial, resistência ao desgaste, resistência à corrosão e aumento de vida em fadiga. O método de tratamento convencional de Nitretação Plasma por Corrente Direta (DCPN) pode desenvolver defeitos que limitam a aplicação do tratamento, como efeito de borda e danos na superfície por arco elétrico.

A nitretação a plasma com tela ativa (ASPN) reduz ou elimina estes defeitos nos materiais tratados, melhorando a homogeneidade da temperatura nas peças e eliminando o efeito catódico oco (HUBBARD, P. *et al.*, 2010a). No processo ASPN, a descarga de plasma não se desenvolve diretamente nas partes tratadas e a duração do processo tende a ser muito mais longa para obter camadas semelhantes às alcançadas em um processo DCPN, usando os mesmos parâmetros de nitretação (como temperatura, composição do gás e pressão) (HUBBARD, P. *et al.*, 2010a).

Como qualquer processo em desenvolvimento, várias questões surgiram sobre a eficiência do processo ASPN, principalmente relacionadas à profundidade, às fases formadas e ao perfil da camada nitretada. Muitos fatores influenciam o resultado do tratamento. Esses fatores incluem a distância da tela às peças em tratamento e a tensão de polarização à qual as peças podem ou não ser submetidas durante o tratamento (DE SOUSA, R. R. M. *et al.*, 2009)(HUBBARD, P. *et al.*, 2010b)(NISHIMOTO *et al.*, 2010).

Observou-se que em reatores pequenos, onde a distância entre a tela ativa e a peça é menor, embora o plasma não seja formado na peça, a bainha de plasma da tela atinge a peça, causando efeitos de nitretação semelhantes aos do plasma direto, causando à nitretação por imersão de plasma (CORUJEIRA GALLO; DONG, 2009b)(ZHAO; WANG; HAN, 2008)(ALVES *et al.*, 2006)(ZHAO *et al.*, 2006). No entanto, em reatores maiores, as peças estão mais distantes da tela ativa e o efeito da imersão em plasma não ocorre, resultando em camadas nitretadas muito menores para parâmetros de processamento iguais aos DCPN.

Nestes casos, a utilização de uma fonte de alimentação auxiliar, aplicando potencial negativo às partes em tratamento (tensão de polarização) melhora o

desempenho do processo (HUBBARD, P. *et al.*, 2006). Para uma investigação mais aprofundada sobre o processo ASPN, foi desenvolvido um reator de nitretação de plasma de tela ativa com tensão de polarização onde nenhum efeito de imersão de plasma ocorresse.

O material escolhido para a nitretação foi o aço ASTM M2, aço rápido utilizado na fabricação de ferramentas de corte e conformação com boa resposta à nitretação a plasma, atingindo elevados valores de resistência ao desgaste, muito importante para uso em fresas, brocas, puncionadeiras e matrizes, além de ser um material que já foi objeto de pesquisas em nitretação a plasma, tendo referências importantes sobre seu desempenho neste processo (HACISALIHOGU; YILDIZ; ALSARAN, 2017). O objetivo foi avaliar a profundidade e tipo da camada nitretada, utilizando duas estratégias de aplicação da tensão de polarização no tratamento, comparando com os tratamentos convencionais DCPN e ASPN.

No presente trabalho foi utilizado um reator de nitretação a plasma com dimensões internas de 600 mm de diâmetro e 650 mm de altura, e desenvolvidos sistemas de tela ativa, sistemas de isolamento das amostras em tratamento, e fontes de potência retificada e pulsada.

Dentre os sistemas desenvolvidos a configuração de tela ativa dupla de 245 mm de diâmetro apresentou os melhores desempenhos. Amostras foram nitretadas com este sistema com parâmetros de composição gasosa fixados em 76 % de N<sub>2</sub> + 24 % de H<sub>2</sub> em volume; temperatura de processo em 500° C e pressão de trabalho em 3 mbar. Estes parâmetros foram escolhidos baseados em trabalhos anteriores de nitretação a plasma DCPN para este material, variando-se a configuração e a tensão de polarização (FONSECA OLIVEIRA *et al.*, 2017)(ROCHA, A. Das; STROHAECKER; HIRSCH, 2003).

Para as diferentes configurações desenvolvidas foram analisadas as microestruturas das camadas formadas com microscopia ótica; a variação da concentração de nitrogênio na camada nitretada utilizando GDOES; as durezas superficiais das amostras nitretadas; o perfil de microdurezas e a difração de raio X. Estes resultados foram comparados com os resultados do processo DCPN para os mesmos parâmetros de tratamento.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica apresenta os principais conceitos que embasam a nitretação a plasma, seus mais recentes desenvolvimentos em tela ativa, fundamenta os conceitos de imersão em plasma e tensão de polarização, e descreve como ocorre a formação da camada de nitretos neste processo.

### 2.1 NITRETAÇÃO A PLASMA

A nitretação se caracteriza por ser um tratamento termoquímico que promove o aumento da dureza superficial em aços, com uso muito difundido em ferramentas de corte e matrizes. Outros dois fatores importantes que podem ser melhorados com a nitretação são a diminuição do coeficiente de atrito e aumento da resistência à corrosão das peças tratadas (NISHIMOTO; FUKUBE; MARUYAMA, 2019).

Na nitretação dos aços o nitrogênio é difundido na peça devido a altas concentrações disponível na superfície das peças em tratamento e temperaturas suficientemente altas para promover sua difusão. São formados nitretos de ferro e de e outros elementos de liga. Se houver nitrogênio suficiente ocorre a formação de uma camada rica em nitretos de ferro, que na metalografia se revela como uma camada branca, dando origem ao nome desta camada. Este composto apresenta elevada dureza, elevada resistência ao desgaste, entretanto fragiliza a superfície da peça tratada. A difusão do nitrogênio para camadas mais internas da peça promove uma camada de compostos de diversos tipos, mais tenaz que a camada branca. As camadas podem variar de poucos micros até décimos de milímetros dependendo do processo e dos parâmetros utilizados (ŁĘPICKA; GRĄDZKA-DAHLKE, 2016).

Um dos primeiros processos industriais de nitretação utilizados foi por banhos de sais, onde a peça em tratamento é imersa em sais ricos em nitrocarbonetos. Os processos industriais de nitretação por sais mais difundidos são Tenifer e Sursulf, cujas temperaturas de tratamento situam-se entre 480° a 630° Celsius. Na nitretação em banhos de sais fundidos o controle de temperatura da superfície da peça em tratamento não é muito preciso, e os tempos de tratamento são longos, podendo

chegar a dezenas de horas (GHELLOUDJ *et al.*, 2016). Neste processo sempre ocorre a formação de camada branca. Os sais utilizados nos banhos necessitam ser trocados periodicamente, exigindo altos custos de tratamentos de resíduos, pois são ricos em cianetos.

Outro processo de nitretação muito difundido é a nitretação a gás. Neste processo as peças são aquecidas em fornos de atmosfera controlada, contendo gás rico em nitrogênio, normalmente amônia. A temperatura do tratamento situa-se normalmente entre 500° a 560° Celsius (NAM *et al.*, 2019). Neste processo, para que não ocorra a camada branca nas peças em tratamento, é necessário o monitoramento constante do hidrogênio. Os tempos de tratamento também são de dezenas de horas (WINTER, 2009). O principal problema encontrado neste tipo de nitretação é o uso de gás amônia no processo, altamente tóxico e explosivo.

O processo DCPN, conhecido também como nitretação iônica, é mais recente. Compreende o bombardeamento da peça com íons de gás rico em nitrogênio em uma atmosfera controlada. A composição gasosa geralmente é uma mistura de nitrogênio e hidrogênio, onde a função do hidrogênio é reagir com o oxigênio remanescente no reator e manter a estabilidade do plasma. Com o advento de sistemas de potência baseados em semicondutores, na década de 60, a nitretação a plasma passou a ser utilizada industrialmente. As fontes de potência utilizadas eram de corrente alternada retificada. Este processo apresentava problemas como arcos elétricos devido a diferenças de potenciais aplicados nas peças em tratamento para criar o plasma. Outra dificuldade era a impossibilidade de controle do incremento da profundidade da camada em cantos vivos e arestas da peça em tratamento, denominado efeito de borda, o que é indesejável pois prejudica a homogeneidade da profundidade das camadas de nitretos. Ocorria também o aumento da rugosidade da superfície da peça em tratamento devido ao bombardeamento iônico (ALVES *et al.*, 2006).

A evolução da eletrônica de potência impulsionou o desenvolvimento de fontes pulsadas, onde as características do plasma gerado por este tipo de fonte acarretaram um aumento da eficiência, melhor controle do processo e melhor repetibilidade dos resultados dos tratamentos, proporcionando camadas de nitretos mais homogêneas. Nos processos que utilizam fontes pulsadas observa-se uma redução dos arcos elétricos ou ainda sua eliminação devido a controles mais eficientes da fonte de potência. Outro efeito indesejado que foi parcialmente

corrigido devido a um melhor controle da densidade de plasma e espessura da bainha de plasma, utilizando fontes pulsadas, denomina-se cátodo oco, que é a dificuldade de nitretar furos de pequenos diâmetros e profundidades maiores (ŁĘPICKA; GRAĐZKA-DAHLKE, 2016).

Com o objetivo de diminuir ou eliminar estes efeitos indesejáveis, foi desenvolvido o processo ASPN no qual o plasma não ocorre diretamente na peça em tratamento, mas em um anteparo metálico. Este processo é conhecido como nitretação a plasma com tela ativa, que vem sendo desenvolvido com o objetivo de substituir com vantagens o processo DCPN (HACISALIHOGU; YILDIZ; ALSARAN, 2017).

O processo ASPN muitas vezes elimina o efeito de borda, não está sujeito aos arcos elétricos que podem danificar as peças em tratamento, melhora a homogeneidade de temperaturas nas peças em tratamento e reduz ou elimina o efeito de cátodo oco (LI, C. X.; GEORGES; LI, 2002) (LI, C. X.; BELL; DONG, 2002). Tem-se então como as maiores vantagens no uso do processo ASPN a homogeneidade de temperatura nas peças em tratamento, a redução do efeito de borda, a manutenção da rugosidade original da peça e a eliminação do efeito de cátodo oco (KOVÁCS; QUINTANA; DOBRÁNSZKY, 2019).

Como no processo ASPN o plasma não ocorre diretamente nas peças em tratamento, o tempo de processo é muito maior para camadas semelhantes ao processo DCPN (OLIVEIRA; LIMA; ROCHA, 2016). Para além disto, vários aços, como os inoxidáveis, necessitam de depassivação de sua superfície para remoção da camada de óxidos superficiais, o que em DCPN ocorre por *sputtering* causado pelo plasma direto na peça, normalmente com argônio. Já em ASPN, quando não ocorre o bombardeamento direto da peça em tratamento, não há depassivação por plasma, dificultando a nitretação destes aços (CORUJEIRA GALLO; DONG, 2009c). Para aços inoxidáveis foram feitas algumas experiências em ASPN com resultados relevantes, utilizando uma tensão de polarização nas peças em tratamento, o que provoca o bombardeamento da peça por íons devido à diferença de potencial gerada entre as peças e a tela ativa (ZHAO; WANG; HAN, 2008)(HAN *et al.*, 2013).

Por ser um processo em desenvolvimento, varias questões são levantadas sobre a efetividade do processo ASPN, principalmente relacionadas à profundidade e perfil da camada nitretada. Uma das principais questões é quais os fatores que possuem maior influência no tipo e profundidade de camada nitretada em ASPN,

para além do tempo, temperatura de tratamento e mistura gasosa utilizada (HUBBARD, P. *et al.*, 2010a). Dentre estes fatores destacam-se a geometria da tela ativa, principalmente o tamanho e distância da tela até as peças em tratamento, e a tensão de polarização em que as peças podem ou não estar submetidas durante o tratamento (HUBBARD, P. *et al.*, 2006).

Observou-se que em reatores de pequeno porte, onde a distância entre a tela ativa e a peça em tratamento é pequena, apesar do plasma não ser formado na peça, a bainha de plasma atinge a peça, provocando efeitos de nitretação semelhantes ao plasma direto, ocasionando a nitretação por imersão em plasma (ALVES; DA SILVA; MARTINELLI, 2001). Entretanto em reatores de maior porte, as peças ficam a uma distância maior e o efeito de imersão em plasma não ocorre (HUBBARD, Paul, 2007), e em muitos casos a nitretação não é efetiva ou não promove camadas muito espessas comparado ao processo DCPN.

A nitretação a plasma segue sendo campo de pesquisa e desenvolvimento tecnológico, buscando reduzir os impactos ambientais provocados pelos sais utilizados na nitretação por sais e os riscos da amônia na nitretação a gás, aumentando a vida útil de ferramentas e matrizes de diversos tipos de aço, com menores custos energéticos e ambientais.

## 2.2 TELA ATIVA

A tela ativa utilizada no processo ASPN consiste em um anteparo metálico cilíndrico, com tampa, apoiado na base ou mesa do reator, ligado à tensão negativa da fonte de potência (cátodo). É onde se forma o plasma que promove o aquecimento e a nitretação das peças em tratamento. Normalmente sendo produzida com chapa de aço perfurada ou expandida, é comum o uso do termo gaiola catódica quando construída com chapa perfurada (SOUSA, Rômulo Ribeiro Magalhães De; JUNIOR, 2008) e tela ativa quando construída com aço expandido.

O primeiro registro de um reator de nitretação a plasma que utiliza tela ativa está na patente norte-americana número 5.989.363, depositada em 1999, em nome de Jean Georges e Plasma Metal SA. O documento descreve um equipamento de nitretação a plasma que utiliza uma tela metálica ligada ao cátodo da fonte, ao redor

das peças a serem tratadas, que aquece as peças em tratamento por radiação e fornece as espécies necessárias a nitretação das peças ( $N$  e  $N^+$ ) (GEORGES, 1999).

Neste processo o plasma não acontece diretamente nas peças, que ficam em potencial flutuante durante o tratamento. Entretanto a patente dispõe que para limpeza ou depassivação da superfície ou em períodos curtos de pré-tratamento das peças, estas podem constituir o cátodo, com a tela ativa sem potencial elétrico. Da mesma forma coloca que em determinadas situações, dependentes do material a ser tratado, da geometria das peças e da densidade da carga em tratamento (peças muito próximas) é preferível aplicar fracas correntes com tensões negativas nas peças, estas constituindo também parte do cátodo, durante todo o tratamento. Estas correntes elétricas de menor intensidade são geradas por uma diferença de potencial com o ânodo, compreendida pela estrutura metálica do reator de nitretação, que está ligada ao pólo positivo da fonte de potência e ao mesmo tempo aterrada, e a tela ativa e/ou as peças em tratamento, que estão ligadas ao pólo negativo da fonte de potência, formam o cátodo (KOVÁCS; QUINTANA; DOBRÁNSZKY, 2019). A Figura 1 apresenta de forma esquemática a construção deste equipamento.

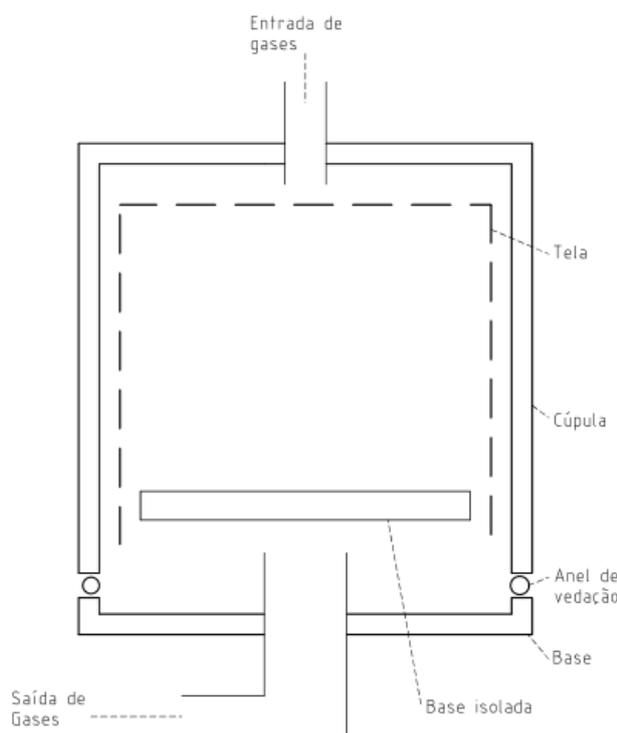


Figura 1 - Equipamento de nitretação a plasma com tela ativa.

Adaptado de (GEORGES, 1999).

A partir deste equipamento patenteado, várias pesquisas vem sendo feitas para entender quais as influencias dos fatores como tempo, temperatura, parâmetros de pressão e gás etc. para o processo de nitretação com tela ativa.

### 2.3 IMERSÃO EM PLASMA

No processo ASPN o plasma que se forma na tela ativa pode interagir com a superfície da peça em tratamento de uma forma direta, dependendo da distância entre tela e peça. Quando existe esta interação dizemos que a peça está imersa no plasma da tela ativa. Isto ocorre em pequenas distâncias, onde os resultados da nitretação são semelhantes ao plasma direto (HUBBARD, P. *et al.*, 2010b). Em reatores de maior porte, onde a distância entre a tela e a peça é da ordem de 5 centímetros ou maior, este efeito não ocorre e a nitretação utilizando os mesmos parâmetros de reatores menores apresentam resultados muito diferentes, com camadas de nitretação muito menores ou mesmo inexistentes (HUBBARD, P. *et al.*, 2010a).

Um estudo utilizando tela ativa de chapa de aço perfurada apresentou resultados compatíveis com a teoria de imersão em plasma (LI, C. X.; BELL; DONG, 2002). Neste estudo foram utilizados três tipos diferentes de cobertura para a tela ativa: chapa de aço perfurada igual ao cilindro; chapa de cobre sem furos; chapa de titânio sem furos; e também somente o cilindro lateral sem cobertura. Os resultados dos tratamentos demonstraram que: a nitretação com tela ativa provocou maiores densidades de nitrogênio até uma profundidade de 6 micrometros comparado com a nitretação convencional; a nitretação utilizando cobertura com chapa perfurada e com chapa lisa apresentaram aumentos semelhantes de dureza superficial e perfil de microdureza. Outro resultado relevante foi que a nitretação sem cobertura apresentou amostras nitretadas com diferentes áreas de tratamento superficial, conforme a Figura 2. A parte da amostra que ficou mais próxima da tela ativa apresentou uma cor mais escura e uma dureza superficial igual aquela com cobertura, e a parte da amostra que ficou mais distante da tela ativa apresentou uma cor mais clara com menor dureza superficial.

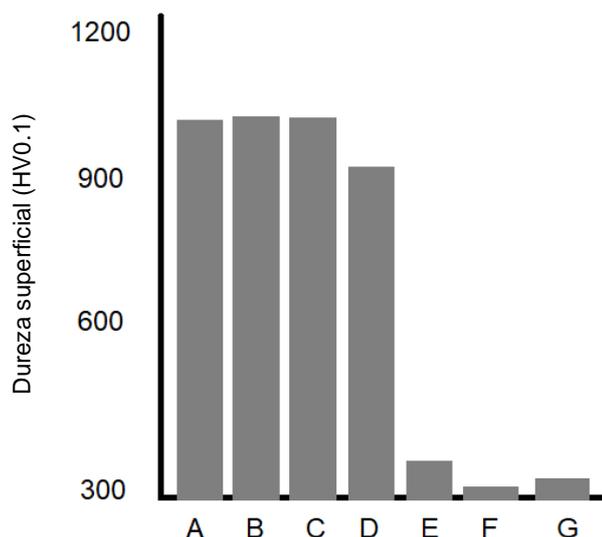


Figura 2 - Dureza superficial de amostras nitretadas com diferentes coberturas da tela ativa. A=cobertura com chapa de aço perfurada; B = cobertura com tela de aço; C = área escura da amostra sem cobertura; D = área clara da amostra sem cobertura; E = cobertura de titânio; F = cobertura de cobre; e G = sem tratamento  
Adaptado de (LI, C. X.; BELL; DONG, 2002).

Ocorreram diferenças também na difusão do nitrogênio e no perfil de dureza das amostras tratadas. A Figura 3 apresenta o perfil de microdureza nas amostras.

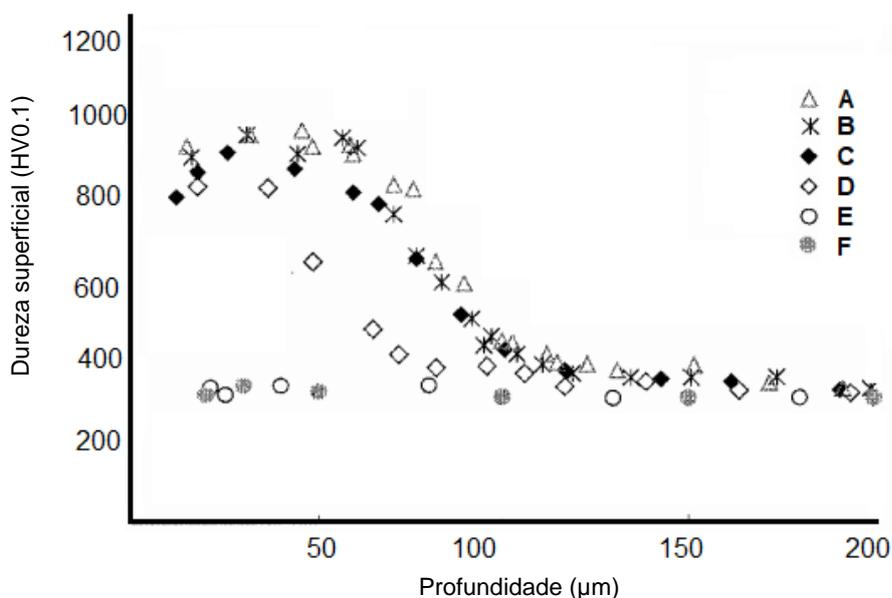


Figura 3 - Perfil de microdureza de amostras. A = cobertura com chapa de aço perfurada; B = cobertura com tela de aço; C = área escura da amostra sem cobertura; D = área clara da amostra sem cobertura; E = cobertura de titânio; F = cobertura de cobre.

Adaptado de (LI, C. X.; BELL; DONG, 2002).

A Figura 4 apresenta o percentual de nitrogênio medido em função da distância à superfície das amostras. Não se percebeu nenhum aumento de dureza com as coberturas de titânio ou cobre, apenas os efeitos de *sputtering* destes materiais nas peças em tratamento.

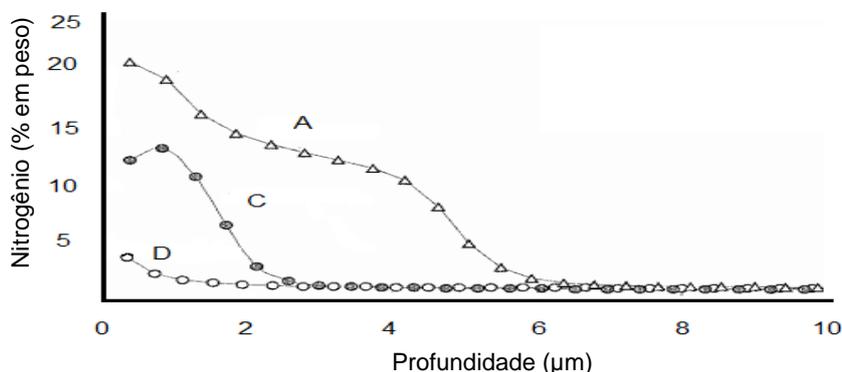


Figura 4 - Distribuição de nitrogênio nas amostras. A = cobertura com chapa de aço perfurada; C = área escura da amostra sem cobertura; D = área clara da amostra sem cobertura.

Adaptado de (LI, C. X.; BELL; DONG, 2002)

Os autores concluíram que o melhor modelo que explica a nitretação a plasma neste experimento é o “*sputtering* e recondensação”, em relação aos modelos de “implantação iônica de nitrogênio”, “bombardeamento de  $N_mH_n^+$  de baixa energia”, “adsorção de nitrogênio” e “adsorção neutra e iônica”. No modelo de “*sputtering* e recondensação” o *sputtering* é ativado pela aceleração de espécies contra a superfície do cátodo que arranca átomos de ferro, com subsequente reação com o nitrogênio ativo no plasma para formar nitretos de ferro que são retrodifundidos na superfície do cátodo. Neste processo estas espécies também são depositadas na superfície das peças em tratamento, onde podem ocorrer novas reações com nitrogênio ativo, introduzindo mais nitrogênio na superfície em tratamento. O nitrogênio é transferido para o substrato por difusão. A profundidade final da difusão do nitrogênio é determinada pelo gradiente de nitrogênio, temperatura da peça e tempo de tratamento.

Em outro estudo utilizando a mesma tela ativa foi realizado o tratamento do aço inoxidável AISI 316 (LI, C. X.; GEORGES; LI, 2002). As peças em tratamento se encontravam em potencial flutuante e a tela ativa ligada ao negativo da fonte. A distância entre as amostras e a tela ativa foi da ordem de 30 milímetros. Os resultados dos ensaios mostraram que a concentração de nitrogênio foi maior para

temperaturas maiores, mostrando que a temperatura é um fator determinante para a difusão do nitrogênio neste aço, conforme a Figura 5.

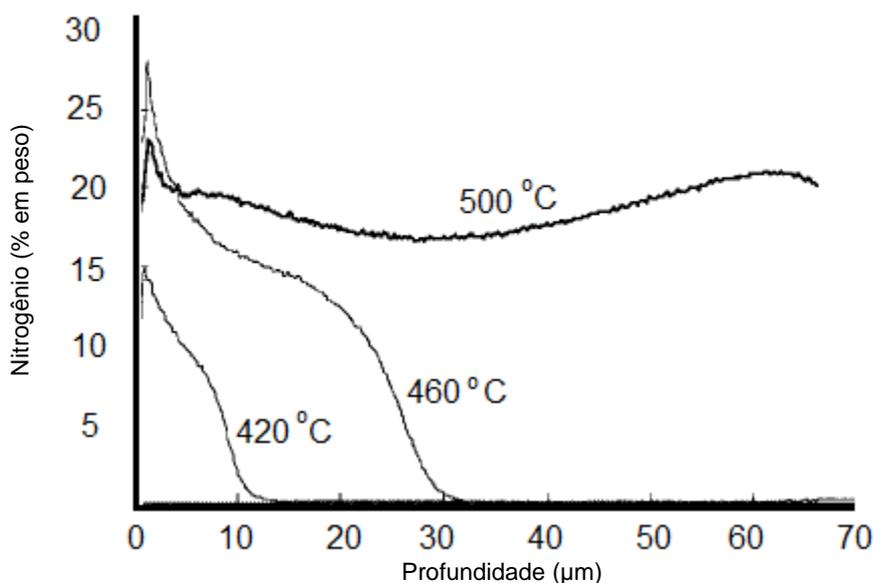


Figura 5 - Perfil de concentração de nitrogênio.

Adaptado de (LI, C. X.; GEORGES; LI, 2002)

Em um estudo subsequente utilizando o mesmo aço e a mesma tela ativa foram nitretadas amostras em três diferentes condições (ZHAO *et al.*, 2006): nitretação convencional, nitretação com tela ativa e peças em potencial flutuante, e nitretação com tela ativa e peças aterradas funcionando como ânodo juntamente com a carcaça do reator, conforme a Figura 6.

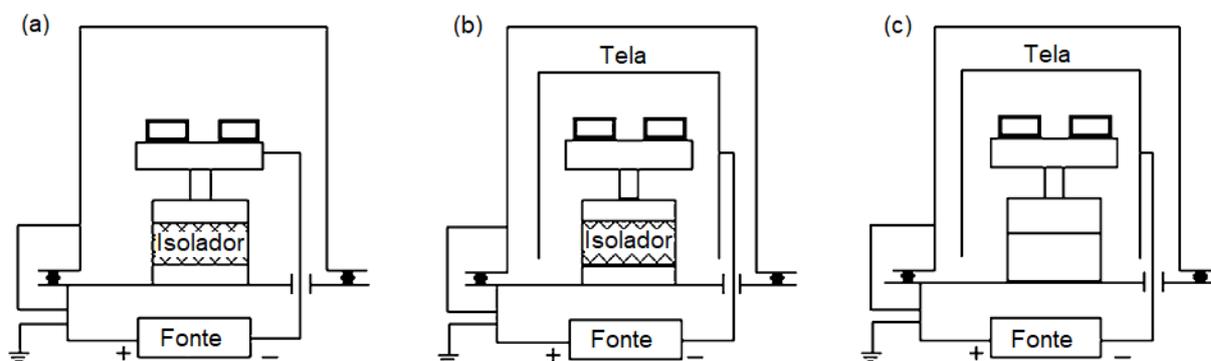


Figura 6 - Diagrama esquemático da montagem (a) em potencial catódico, (b) em potencial flutuante e (c) em potencial anódico.

Adaptado de (ZHAO *et al.*, 2006).

O resultado dos três processos foi muito próximo, caracterizando a imersão em plasma, conforme a Figura 7, onde as amostras dos três processos diferentes alcançaram durezas semelhantes.

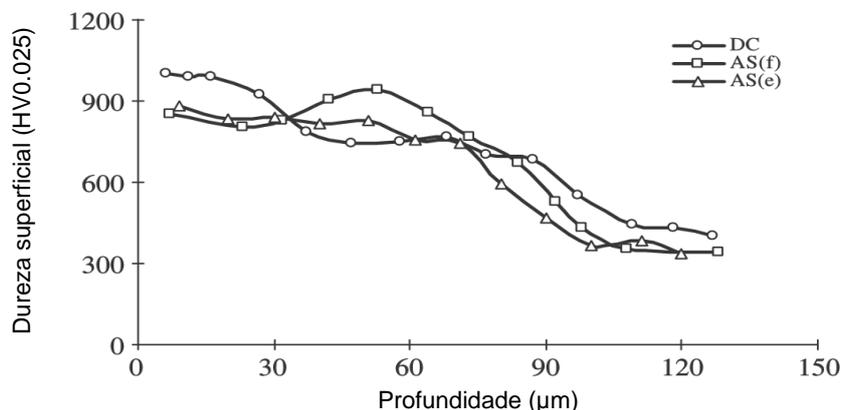


Figura 7 – Perfil de microdureza das amostras nitretadas. DC = em potencial catódico; AS(f) = em potencial flutuante; AS(e) = em potencial anódico.

