



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMIÁRIDO
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

AMANDA DAYANE DA COSTA MARTINS

**NITRETAÇÃO POR PLASMA DE HASTES DE FERRO FUNDIDO PARA ANÁLISE
DE DESEMPENHO EM SOLOS DO SEMIÁRIDO**

MOSSORÓ/RN

2017

AMANDA DAYANE DA COSTA MARTINS

**NITRETAÇÃO POR PLASMA DE HASTES DE FERRO FUNDIDO PARA ANÁLISE
DE DESEMPENHO EM SOLOS DO SEMIÁRIDO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação
em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito
para obtenção do título de Mestre em Ciência e
Engenharia de Materiais.

Orientador: Júlio César Pereira Barbosa, Prof. Dr.

Co-orientador: Francisco Odolberto de Araújo, Prof. Dr.

MOSSORÓ/RN

2017

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tomar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

M379n Martins, Amanda Dayane da Costa.

Nitretação por plasma de hastes de ferro fundido para análise de desempenho em solos do semiárido / Amanda Dayane da Costa Martins. - 2017.

64 f. : il.

Orientador: Júlio César Pereira Barbosa.
Coorientador: Francisco Odolberto Araújo.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal

Rural do Semi-árido, Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, 2017.

1. Plasma DC. 2. Nitretação iônica. 3. Escarificador. I. Barbosa, Júlio César Pereira, orient. II. Araújo, Francisco Odolberto, co-orient. III. Título.

O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas

da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

AMANDA DAYANE DA COSTA MARTINS

**NITRETAÇÃO POR PLASMA DE HASTES DE FERRO FUNDIDO PARA ANÁLISE
DE DESEMPENHO EM SOLOS DO SEMIÁRIDO**

Dissertação apresentada ao PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS da Universidade Federal Rural do Semi-Árido como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

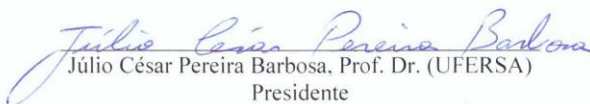
Linha de Pesquisa: Aplicações tecnológicas de materiais regionais.

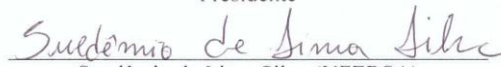
Orientador: Júlio César Pereira Barbosa, Prof. Dr.

Co-orientador: Francisco Odolberto de Araújo, Prof. Dr.

Defendida em: 29 / 09 / 2017

BANCA EXAMINADORA


Júlio César Pereira Barbosa, Prof. Dr. (UFERSA)
Presidente


Suedêmio de Lima Silva (UFERSA)
Membro Examinador Interno


Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa (UFPI)
Membro Examinador Externo

Aos meus filhos Maria Cecília e João
Marcelo, por serem fonte constante de
amor, motivação e inspiração.

AGRADECIMENTOS

- ✓ A Deus, pelo dom da vida e fonte de toda sabedoria.
- ✓ Aos meus pais e em especial a minha mãe Maria Do Céu Costa que não poupou esforços para me ajudar ao longo desta caminhada. Ao meu esposo Marcelo Setúbal e aos meus filhos Maria Cecília e João Marcelo, por todo o amor e pela compreensão nas horas tomadas de convívio e atenção em função da realização deste trabalho.
- ✓ Ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais – PPGCEM e ao Centro de Ciências Exatas e Naturais – CCEN da Universidade Federal Rural do Semi-Árido, pela disponibilidade de infraestrutura e de recursos.
- ✓ Ao professor Júlio César Pereira Barbosa pela amizade, orientação, incentivo, paciência e tempo dedicado durante toda a trajetória.
- ✓ Ao professor Francisco Odolberto de Araújo pela amizade, confiança, orientação e a valorosa contribuição durante o desenvolvimento do trabalho.
- ✓ Ao professor Suedêmio de Lima pela parceria e colaboração nos ensaios de campo, parte indispensável para a conclusão deste trabalho.
- ✓ Ao amigo Edvaldo Júnior pela parceria e ajuda imensurável na fase experimental deste trabalho, pelos momentos de aprendizado e pelo espírito de descontração que vivenciamos juntos.
- ✓ À amiga Camila Jesiele, uma grata surpresa que a vida me ofereceu, obrigada pela amizade verdadeira.
- ✓ Ao amigo Rafael Castelo, pelo apreço, encorajamento e apoio na fase final do trabalho.