Adaptado de (ZHAO *et al.*, 2006)

Concluíram que o processo de nitretação com tela ativa, com imersão em plasma, segue o modelo de “*sputtering* e recondensação” conforme a Figura 8.

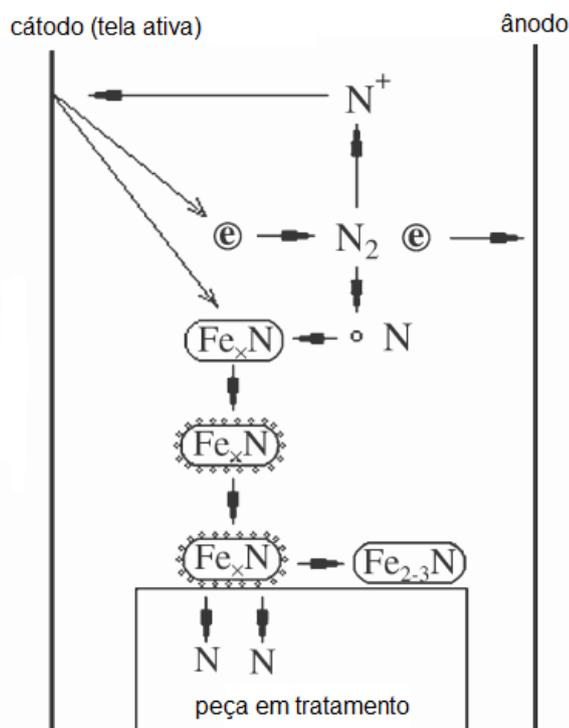


Figura 8 - Modelo do mecanismo de nitretação a plasma por tela ativa para imersão em plasma.

Adaptado de (ZHAO *et al.*, 2006)

Concluíram também que a nitretação com tela ativa em potencial flutuante pode atingir características metalúrgicas e durezas similares à nitretação convencional; que a nitretação com tela ativa é um processo de múltiplos estágios, envolvendo *sputtering*, adsorção física, desabsorção, difusão e deposição; e que o caminho do nitrogênio na nitretação a plasma inicia com as partículas de nitreto de ferro que são arrancadas da tela ativa e transferidas através do espaço do plasma para a superfície da peça (ZHAO *et al.*, 2006).

Outro estudo importante foi feito sobre a influência do *sputtering* de espécies da tela ativa sobre as amostras no processo de nitretação a plasma (CORUJEIRA GALLO; DONG, 2009a). Neste estudo foram utilizadas duas telas ativas, uma com furos de 8 milímetros de diâmetro e outra com furos de 25,4 milímetros, ambas sem tensão de polarização. A parte superior das amostras ficaram distantes 10 milímetros da tela ativa e foram ensaiados quatro diferentes materiais: aço AISI 304, aço AISI 316, cobre e vidro. Como parâmetro de comparação, amostras destes mesmos aços foram nitretadas em processo convencional DCPN. Os autores encontraram diferenças significativas de dureza e camada na superfície das amostras, conforme a Figura 9.

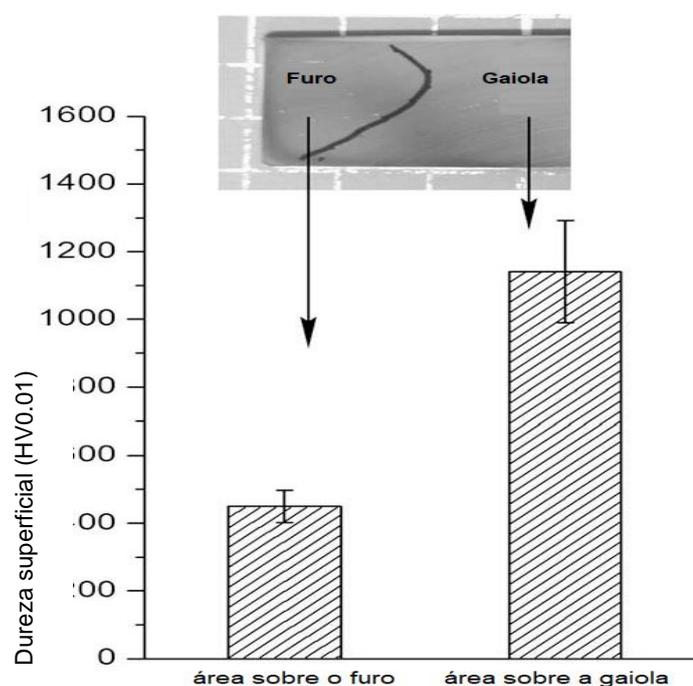


Figura 9 - Microdurezas da amostra nitretada com tela ativa sob o furo e sob a tela.

Adaptado de (CORUJEIRA GALLO; DONG, 2009a)

A área que ficou sobre o furo da tela ativa apresentou dureza significativamente menor em relação à área que ficou encoberta. Desta forma concluíram que o material transferido da tela para as amostras tem um papel significativo no aumento de dureza.

Outros resultados relevantes sobre a investigação do processo de transferência de massa de hidrogênio na nitretação a plasma com tela ativa foram obtidos em outro estudo. Os pesquisadores utilizaram um reator industrial com amostras de aço AISI H13, AISI P20 e discos de silício (HUBBARD, P. *et al.*, 2010b). As amostras foram posicionadas em três diferentes montagens dentro do reator: sobre a mesa com aplicação de tensão de polarização e plasma nas amostras(a); em um anteparo isolado com as amostras em potencial flutuante (b); e eletricamente isoladas dentro de uma tela ativa menor(c), conforme a Figura 10.

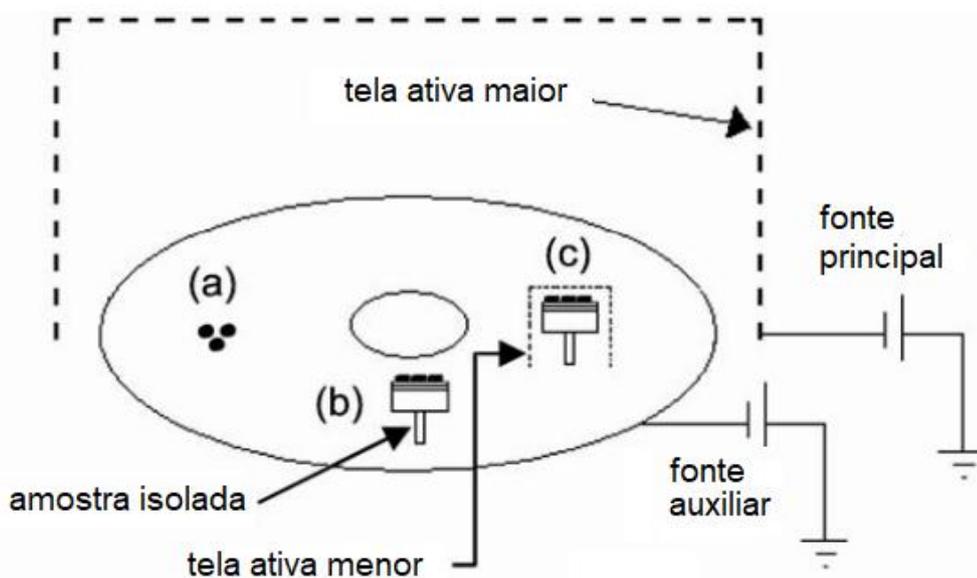


Figura 10 - Esquema de montagem das amostras.

Adaptado de (HUBBARD, P. *et al.*, 2010b)

As amostras foram nitretadas com uma tensão de polarização de -250 volts. O modelo do mecanismo de nitretação em imersão em plasma é demonstrado na Figura 11, onde o nitrogênio ionizado nas vizinhanças da tela ativa é acelerado em sua direção. Pode ocorrer *sputtering* se o impacto de íons na superfície da tela ocorrer com energia suficiente, resultando na deposição de material da tela sobre as amostras (evento A). Alternativamente, se as espécies energéticas são aceleradas através dos furos da tela e possuem suficiente alcance, elas podem colidir com a

superfície das amostras (evento B). Destas espécies energéticas uma porção será neutralizada através de colisões e ligações com elétrons (evento C).

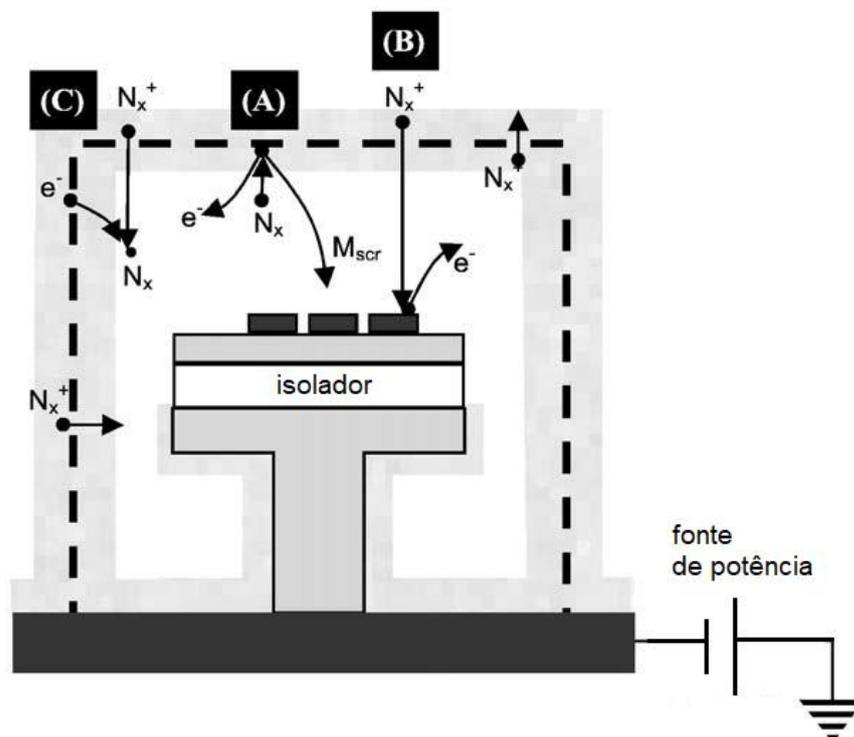


Figura 11 - Esquema dos principais processos de transferência de massa de nitrogênio em nitretação a plasma com tela ativa em imersão em plasma.

Adaptado de (HUBBARD, P. *et al.*, 2010b).

Comparando as durezas das amostras nitretadas nos três métodos apresentados (em um anteparo isolado; sobre a mesa com aplicação de tensão de polarização; e eletricamente isoladas dentro de uma tela ativa, em imersão em plasma) concluiu-se que se a distância entre a amostra e a tela ativa excede a camada formada por espécies energéticas de nitrogênio, caracterizada como imersão em plasma, então não haverá quantidade suficiente de nitrogênio ativo na amostra e não ocorrerá um aumento significativo de dureza (HUBBARD, P. *et al.*, 2010b). Entretanto, a nitretação com tela ativa sem tensão de polarização, com amostras depositadas dentro da região energética de nitrogênio, foi semelhante à nitretação que ocorre fora desta região, porque a tensão de polarização foi suficientemente alta para abrir plasma na amostra, conforme a análise das durezas apresentadas na Figura 12.

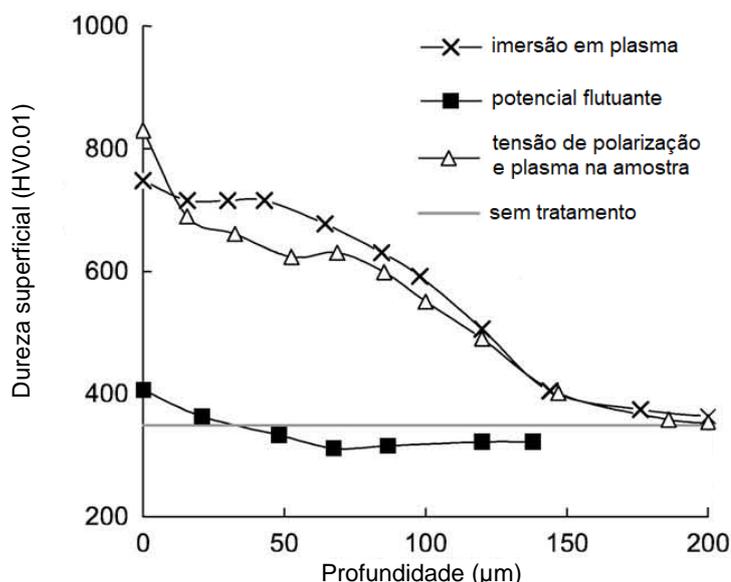


Figura 12 - Durezas das amostras nitretadas em diferentes condições.

Adaptado de (HUBBARD, P. *et al.*, 2010b).

Observa-se também que as amostras que ficaram em potencial flutuante (isoladas) dentro da tela ativa maior, sem imersão em plasma, não obtiveram resultados relevantes de nitretação.

A imersão em plasma é um fenômeno que tem que ser levado em conta quando se trata de processos industriais, pois resultados obtidos em laboratório, em reatores pequenos, não conseguem ser reproduzidos nos reatores industriais de grande porte.

## 2.4 TENSÃO DE POLARIZAÇÃO

A tensão de polarização é uma diferença de potencial elétrico aplicada nas peças em tratamento, normalmente ligada no pólo negativo de uma fonte de potência auxiliar, a qual tem seu pólo positivo ligado no terra do sistema. Ele tem um papel fundamental na efetiva nitretação em tela ativa, tanto em qualidade da camada nitretada, quanto na sua composição.

Para mostrar a influencia da tensão de polarização foram realizados estudos com telas ativas e reatores de dimensões industriais, com tampa. Em um dos trabalhos, para a tensão de polarização foi utilizada uma fonte pulsada a 500 hertz com 75 por cento de ciclo ativo. A tela ativa possuía um diâmetro de 1300 milímetros

com 1600 milímetros de altura. As amostras foram colocadas em uma base de 1200 milímetros de diâmetro (HUBBARD, P. *et al.*, 2006). Os aços tratados foram P20 (aço para matrizes de moldagem de plástico), H13 (aço para trabalho a quente), 4140 (aço ferramenta) e 1020 (aço de construção mecânica de baixa liga). As tensões de polarização ficaram próximas das tensões aplicadas na tela ativa, por volta de -340 volts na depassivação e entre -407 e -460 volts na nitretação. Os resultados da dureza superficial (HV0,1) são mostrados na Figura 13, onde as colunas representam: (A) tratamento com depassivação e tensão de polarização nas amostras; (B) somente tensão de polarização nas amostras; (C) somente depassivação das amostras; (D) sem depassivação e sem tensão de polarização nas amostras, (E) e sem tratamento, para cada material.

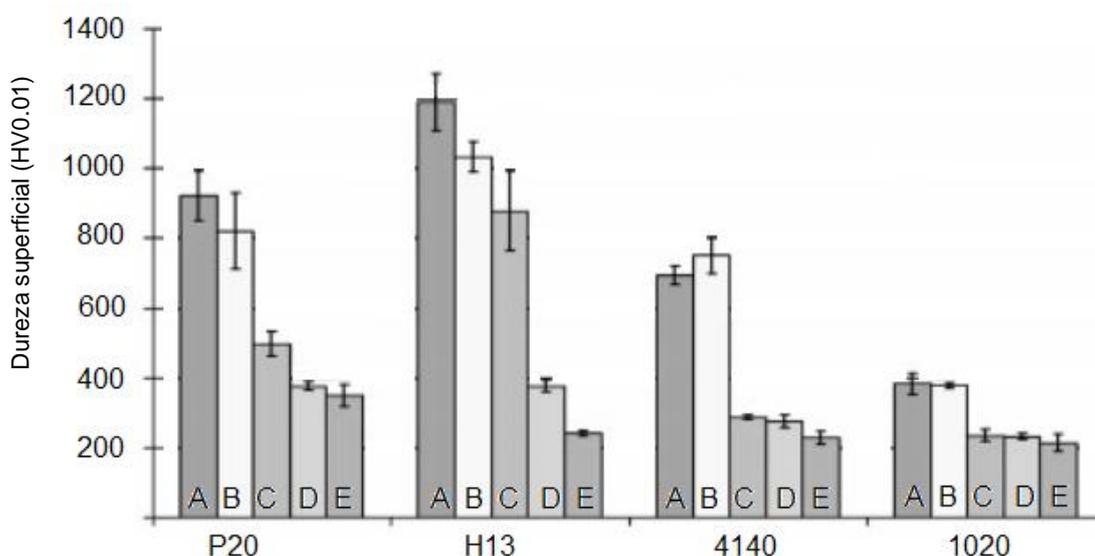


Figura 13 - Dureza superficial das amostras tratadas. (A) tratamento com depassivação e tensão de polarização nas amostras; (B) somente tensão de polarização nas amostras; (C) somente depassivação das amostras; (D) sem depassivação e sem tensão de polarização nas amostras, (E) e sem tratamento

Adaptado de (HUBBARD, P. *et al.*, 2006).

Os pesquisadores concluíram que na nitretação a plasma com tela ativa a tensão de polarização é essencial para uma nitretação satisfatória.

Um outro estudo apresentou uma técnica de verificação das condições do plasma na nitretação e carbonitretação com tela ativa utilizando um espectrômetro de emissão ótica assistido por fibra ótica e uma sonda eletrostática planar

(CORUJEIRA GALLO; DONG, 2009b). Neste estudo foram utilizadas amostras do aço inoxidável austenítico AISI 316 para determinar quais as melhores condições de tensão de polarização para uma maior camada sem a formação do efeito de borda. A fonte de potência de polarização utilizada foi de 15 quilovoltampere, em um reator industrial com tela ativa de 1,4 metro de altura por 1,6 metro de diâmetro, e mesa de 1,4 metro de diâmetro. Este estudo mostrou que o efeito de borda pode ser minimizado ou até completamente eliminado, e é dependente da pressão de gás e da tensão de polarização, para este aço. Determinaram que um incremento maior na tensão de polarização produziu defeitos superficiais e tornou o tratamento instável, similar ao processo DCPN. A Figura 14 apresenta de forma gráfica a relação entre pressão, tensão de polarização e profundidade de camada (entre círculos, em micrometros). Percebe-se que para tensões de polarização mais elevadas que causam a abertura do plasma nas peças em tratamento ocorre o efeito de borda.

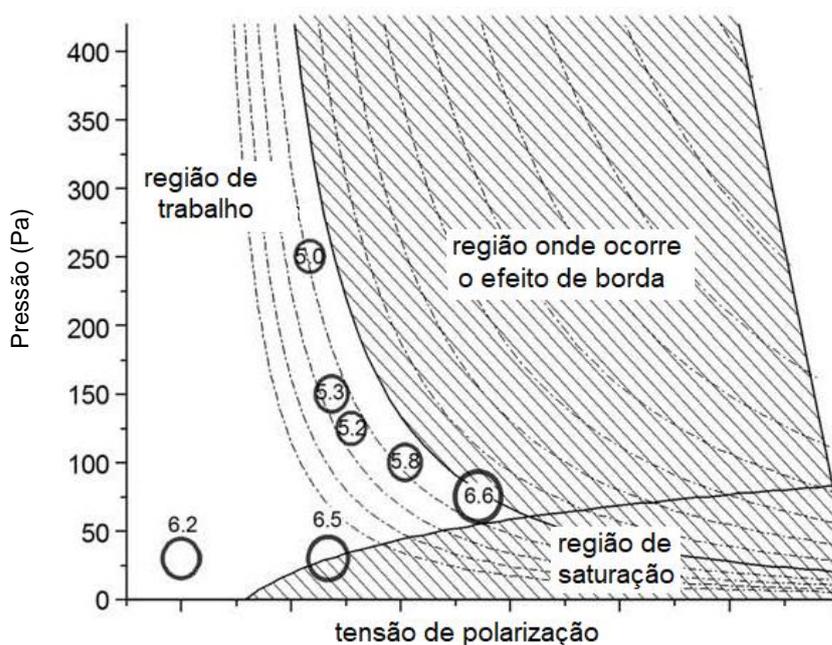


Figura 14 - Condições do tratamento para nitretação a plasma com tela ativa e tensão de polarização x profundidade de camada (variáveis entre círculos, em micrometros).

Adaptado de (CORUJEIRA GALLO; DONG, 2009b)

Os autores concluíram que os elétrons adicionais gerados e confinados pela tela catódica produzem um aumento na densidade eletrônica no interior da tela, e uma distribuição uniforme dentro do volume operacional do reator de plasma. Uma maior densidade de elétrons aumenta o número de colisões com as moléculas de

gás que em última análise provoca maior densidade de plasma e maior reatividade do plasma. O fluxo de cargas positivas na sonda eletrostática planar foi inversamente proporcional à pressão do gás e diretamente proporcional a tensão de polarização. Concluíram que uma janela ótima de tratamento foi identificada com moderada pressão de gás e tensão de polarização baixa.

Outro estudo que trouxe novas informações sobre a influencia da tensão de polarização foi realizado utilizando o aço de baixa liga 42CrMo em tela ativa utilizando tensão de polarização em potenciais positivos (tensão anódica) e negativos (tensão catódica), onde as amostras foram eletricamente ligadas ao pólo positivo (ânodo) ou a o pólo negativo da fonte de potência (cátodo) (LI, Y. *et al.*, 2010). Neste trabalho as amostras expostas ao potencial negativo também ficaram com plasma durante o tratamento. O esquema da montagem é mostrado na Figura 15.

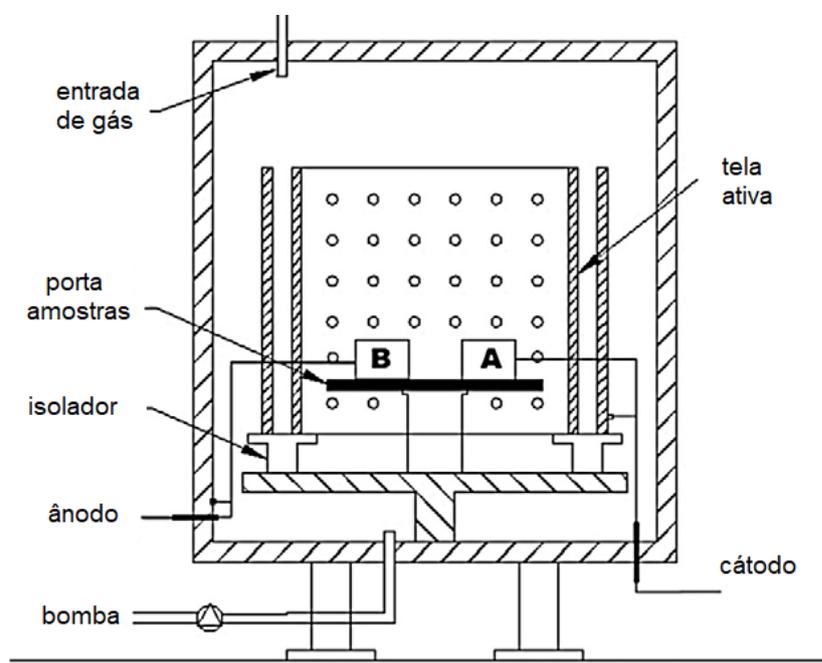


Figura 15 - Esquema de montagem dos ensaios.

Adaptado de (LI, Y. *et al.*, 2010).

Neste estudo concluíram que a profundidade da camada nitretada e composição de fases em ambas as amostras foram similares, bem como o incremento de durezas. Entretanto as amostras ligadas ao potencial negativo apresentaram efeito de borda, semelhantes a tratamentos sem tela ativa, provavelmente devido ao efeito do plasma direto nas amostras.

Em outro estudo foi feito um experimento que pretendia demonstrar como ocorre a transferência de massa de nitrogênio em nitretação com tela ativa (HUBBARD, P. *et al.*, 2010a). Utilizaram amostras do aço AISI P20 e discos de silício, nitretados em um reator industrial, com e sem tensão de polarização, conforme a Figura 16. No experimento 1 todas as peças estavam com tensão de polarização. No experimento 2 somente a mostra J estava com tensão de polarização e as outras amostras estavam em potencial flutuante. A tensão de polarização utilizada foi de 450 volts.

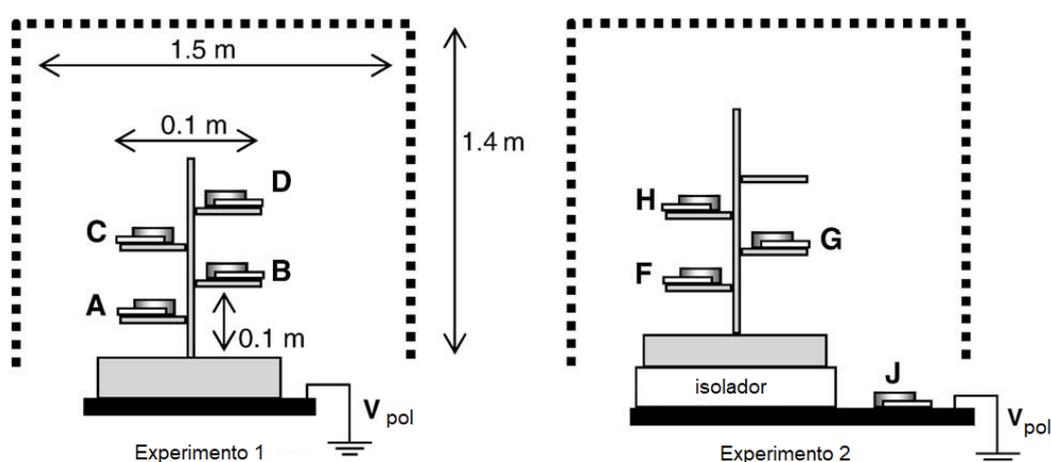


Figura 16 - Posição e tensão de polarização ( $V_{pol}$ ) de amostras nos experimentos 1 e 2.

Adaptado de (HUBBARD, P. *et al.*, 2010a)

Neste experimento, onde não ocorreu a imersão em plasma em nenhuma amostra, concluíram que somente a nitretação com tensão de polarização (A, B, C, D e J) promoveu um aumento considerável de dureza nas amostras. As amostras isoladas, em potencial flutuante (F, G e H) tiveram nitretação quase nula. Conclui-se que para reatores de maior porte é necessário que as peças em tratamento estejam submetidas à tensão de polarização para que o tratamento obtenha resultados satisfatórios.

## 2.5 FORMAÇÃO DE CAMADAS DE NITRETOS NO AÇO

Na nitretação dos aços podem ser produzidas basicamente duas camadas distintas de nitretos. Uma é conhecida como camada branca, composta por soluções

sólidas e precipitados de nitretos nos contornos dos grãos, sendo compostos de nitretos de ferro  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) e por nitretos de ferro  $\varepsilon$  ( $\text{Fe}_x\text{N}$ ) (CZERWINSKI, 2012), dependendo das concentrações de nitrogênio. A outra camada é chamada de camada de difusão, composta basicamente por nitrogênio dissolvido no ferro até concentrações de 0,1 por cento, conforme Figura 17.

O nitreto de ferro  $\varepsilon$  é melhor para situações onde é exigida maior resistência ao desgaste e não existam choques mecânicos ou altas tensões localizadas. Já a camada de ferro  $\gamma'$  é tenaz e mais apropriada em situações com carregamento severo.

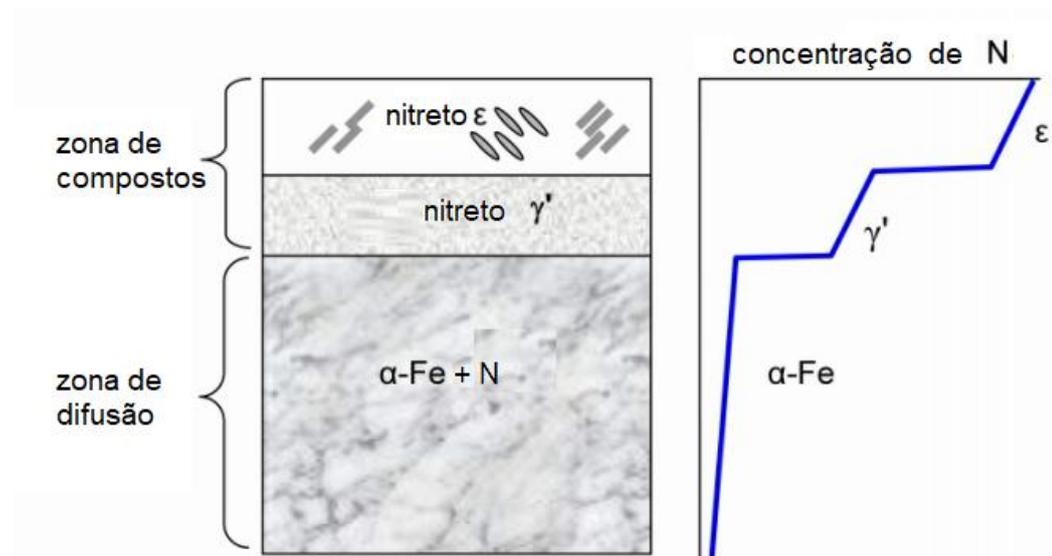


Figura 17 – Distribuição de fases e concentração de nitrogênio em função da profundidade da camada.

Adaptado de (CZERWINSKI, 2012)

A formação da camada de compostos pode ter bons resultados como barreira contra a ação de meios agressivos, conferindo maior resistência à corrosão do material tratado, na maioria dos casos.