*“É fazendo que se aprende a fazer aquilo
que se deve aprender a fazer.”*

(Aristóteles)

RESUMO

Este trabalho consiste na aplicação da técnica de tratamento por plasma DC e DC pulsado com intuito de tratar hastes, confeccionadas em ferro fundido nodular, parte integrante de um equipamento denominado de escarificador, utilizado na preparação de solos para agricultura do semiárido potiguar. Na primeira etapa foram pesquisadas a melhor condição de nitretação e as melhores propriedades mecânicas obtidas em amostras de uma haste de sacrifício, em escala laboratorial, realizando-se o estudo comparativo com as fontes DC e DC pulsada. As técnicas de análises usadas para caracterização das amostras após o tratamento foram: difração de raio-X, ensaios de microdureza e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os ensaios de microdureza revelaram que as amostras nitretadas apresentaram um aumento de dureza significativo e que o maior tempo de tratamento e uma pressão de trabalho de 2,5 mbar promoveram os melhores resultados. Na segunda etapa foi utilizada a melhor condição de nitretação, ou seja, uma relação direta e otimizada da temperatura, pressão e tempo de tratamento com a espessura e dureza superficiais no tratamento de peças reais de trabalho (haste de escarificador), posteriormente submetidas a testes de campo. Os resultados corroboraram com o fato de que o aumento da microdureza tem influência com a melhoria de desempenho relacionada à perda de massa por desgaste.

Palavras chaves: Plasma DC. Nitretação iônica. Escarificador.

ABSTRACT

This work consists in the application of DC and DC pulsed plasma processes in order to treat rods made of nodular cast iron, which is part of a equipment denominated scarifier, utilized in the land preparation in agriculture of potiguar semiarid. In the first step, it was researched the best nitriding condition and the best mechanical properties obtained in samples of sacrificial rods, in laboratory scale. Thus it was possible a comparative study with DC and DC pulsed power supply. Analysis techniques utilized for characterization of samples were: X-ray diffraction, microhardness measurements and Scanning Electron Microscopy (SEM). Microhardness measurements showed that samples nitrided presented significant increasing superficial hardness and longer time of treatment at work pressure of 2,5 mbar promoted the best results. In the second step, it was utilized the best condition of nitriding, in other words, a direct and optimized relation among temperature, pressure and time of treatment with layer thickness and superficial hardness in the treatment of work tools (rod of scarifier), posteriorly submitted to field tests. The results showed that the microhardness increasing influences the improvement of performance related to the weight loss by waste of the rods.