No processo de usinagem, a ferramenta de corte está sujeita a diversas tensões térmicas e mecânicas. Três dos principais fatores que influenciam na vida útil da ferramenta são sua estabilidade térmica, sua resistência ao desgaste e sua tenacidade. A nitretação tem a tendência de aumentar a resistência ao desgaste do gume de corte e reduzir o efeito do material usinado aderir e soldar na face de saída da ferramenta. A superfície enriquecida com nitrogênio oferece menor atrito proporcionando um corte mais fácil em temperaturas mais baixas. Muitas vezes

temos como resultado maiores velocidades de corte e aumento da vida útil da ferramenta (ROCHA, A. da S., 2000).

Para aços ligados, como o aço rápido AISI M2, a nitretação a plasma pode proporcionar a formação de camadas de difusão e camada de compostos, dependendo dos parâmetros do processo.

Para uma composição gasosa de 25% de N<sub>2</sub> e 75% de H<sub>2</sub>, a uma pressão de 4 milibar, foram obtidos os resultados demonstrados na Tabela 1, que apresenta a profundidade da camada nitretada e a microdureza superficial (HV0,2) para diferentes parâmetros de tempo e temperatura de processo de nitretação (TIER *et al.*, 1998).

Tabela 1 Temperatura e dureza do aço rápido AISI M2 nitretado a plasma.

Tempo	Temperatura e Dureza Vickers					
	450° C	HV	500° C	HV	550° C	HV
18 min	24 μm	1240	32 μm	1290	44 μm	1282
30 min	30 μm	1253	38 μm	1306	54 μm	1288
60 min	36 μm	1274	57 μm	1286	77 μm	1317
120 min	-	-	-	-	104 μm	1279

Adaptado de (TIER *et al.*, 1998)

As amostras nitretadas em 18 minutos não apresentaram camada de compostos. Para 60 minutos de tratamento a 450 graus Celsius observou-se uma camada monofásica  $\epsilon$ . Para temperaturas maiores (500 e 550 graus Celsius) também em 60 minutos de tratamento, ocorreu a formação de uma camada polifásica  $\epsilon + \gamma'$ . Para 120 minutos de tratamento verificou-se a formação de uma camada monofásica  $\gamma'$  (TIER *et al.*, 1998).

Nos ensaios de desgaste as amostras tratadas tiveram como parâmetro de comparação amostras não nitretadas. As amostras nitretadas em 18 minutos, que apresentaram somente zona de difusão, o desgaste foi semelhante ao das amostras não nitretadas. As amostras nitretadas em 550 graus Celsius a camada apresentou tenacidade inadequada. Ocorreram lascamentos logo após o início do ensaio. As amostras nitretadas em 450 e 500 graus Celsius que apresentaram camada de compostos, em 60 minutos de tratamento, tiveram tenacidade adequada e baixo coeficiente de fricção, resultando numa significativa redução do desgaste adesivo.

Conclui-se que, para ferramentas de aço rápido AISI M2, a camada de compostos é efetiva na redução de material em aderir e soldar na ferramenta, indicando potencial para um corte mais suave em temperaturas mais baixas. Somente a zona de difusão, sem a presença da camada de compostos apresenta pequena redução do coeficiente de fricção. Ainda registrou-se em temperaturas mais altas de processo, a existência de uma precipitação significativa de cementita nos contornos de grão de materiais tratados (TIER *et al.*, 1998). Conclui-se também que o tempo e a temperatura de tratamento apresentam grande influência no tipo de camada obtida com a nitretação a plasma para este aço.

Por outro lado, o percentual de nitrogênio e hidrogênio no tratamento praticamente não varia a profundidade da camada, para relações de 20 a 80 por cento de N<sub>2</sub> com H<sub>2</sub> (L. C. FONTANA, J. NAHORNY, O. CASAGRANDE JR., C. E. COSTA, 1999). Verifica-se ainda que pode ocorrer a descarbonetação da peça em tratamentos com uma atmosfera muito rica em nitrogênio (acima de 80 por cento), observando-se uma queda na dureza superficial em relação ao substrato (L. C. FONTANA, J. NAHORNY, O. CASAGRANDE JR., C. E. COSTA, 1999).

Concentração mais baixa de nitrogênio, próximas a 5 por cento de N<sub>2</sub>, podem evitar a formação da camada de compostos (TIER *et al.*, 1998). Ensaio realizados com brocas, nas temperaturas de 455° e 520° Celsius, por 30 minutos a uma pressão de 5 milibar, não apresentaram camada de compostos. Com estes parâmetros a microdureza superficial ficou em torno de 1400 HV e a espessura da camada de difusão ficou em torno de 15 micrometros para 455° Celsius e de 18 micrometros para 520° Celsius. Estas camadas promovem um menor desgaste dos flancos nos gumes de corte das brocas, para cargas baixas, obtendo-se um melhor desempenho de brocas nitretadas, principalmente nos ensaio a temperatura mais baixa. Conclui-se que, para o aço AISI M2, em determinadas situações seu desempenho aumenta consideravelmente em ferramentas nitretadas, e que a formação de camada branca nem sempre produz melhores desempenhos (TIER *et al.*, 1998).

### 3 DESENVOLVIMENTO DO EQUIPAMENTO E DO PROCESSO

Este capítulo apresenta o desenvolvimento do sistema de nitretação a plasma utilizando tela ativa utilizado nesta pesquisa, incluindo: o reator utilizado; o processo de desenvolvimento da tela ativa; o sistema de mesas e as fontes de potência. Apresenta ainda um estudo sobre a medição de temperatura, as condições eletromagnéticas dos ensaios e os parâmetros de medição e controle das variáveis de processo.

#### 3.1 O REATOR

Neste trabalho foi utilizado um reator tipo sino com dimensões internas de 630 mm de diâmetro e 680 mm de altura, com tampa inferior de 780 mm de diâmetro máximo. A entrada dos gases no reator é feita na parte superior da cúpula. A cúpula possui uma janela de inspeção com um vidro de boro silicato. O desenho esquemático do reator é apresentado na Figura 18.

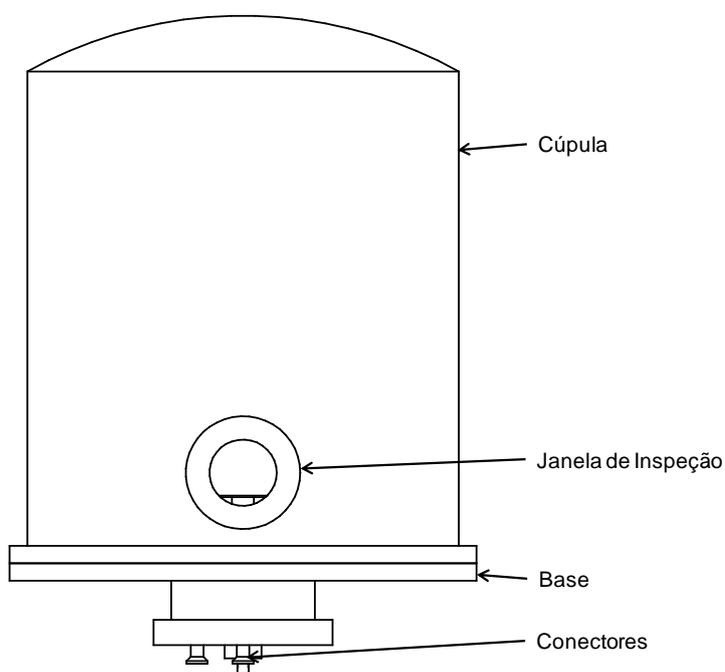


Figura 18 – Desenho esquemático do reator.

A exaustão dos gases é feita no centro da base através de uma bomba mecânica. O controle de pressão no interior do reator é feito por uma válvula borboleta controlada por um sistema eletrônico, através de um sensor de pressão capacitivo. Na base também estão posicionados os conectores do termopar, do medidor de pressão e do ventil, além do suporte do eletrodo central.

A abertura do reator é feita por um cilindro pneumático com 80 mm de diâmetro de haste e 800 mm de curso total. A cúpula é presa neste cilindro pneumático por cintas de aço, e é movimentada verticalmente.

Para este trabalho desenvolvemos um isolamento térmico para o reator. A cúpula do reator foi recoberta por uma camada de isolamento térmico de lã de vidro de 4 cm de espessura. Sobre a camada de isolamento foi fixada uma folha de alumínio para proporcionar resistência mecânica e proteção ao sistema de isolamento térmico. O isolamento térmico proporciona uma menor perda de calor nas paredes da cúpula, otimizando o processo de aquecimento das peças em tratamento.

### 3.2 DESENVOLVIMENTO DA TELA ATIVA

Poucas informações são relatadas em artigos sobre as características físicas das telas ativas utilizadas nos centros de pesquisa que publicam sobre o assunto. Por este motivo foi necessário fazer uma pesquisa exploratória das características geométricas de uma tela ativa que tivesse tamanho suficiente para não promover imersão em plasma nas peças em tratamento e pudesse aquecê-las até a temperatura de 500° C, pois desejamos que nossa pesquisa contribua com a melhoria dos processos industriais de nitretação. Foram desenvolvidos 2 modelos de gaiola catódica e 3 modelos de tela ativa até que se alcançasse uma versão satisfatória.

#### 3.2.1 Gaiolas Catódicas 120 e 220

Ambas as gaiolas catódicas 120 e 220 foram feitas com chapa de aço inoxidável AISI 304 de 2 mm de espessura. A primeira gaiola catódica desenvolvida foi de 120 mm de diâmetro e 130 mm de altura, perfurada com furos de 18 mm de

diâmetro, montadas sobre isoladores de porcelana tipo roldana de 72 mm x 72 mm, conforme a Figura 19.

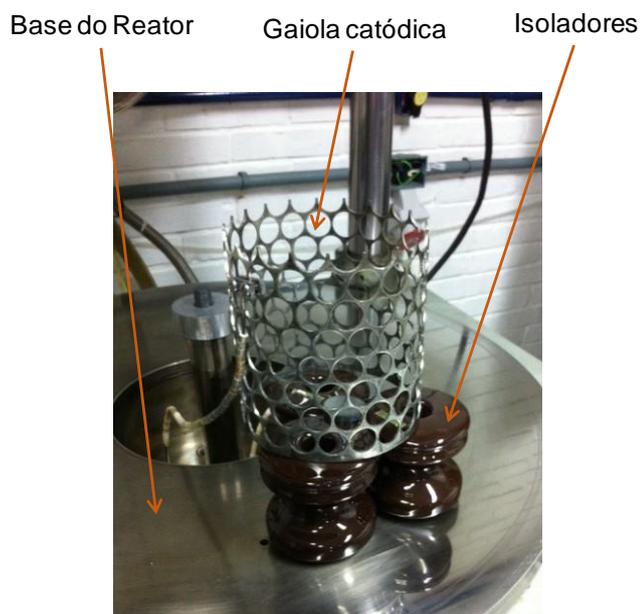


Figura 19 – Gaiola catódica 120 montada no reator.

A Figura 20 apresenta um detalhe da montagem da amostra, colocada sobre os isoladores com um termopar tipo K para medição de temperatura.



Figura 20 – Detalhe da montagem da amostra nos isoladores.

Nos ensaios realizados com esta gaiola a máxima temperatura que a peça alcançou, depois de 2 horas de plasma na gaiola, foi de 340° C, utilizando-se a fonte retificada de 6 kVA na potência máxima.

A segunda gaiola catódica desenvolvida foi de 220 mm de diâmetro e 220 mm de altura, perfurada com furos de 24 mm de diâmetro, montadas sobre a mesa principal conforme a Figura 21. A amostra foi montada sobre um isolador de porcelana tipo roldana de 72 mm x 72 mm com um termopar tipo K acoplado para medição da temperatura.

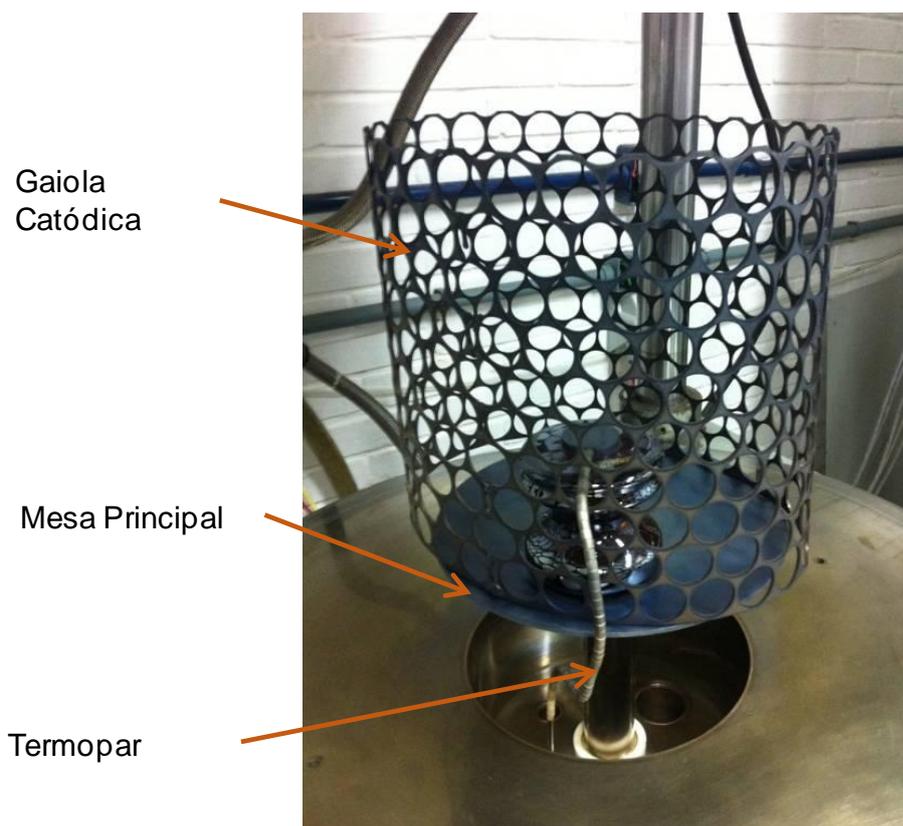


Figura 21 – Gaiola catódica 220 montada no reator.

Nos ensaios realizados com a gaiola catódica 220 a peça alcançou a temperatura máxima de 370° C, depois de 2 horas de plasma na gaiola, em tensão flutuante. Nos ensaios com plasma na peça e na gaiola, a peça atingiu a temperatura de 500° C após 75 minutos de tratamento. Ambos os ensaios utilizaram a fonte retificada de 6 kVA, na potência máxima.

### 3.2.3 Tela Ativa Dupla 175

Com o objetivo de aumentar a área de plasma e, conseqüentemente, a capacidade de aquecimento da tela ativa, desenvolvemos telas ativas duplas. A primeira tela ativa dupla foi desenvolvida com chapa de aço inox AISI 304 expandida, com malha de 5 mm x 15 mm, com 1 mm de espessura. Possuía diâmetro interno de 155 mm e diâmetro externo de 175 mm, altura interna de 170 mm e externa de 190 mm. Foram utilizados como espaçadores parafusos de aço inoxidável AISI 304 bitola M4 com comprimento de 20 mm, e porcas M4. A tampa da tela dupla foi confeccionada do mesmo material que a tela, conforme Figura 22.



Figura 22 – Foto da tela ativa dupla 175.

As amostras foram montadas em uma mesa de aço AISI 1020 apoiada em um tubo cerâmico de alumina de 52 mm de diâmetro externo, 4 mm de espessura de parede e 88 mm de altura, apoiado na mesa principal. Sobre este tubo foi apoiada uma mesa auxiliar de aço AISI 1020 retangular com bordas arredondadas de 60 mm x 40 mm e 5 milímetros de espessura, onde foram apoiadas as amostras em tratamento. A Figura 23 mostra a montagem do sistema de isolamento das amostras para montagem com tela ativa dupla 175.

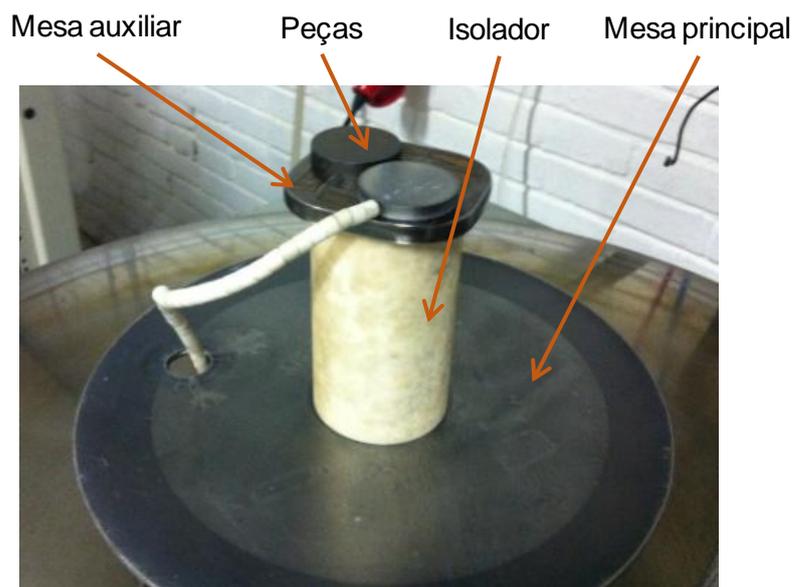


Figura 23 – Montagem para tela ativa dupla 175.

A Figura 24 apresenta o sistema montado com a tela ativa dupla 175, onde a tela ativa foi montada sobre a mesa principal.



Figura 24 – Sistema com tela ativa dupla 175.

Foram realizados ensaios com a peça isolada eletricamente e com fonte retificada desenvolvida de 16 kVA ligada na tela ativa. As amostras atingiram a temperatura de 500° C em 55 min.

### 3.2.4 Tela Ativa Dupla 300

Como um dos objetivos deste trabalho é desenvolver um reator que consiga nitratar peças de dimensões muito maiores do que as amostras utilizadas nos ensaios, foi necessário desenvolver uma tela ativa maior. A segunda tela ativa dupla foi construída com chapa de aço inoxidável AISI 304 expandida, com malha de 5 mm x 15 mm, com 1 mm de espessura, sem cobertura. Diâmetro interno de 280 mm e externo de 300 mm, ambos com 200 mm de altura. Foram utilizados como espaçadores parafusos de aço inoxidável AISI 304 bitola M4 com comprimento de 20 mm, e porcas M4. As amostras foram montadas sobre a mesa principal, isoladas eletricamente do reator e da tela ativa. A Figura 25 apresenta a montagem das amostras na mesa.



Figura 25 – Montagem das amostras na mesa principal.

A tela dupla foi montada sobre isoladores de porcelana tipo roldana de 72 mm x 72 mm. A Figura 26 apresenta a montagem da tela ativa dupla 300 sobre os isoladores.

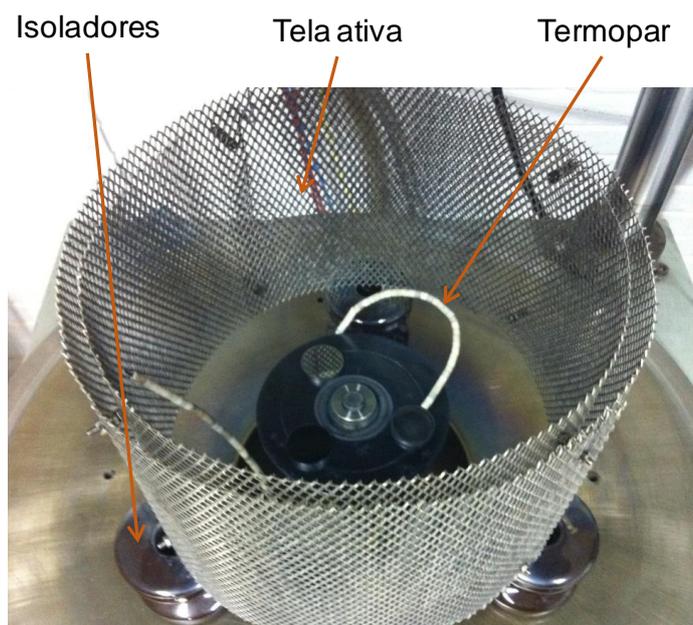


Figura 26 – Montagem da tela ativa dupla 300.

As amostras atingiram a temperatura de 320° C em 42 minutos de tratamento, quando abriu arcos entre tela e base do reator, provocando a queima de fusível da fonte. Isto demonstrou que o sistema de isolamento com isoladores de porcelana não teve efetividade para esta montagem.

### 3.2.5 Tela Ativa Dupla 245

A terceira tela dupla foi construída em formato cilíndrico, com duas camadas de chapa expandida de aço inoxidável AISI 304 com malha de 15 mm x 5 mm, espessura de 1 mm, com 215 mm de diâmetro interno, 245 mm de diâmetro externo e 200 mm de altura, sem cobertura

Este sistema apresentou bons resultados de aquecimento. Utilizamos a fonte retificada de 16 kVA para a tela ativa. Com a peça isolada sua temperatura atingiu 500° C em 79 minutos. Foi possível verificar também que o aquecimento era alcançado em tempos menores quando a peça estava ligada na fonte de potência pulsada desenvolvida para este trabalho, como fonte de polarização. Durante os vários ensaios feitos com a tela dupla 245 não ocorreram arcos elétricos em nenhuma configuração.

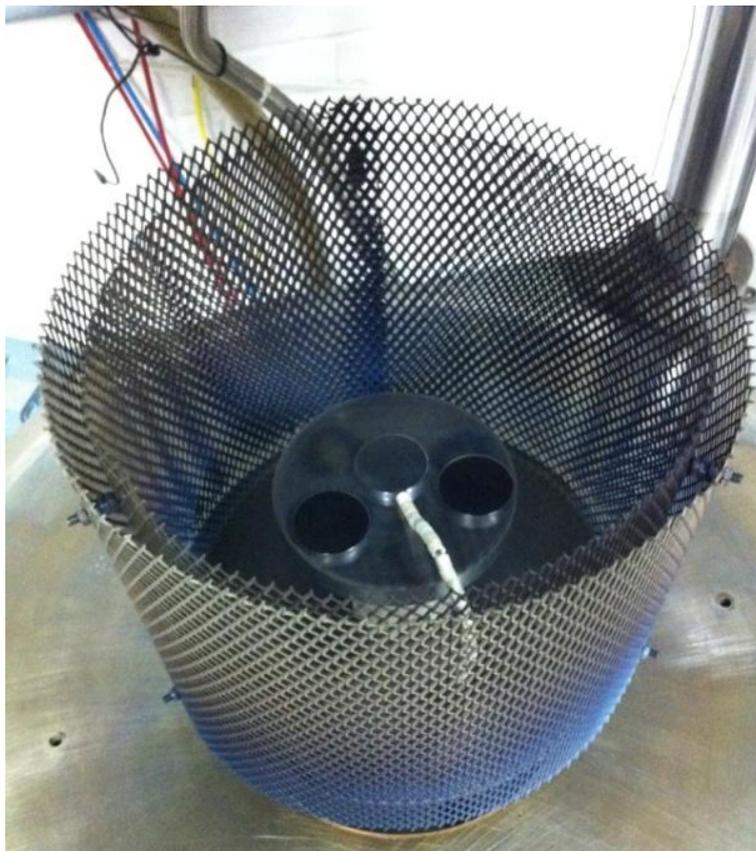


Figura 27 – Tela dupla 245 montada na mesa.

A Figura 27 apresenta a tela dupla 245 montada na mesa. Esta montagem foi a que melhor respondeu aos objetivos propostos deste trabalho, sendo a escolhida para realizar os ensaios com tela ativa, com e sem tensão de polarização das amostras.

### 3.3 SISTEMAS DE MESAS

Como é necessário um ótimo isolamento elétrico entre as amostras, a tela ativa e a carcaça do reator, desenvolvemos um sistema de mesas isoladas para as montagens com tela ativa. No sistema desenvolvido que obtivemos os melhores resultados, a tela dupla se apóia na mesa principal, que está presa ao eletrodo central por uma porca M14, conforme a Figura 28.

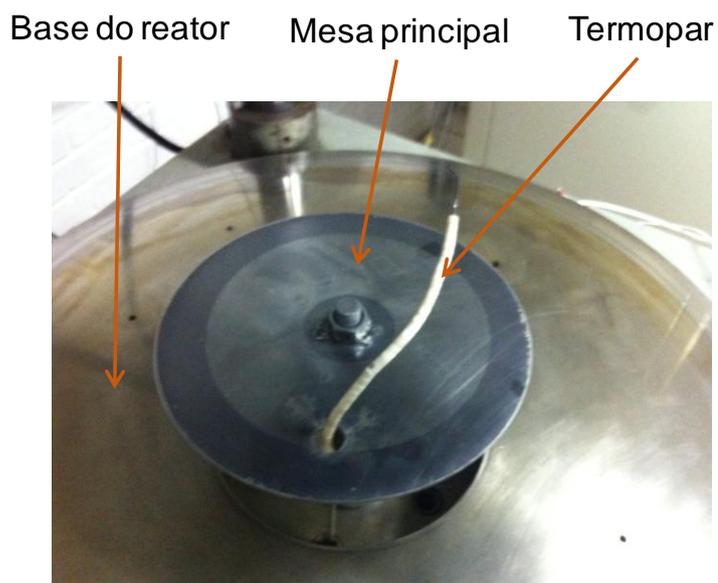


Figura 28 – Conjunto da mesa principal.

O eletrodo central é de aço AISI 1020, cuja extremidade inferior está ligada no pólo negativo da fonte de potência (cátodo), do lado de fora do reator, protegido eletricamente da base do reator por um isolador de *technyl* com anéis de vedação de celeron, que promovem também a vedação de gás e vácuo do sistema, conforme a Figura 29.

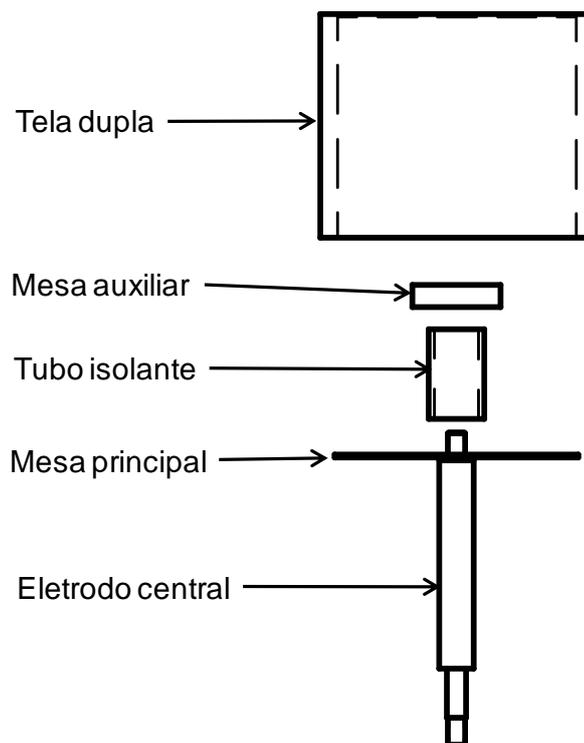


Figura 29 - Desenho do sistema de mesas.

O conjunto de suporte das amostras em tratamento é compreendido por um tubo isolante de alumina de 52 mm de diâmetro externo, 4 mm de espessura de parede e 88 mm de altura, apoiado na mesa principal, ilustrado na Figura 30.

Isolador cerâmico

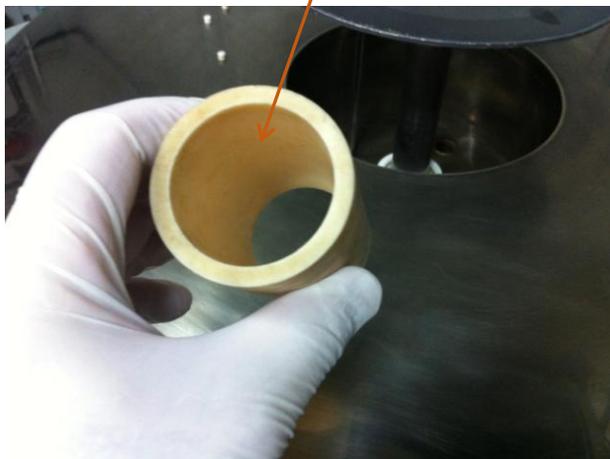


Figura 30 – Tubo isolador cerâmico.

Sobre este tubo é apoiada uma mesa auxiliar de aço AISI 1020 com 105 mm de diâmetro e 14,6 mm de espessura, onde são apoiadas as amostras em tratamento, conforme a Figura 31.

Mesa principal Mesa auxiliar Amostras



Figura 31 – Amostras montadas na mesa auxiliar.

O desenho esquemático da montagem do sistema para uso com tela ativa é apresentada na Figura 32.

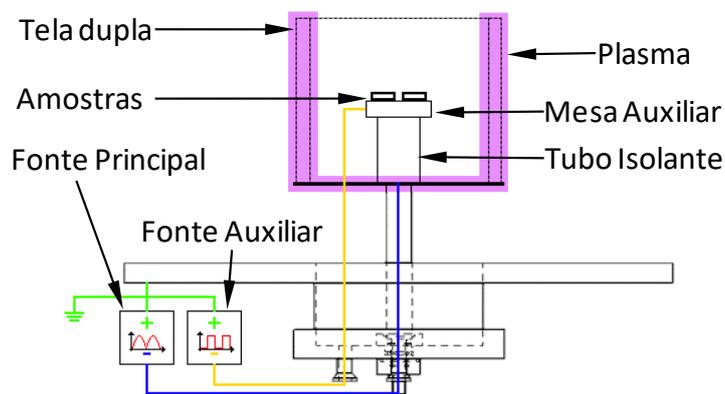


Figura 32 – Montagem com tela ativa.

A tensão de polarização é gerada nas amostras e na mesa auxiliar através da bainha do termopar, que é ligada no pólo negativo (catodo) da fonte auxiliar.

Foto do sistema com plasma é apresentada na Figura 33.

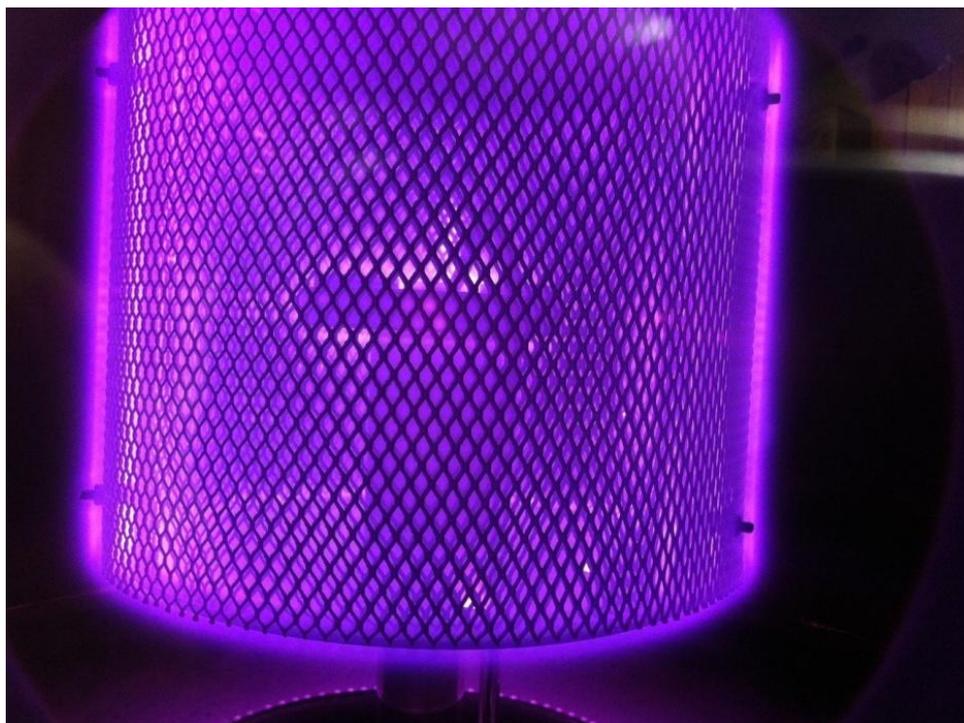


Figura 33 – Sistema com plasma.

### 3.4 FONTES DE POTÊNCIA

Para este experimento foram desenvolvidas duas fontes de potência: a fonte de potência principal (retificada) de 16 kVA e a fonte de potência auxiliar (pulsada) de 6 kVA.

#### 3.4.1 Fonte de Potência Retificada

A fonte de potência retificada recebe alimentação monofásica de corrente alternada através de um transformador Variac que regula a tensão de saída de zero até a tensão nominal de 220 V. A saída do Variac é ligada no primário de um transformador isolador com relação nominal de 4 vezes. A saída deste é retificada por uma ponte completa de diodos. O pólo negativo da saída da ponte de diodos é ligado no eletrodo central do reator, polarizando a mesa principal e a tela ativa, e o pólo positivo é ligado na cúpula do reator através de uma resistência limitadora de corrente de  $5 \Omega$  e 1 kW. A cúpula é aterrada. A tensão entre o eletrodo e o reator varia de 0 a - 880 V, semi-senoidal, com frequência de 120 Hz. A Figura 34 apresenta o esquema elétrico da fonte de potência retificada.

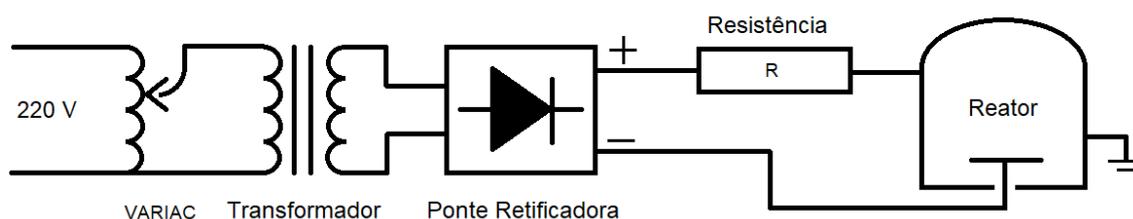


Figura 34 - Esquema elétrico da fonte de potência retificada.

#### 3.4.2 Fonte de Potência Pulsada

A fonte de potência pulsada recebe alimentação monofásica de corrente alternada através de um transformador tipo Variac que regula a tensão de saída de zero até a tensão nominal de 220 V. A saída do Variac é ligada no primário de um transformador isolador com relação nominal de 3,2 vezes. A saída deste é retificada por uma ponte completa de diodos. O pólo negativo da ponte de diodos é ligado no eletrodo central do reator, ou na mesa auxiliar quando for utilizado para polarização

das amostras, e o positivo é filtrado por um banco de capacitores. A tensão estabilizada é pulsada por um transistor IGBT que faz o chaveamento da corrente, e ligada na cúpula do reator através de uma resistência elétrica de  $5 \Omega$  e 1 kW limitadora de corrente. A tensão entre o eletrodo e o reator varia de 0 a -800 V, pulsada em 11 kHz, com potência máxima de 6 kVA. A Figura 35 apresenta o esquema elétrico desta fonte.

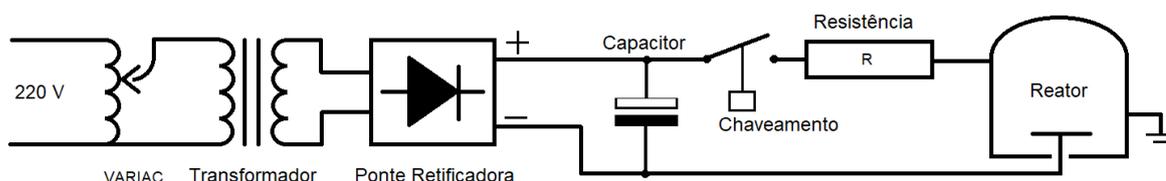


Figura 35 - Esquema elétrico da fonte de potência pulsada.

### 3.5 MEDIÇÃO DE TEMPERATURA

A temperatura da peça no processo de plasma é uma variável com controle indireto, dependente principalmente dos parâmetros elétricos, como tensão e corrente elétrica. Sua amostragem é feita normalmente usando-se termopares e mostradores digitais.

Neste trabalho a medição da temperatura nas amostras em tratamento é feita utilizando termopares tipo K ligados a medidores eletrônicos com compensação de junta fria. A isolação do termopar é feita por miçanga de porcelana e tubo de vidro pirex.

O erro máximo de um termopar tipo K é de aproximadamente 0,38 %, na faixa de temperatura de  $-275^{\circ}$  a  $1.260^{\circ}$  C. Os medidores digitais com compensação de junta fria apresentam um erro menor que 0,5 %. Podemos considerar um erro máximo menor que 1 % no conjunto termopar + mostrador.

Este erro pode ser considerado baixo, uma vez que variações de temperatura desta ordem não influenciam consideravelmente no resultado final do processo (TIER *et al.*, 1998), (WOLFART JR, 2002). Entretanto, observa-se que a temperatura indicada nos medidores digitais depende de como foi feita a montagem e a isolação do termopar exposto ao plasma.

Os termopares são montados na câmara através de um passador isolador de náilon, com vedação para vácuo. Tubos de vidro pirex protegem a base da bainha do termopar. Normalmente estes tubos de vidro possuem 1 mm de diâmetro a mais do que o diâmetro da bainha do termopar, para evitar a geração de plasma na bainha, e um comprimento que garanta a isolação elétrica entre termopar e a base do reator, uma vez que o termopar está conectado na peça em plasma, a uma tensão negativa de centenas de volts em relação a base do reator. Nestes ensaios utilizou-se termopares tipo K com bainha de inconel e diâmetro nominal de 1,5 mm e tubos de vidro pirex com diâmetro interno de 2,5 mm.

Para constatar a influência da montagem dos termopares e seus elementos isolantes na medição de temperaturas de peças pelo processo de plasma, realizou-se ensaios em plasma com diferentes configurações. A Tabela 2 apresenta as configurações usadas neste estudo.

Tabela 2 Configurações de montagens dos termopares.

<b>Montagem</b>	<b>Parâmetros</b>
Totalmente isolados	Termopares e vidros de mesmo tamanho e isolação total com missangas.
Bainhas expostas	Exposição da bainha em 2 termopares: T3 com 20 milímetros exposto ao plasma próximo da junta quente e T4 com 80 milímetros exposto ao plasma próximo da junta quente. T1 e T2: testemunhas.
Vidros diferentes	Todos os termopares totalmente isolados. T1 e T2 com vidros grandes e T3 e T4 com vidros pequenos.
Comprimentos diferentes	Todos os termopares totalmente isolados. T1 e T2 com 400 mm de comprimento e T3 e T4 com 600 mm de comprimento.

Para os ensaios foram utilizados quatro conjuntos de termopares e mostradores e uma peça de aço ABNT 1020 retangular, com 50 mm de espessura, 100 mm de altura e 200 mm de comprimento. Uma configuração usou quatro furos de 2 mm de diâmetro e 3 mm de profundidade, simétricos com relação ao centro da peça, a aproximadamente 20 mm de distância um do outro, na montagem que verificara variações de temperatura devido ao isolamento, considerando a mínima variação da temperatura devido a posição dos termopares em relação à peça; e a outra configuração usou 4 furos alinhados com o centro da peça, distantes 40 mm um do outro, nas montagens que verificaram variações de medição em situações menos favoráveis, levando em consideração diferentes posições dos termopares em relação ao centro da peça.

Os mostradores de temperatura da marca INOVA, com compensação de junta fria, configurados para termopar tipo K, foram montados lado a lado conforme a Figura 36.

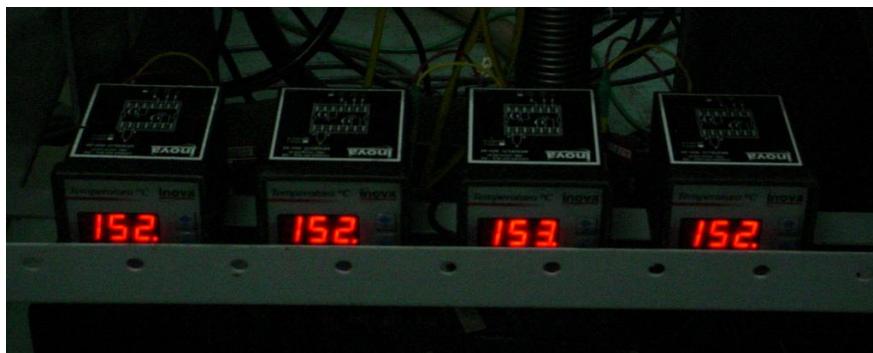


Figura 36 – Montagem dos mostradores de temperatura.

### 3.5.1 Termopares Totalmente Isolados

Neste ensaio os 4 termopares iguais ficaram totalmente isolados do plasma com isoladores de vidro de tamanhos idênticos e mesma quantidade de missangas. A Figura 37 apresenta uma foto desta montagem.

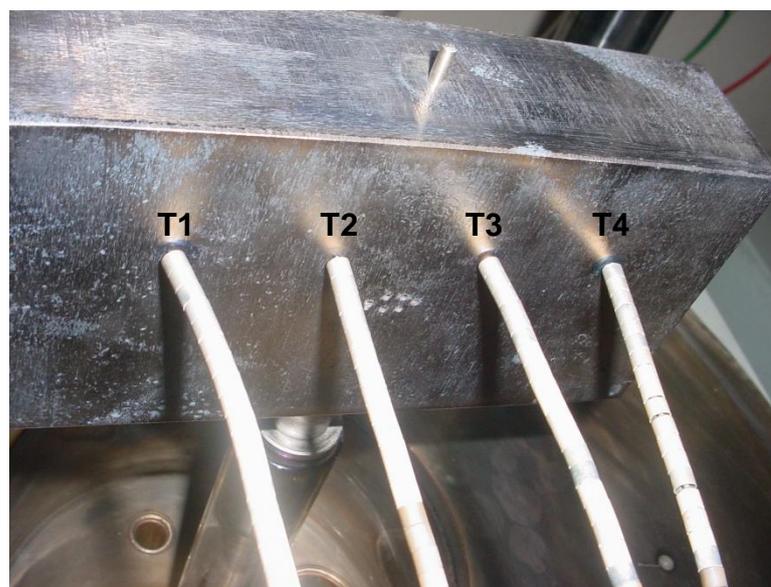


Figura 37 – Termopares totalmente isolados.

Neste ensaio os quatro mostradores apresentaram temperaturas próximas entre si durante todo o processo de aquecimento. As temperaturas de resfriamento

foram coerentes com as temperaturas de aquecimento. A Figura 38 apresenta o gráfico de temperaturas em função do tempo de processo. O aquecimento representado pelas curvas crescentes de temperatura foi realizado sempre com plasma. O resfriamento inicia logo que se extingue o plasma na peça, no tempo de 2 horas e nove minutos.

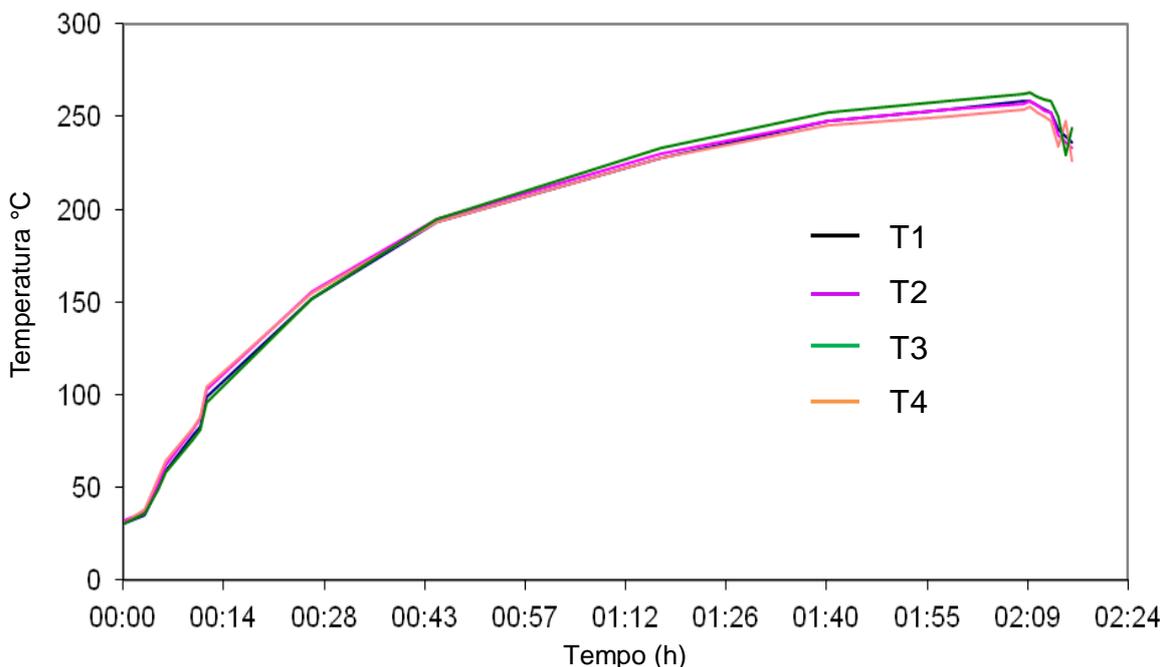


Figura 38 – Gráfico de temperaturas dos termopares totalmente isolados.

### 3.5.2 Termopares com Bainhas Expostas

Neste ensaio os termopares T3 e T4 ficaram com bainhas expostas ao plasma próximo a peça. T1 e T2 ficaram totalmente isolados do plasma. Os quatro termopares são idênticos com isoladores de vidro de tamanhos idênticos. A Figura 37 apresenta uma foto desta montagem.

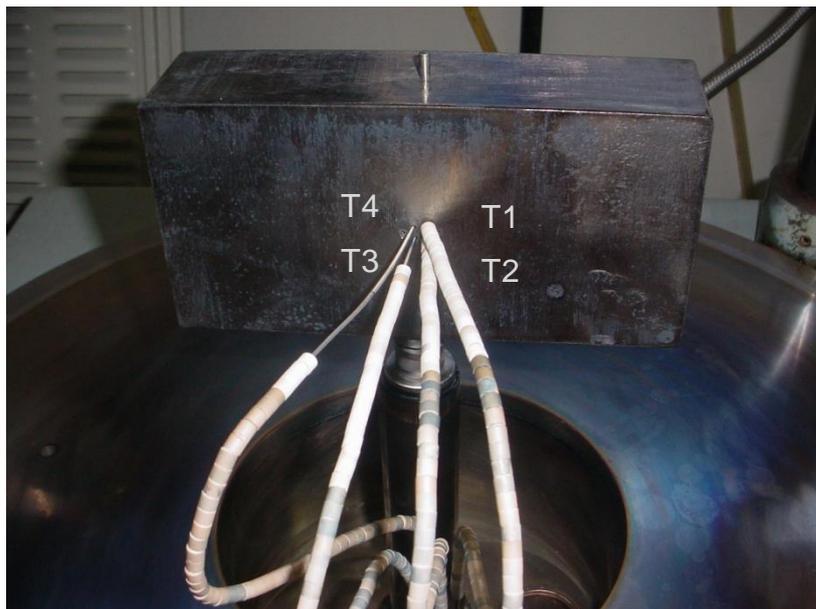


Figura 39 – Termopares com bainhas expostas.

Neste ensaio T1 e T2 apresentaram temperaturas próximas. T3 e T4 apresentaram temperatura média 20 % maior que T1 e T2. A Figura 40 apresenta o gráfico de temperaturas dos termopares deste ensaio. Na região X do gráfico foi desligado o plasma. A partir deste ponto os 4 termopares apresentaram temperaturas de resfriamento semelhantes, coerentes com as curvas de aquecimento dos termopares isolados T1 e T2.

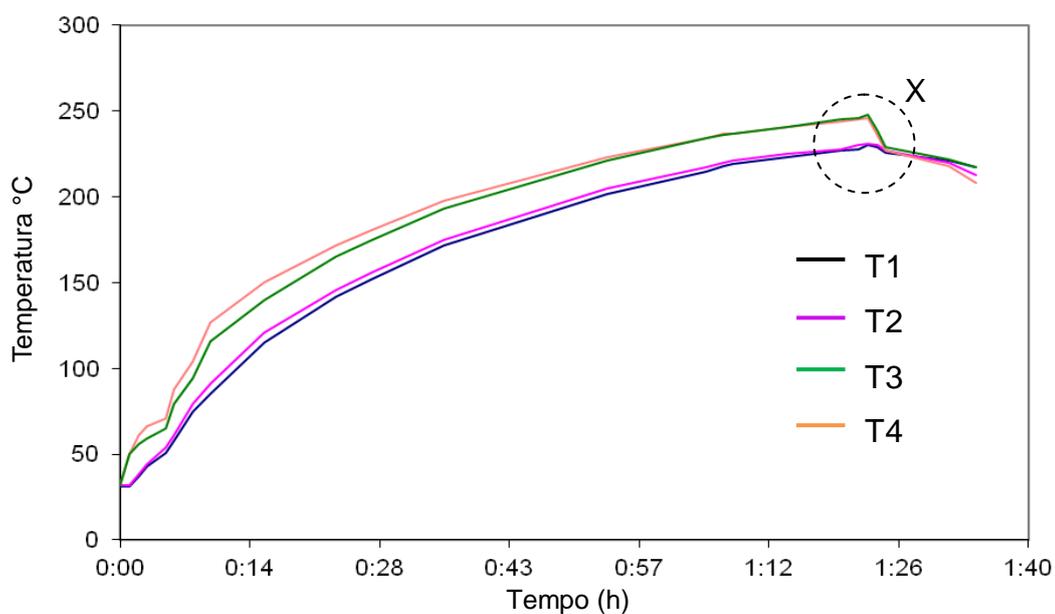


Figura 40 – Gráfico de temperaturas dos termopares com bainhas expostas.

### 3.5.3 Termopares com Vidros Diferentes

Neste ensaio foram utilizados termopares idênticos, totalmente isolados do plasma, com vidros de tamanhos diferentes. T1 e T2 com 240 mm de comprimento e T3 e T4 com 200 mm de comprimento. Todos os vidros apresentam o mesmo diâmetro externo, diâmetro interno e mesmo material. A figura 41 apresenta uma foto desta montagem.

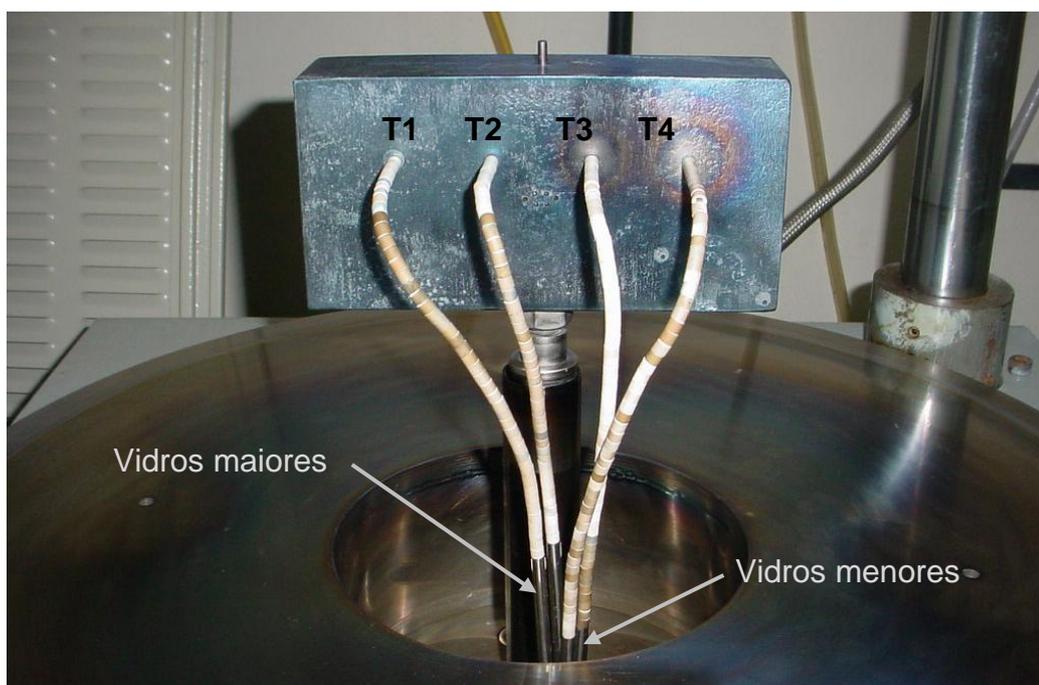


Figura 41 – Termopares com vidros diferentes

Os 4 termopares apresentaram temperaturas próximas entre si. As temperaturas amostradas no resfriamento foram coerentes com as temperaturas de aquecimento. A figura 42 apresenta o gráfico de temperaturas dos termopares deste ensaio. A região Y do gráfico apresenta o aquecimento da peça devido à reenergização do plasma na peça, apresentando novamente temperaturas de aquecimento e resfriamento semelhantes entre os termopares.

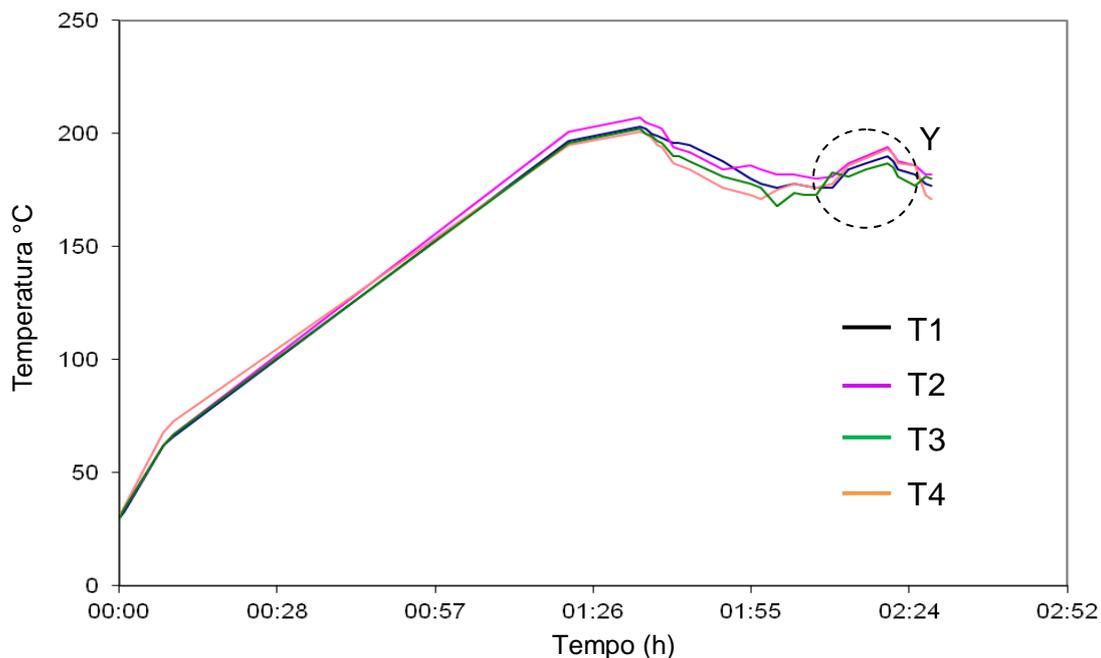


Figura 42 – Gráfico de temperaturas dos termopares com vidros diferentes.

#### 3.5.4 Termopares de Comprimentos Diferentes

Neste ensaio foram utilizados termopares com comprimentos diferentes totalmente isolados do plasma. T1 e T2 com 400 mm de comprimento de bainha e T3 e T4 com 600 mm de bainha. A Figura 43 apresenta uma foto desta montagem.

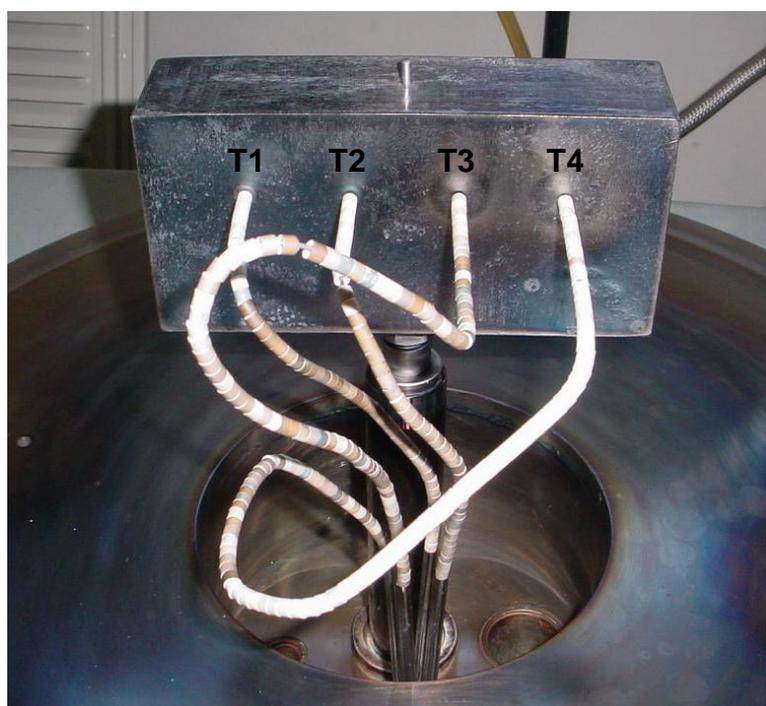


Figura 43 – Termopares de comprimentos diferentes.

Os 4 termopares apresentaram temperaturas próximas entre si durante todo o processo de aquecimento. A Figura 44 apresenta o gráfico de temperaturas dos termopares deste ensaio.

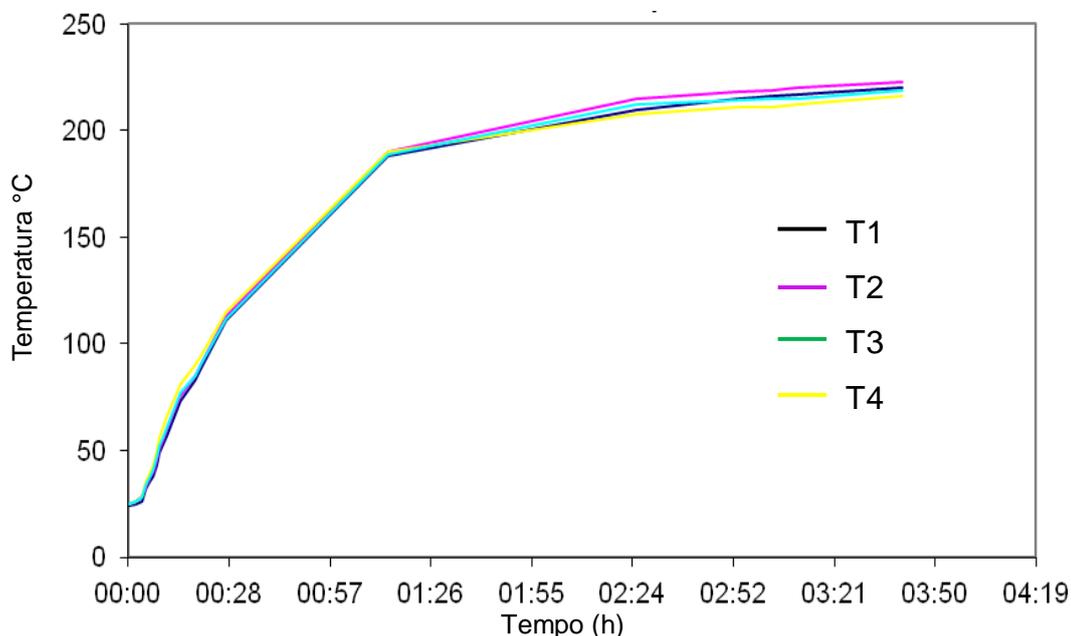


Figura 44 - Gráfico de temperaturas dos termopares de comprimentos diferentes.