Keywords: DC Plasma. Ionic nitriding. Scarifier.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1- Curva característica da corrente elétrica x voltagem entre dois eletrodos, numa descarga elétrica em gases.....	10
Figura 2.2 - Aspecto visual do plasma durante a descarga luminescente abnormal	12
Figura 2.3 - Esquema básico de um equipamento de nitretação iônica.....	15
Figura 2.4 - Mecanismo de eliminação de arco catódico devido a presença de um plasma pulsado.....	17
Figura 2.5 - Diagrama do processo de nitretação por plasma.	18
Figura 2.6 - Interações de íons com a matéria.....	19
Figura 2.7 - Diagrama de fase do sistema ferro-nitrogênio.....	22
Figura 3.1 - Esquema do equipamento usado.....	28
Figura 3.2 - (A) Perspectiva da peça como montada no reator e (B) Representação esquemática com as dimensões do equipamento.....	29
Figura 3.3 - A) Representação esquemática 3D da haste do escarificador, indicando a região de onde as amostras foram obtidas e (B) Dimensões da peça.	30
Figura 3.4 - Aspecto visual do plasma no experimento com a haste completa.....	32
Figura 3.5- Desenho esquemático do escarificador.....	34
Figura 3.6 – Disposição das hastes no escarificador.....	34
Figura 4.1- Aspecto visual das amostras de ferro fundido nitretadas com fontes diferentes..	36
Figura 4.2 - Amostra de ferro fundido nodular nitretado por 2 horas (aumento de 5000x). (A) Borda da amostra. (B) Centro da amostra. À esquerda MEV e a direita BSC – MEV.....	37
Figura 4.3 - Amostra de ferro fundido nodular nitretado por 3 horas (aumento de 5000x). (A) Borda da amostra. (B) Centro da amostra. À esquerda MEV e a direita BSC – MEV	37
Figura 4.4 - Amostra de ferro fundido nodular nitretado por 4 horas (aumento de 5000x). (A) Borda da amostra. (B) Centro da amostra. À esquerda MEV e a direita BSC – MEV.	38
Figura 4.5 - Difração de raio x de amostras tratadas à 2,5 mbar na fonte DC pulsada.	39
Figura 4.6 - Difração de raio x de amostras tratadas à diferentes pressões na fonte DC.	40
Figura 4.7 - Difração de raio x de amostras tratadas à 2,5 mbar na fonte DC.	41
Figura 4.8 - Variação da microdureza com o tempo de tratamento por plasma DC pulsado sob pressão de 2,5 mbar	42
Figura 4.9 - Comportamento da microdureza no centro da amostra tratada por plasma DC pulsado.....	43
Figura 4.10 - Comportamento da microdureza na borda da amostra tratadas por plasma DC pulsado.....	43
Figura 4.11 - Médias das microdurezas das amostras tratadas por plasma DC sob pressões diferentes	44
Figura 4.12 - Médias das microdurezas das amostras tratadas sem e com a haste sob pressão de 2,5 mbar.	45
Figura 4.13 - Variação da microdureza da borda e do centro das amostras tratadas por plasma DC.....	45
Figura 4.14 - Massas das hastes ao longo do processo de descompactação do solo.....	47

Figura 4.15 - Aspecto visual da haste sem uso (A) e após ser submetida à 5 h de trabalho (B).....	48
--	----

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1- Composição química (% em peso) do ferro fundido nodular	27
Tabela 3.2 - Parâmetros utilizados para o processo de nitretação por plasma pulsado	31
Tabela 3.3 - Parâmetros utilizados para o processo de nitretação por plasma DC	31
Tabela 3.4 - Parâmetros utilizados para o processo de nitretação por plasma DC para tratar a haste completa	32
Tabela 3.5 - Descrição das hastes.....	35
Tabela 3.6 - Tempo de ensaio, distância e velocidade percorrida.....	35
Tabela 4.1 – Massas das hastes ao longo do processo de descompactação do solo.....	46
Tabela 4.2 – Percentual de perda de massa das hastes ao longo do processo de descompactação do solo.	47
Tabela 4.3 - Granulometria do solo em que o ensaio de campo foi realizado.....	48
Tabela 4.4 - Relação entre o código e a classe textural do solo	49

LISTA DE ABREVIATURAS

G^0 - Partícula neutra no estado fundamental

G^+ - Partícula carregada positivamente no estado fundamental

e^- - Elétron

$V_{\min}$ - Tensão mínima

V_p – Tensão de ruptura

DC – Corrente contínua

Fe - Ferro

C - Carbono

Mn – Manganês

Si - Silício

S – Enxofre

Ar - Argônio

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	6
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	9
2.1 PLASMA	9
2.2 TÉCNICAS DE NITRETAÇÃO	12
2.2.1 Nitretação a gás.....	13
2.2.2 Nitretação por banho de sal.....	13
2.2.3 Nitretação por plasma DC	14
2.2.4 Nitretação por plasma DC pulsado	16
2.3 INTERAÇÃO DE ÍONS COM A MATÉRIA.....	17
2.4 DIFUSÃO DO NITROGÊNIO	19
2.5 NITRETAÇÃO DE MATERIAIS FERROSOS	20
2.5.1 Sistema ferro-nitrogênio	21
2.6 FERRO FUNDIDO	22
2.7 MECANISMOS DE DESGASTE	24
2.7.1 Desgaste Abrasivo.....	24
2.7.2 Desgaste Adesivo.....	25
2.8 ESCARIFICADORES	25
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	27
3.1 EQUIPAMENTO DE NITRETAÇÃO POR PLASMA	27
3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	29
3.3 TRATAMENTO DAS AMOSTRAS	30
3.4 ENSAIO DE MICRODUREZA	32
3.5 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X	33
3.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	33
3.7 ENSAIO DE CAMPO	33
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	36
4.1 ANÁLISE DA FORMAÇÃO DE CAMADA NITRETADA	36
4.2 ANÁLISE DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	38
4.3 ENSAIOS DE MICRODUREZA	42
4.4 ANÁLISE DA PERDA DE MASSA	46
5. CONCLUSÕES	51
6. PERSPECTIVAS	52

1. INTRODUÇÃO

Diversos estudos têm sido desenvolvidos no intuito de minimizar os problemas inerentes à vida útil de materiais utilizados nos mais diversos ramos industriais. Uma das vertentes dessas pesquisas que tem apresentado resultados satisfatórios é a nitretação por plasma, usada na indústria há mais de 30 anos. Esta técnica, chamada também de nitretação iônica, tornou-se uma alternativa aceitável à nitretação convencional de gás, pois é um método de tratamento que apresenta vantagens como: ausência da emissão de poluentes; economia de energia, já que a potência térmica na sua totalidade é utilizada para aquecer as peças ao invés da parede do reator, o que ocorre em um forno elétrico convencional; rapidez na realização dos tratamentos, além disso, pode ser usada para otimizar diversas propriedades em função da mudança de parâmetros de controle (ASADI; MAHBOUBI, 2012; BUYTOZ, 2005).

Atualmente é usada em um grande número de ramos da indústria, a fim de maximizar o desempenho e a vida útil de vários materiais ferrosos, através do melhoramento de várias propriedades superficiais, como dureza, resistência ao desgaste e à corrosão. A nitretação por plasma é um processo termoquímico de endurecimento superficial que consiste na introdução de nitrogênio na matriz do material. Por meio de uma descarga elétrica em gases (ativação do plasma) acontecem diversos fenômenos como, bombardeio iônico, *sputtering* (ejeção de átomos da superfície de um metal) e radiação que são capazes de aumentar a temperatura do sistema, onde a pressão é mantida baixa e controlada, promovendo a difusão do nitrogênio na superfície da peça (BÁRDOS; BARÁNKOVÁ, 2010). É importante salientar que em qualquer processo por plasma em que o material a ser tratado é o cátodo, a distribuição de linhas de campo elétrico é influenciada pela geometria da peça. Uma das possíveis consequências desse fenômeno é conhecida como “efeito de borda”, em que há maior concentração de bombardeamento iônico nas pontas e arestas da peça, promovendo naquelas proximidades uma região de plasma enfraquecido que é conhecida como sombra, o que pode provocar uma alteração no perfil de homogeneidade da camada de compostos formada na superfície das peças (BÁRDOS; BARÁNKOVÁ, 2010).

Com o intuito de mitigar esses problemas foi introduzida a técnica de nitretação por plasma pulsado (ZLATANOVIC; POPOVIC; OLZON-DIONYSIO *et al.*,

2010), que permitiu um avanço significativo na engenharia da superfície do plasma, bem como no controle e estabilidade do processamento, uma vez que as propriedades da superfície são diretamente afetadas pela frequência de um pulso da fonte de alimentação, ciclo de trabalho e tensão de saída, enquanto a estabilidade e controle do processo são significativamente melhorados (LI *et al.*, 2014; LEPICKA; GRADZKA-DAHLKE, 2016).