Após a análise dos resultados chegou-se a conclusão de que a exposição da bainha do termopar ao plasma, próximo à junta quente, provoca diferenças de medição de temperatura. Concluiu-se também que não ocorre diferenças de medidas de temperaturas relevantes devido ao tamanho do termopar ou do vidro de isolamento. Estas diferenças não alteram significativamente as medidas de temperatura.

Com base neste estudo foi definida a seguinte regra de isolamento do termopar: a isolamento da bainha do termopar ao plasma, próximo a junta quente, deve ser feita com miçangas, sem frestas em relação à peça, em no mínimo 30 mm de comprimento, visando garantir a medição de temperatura coerente com a temperatura real da peça.

### 3.6 PARÂMETROS ELETROMAGNÉTICOS

Nos ensaios com tensão de polarização a cúpula e a tampa estão ligadas no potencial positivo das fontes e devidamente aterradas. A fonte de potência principal (retificada) está ligada tela dupla e a fonte de potência auxiliar (pulsada) está ligada nas amostras em tratamento, conforme a Figura 45.

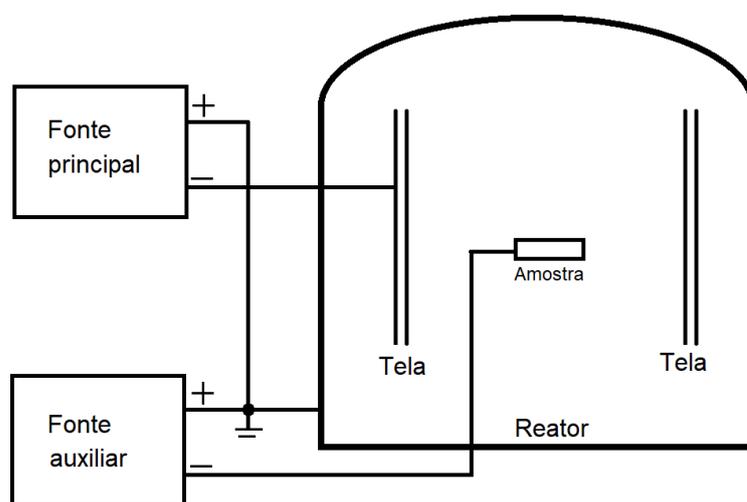


Figura 45 – Esquema de ligação das fontes de potência.

A diferença de potencial máxima entre a tela dupla e o reator ocorre no pico da senoidal da fonte principal (retificada), conforme a Figura 46. Esta fonte é ligada no início do processo, gerando o plasma na tela dupla para aquecer as amostras em tratamento e prover espécies nitretantes.

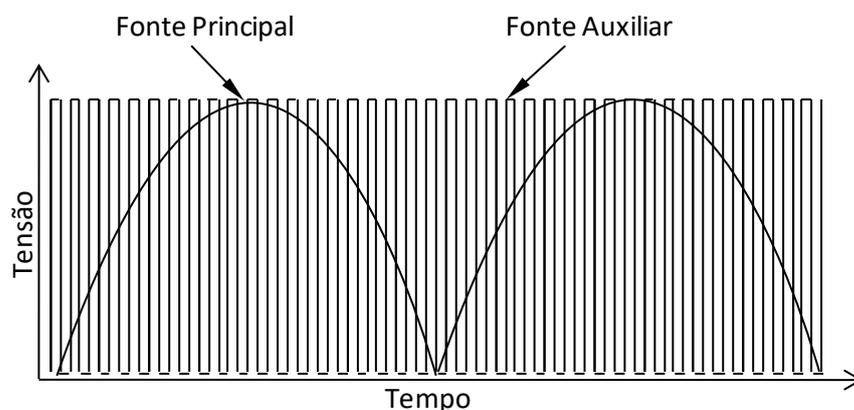


Figura 46 - Gráfico das tensões na tela dupla (fonte principal senoidal retificada) e nas amostras (fonte auxiliar onda quadrada).

A fonte auxiliar é ligada somente durante o ciclo de nitretação, alterando os campos eletromagnéticos gerados no interior do reator. Devido ao fato da tela dupla ser aberta na parte superior, os campos eletromagnéticos gerados pelas fontes tem papel fundamental no processo de nitretação com tensão de polarização (INTRODUCING POWER SUPPLIES AND PLASMA SYSTEMS, 2001). Estes campos eletromagnéticos são proporcionais às tensões de cada elemento do processo. Na Figura 47 temos uma representação esquemática dos vetores do campo eletromagnético nas três principais situações de interesse para este trabalho. Em (A) a tensão elétrica na tela dupla é máxima, formando plasma, e a tensão elétrica na amostra é zero. Em (B) as tensões elétricas na tela dupla e na amostra são de mesma intensidade. Em (C) a tensão elétrica na amostra é máxima e a tensão na tela dupla é zero. Este ciclo é contínuo e ocorre 120 vezes por segundo.

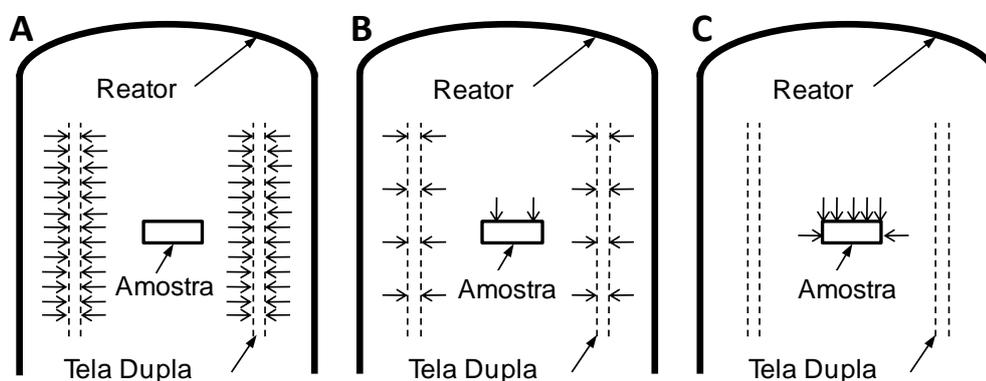


Figura 47 – Campos eletromagnéticos. (A) tensão elétrica máxima na tela dupla. (B) tensões elétricas de mesma intensidade. (C) tensão elétrica máxima na amostra.

O campo eletromagnético resultante determina o caminho dos íons formados durante o processo de plasma. Espécies iônicas positivas serão atraídas por potenciais elétricos negativos (BOGAERTS *et al.*, 2002). Desta forma os campos eletromagnéticos promovem o direcionamento de espécies  $N^+$  ou  $Fe_xN_y^+$  tanto para a tela dupla quanto para as amostras em tratamento. Para uma tensão de polarização onde não ocorra plasma nas amostras, a deposição destas espécies é facilitada nas amostras em tratamento. O campo eletromagnético que facilita a deposição de espécies nitretantes será mais intenso quanto maior a tensão de polarização, por isto tensões de polarização mais altas são mais eficazes. Entretanto, para tensões de polarização muito altas, quando ocorre o plasma nas

amostras, a bainha de plasma age como um escudo eletromagnético impedindo maiores deposições destes íons, diminuindo a camada nitretada (GUO; DU, 2019).

### 3.7 CONTROLE E MEDIÇÃO DOS PARÂMETROS DO PROCESSO

A Tabela 3 apresenta os parâmetros de pressão, composição gasosa, tensão na tela dupla, tensão de polarização, corrente, fator de trabalho, tempo e temperatura, as unidades utilizadas e o equipamento utilizado para sua respectiva medição ou controle, conforme o caso.

Tabela 3 Parâmetros de processo.

<b>Parâmetro</b>	<b>Descrição</b>	<b>Unidade</b>	<b>Equipamento</b>
pressão	pressão de trabalho dentro do reator de nitretação	milibar	manômetro capacitivo
composição gasosa	relação em volume dos gases presentes no reator	percentual de nitrogênio e outros gases	fluxômetro
tensão na tela	diferença de potencial entre a tela e a cúpula do reator	volt	fonte de potencia
tensão de polarização	diferença de potencial entre a amostra e a cúpula do reator	volt	fonte de potência
corrente	corrente elétrica na tela ou na amostra	ampere	fonte de potencia
fator de trabalho	relação entre tempo de pulso e de pausa de corrente elétrica na fonte pulsada	relação percentual	fonte de potencia
tempo	tempo de processo para aquecimento, nitretação e resfriamento da amostra	minutos	cronômetro
temperatura	temperatura da amostra durante o processo	graus Celsius	medidor eletrônico com termopar tipo K

## 4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL NOS TRATAMENTOS DAS AMOSTRAS

Este capítulo apresenta os procedimentos utilizados para a realização dos testes do sistema desenvolvido. Iniciando com a preparação das amostras, descrevendo os principais parâmetros dos ensaios, a tensão de polarização, as configurações das diferentes montagens dos ensaios a serem testados e os processos e métodos de obtenção dos resultados de caracterização das amostras tratadas, para avaliação dos testes.

### 4.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

O material utilizado nas amostras foi o aço ASTM M2. A Tabela 4 apresenta dados de composição analisados por espectrometria de emissão ótica obtidos utilizando o equipamento Bruker Q2 ION. Os dados apresentados são referentes às médias das composições de quatro amostras distintas na condição como recebida, também estão apresentadas as especificações para a composição química segundo a norma ABNT NBR/NM 116-1.

Tabela 4 Composição química das amostras (percentagem de massa).

		C	Si	Mn	Cr	Mo	V	W	Fe
	Amostras	1,00	0,41	0,27	3,79	4,50	1,75	6,75	81,5
ABNT	Mínimo	0,95	0,20	0,15	3,75	4,50	1,75	5,50	-
	Máximo	1,05	0,45	0,40	4,50	5,50	2,20	6,75	-

Fonte: Norma ABNT NBR/NM 116/1 (ABNT, 2005)

Foram utilizadas amostras cilíndricas cortadas de barras de mesmo lote, com diâmetro de 32 mm e 5 mm de altura, previamente temperadas em óleo a 1.150° C com triplo revenimento de 540° C 3 h cada, com dureza média de 64 HRC. A preparação das amostras foi feita conforme o padrão do Grupo de Pesquisa em Engenharia de Superfícies (GES) do Laboratório de Transformação Mecânica

(LdTM) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS)(OLIVEIRA, 2017), que segue a norma ASTM E3-II 2017.

Antes de serem posicionadas, o interior do reator e as amostras foram limpas com acetona. Em cada ensaio foram utilizadas duas amostras devidamente preparadas para a nitretação, e um termopar tipo K foi acoplado em uma amostra extra para medição de temperatura.

#### 4.2 PARÂMETROS DE ATMOSFERA, TEMPO E TEMPERATURA

Nos ensaios realizados foi utilizado um fluxômetro de massa controlado pelo módulo MKS modelo 247D para a regulação do fluxo da mistura gasosa de 76 % de nitrogênio e 24% de hidrogênio, durante todo o tempo do ensaio (abertura de plasma, aquecimento, tratamento e resfriamento). A mistura gasosa foi fornecida já preparada.

O controle de pressão foi realizado por um sistema MKS modelo 600, que controla a pressão interna do reator através de uma válvula borboleta na admissão da bomba de vácuo mecânica, retroalimentado por um sensor MKS capacitivo modelo BARATRON. A pressão de trabalho durante a nitretação em todos os ensaios foi de 3 mbar. Inicialmente o reator foi evacuado até 0,05 mbar. Após 10 minutos nesta pressão, o fluxo de gás foi aberto e a pressão estabilizada em 0,5 mbar, para início do tratamento.

Os ensaios foram realizados em quatro horas, acrescidos dos tempos de aquecimento até a temperatura de 500° C e resfriamento até temperaturas menores que 80° C.

#### 4.3 TENSÃO DE POLARIZAÇÃO

A tensão de polarização determina o tipo de ensaio. A tensão de polarização luminosa é quando a tensão de polarização gera plasma visível nas amostras, e tensão de polarização escura é quando a tensão é o maior valor antes de desenvolver o plasma visível nas amostras.

Para a aplicação da tensão de polarização podem ser utilizadas fontes retificadas ou pulsadas. As fontes pulsadas promovem um campo eletromagnético mais favorável para a deposição de íons nitretantes na superfície das peças em tratamento (HRBUD; ROSE; MEQMAN, 1997). Em todas as montagens deste trabalho foram utilizadas fontes pulsadas para a aplicação da tensão de polarização.

#### 4.4 MONTAGENS DOS ENSAIOS

A Tabela 5 apresenta os tratamentos e suas respectivas nomenclaturas. Foram realizados ensaios em 4 horas em diferentes configurações: DCPN, ASPN, ASBBPN e ASDBPN.

Tabela 5 Montagem dos ensaios

Configuração	Nomenclatura
Direta convencional pulsada	DCPN
Tela ativa sem tensão de polarização	ASPN
Tela ativa com tensão de polarização luminosa	ASBBPN
Tela ativa com tensão de polarização escura	ASDBPN

##### 4.4.1 Montagem DCPN

No processo de nitretação convencional direta DCPN foi utilizado uma fonte pulsada de 11 kHz. O esquema de montagem deste processo é mostrado na Figura 48. As amostras são montadas sobre a mesa principal que é polarizada através do eletrodo central. O plasma é gerado nas amostras e a mesa principal durante todo o processo de aquecimento e nitretação.

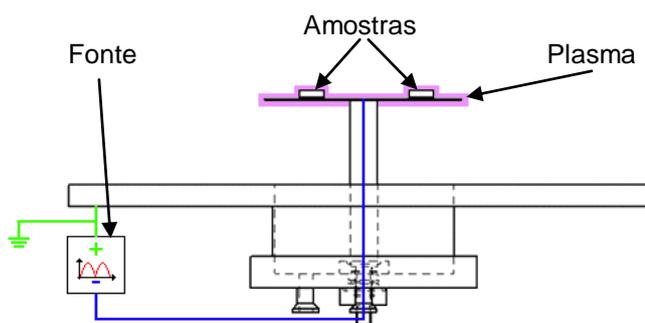


Figura 48 - Representação esquemática do processo DCPN.

A Figura 49 apresenta o gráfico dos parâmetros dos ensaios da nitretação DCPN. Inicialmente é realizado o vácuo de base de 5 Pa. Logo após o fluxo de gás é iniciado. O plasma é aberto com 200 Pa, com uma tensão próxima de 600 V. Logo após estabilizar o plasma ocorre o aumento de pressão para 300 Pa. Em 48 minutos a temperatura das amostras atinge 500 °C. O processo de tratamento dura 4 h. Após este período a fonte é desligada extinguindo o plasma. As amostras são resfriadas a uma temperatura de 88 °C com fluxo de gás de 300 Pa. Após 6h e 20 min. o fluxo de gás é interrompido e processo é encerrado.

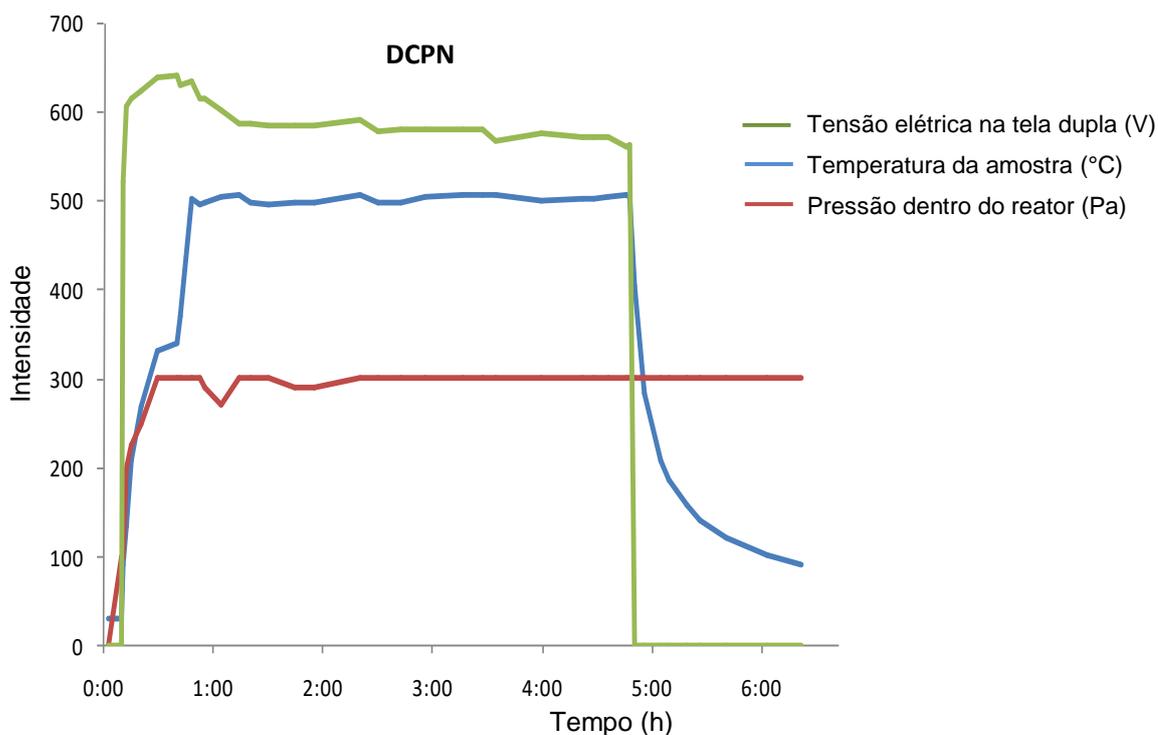


Figura 49 – Gráfico das variáveis dos ensaios de nitretação direta DCPN.

#### 4.4.2 Montagem ASPN

No processo de nitretação com tela ativa ASPN foi utilizado uma fonte retificada de 120 Hz. O esquema de montagem deste processo é mostrado Figura 50. As amostras são colocadas sobre a mesa auxiliar que é montada sobre o tubo isolante. A tela dupla é montada sobre a mesa principal que é polarizada através do eletrodo central.

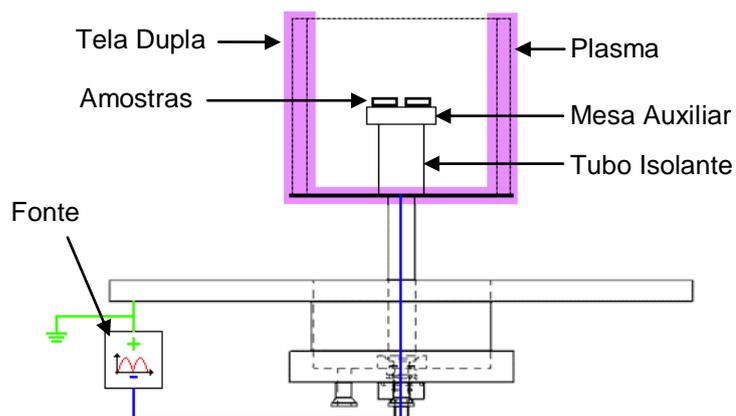


Figura 50 - Representação esquemática do processo ASPN.

A Figura 51 apresenta o gráfico dos parâmetros dos ensaios da nitretação ASPN. Inicialmente é realizado o vácuo de base de 5 Pa. Logo após o fluxo de gás é iniciado. O plasma na tela dupla é aberto com 50 Pa, com uma tensão próxima de 300 V. Logo após estabilizar o plasma a pressão é aumentada para 300 Pa e a tensão para 500 V. Após 104 minutos de plasma na tela a temperatura das amostras atinge 500 °C. O processo de tratamento dura 4 h. Após este período a fonte é desligada extinguindo o plasma. As amostras são resfriadas a uma temperatura de 88 °C sem fluxo de gás, a uma pressão de 10 Pa, mantendo-se a bomba de vácuo ligada. Após 6h e 8 min. a bomba de vácuo é desligada e processo é encerrado.

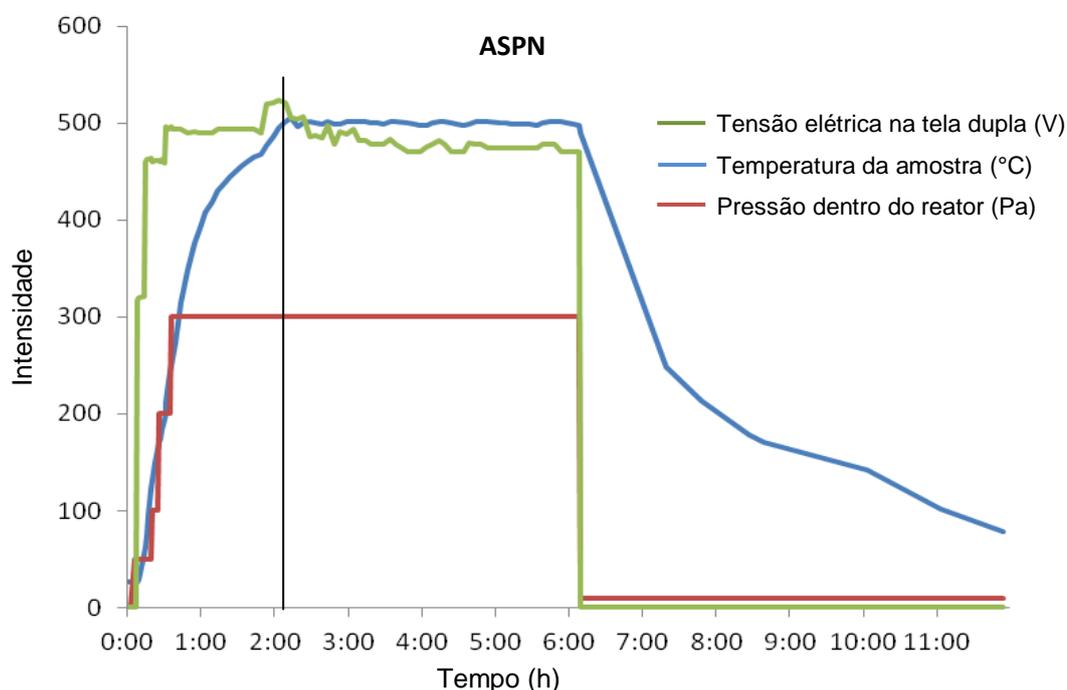


Figura 51 - Gráfico das variáveis dos ensaios de nitretação com tela ativa ASPN.

#### 4.4.3 Montagem ASBBPN

No processo de nitretação com tela ativa ASBBPN foi utilizado uma fonte principal retificada de 120 Hz e uma fonte auxiliar pulsada em 11 kHz. O esquema de montagem deste processo é mostrado na Figura 52. As amostras são colocadas sobre a mesa auxiliar que é montada sobre o tubo isolante e polarizadas pela fonte auxiliar. A tela dupla é montada sobre a mesa principal que é polarizada através do eletrodo central.

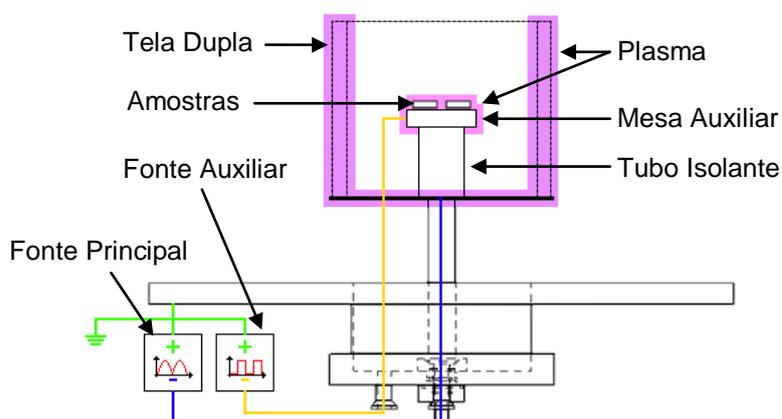


Figura 52 - Representação esquemática do processo ASBBPN.

A Figura 53 apresenta o gráfico dos parâmetros dos ensaios da nitretação ASBBPN. Inicialmente é realizado o vácuo de base de 5 Pa. Logo após o fluxo de gás é iniciado. O plasma na tela dupla é gerado com 100 Pa, com uma tensão próxima de 450 V. Após 25 minutos é gerado o plasma nas amostras. Logo após estabilizar o plasma a pressão é aumentada para 300 Pa, a tensão na tela dupla é aumentada para 500 V e a tensão nas peças é aumentada para 500 V. Após 71 minutos de plasma na tela a temperatura das amostras atinge 500 °C. O processo de tratamento dura 4 h. Após este período as fontes são desligadas extinguindo o plasma na tela dupla e nas amostras. As amostras são resfriadas até uma temperatura de 88 °C com fluxo de gás decrescente até uma pressão de 50 Pa, mantendo-se a bomba de vácuo ligada. Após 11h a bomba de vácuo é desligada e processo é encerrado.

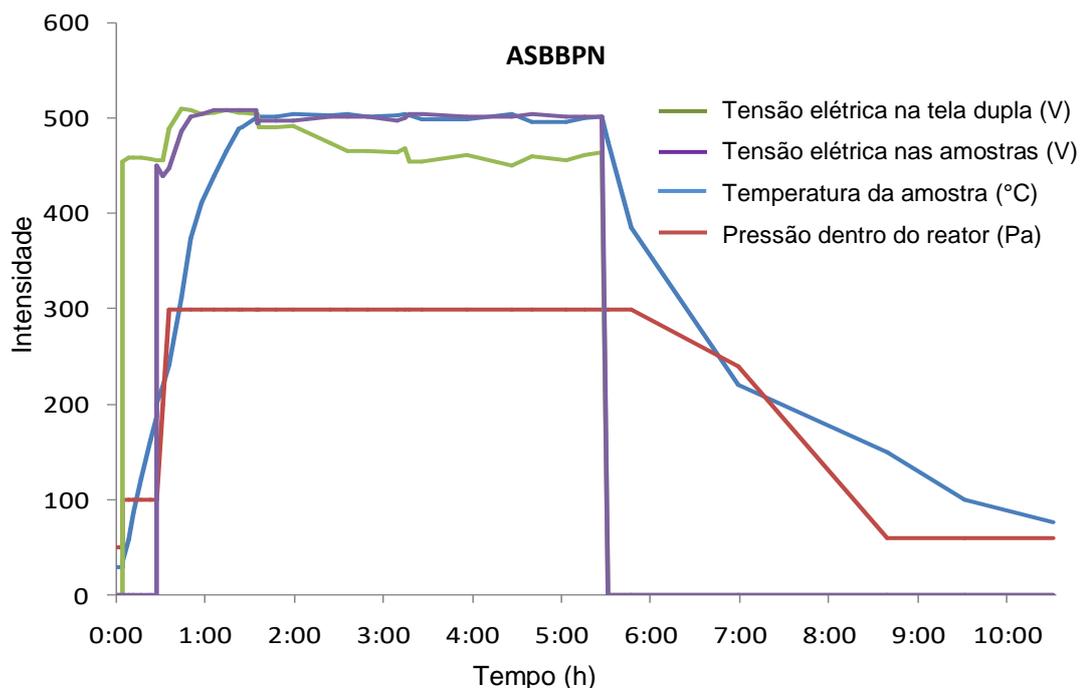


Figura 53 - Gráfico das variáveis dos ensaios de nitretação com tela ativa com tensão de polarização e plasma nas amostras ASBBPN.

#### 4.4.4 Montagem ASDBPN

No processo de nitretação com tela ativa ASDBPN foi utilizado uma fonte principal retificada de 120 Hz e uma fonte auxiliar pulsada em 11 kHz. O esquema de montagem deste processo é mostrado na Figura 54. As amostras são colocadas sobre a mesa auxiliar que é montada sobre o tubo isolante e polarizadas pela fonte auxiliar. A tela dupla é montada sobre a mesa principal que é polarizada através do eletrodo central.

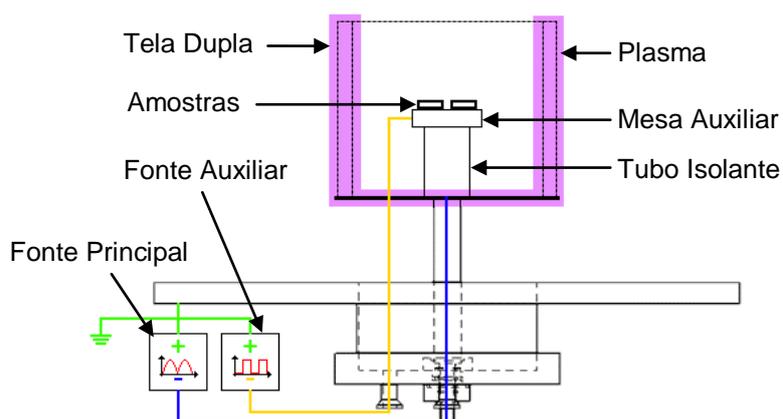


Figura 54 – Representação esquemática do processo ASDBPN.

A Figura 55 apresenta o gráfico dos parâmetros dos ensaios da nitretação ASDBPN. Inicialmente é realizado o vácuo de base de 5 Pa. Logo após o fluxo de gás é iniciado. O plasma na tela dupla é gerado com 50 Pa, com uma tensão próxima de 330 V. Logo após estabilizar o plasma a pressão é aumentada para 300 Pa e a tensão na tela dupla é aumentada para 500 V. Após 80 minutos a fonte auxiliar que gera a tensão de polarização nas peças é ligada e regulada em uma tensão de 360 V. Após 24 minutos a temperatura das amostras atinge 500 °C. O processo de tratamento dura 4 h. Após este período as fontes são desligadas extinguindo o plasma na tela dupla e eliminando a tensão de polarização das amostras. As amostras são resfriadas até uma temperatura de 88 °C com fluxo de gás decrescente até uma pressão de 50 Pa, mantendo-se a bomba de vácuo ligada. Após 10h a bomba de vácuo é desligada e processo é encerrado.