Diferentemente do plasma DC (corrente contínua), no plasma DC pulsado, a tensão é sempre interrompida em intervalos regulares controlados. A aplicação do plasma pulsado faz com que o processo seja mais eficiente, pois, os íons de nitrogênio, que são acelerados em direção à amostra durante o tempo de pulso “ligado” do plasma, se recombinam com elétrons livres durante o estado desligado do pulso e geram átomos altamente reativos próximos à superfície (BHOLE, 1972). Posteriormente ao pulso, as cargas nas regiões de plasma confinado serão dispersas, de forma a restabelecer o equilíbrio do plasma, assim, é atenuada a abertura de arco, superaquecimento das peças e efeitos de borda (CORDEIRO, 2010).

Na fonte pulsada, o número de parâmetros que determinam a qualidade da superfície obtida, as características do processo e o procedimento de operação é maior do que no processo DC convencional. Em sistemas de nitretação por plasma, a energia de alimentação continuada é ajustada conforme necessário para a geometria do componente e a configuração da câmara. Na técnica convencional de nitretação por plasma DC, é difícil fornecer uma temperatura de processo adequada quando o sistema possui uma carga mista de diferentes geometrias e tamanhos de peças. A técnica pulsada permite a adaptação do operador da entrada mínima de energia necessária para a descarga luminosa anormal (LEPICKA; GRADZKA-DAHLKE, 2016).

Para elaborar este trabalho foi necessário realizar pesquisas acerca da melhor condição de nitretação, para tratar amostras de ferro fundido nodular provenientes de hastes de escarificador, com o intuito de encontrar as melhores propriedades mecânicas obtidas em amostras de uma haste de sacrifício, em escala laboratorial, realizando-se o estudo comparativo utilizando fontes do tipo DC e DC pulsada. Inicialmente foi realizado um estudo através das técnicas de análises usadas para caracterização das amostras após o tratamento foram: difração de raio-X, ensaios de microdureza e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os ensaios de microdureza revelaram que

as amostras nitretadas apresentaram um aumento de dureza significativo e que o maior tempo de tratamento e uma pressão de trabalho de 2,5 mbar promoveram os melhores resultados. Posteriormente foi utilizada a melhor condição de nitretação, ou seja, uma relação direta e otimizada da temperatura, pressão e tempo de tratamento com a espessura e dureza superficiais no tratamento de peças reais de trabalho (haste de escafificador), posteriormente submetidas a testes de campo. Os resultados constataram que de fato o aumento da microdureza tem influência com a melhoria de desempenho relacionada à perda de massa por desgaste que foi discutida e detalhada através de um gráfico comparativo.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 PLASMA

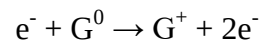
Substâncias em estado de plasma são as mais abundantes do universo, porém, não é o estado da matéria mais conhecido entre os encontrados na Terra, como o sólido, líquido e gasoso. No ano de 1879, o físico e químico Sir William Crookes, identificou o quarto estado da matéria, hoje definido como plasma. Essa palavra foi mencionada pela primeira vez em 1929, pelo físico e químico norte-americano, Irving Langmuir para denotar um gás ionizado.

O termo plasma pode ser caracterizado como descarga elétrica, descarga gasosa ou descarga luminescente e é denotado como sendo um gás parcialmente ionizado que contém espécies neutras (átomos, moléculas e radicais), eletricamente carregadas (íons positivos, íons negativos e elétrons) e fótons. É relevante salientar que em sua média, um plasma é eletricamente neutro (densidade de elétrons mais a densidade de íons negativos deve ser igual à densidade de íons positivos), de modo que qualquer desbalanceamento de carga resultará na formação de campos elétricos que ocasiona o movimento das cargas a fim de se restabelecer o equilíbrio. Existe uma especificação chamada de grau de ionização, o qual se refere à fração das espécies neutras originais que foram ionizadas. (ALVES JR. 2001).

Assim, em função do grau de ionização os plasmas podem ser classificados como térmicos ou não térmicos (não equilíbrio), tal caracterização ocorre em função de alguns parâmetros como as temperaturas relativas de íons, elétrons e partículas neutras. A temperatura das partículas no plasma térmico é equivalente o que ocasiona uma alta temperatura do gás, restringindo suas possíveis aplicações. No que diz respeito aos plasmas denotados não térmicos (NTP) os elétrons possuem temperaturas maiores do que as das demais partículas e estes por possuírem massa significativamente menor, não interferem na temperatura geral do gás, isso propicia a vasta aplicação para materiais que não podem ser submetidos a altas temperaturas (HEINLIN et al., 2011).

As pressões utilizadas para formar os plasmas não térmicos podem ser altas ou baixas. Os plasmas formados a baixas pressões requerem o uso de equipamentos de custo oneroso para que o vácuo seja atingido, porém são imprescindíveis e eficientes para o tratamento de diversos materiais (SCHOLTZ et al., 2015). É possível produzir

plasma em um recipiente hermeticamente fechado com gás a uma pressão suficientemente baixa, aplicando uma diferença de potencial entre dois eletrodos que estão nesse recipiente. Em virtude do campo elétrico existente entre os dois eletrodos, elétrons e íons são acelerados e colidem com outras partículas, com isso mais elétrons e íons são produzidos em função da combinação abaixo:

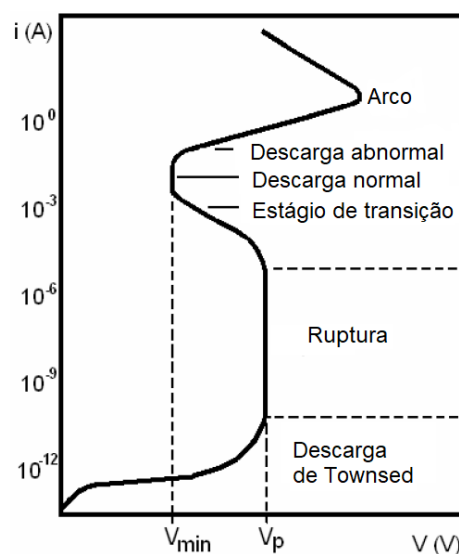


onde “ G^0 ” é o átomo ou molécula do gás no estado fundamental, “ G^{+} ” representa um íon deste gás e “ e^{-} ” o elétron.

A análise desse processo de descarga pode ser feita, observando a resposta do meio em relação ao aumento da diferença de potencial entre eletrodos, que estão inseridos no recipiente hermeticamente fechado na presença de um determinado gás. Esta diferença de potencial origina um campo elétrico “ E ”, que é o responsável pela aceleração dos elétrons pré-existentes (elétrons primários) no gás neutro contido dentro do recipiente (FARIAS, 2006).

Em relação à análise das descargas, é possível classificá-las em três tipos de acordo com a faixa de corrente elétrica dos estados estacionários atingidos como mostra a figura 1.

Figura 2.1- Curva característica da corrente elétrica x voltagem entre dois eletrodos, numa descarga elétrica em gases



Fonte: Adaptado de ALVES JR, 2001.

A descarga de Townsend é caracterizada em função de suas pequenas correntes. Além disso, ela é invisível, já que a densidade de átomos excitados é pequena. Vale salientar que esta não é uma descarga autossustentada, pois necessita de agentes externos para a produção dos elétrons necessários para se estabelecer a descarga.