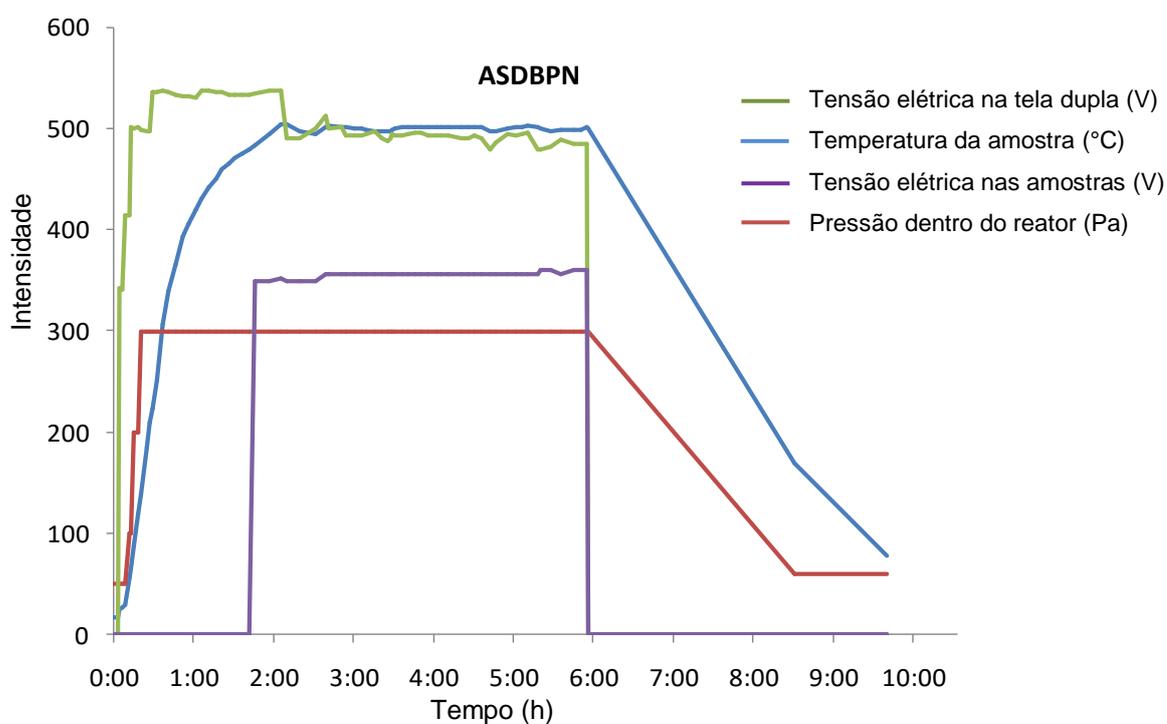


Figura 55 - Gráfico das variáveis dos ensaios de nitretação com tela ativa com tensão de polarização sem plasma nas amostras ASDBPN

#### 4.5 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS TRATADAS

Após o tratamento as amostras foram recortadas em disco diamantado. As partes menores foram embutidas em resina de alta resistência mecânica, para a obtenção da microscopia ótica da seção transversal, microscopia eletrônica de varredura e do perfil de microdurezas.

As partes não embutidas foram utilizadas para medição da dureza superficial, análise da concentração de nitrogênio por GDOES e difração de raio - X. A Figura 56 apresenta uma imagem de amostras embutidas (acima) e amostras recortadas não embutidas (abaixo), após tratamento de nitretação a plasma.

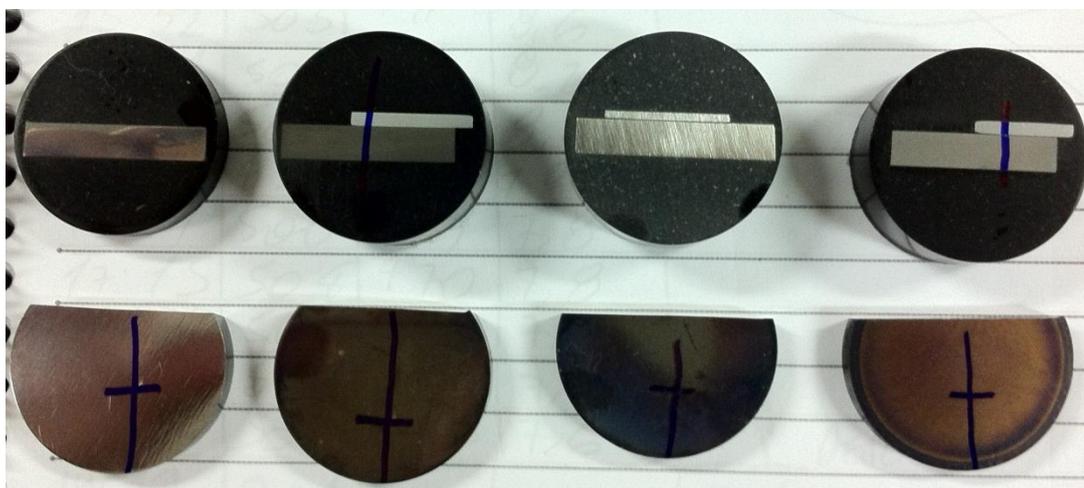


Figura 56 – Preparação das amostras após tratamento.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES DOS TRATAMENTOS REALIZADOS

Neste capítulo apresentamos a caracterização das amostras nitretadas nas quatro diferentes configurações desenvolvidas: DCPN, ASPN, ASBBPN e ASDBPN. Foram realizados Microscopias Óticas, GDOES, Perfis de Microdurezas e Difrações de Raio – X. Estes ensaios tem o objetivo de verificar a eficiência das diferentes configurações desenvolvidos, nas condições de processo de 4 horas a 500° C, 3 mbar de pressão de 76% N<sub>2</sub> + 24 % H<sub>2</sub>.

A Tabela 6 apresenta os processos, os métodos e os equipamentos utilizados para a avaliação das camadas obtidas nas quatro diferentes montagens ensaiadas.

Tabela 6 Processos, métodos e equipamentos de avaliação das camadas nitretadas.

<b>Processo</b>	<b>Método</b>	<b>Equipamento</b>
Microscopia ótica	Microscópio ótico aumento de 500x	OLYMPUS GX-51
Microscopia eletrônica de varredura	Imagens por MEV	TESCAN Veja 3
Perfil de composição química	Perfil de GDOES	LEKO GDS 750A
Dureza superficial	Microdurômetro Vickers carga variável	INSIZE ISH-TDV 1000
Perfil de microdureza	Microdurômetro Vickers carga de 100g	INSIZE ISH-TDV 1000
Fases formadas na camada superficial	Difratograma Rx radiação Cu k(α)	Philips X'Pert MDP

### 5.1 MICROSCOPIA ÓTICA

Para obtenção das microscopias óticas de seção transversal, as amostras nitretadas foram cortadas, polidas e reveladas com Nital, dissolvido a 3% com tempo de 10 segundos. Para os tratamentos DCPN e ASDBPN a camada de compostos (camada branca, localizada na área mais superficial das amostras) (MOHAMMADZADEH; AKBARI; DROUET, 2014) é observada. Abaixo da camada de compostos está a camada de difusão (mais escura). Os tratamentos ASPN e ASBBPN só apresentaram camadas de difusão.

O tratamento DCPN desenvolveu a camada nitretada total mais profunda. A camada de compostos e a camada de difusão podem ser observadas na Figura 57. Resultados semelhantes foram encontrados em outros trabalhos com este mesmo material (OLIVEIRA *et al.*, 2017)(HACISALIHOGU; YILDIZ; ALSARAN, 2017).

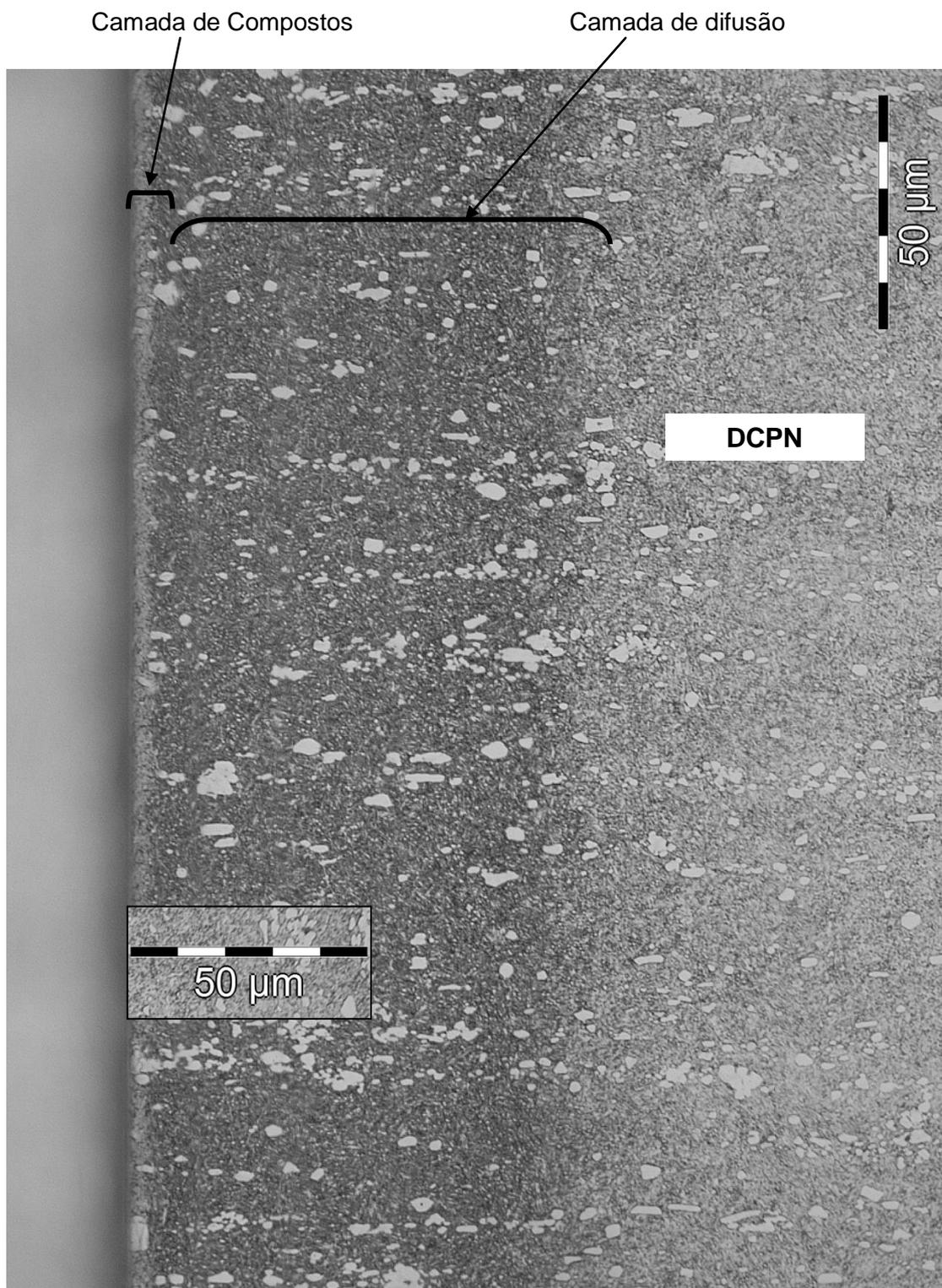


Figura 57 - Microscopia ótica de corte transversal da amostra nitretada - processo DCPN.

O tratamento ASDBPN desenvolveu uma camada de compostos e camada de difusão um pouco menos profundas que DCPN, mas com valores bem maiores do que os processos ASPN e ASBBPN, conforme a Figura 58.

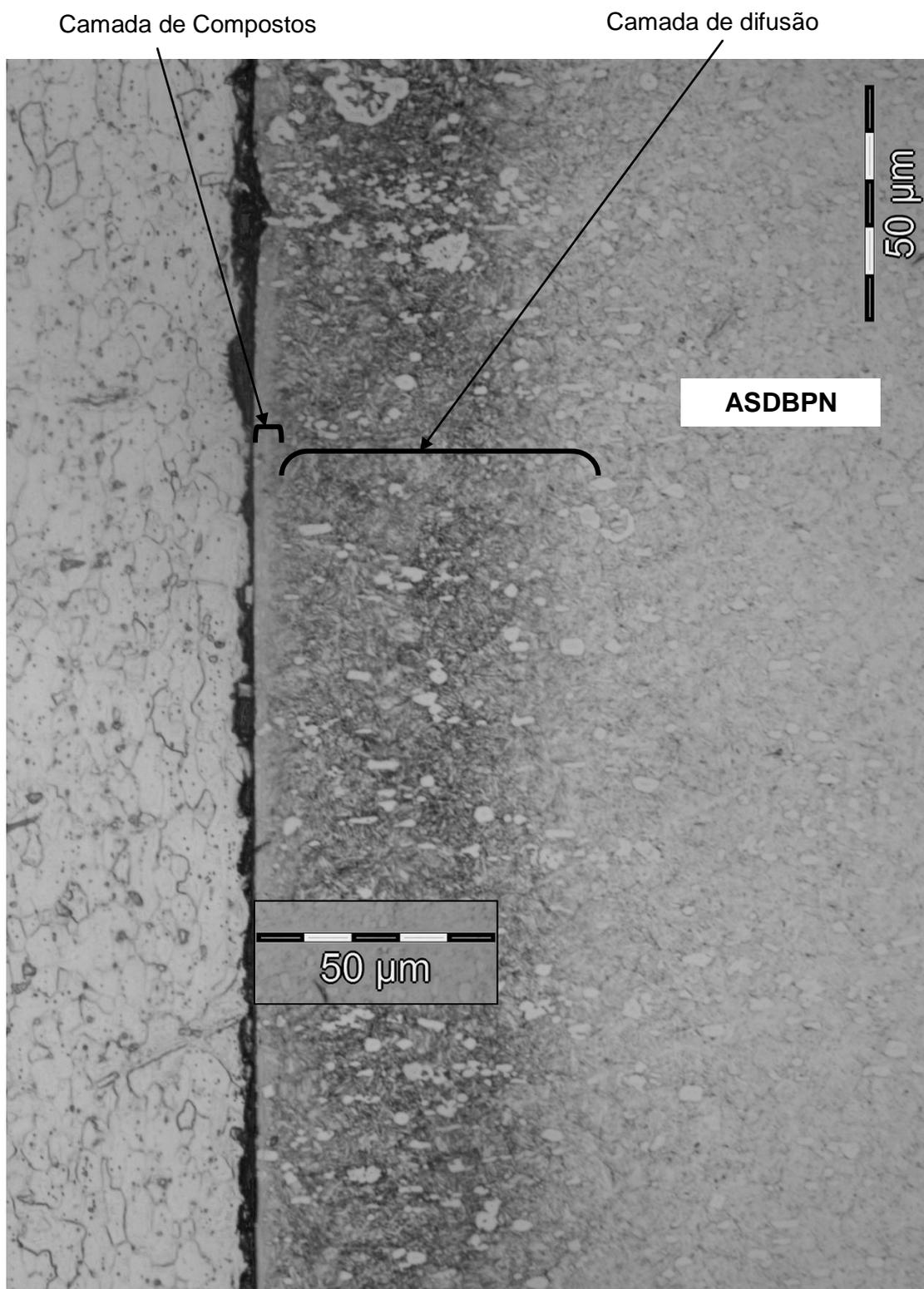


Figura 58 - Microscopia ótica de corte transversal da amostra nitretada - processo ASDBPN.

O tratamento ASPN desenvolveu uma profundidade de camada nitretada muito menor do que os tratamentos DCPN e ASDBPN, conforme a Figura 59, não apresentando a camada de compostos.

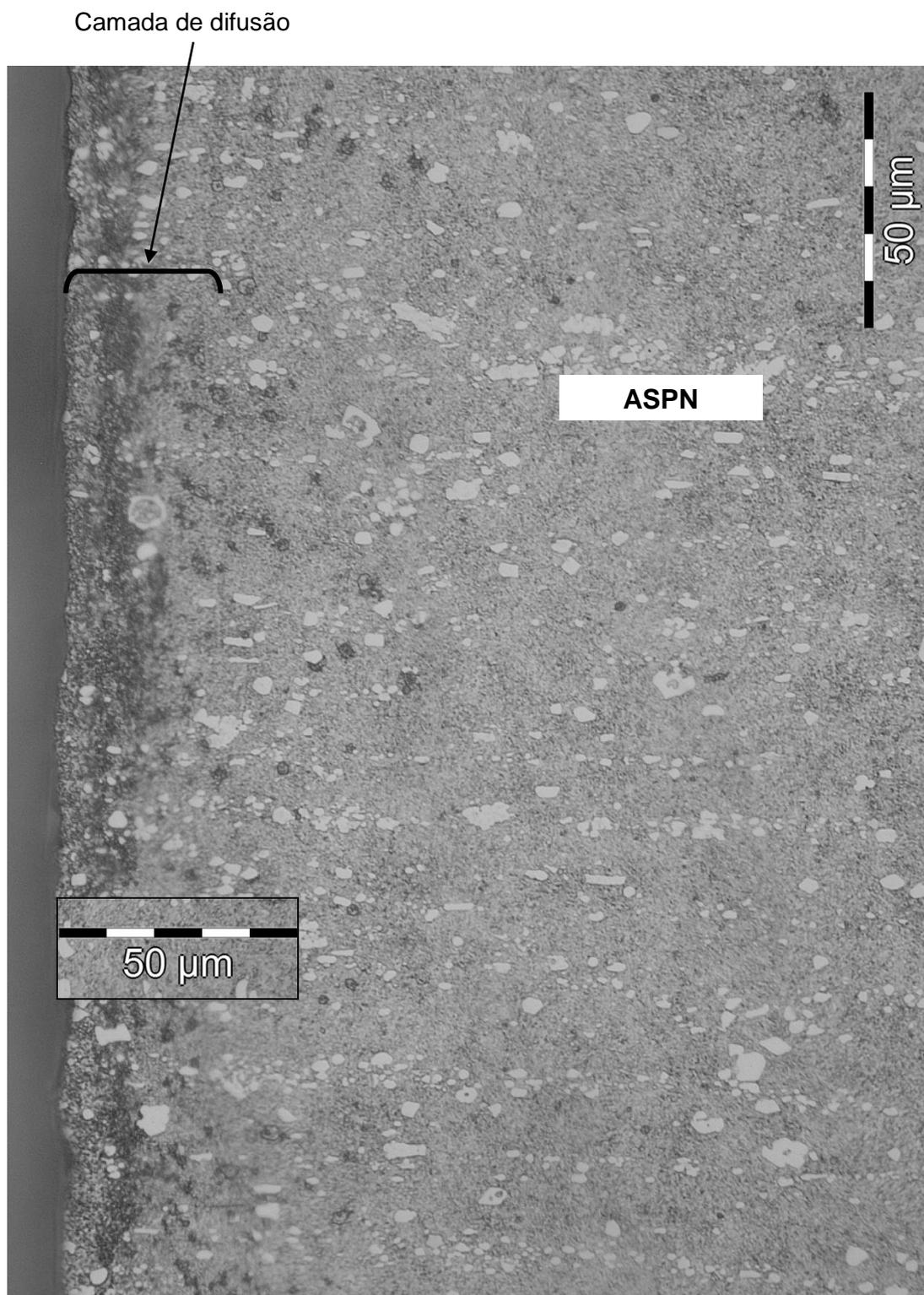


Figura 59 - Microscopia ótica de corte transversal da amostra nitretada - processo ASPN.

O tratamento ASBBPN desenvolveu a menor profundidade de camada nitretada, consistindo apenas em camada de difusão, conforme ilustrado na Figura 60.

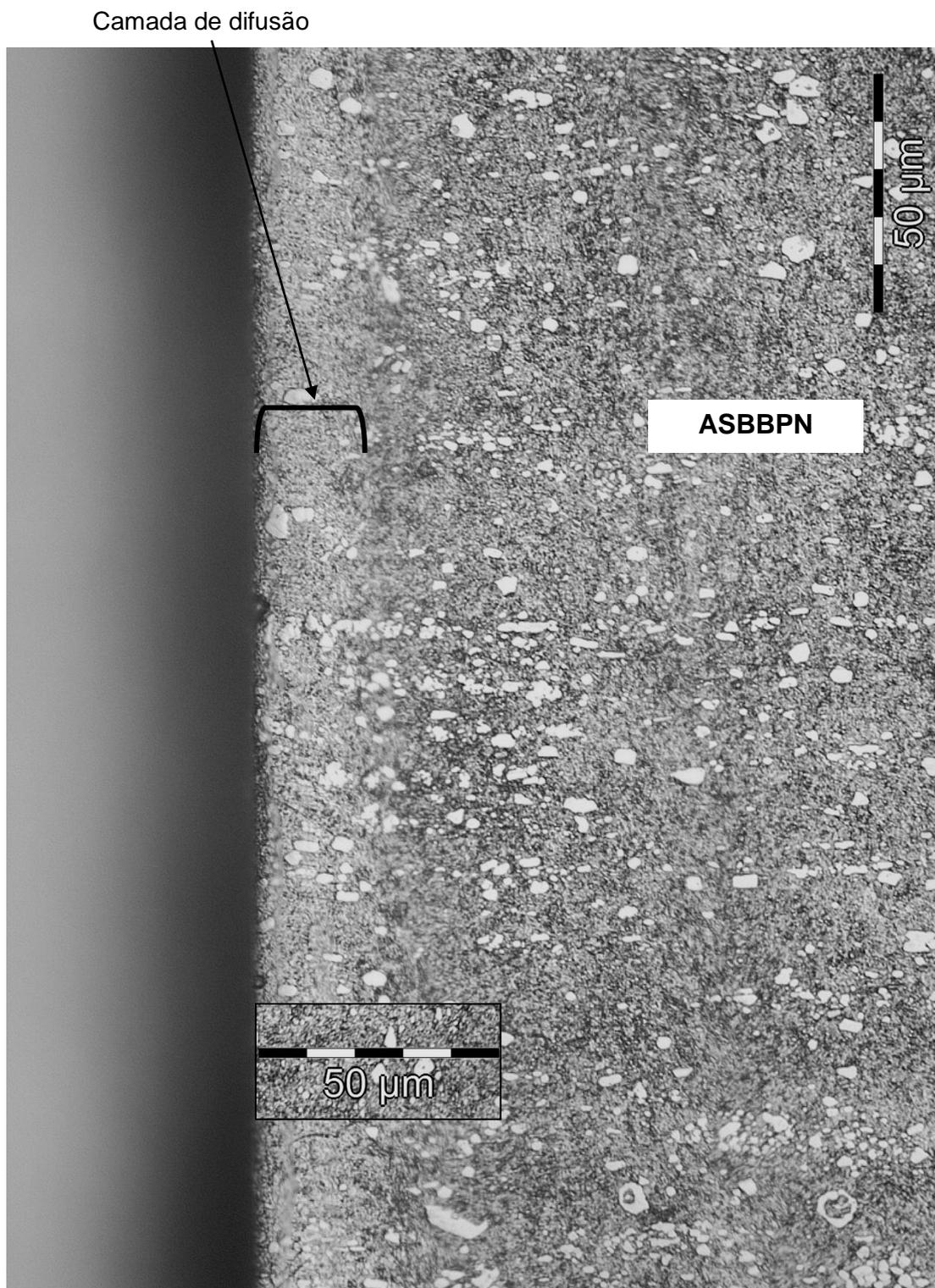


Figura 60 - Microscopia ótica de corte transversal da amostra nitretada - processo ASBBPN.

## 5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Na microscopia eletrônica de varredura da amostra tratada pelo processo DCPN, apresentada na Figura 61, é possível observar a matriz martensítica com coloração mais escura e carbonetos primários com aspecto esferoidal e mais claros (AKBARI *et al.*, 2010). Na região mais afastada da superfície também é possível observar precipitações nos contornos dos grãos, preferencialmente paralelos a superfície (ROCHA, A. da S., 2000).

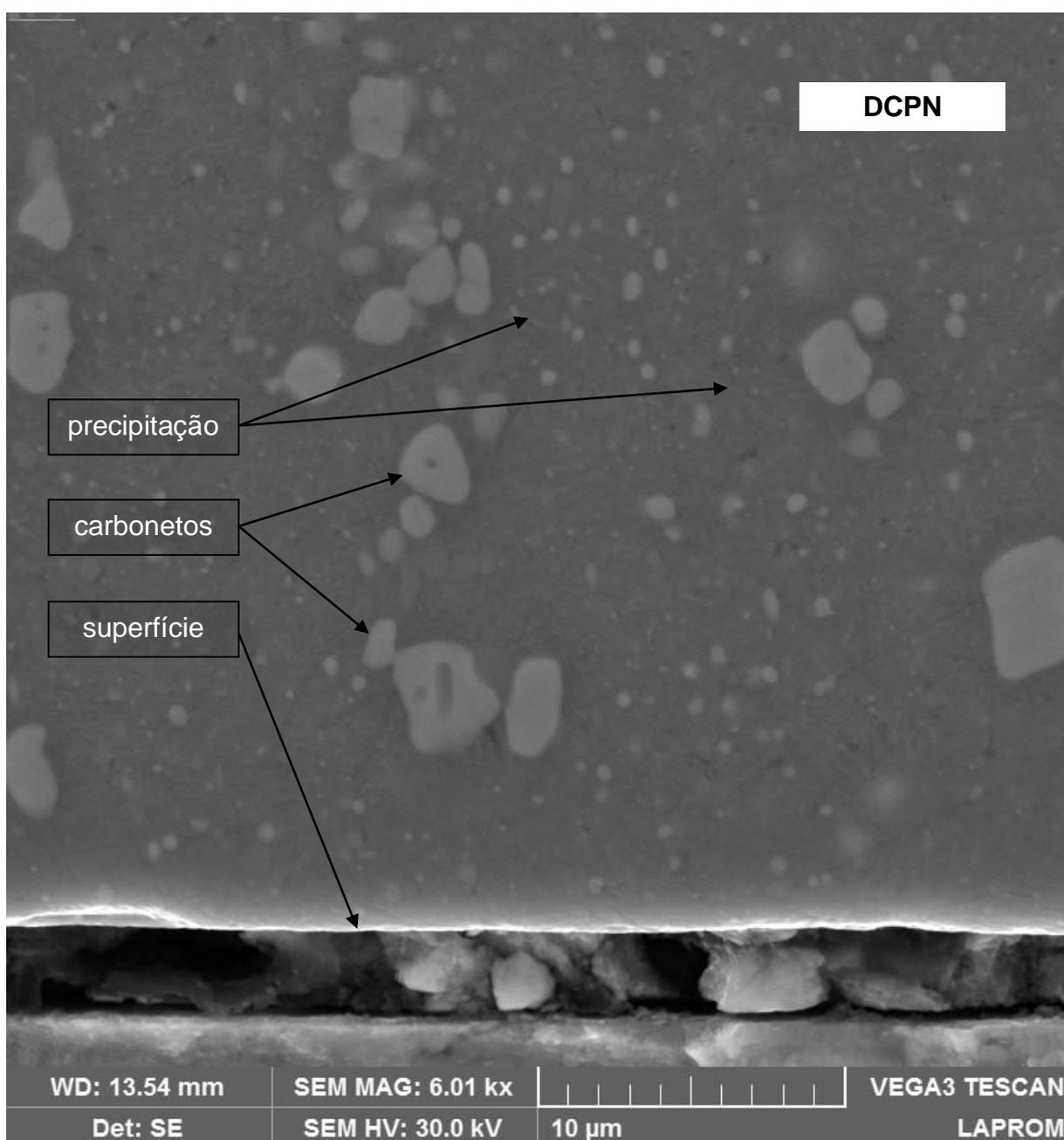


Figura 61 – Aspecto micrográfico da amostra nitretada – processo DCPN.

A Figura 62 apresenta a microscopia da amostra tratada pelo processo ASDBPN, onde é possível observar os carbonetos primários na matriz martensítica. É possível observar precipitações em contorno de grãos, em menor quantidade que no processo DCPN. Nesta imagem e na anterior é possível observar que a estrutura na região próxima da superfície é diferente da estrutura onde aparecem as precipitações. Na camada de compostos não ocorrem às precipitações.