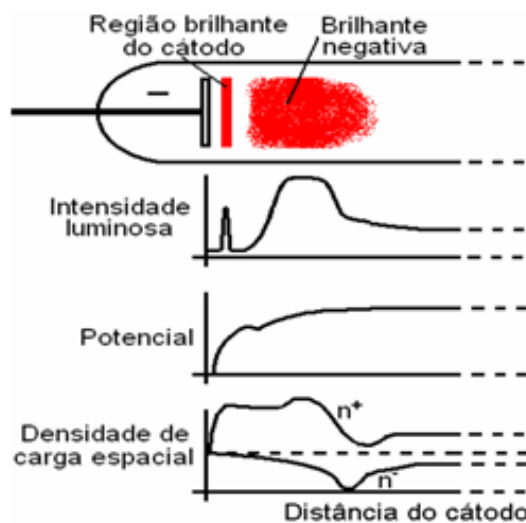
Existe também o ponto de ruptura ou *breakdown*, que ocorre através do aumento da tensão e assim em um determinado momento a corrente aumentará bruscamente, isso acontece tipicamente a uma tensão entre 200 V e 300 V à pressão baixa. Tais valores dependem da pressão, da natureza do gás e da separação entre os eletrodos. Uma vez ocorrido a ruptura, a descarga se torna auto mantida e toma um aspecto de descarga luminosa conhecida como descarga luminescente (FARIAS, 2006).

Nestas condições íons, fótons e partículas neutras começam a bombardear o cátodo, produzindo elétrons secundários que vão tornar a descarga autossustentada. O fluxo de elétrons secundários emitidos depende dos diferentes coeficientes de emissão devidos a essas espécies incidentes. Os elétrons secundários são então acelerados e interagem com os átomos ou moléculas do gás residual, produzindo pares íons-elétrons através de colisão inelástica. Os íons são acelerados para o cátodo e produzem novos elétrons secundários. Este processo continua até que uma descarga se torne autossustentada. Nessa condição, o gás se torna brilhante e haverá uma queda de tensão até um patamar mínimo. (ALVES JR. 2001).

Os parâmetros da descarga como pressão, distância dos eletrodos e sua forma, são responsáveis pela variação da estrutura espacial da descarga. Essa estrutura também está relacionada com a própria corrente e tensão desenvolvida pela descarga. Assim, quando o cátodo se encontra na região luminosa negativa, chegaremos ao ponto em que a corrente elétrica volta a subir com o aumento da voltagem. A partir deste ponto a descarga luminosa é conhecida como *abnormal*.

Na descarga luminescente *abnormal* existe uma série de espaços escuros e luminosos que podem ser distinguidos pela distribuição de potencial, densidade de cargas e corrente, de acordo com a figura 2.2 (BARBOSA. 2007).

Figura 2.2 - Aspecto visual do plasma durante a descarga luminescente abnormal



Fonte: Adaptado de ALVES JR, 2001.

A região luminosa próxima ao cátodo é chamada de luminescência catódica. A cor da luminescência é característica do material do cátodo. Ela surge devida à excitação dos átomos superficiais bombardeados pelas espécies do plasma. Existe um espaço escurecido entre o início dessa luminescência e o cátodo, denominado de bainha catódica. Esse escurecimento é proveniente de um espaço mínimo que os portadores necessitam para adquirir energia cinética suficiente para excitar e ionizar as partículas do gás em estado fundamental. Após esse espaço escuro (bainha catódica) encontra-se uma região de alta luminosidade, chamada de luminescência negativa. Essas regiões (luminescência negativa e a região do cátodo e bainha) são as principais causadoras da queda brusca de tensão no eletrodo polarizado negativamente, sendo aí onde ocorrem os fenômenos como transferência de carga, ionizações e excitações e produção de elétrons secundários (BARBOSA, 2007).

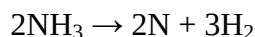
2.2 TÉCNICAS DE NITRETAÇÃO

Nitretação é um processo de tratamento térmico que promove a difusão do nitrogênio na superfície de um metal, com o intuito de endurecer a superfície. Esses processos geralmente são usados em aços de baixo teor de carbono e baixa liga, podendo ser usado também em aços de médio e alto carbono, titânio, alumínio, molibdênio e ligas ferrosas.

Os três principais métodos utilizados são: nitretação a gás, nitretação de banho de sal e nitretação por plasma.