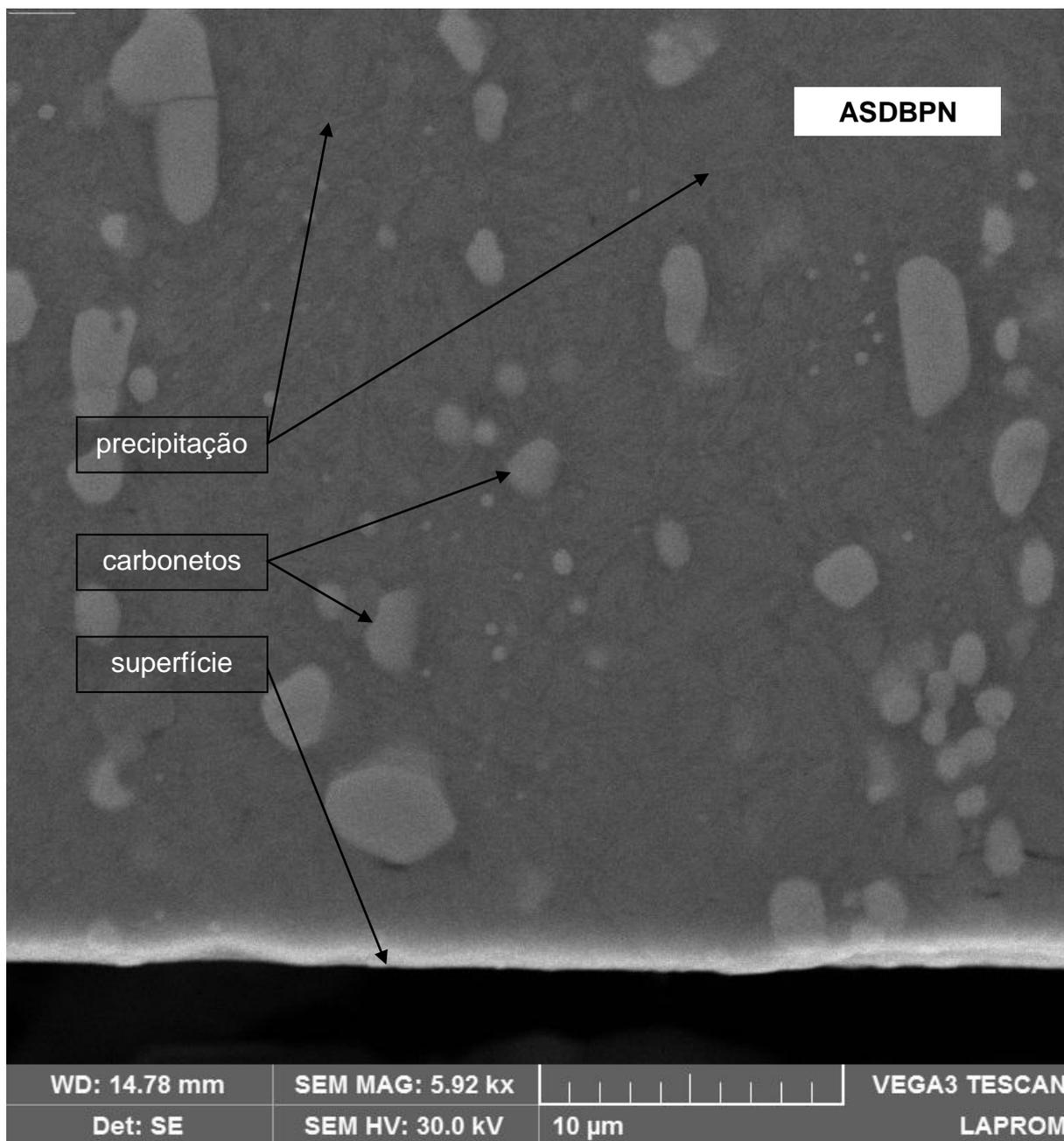


Figura 62 - Aspecto micrográfico da amostra nitretada - processo ASDBPN.

A Figura 63 apresenta a microscopia da amostra tratada pelo processo ASPN, onde é possível observar os carbonetos primários na matriz martensítica. Neste processo não se observam as precipitações em contorno de grãos e a estrutura aparece semelhante em toda a imagem.

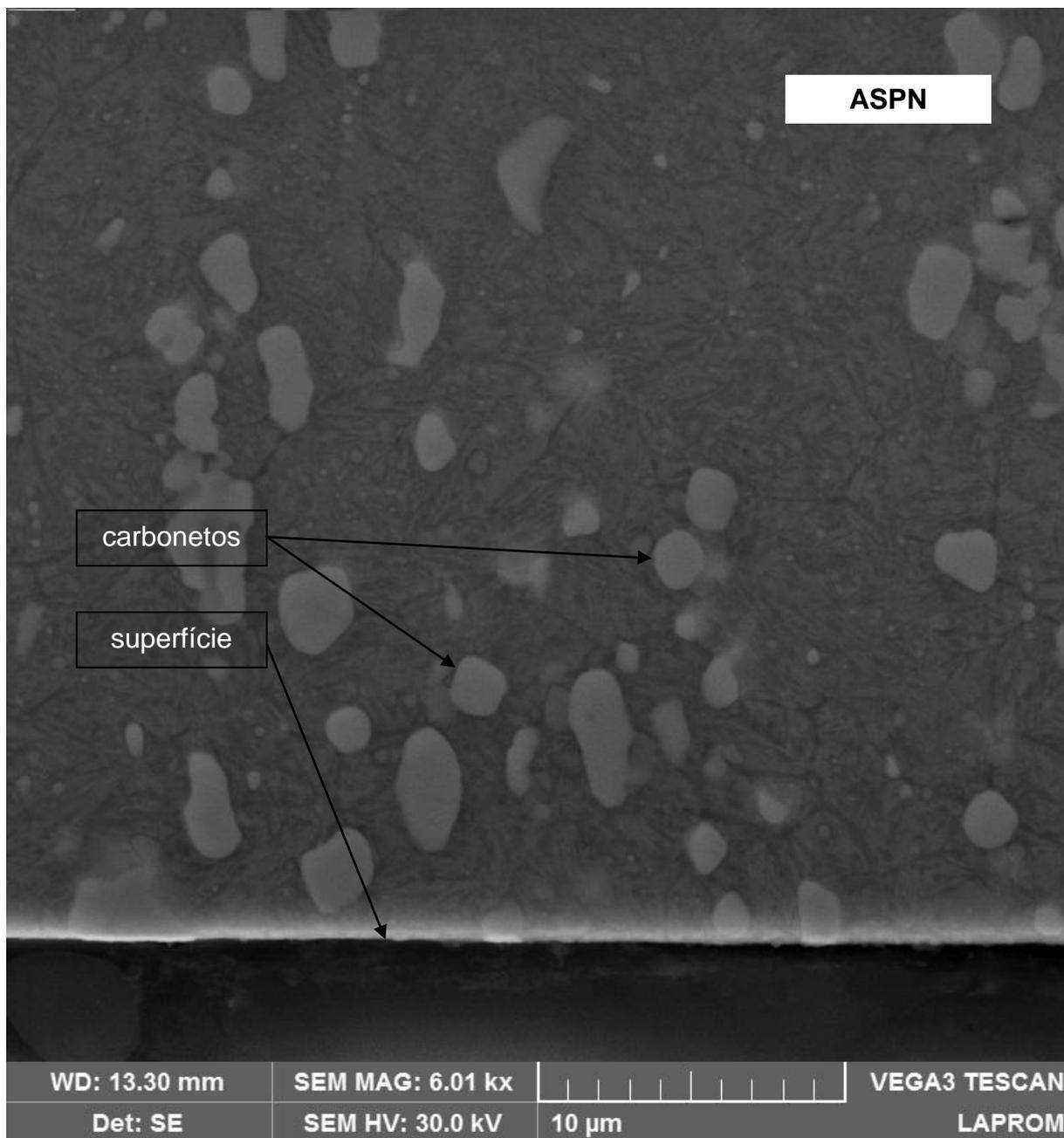


Figura 63 – Aspecto micrográfico da amostra nitretada - processo ASPN.

A Figura 64 apresenta a microscopia da amostra tratada pelo processo ASBBPN, onde é possível observar os carbonetos primários na matriz martensítica. Neste processo também não se observam precipitações em contorno de grão, e a estrutura permanece com mesmo aspecto em toda a imagem.

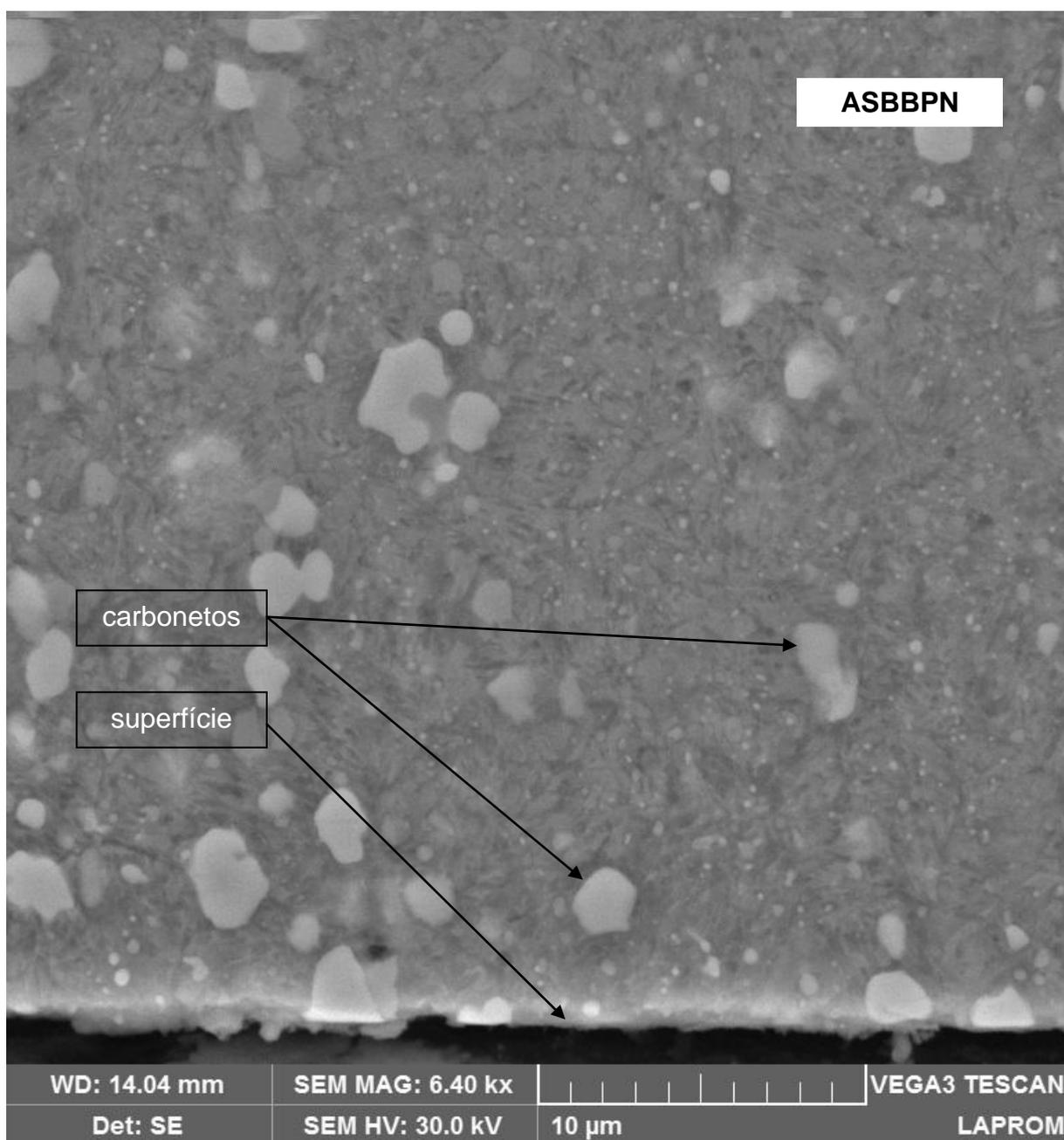


Figura 64 – Aspecto micrográfico da amostra nitretada - processo ASBBPN.

### 5.3 PERFIL DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA

O perfil de concentração de nitrogênio obtido pela análise GDOES das amostras é apresentado na Figura 65, para profundidades até 100  $\mu\text{m}$  e na Figura 66 é destacado o perfil inicial dos primeiros 4  $\mu\text{m}$ .

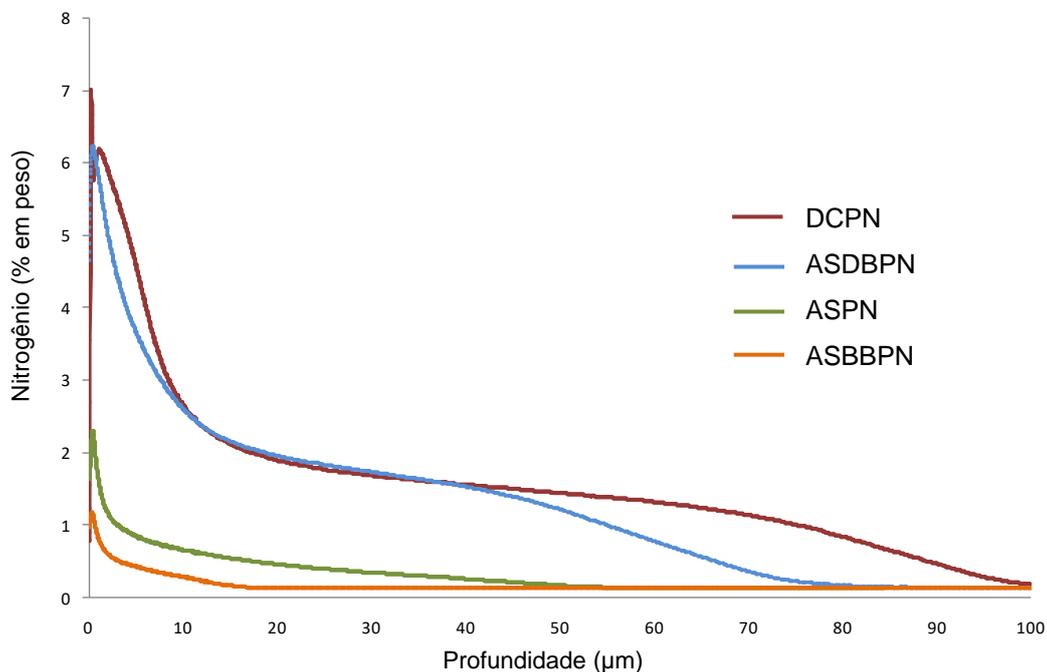


Figura 65 – Perfil de concentração de nitrogênio até 100  $\mu\text{m}$ .

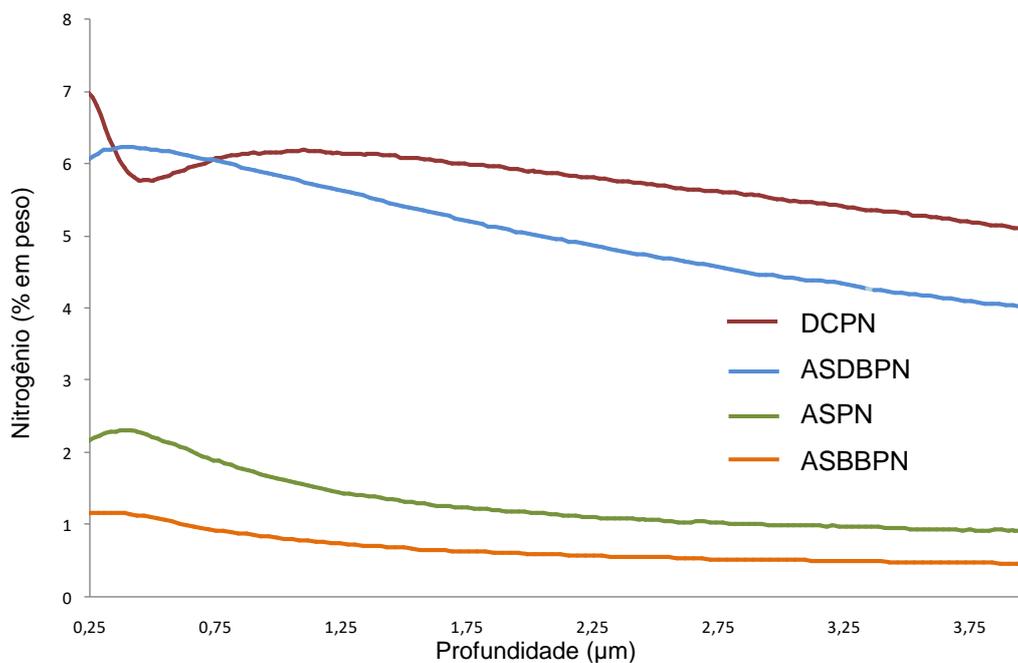


Figura 66 – Perfil de concentração de nitrogênio até 4  $\mu\text{m}$ .

Esses gráficos demonstram que os tratamentos DCPN e ASDBPN tiveram concentrações de nitrogênio próximas a superfície da peça tratada maiores que 6%.

O tratamento DCPN apresenta uma profundidade maior na concentração de nitrogênio acima de 3% em relação ao processo ASDBPN, bem como uma camada mais profunda de difusão, chegando próxima a 100  $\mu\text{m}$ , enquanto que no processo ASDBPN a camada de difusão não ultrapassa uma profundidade de 80  $\mu\text{m}$ .

A resposta do tratamento ASPN, em termos de difusão de nitrogênio, foi pequena. Observa-se que a concentração de nitrogênio foi menor que 1% já nos primeiros 5  $\mu\text{m}$ , sendo detectado nitrogênio em quantidades muito pequenas até uma profundidade próxima a 50  $\mu\text{m}$ .

O tratamento ASBBPN demonstrou pouca efetividade no processo de nitretação. Apesar dos parâmetros de processo serem os mesmos que DCPN, ASDBPN e ASPN, a camada de difusão de nitrogênio não chega a 20  $\mu\text{m}$ , com concentrações muito baixas, menores que 0,5 % para profundidades acima de 5  $\mu\text{m}$ .

Os gráficos apresentados na Figura 67 e na Figura 68 apresentam o perfil de carbono para profundidades de 100  $\mu\text{m}$  e 4  $\mu\text{m}$ , respectivamente.

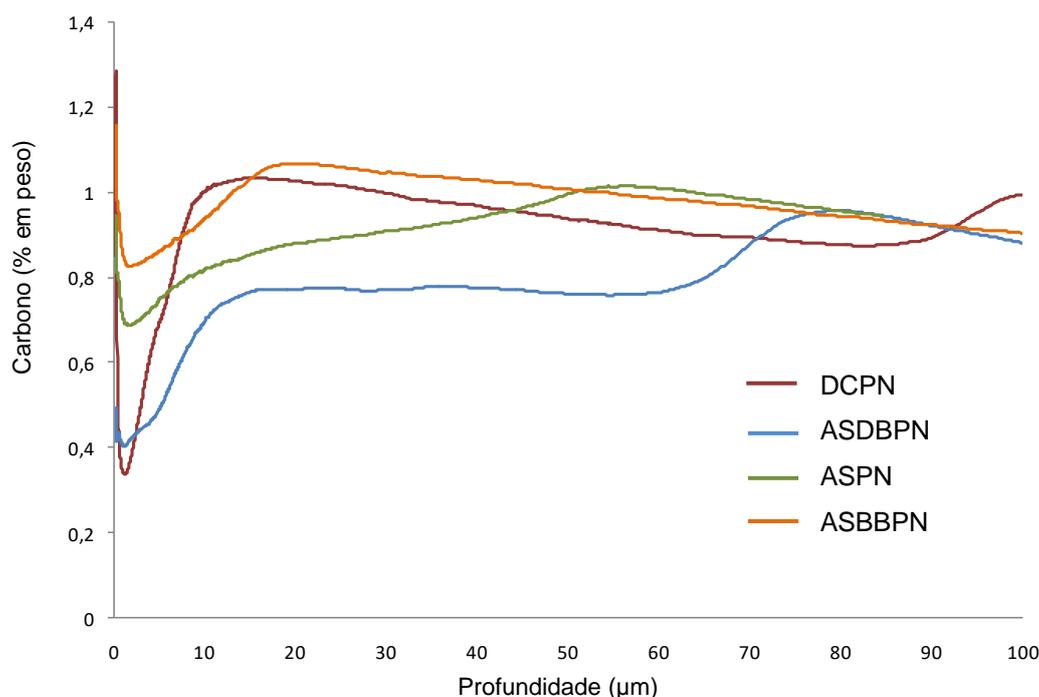


Figura 67 – Perfil de concentração de carbono até 100  $\mu\text{m}$ .

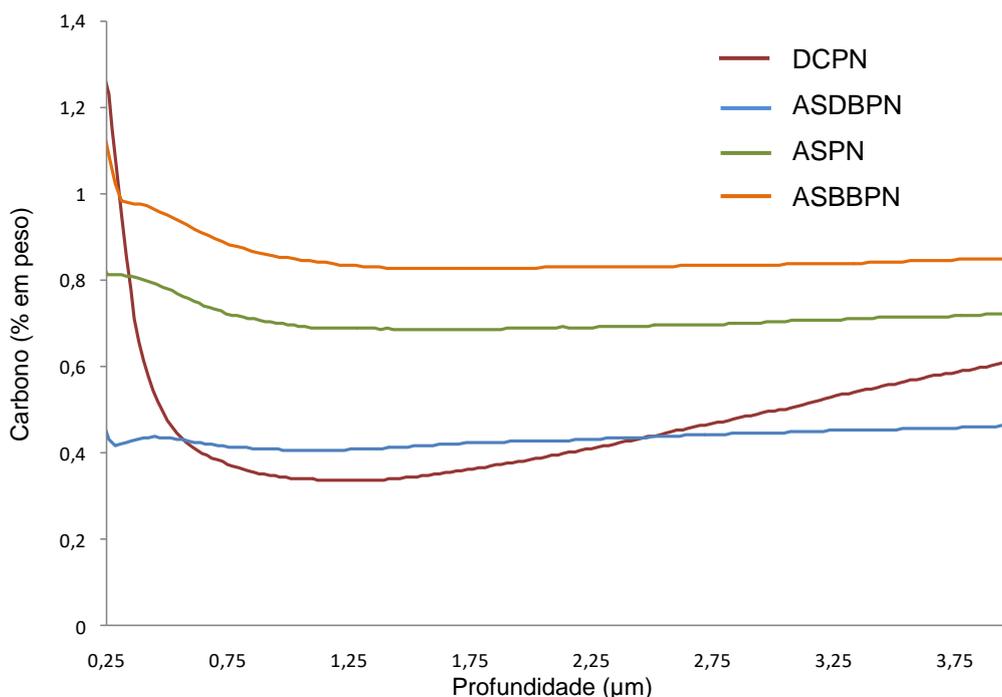


Figura 68 – Perfil de concentração de carbono até 4 μm.

Em ambos os gráficos é possível observar uma descarbonetação inicial, próxima a superfície, mais acentuada para os processos DCPN e ASDBPN. Seguindo-se a este nível mínimo de carbono, tem-se um acréscimo da concentração de carbono, para novamente apresentar um redução. Esta segunda redução ocorre até o final da camada de difusão. Quando a concentração de nitrogênio é muito pequena, a concentração de carbono sobe, atingindo valores esperados para este aço.

Observa-se que o processo DCPN tem o segundo pico de concentração de carbono a aproximadamente 100 μm, enquanto que no processo ASDBPN o segundo pico na concentração de carbono está a uma profundidade de aproximadamente 80 μm, coerente com o decréscimo da concentração de nitrogênio para ambos os processos.

Os processos ASPN e ASBBPN só apresentam um pico de concentração de carbono. No processo ASPN próximo a 50 μm e no processo ASBBPN próximo a 20 μm.

## 5.4 DUREZA SUPERFICIAL

A dureza superficial das amostras tratadas foi estimada variando-se a carga aplicada no micro durômetro em pontos diferentes da superfície da amostra utilizando-se um micro durômetro Vickers. Extrapolando-se as curvas da Figura 69 para uma carga imaginária cada vez menor, obtém-se uma estimativa da dureza superficial sem influência do substrato (SKONIESKI *et al.*, 2008).

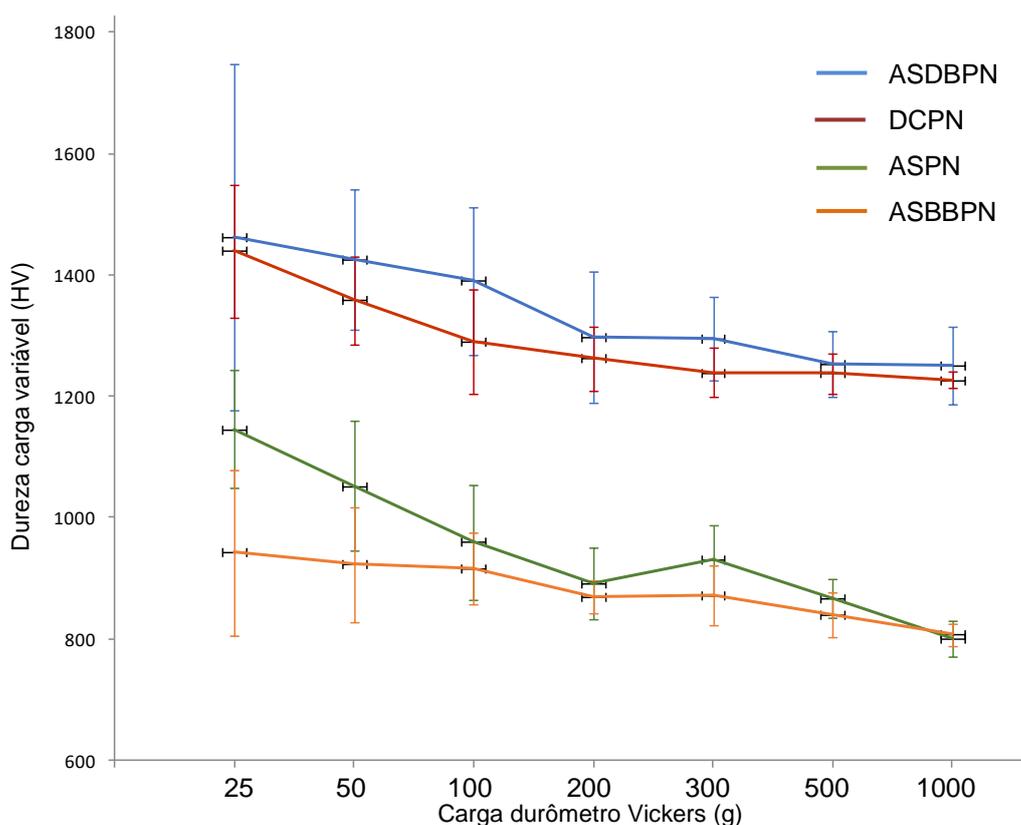


Figura 69 – Dureza superficial com carga variável (HV)

Observa-se que as amostras tratadas pelos processos ASDBPN e DCPN apresentaram durezas superficiais muito semelhantes, estimadas entre 1400 e 1600 Vickers, se considerarmos as médias e os desvios padrão das medidas apresentadas no gráfico.

O processo ASPN indica uma dureza superficial próxima a 1200 Vickers e o processo ASBBPN uma dureza superficial menor que 1000 Vickers.

## 5.5 PERFIL DE MICRODUREZA

O perfil de microdureza foi medido com um microdurômetro, escala Vickers com carga de 100 g, alterando a distância da superfície da amostra. Devido a limitações deste método, não foi possível obter medidas de dureza para profundidades menores que 20  $\mu\text{m}$ .

Os gráficos do perfil de microdureza das amostras nitretadas são mostrados na Figura 70. Os tratamentos de nitretação para as amostras DCPN e ASDBPN desenvolveram camadas com maior dureza e profundidade, ambas mantendo a dureza acima de 1200 HV0,1 até 50  $\mu\text{m}$  de profundidade.

A amostra DCPN apresentou dureza próxima a 1000 HV0,1 em profundidades superiores a 110  $\mu\text{m}$  e a amostra ASDBPN apresentou dureza acima de 800 HV0,1 até 110  $\mu\text{m}$ .

Observa-se que as amostras ASPN e ASBBPN não desenvolveram aumento de dureza maiores que 850 Vickers.

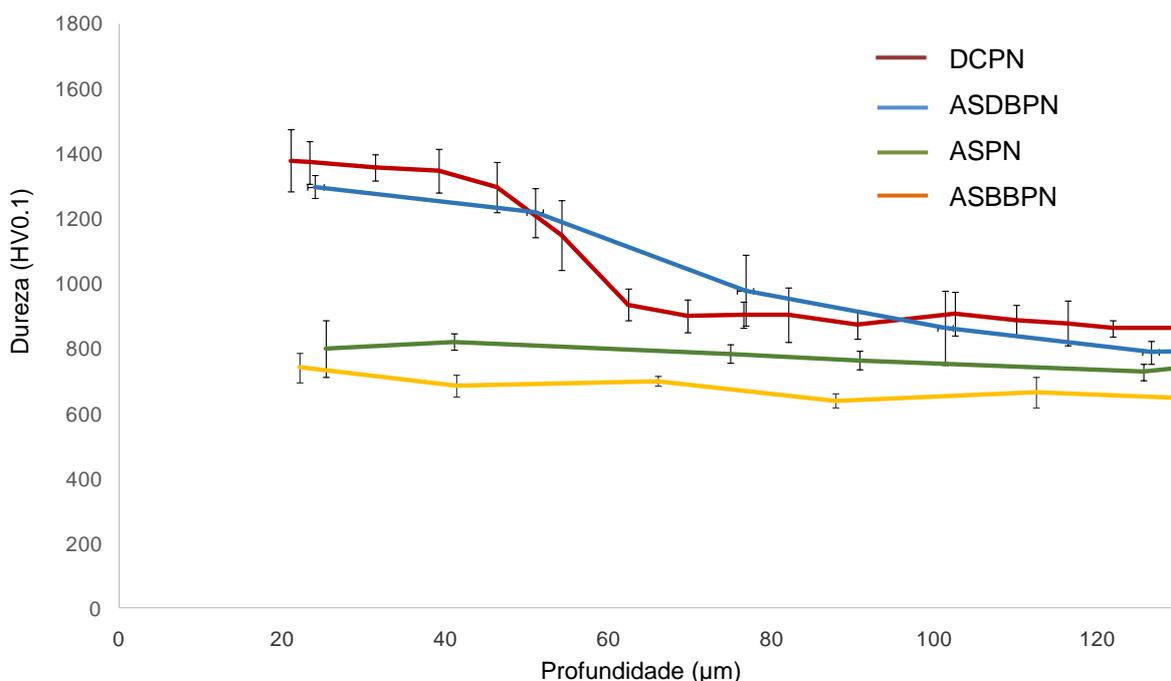


Figura 70 – Perfil de microdureza.

## 5.6 DIFRAÇÃO DE RAIO X

A difração de raio X foi feita utilizando um difratômetro com radiação  $\text{Cu K}\alpha$ . As condições para análise dos dados foram: ângulo de  $2\theta$ ; de  $5^\circ$  até  $75^\circ$ ;  $0,05^\circ$  por segundo; fendas de meio grau; janela de 20 mm.

A Figura 71 mostra os padrões de difração de Raio - X para as amostras nitretadas pelos processos DCPN e ASDBPN, e M2 não nitretado.

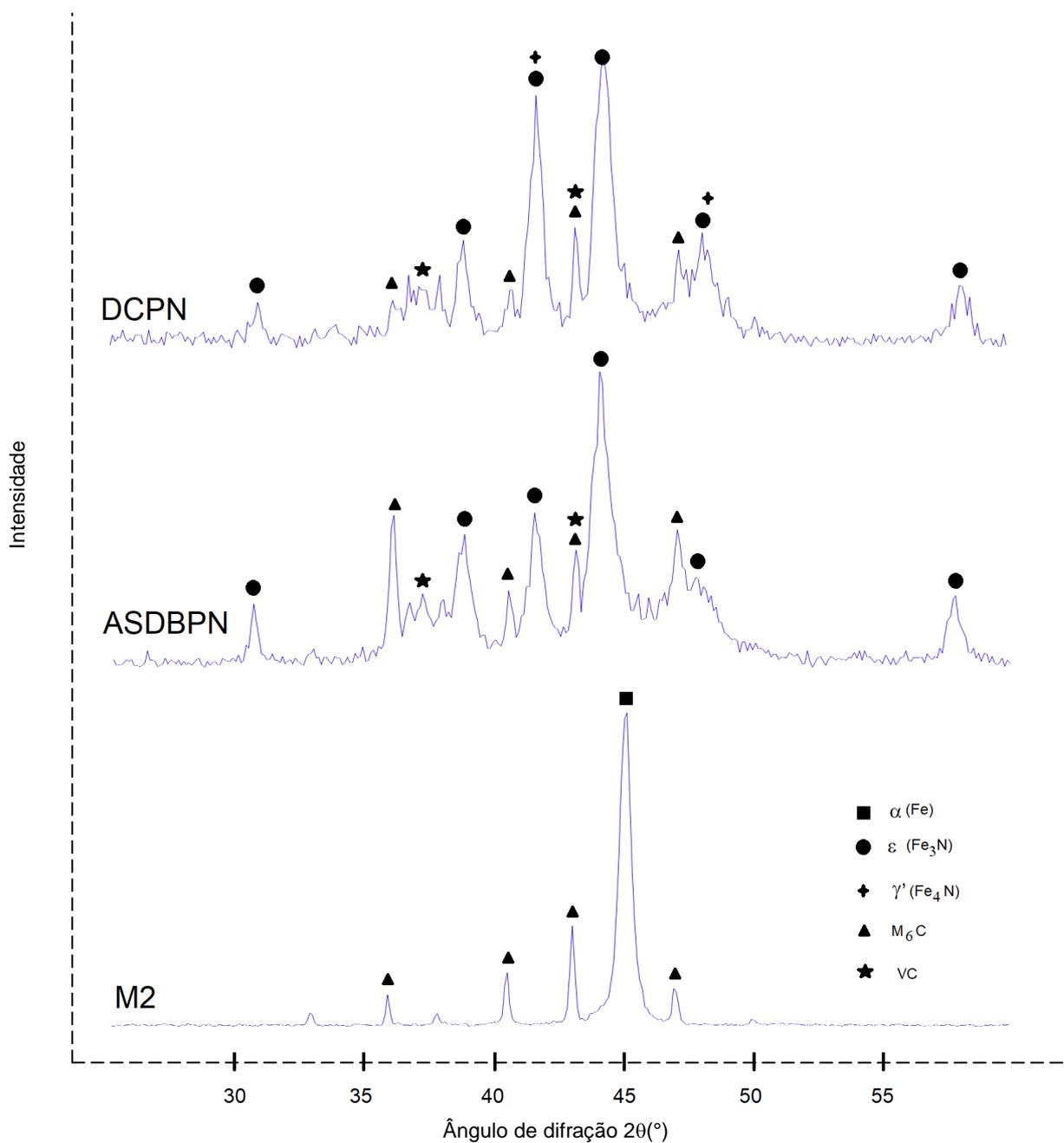


Figura 71 - XRD de DCPN, ASDBPN e M2 não nitretado.

Os picos da matriz apresentados em M2 não nitretado correspondem a  $\alpha$ -Fe(C,M)-martensita, onde M se refere aos diferentes elementos de liga metálica presentes na composição deste aço, e de carboneto  $M_6C$  (MOHAMMADZADEH; AKBARI; DROUET, 2014)(GONZÁLEZ-CARMONA *et al.*, 2018).

No tratamento DCPN é possível identificar, além de  $\alpha$ -Fe(C,M)-martensita e carboneto  $M_6C$ , a presença dos nitretos de ferro  $\epsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, que são conhecidas como fases cristalinas duras que formam a camada de compostos. É possível também identificar a fase de carboneto VC (HACISALIHOGU; YILDIZ; ALSARAN, 2017).

No tratamento ASDBPN não foi verificado a presença de  $\gamma'$ , sendo identificada a presença dos nitretos de ferro  $\epsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N, de  $\alpha$ -Fe(C,M)-martensita e carbonetos  $M_6C$  e VC.

Os padrões de difração para as amostras ASPN e ASBBPN são apresentados na figura Figura 72. Observa-se que houve pouca variação nos picos de difração apresentados para essas amostras nitretadas em relação à amostra não nitretada.

No tratamento ASPN verifica-se um alargamento da base do pico de  $\alpha$ -Fe(C,M)-martensita, e leves deslocamentos dos picos de carboneto  $M_6C$ .

No tratamento ASBBPN observa-se muito pouca variação de intensidade e deslocamento dos picos de  $\alpha$ -Fe(C,M)-martensita e de carboneto  $M_6C$ , em relação ao M2 não nitretado.

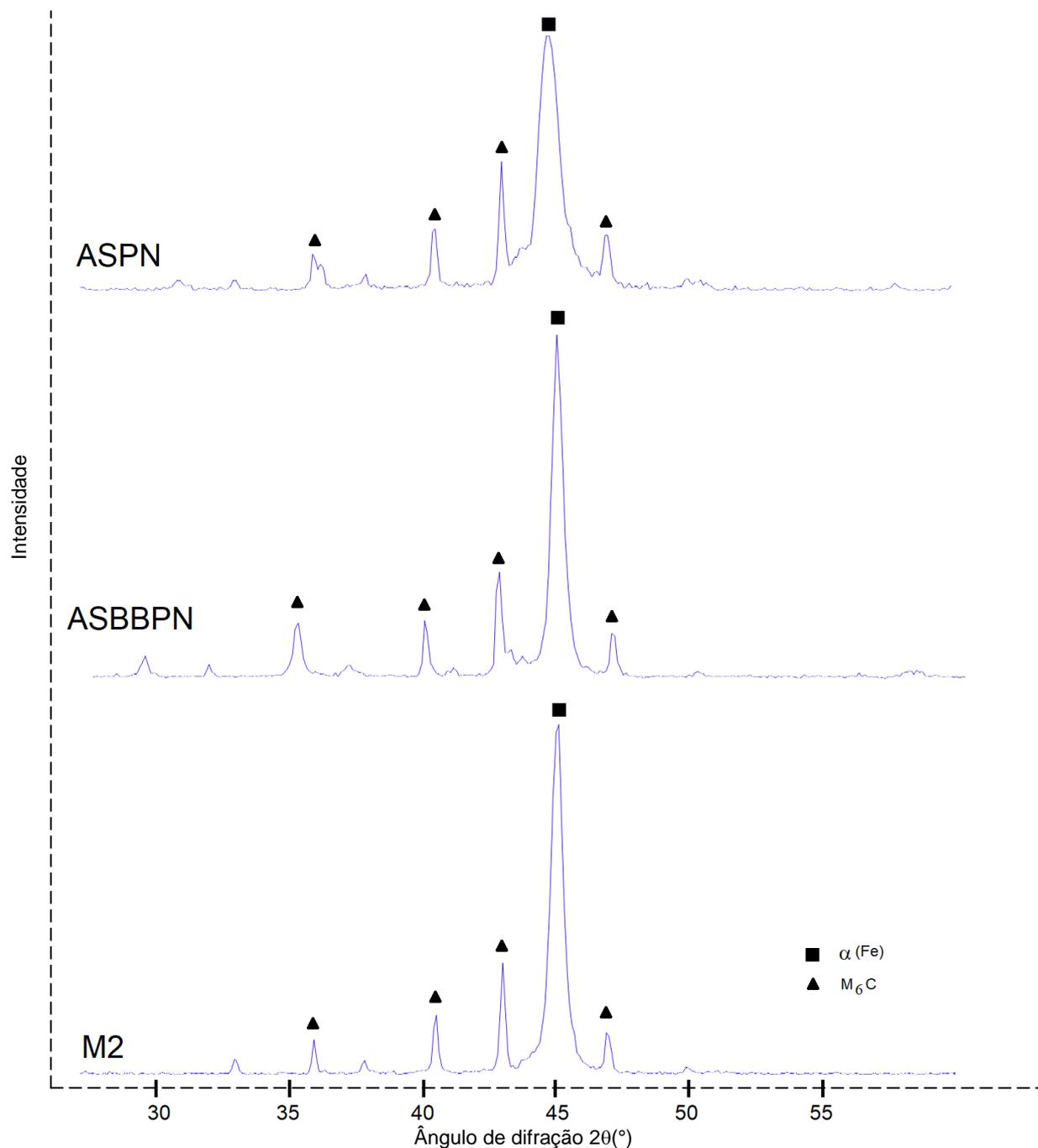


Figura 72 - XRD de ASPN, ASBBPN e M2 não nitretado.

## 5.7 ANÁLISE DO PROCESSO DCPN

O processo DCPN apresentou os melhores resultados de nitretação, em termos de profundidade de camadas. Isto pode ser verificado tanto na microscopia ótica quanto no perfil de composição química de nitrogênio e de carbono.

É observado na microscopia ótica, na microscopia eletrônica de varredura e no difração de Raios – X a formação da zona de compostos. Houve a formação de nitretos de ferro  $\epsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N (SOUSA, F. A. *et al.*, 2020).

Observa-se no perfil de concentração de nitrogênio que a camada de difusão atinge profundidades de até 100  $\mu$ m, compatível com o segundo pico da curva de concentração de carbono, que também acontece próximo aos 100  $\mu$ m para este tratamento.

Este processo também apresentou as maiores durezas, seja na estimativa pelo método da carga variável, quanto no perfil de microdureza. Isto é compatível com uma maior concentração de nitrogênio, bem como a presença de nitretos de ferro  $\epsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, observada na difração de Raio – X da superfície da amostra tratada por este processo (GONZÁLEZ-CARMONA *et al.*, 2018).

## 5.8 ANÁLISE DO PROCESSO ASDBPN

O processo ASDBPN apresentou os melhores resultados em termos de profundidade de camada nitretada e durezas com tela ativa, apresentando uma profundidade de camada de difusão de aproximadamente 80  $\mu$ m.

É observado na microscopia ótica, na microscopia eletrônica de varredura e no difração de Raios – X a formação da zona de compostos, onde ocorreu a formação de nitretos de ferro  $\epsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N.

Este processo apresentou durezas próximas às do processo DCPN, tanto na estimativa pelo método da carga variável, quanto no perfil de microdureza. Observa-se que a curva obtida pelo processo ASDBPN está acima da curva do processo DCPN. Entretanto, na estimativa de dureza por carga variável, uma redução linear da curva, considerando o desvio padrão amostrado, leva a um ponto na superfície com menor valor do que o processo DCPN. O gráfico do perfil de microdureza indica que no processo ASDBPN a diminuição de dureza em função da profundidade ocorre de maneira mais linear do que pelo processo DCPN, sugerindo uma melhor distribuição do nitrogênio na camada nitretada.

Um modelo de nitretação para o processo ASDBPN é proposto baseado no campo eletromagnético gerado pelas fontes principal e auxiliar. O campo eletromagnético gerado pela tela ativa enfraquece conforme a tensão senoidal da

fonte principal conectada a ela decai, e o campo eletromagnético produzido pela fonte auxiliar na peça em um determinado momento é mais intenso que o da tela ativa, atraindo para a amostra os íons que promovem a nitretação (HAGELAAR; OUDINI, 2011). Esses íons são gerados a partir do plasma na tela ativa e são dispersos dentro do reator. Assim, a concentração de nitrogênio na superfície da peça é suficiente para uma boa resposta na adsorção e difusão do mesmo na amostra em tratamento (ICHIMURA *et al.*, 2019). A Figura 73 mostra o esquema de tal modelo proposto.

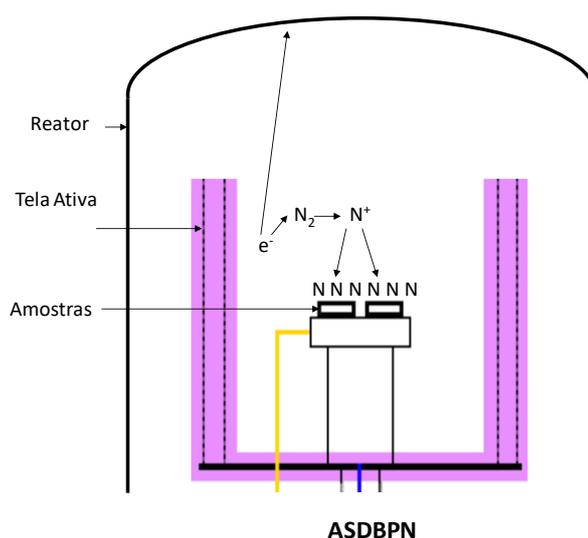


Figura 73 - Esquema de nitretação ASDBPN.

## 5.9 ANÁLISE DO PROCESSO ASPN

O processo ASPN apresentou pequena camada de nitretação, verificado tanto pela pouca profundidade da camada apresentada na microscopia ótica e no perfil de composição química, quanto pelo pequeno aumento da dureza verificado no perfil de microdureza e na estimativa da dureza superficial. Acredita-se que houve pouca deposição de nitrogênio na superfície das amostras durante o tratamento, devido às amostras estarem distantes aproximadamente 100 mm da tela ativa. Desta forma a maior parte das espécies nitretantes desenvolvidas na bainha de plasma não conseguiu interagir com as amostras, ou seja, não ocorreu imersão em plasma.

## 5.10 ANÁLISE DO PROCESSO ASBBPN

O processo ASBBPN apresentou a menor camada nitretada, verificada tanto no perfil GDOES quanto na dureza superficial. A explicação para a pouca influência da tela ativa neste processo se deve aos campos eletromagnéticos gerados pelo plasma. As espécies nitretantes geradas pelo plasma na tela ativa não conseguem atingir as amostras devido ao campo eletromagnético do plasma gerado na peça, único fornecedor de espécies nitretantes. A Figura 74 mostra o esquema deste modelo. Nesse caso, a influência da tela ativa foi mínima, demonstrando a ineficiência do processo ASBBPN, ou seja, quando as tensões de polarização são altas o suficiente para gerar plasma na peça.

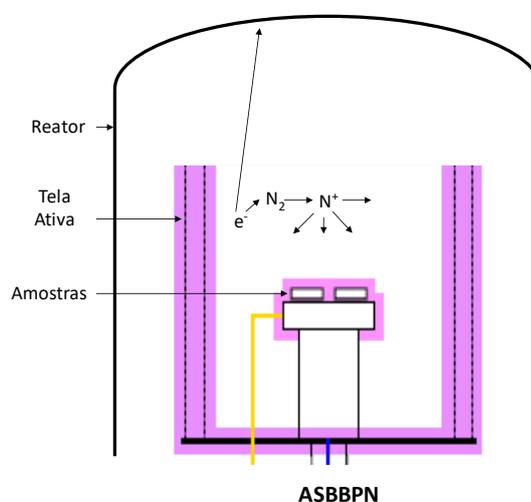


Figura 74 - Esquema de nitretação ASBBPN.

## 6 CONCLUSÕES

Neste trabalho foram desenvolvidos sistemas de nitretação com e sem tela ativa, sistemas de mesas para nitretação com tensão de polarização e tela ativa e fontes de potência retificada e pulsada, que promoveram excelentes resultados na nitretação com tela ativa no processo ASDBPN, em relação ao processo ASPN.

No processo ASDBPN, a utilização da tela ativa sem cobertura e tensão de polarização sem plasma na amostra gerou condições favoráveis para a nitretação, alcançando resultados semelhantes à nitretação DCPN, entretanto sem estar sujeito aos possíveis defeitos da nitretação direta. Os processos ASPN e ASBBPN apresentaram profundidades de camadas muito pequenas em relação aos outros dois processos.

Acredita-se que as principais contribuições deste trabalho sejam:

- o modelo de fonte de potência retificada desenvolvido, cuja construção é relativamente simples, pode ser utilizado para gerar plasma na tela ativa;
- o modelo de fonte de potencia pulsada desenvolvido pode ser utilizado para a polarização das peças em tratamento;
- o sistema de mesas desenvolvido pode ser utilizado para nitretação com tela ativa e tensão de polarização das peças em tratamento;
- a tensão de polarização deve ser alta, mas em valores que evitem a abertura de plasma nas peças, criando campos eletromagnéticos suficientes para direcionar espécies nitretantes para a superfície da peça em tratamento;
- os campos eletromagnéticos gerados pela tensão de polarização da peça em relação à carcaça do reator são mais intensos e efetivos devido ao fato de que a tela ativa não possui tampa (cobertura), fazendo com que a diferença de potencial entre as peças em tratamento e a carcaça sejam mais elevadas e proporcionem melhor direcionamento de espécies nitretantes para a superfície da peça;
- tensões de polarização que geram plasma nas peças em tratamento evitam a deposição de espécies nitretantes geradas na tela ativa na superfície destas peças em tratamento, sendo ineficientes.
- o processo ASDBPN desenvolvido proporciona uma profundidade de camada próxima da camada conseguida pelo processo DCPN, sem estar sujeito aos

possíveis defeitos da nitreção direta, além de menores tempos de processo comparados a nitreção ASPN, baixo impacto ambiental comparado a nitreção em banhos de sal e alta segurança comparado a nitreção gasosa.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Acreditamos que este trabalho contribui para o desenvolvimento da tecnologia de nitretação a plasma de uma maneira geral, e nitretação a plasma com tela ativa de uma maneira mais específica. Este é um campo que está em evolução e sugerimos que trabalhos futuros possam melhorar nossa compreensão dos processos que ocorrem na nitretação com tela ativa. Para tanto sugerimos os seguintes trabalhos de pesquisa futuros:

- o estudo dos campos eletromagnéticos criados durante o processo ASDBPN, buscando compreender melhor os fluxos de espécies nitretantes durante o processo;
- a verificação do comportamento de **outros aços** no processo ASDBPN;
- promover ensaios com **outras tensões de polarização** no processo ASDBPN a fim de verificar a influência da tensão de polarização, sem plasma nas peças em tratamento, na geração das camadas de nitretos obtidas por este método.

## REFERENCIAL BIBLIOGRÁFICO

ABNT. NBR/NM 116-1: Aços-rápido - Parte 1: Classificação, designação e composição química. Rio de Janeiro, 2005.

AKBARI, A. *et al.* Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high speed steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 204, n. 24, p. 4114–4120, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.05.042>

ALVES, C. *et al.* Use of cathodic cage in plasma nitriding. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, n. 6, p. 2450–2454, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.04.014>

ALVES, C.; DA SILVA, E. F.; MARTINELLI, A. E. Effect of workpiece geometry on the uniformity of nitrided layers. **Surface and Coatings Technology**, v. 139, n. 1, p. 1–5, 2001. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)01146-4](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(00)01146-4)

BOGAERTS, a *et al.* Gas discharge plasmas and their applications. **Spectrochim. Acta, Part B**, v. 57, n. 4, p. 609–658, 2002. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0584-8547\(01\)00406-2](https://doi.org/10.1016/S0584-8547(01)00406-2)

CORUJEIRA GALLO, Santiago; DONG, Hanshan. On the fundamental mechanisms of active screen plasma nitriding. **Vacuum**, v. 84, n. 2, p. 321–325, 2009a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2009.07.002>

CORUJEIRA GALLO, Santiago; DONG, Hanshan. Study of active screen plasma processing conditions for carburising and nitriding austenitic stainless steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 203, n. 24, p. 3669–3675, 2009b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.05.045>

CORUJEIRA GALLO, Santiago; DONG, Hanshan. Study of active screen plasma processing conditions for carburising and nitriding austenitic stainless steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 203, n. 24, p. 3669–3675, 2009c. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.05.045>

CZERWINSKI, Frank. Thermochemical Treatment of Metals. Heat treatment -

conventional and novel applications, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.5772/51566>

DE SOUSA, R. R M *et al.* Nitriding in cathodic cage of stainless steel AISI 316: Influence of sample position. **Vacuum**, v. 83, n. 11, p. 1402–1405, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2009.04.054>

FONSECA OLIVEIRA, Leonardo *et al.* Avaliação de tratamentos de nitretação a plasma do aço aisi m2 com a utilização de tela ativa e diferentes configurações de fonte de potência. **COBEF 2017**: Joinville, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.26678/abcm.cobef2017.cof2017-0488>

GEORGES, Jean. Nitriding process and nitriding furnace therefor. **Patente US 5989363**. Concessão: 1999.

GHELLOUDJ, Elhadj *et al.* The influence of salt bath nitriding variables on hardness layer of AISI 1045 steel. **Acta Metallurgica Slovaca**, v. 22, n. 3, p. 188–194, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.12776/ams.v22i3.756>

GONZÁLEZ-CARMONA, J. M. *et al.* Plasma-assisted nitriding of M2 tool steel: An experimental and theoretical approach. **arXiv**, 2018. Disponível em: <https://arxiv.org/abs/1810.06593>

GUO, Ran; DU, Jiulin. Transport coefficients of the fully ionized plasma with kappa-distribution and in strong magnetic field. **Physica A: Statistical Mechanics and its Applications**, v. 523, p. 156–171, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.physa.2019.02.011>

HACISALIHOGU, Ilyas; YILDIZ, Fatih; ALSARAN, Akgun. Wear performance of different nitride-based coatings on plasma nitrided AISI M2 tool steel in dry and lubricated conditions. **Wear**, v. 384–385, p. 159–168, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.01.117>

HAGELAAR, G. J.M.; OUDINI, N. Plasma transport across magnetic field lines in low-temperature plasma sources. **Plasma Physics and Controlled Fusion**, v. 53, n. 12, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/0741-3335/53/12/124032>

HAN, L. *et al.* Study on the fast nitriding process of active screen plasma nitriding. **Physics Procedia**, v. 50, n. October 2012, p. 94–102, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2013.11.017>

HRBUD, Ivana; ROSE, M Frank; MEQMAN, Stephen A. A Simple Marx Power System for Pulsed Plasma Thrusters. Electric Pocket Propulsion Society. **lepc**, p. 773–780, 1997. Disponível em: <http://electricrocket.org/IEPC/7123.pdf>

HUBBARD, P. *et al.* Influence of bias and in situ cleaning on through cage (TC) or active screen plasma nitrided (ASPN) steels. **Surface Engineering**, v. 22, n. 4, p. 243–247, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/174329406X122937>

HUBBARD, P. *et al.* Investigation of nitrogen mass transfer within an industrial plasma nitriding system I: The role of surface deposits. **Surface and Coatings Technology**, v. 204, n. 8, p. 1145–1150, 2010a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.08.029>

HUBBARD, P. *et al.* Investigation of nitrogen mass transfer within an industrial plasma nitriding system II: Application of a biased screen. **Surface and Coatings Technology**, v. 204, n. 8, p. 1151–1157, 2010b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.08.030>

HUBBARD, Paul. Characterisation of a Commercial Active Screen Plasma Nitriding System. Melborn Austrália: Doutorado RMIT **University/Department of Applied Physics**; 2007.

ICHIMURA, Susumu *et al.* Application and evaluation of nitriding treatment using active screen plasma. **Surface and Coatings Technology**, v. 374, n. May, p. 210–221, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.05.075>

INTRODUCING POWER SUPPLIES AND PLASMA SYSTEMS. **Advanced Energy White Papers**, p. 1–8, 2001. Disponível em: [http://www.advanced-energy.com/upload/File/White\\_Papers/SL-WHITE17-270-01.pdf](http://www.advanced-energy.com/upload/File/White_Papers/SL-WHITE17-270-01.pdf)

KOVÁCS, Dorina; QUINTANA, Iban; DOBRÁNSZKY, János. Effects of Different Variants of Plasma Nitriding on the Properties of the Nitrided Layer. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 28, n. 9, p. 5485–5493, 2019.

Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11665-019-04292-9>

L. C. FONTANA, J. NAHORNY, O. CASAGRANDE JR., C. E. COSTA, W. L. Guesser. Avaliação do desempenho de aços ferramenta M2 nitretados ionicamente. Porto Alegre: **I Simpósio de Tratamentos Superficiais de Ferramentas** / UFRGS, 1999.

ŁĘPICKA, Magdalena; GRĄDZKA-DAHLKE, Małgorzata. Direct Current and Pulsed Direct Current Plasma Nitriding of Ferrous Materials a Critical Review. **Acta Mechanica et Automatica**, v. 10, n. 2, p. 150–158, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1515/ama-2016-0024>

LI, C X; BELL, T; DONG, H. A Study of Active Screen Plasma Nitriding. **Surface Engineering**, v. 18, n. 3, p. 174–181, 2002. Disponível em: <https://doi.org/doi:10.1179/026708401225005250>

LI, C X; GEORGES, J; LI, X Y. Active Screen Plasma Nitriding of Austenitic Stainless Steel. **Surface Engineering**, v. 18, n. 6, p. 453–458, 2002. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/026708402225006240>

LI, Yang *et al.* Plasma nitriding of 42CrMo low alloy steels at anodic or cathodic potentials. **Surface and Coatings Technology**, v. 204, n. 15, p. 2337–2342, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.01.003>

MOHAMMADZADEH, R.; AKBARI, A.; DROUET, M. Microstructure and wear properties of AISI M2 tool steel on RF plasma nitriding at different N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> gas compositions. **Surface and Coatings Technology**, v. 258, n. November, p. 566–573, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.08.036>

NAM, Nguyen Duong *et al.* Control gas nitriding process: A review. **Journal of Mechanical Engineering Research and Developments**, v. 42, n. 1, p. 17–25, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.26480/jmerd.01.2019.17.25>

NISHIMOTO, Akio *et al.* Effect of the distance between screen and sample on active screen plasma nitriding properties. **Surface and Coatings Technology**, v. 205, n. SUPPL. 1, p. S365–S368, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.08.034>

NISHIMOTO, Akio; FUKUBE, Takahiro; MARUYAMA, Toru. Microstructural, mechanical, and corrosion properties of plasma-nitrided CoCrFeMnNi high-entropy alloys. **Surface and Coatings Technology**, v. 376, n. October 2017, p. 52–58, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.06.088>

OLIVEIRA, Leonardo Fonseca *et al.* Desgaste do aço ASTM M2 Nitretado a Plasma com Tela Ativa. Porto Alegre: **1st International Conference on Surface Engineering in Material Forming / UFRGS**, 2017.

OLIVEIRA, Leonardo Fonseca. Estudo da nitretação a plasma com tela ativa e potencial flutuante para o aço rápido ASTM M2. Porto Alegre: Mestrado UFRGS/**PPGE3M**, 2017.

OLIVEIRA, Leonardo Fonseca; LIMA, Edison Silva; ROCHA, A. da S. Um Estudo Sobre a Nitretação a Plasma Com Tela Ativa Do Aço Aisi M2. Pelotas: **5º Seminário de Inovação e Tecnologia do IFSul / IFSUL**, 2016.

ROCHA, Alexandre da Silva. INFLUÊNCIA DO ESTADO SUPERFICIAL PRÉVIO NA NITRETAÇÃO A PLASMA DO AÇO AISI M2. Porto Alegre: Doutorado UFRGS/**PPGE3M**; 2000.

ROCHA, A Das; STROHAECKER, T; HIRSCH, T. Effect of different surface states before plasma nitriding on properties and machining behavior of M2 high-speed steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 165, p. 176–185, 2003. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00768-5](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00768-5)

SKONIESKI, A F O *et al.* Influência da mistura gasosa em processos de nitretação e nitrocarbonetação a plasma. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v27, p. 175–182, 2008.

SOUSA, Rômulo Ribeiro Magalhães De; JUNIOR, Alves. Nitretação em gaiola catódica : influência do tempo de tratamento. Rio de Janeiro: **Revista Matéria**, 2008. Disponível em <https://doi.org/10.1590/S1517-70762008000100014>.

SOUSA, F. A. *et al.* Internal coating of pipes using the cathodic cage plasma nitriding technique. **Surfaces and Interfaces**, v. 21, n. September, p. 100691, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2020.100691>

TIER, Marco *et al.* Os mecanismos de desgaste do aço rápido aisi m2 nitretado a plasma. São Paulo: **IV Seminário de Desgaste**, 1998.

WINTER, Karl Michael. Gaseous nitriding: In theory and in real life. **ASM Heat Treating Society - 25th Conference and Exposition: Gearing Up for the Winds of Change**, p. 55–62, 2009.

WOLFART JR, M. Nitretação a plasma do aço ABNT 316L em baixas temperaturas. Porto Alegre: Doutorado UFRGS/**PPGE3M**; 2002.

ZHAO, C. *et al.* Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, n. 6, p. 2320–2325, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.03.045>

ZHAO, C.; WANG, L. Y.; HAN, L. Active screen plasma nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel at different potentials. **Surface Engineering**, v. 24, n. 3, p. 188–192, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/174329408X271543>