2.2.1 Nitretação a gás

Na nitretação a gás, as amostras são tratadas usando-se geralmente a amônia (NH_3), que é um gás rico em nitrogênio, em temperaturas na faixa de 500 a 575°C. Quando a amônia entra em contato com a peça de trabalho aquecida, ela se dissocia em nitrogênio e hidrogênio, segundo a reação:



Assim, o nitrogênio se difunde na superfície do material formando uma camada de nitreto. Porém, essa difusão do nitrogênio é muito lenta, e a duração gira em torno de 9 a 12 horas. Esse processo existe há quase um século, embora somente nas últimas décadas tenha havido um esforço concentrado para investigar a termodinâmica e a cinética envolvida.

Entre as principais vantagens dessa técnica de nitretação estão o controle preciso do potencial químico do nitrogênio na atmosfera de nitretação, controlando o fluxo de gás de nitrogênio e oxigênio e o custo relativamente baixo do equipamento. Em relação às desvantagens da nitretação gasosa é possível apontar: cinética de reação fortemente influenciada pela condição superficial, ou seja, uma superfície oleosa ou contaminada com fluidos de corte dará resultados insatisfatórios. Além disso, o amoníaco embora não seja especialmente tóxico, pode ser nocivo quando inalado em grandes quantidades (PYE, 2003).

2.2.2 Nitretação por banho de sal

Na técnica de nitretação feita por banho de sal, o meio doador de nitrogênio é um sal contendo nitrogênio, como, por exemplo o sal de cianeto, bem como outros sais (cloreto de potássio, sulfito de sódio, etc.). Os sais usados também doam carbono à superfície da peça de trabalho tornando o banho de sal um processo de nitrocarburização. Geralmente a temperatura utilizada em todos os processos de nitrocarburização fica no patamar de 550 a 570 ° C.

Uma das vantagens da nitretação de sal é que ela consegue maior difusão no mesmo período de tempo em comparação com qualquer outro método. Quanto às desvantagens, algumas delas são: os sais utilizados são altamente tóxicos. Por isso, os custos para eliminação desses sais são altos, pois, é controlada por leis ambientais rigorosas nos países ocidentais e tem aumentado ao longo dos anos (PYE, 2003).

2.2.3 Nitretação por plasma DC

A nitretação por plasma, também conhecida como nitretação iônica ou nitretação por descarga luminescente, é um tratamento de endurecimento de superfície de materiais metálicos. Esse processo foi inventado pelo Dr. Bernhardt Berghaus da Alemanha em 1931, que mais tarde se estabeleceu em Zurique para escapar da perseguição nazista. Após sua morte no final dos anos 1960 o processo foi adquirido pelo grupo Klockner e popularizado globalmente (PYE, 2003).

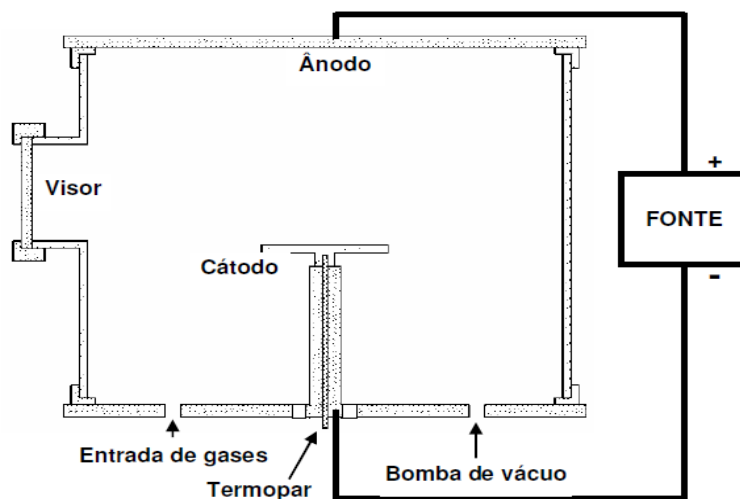
Geralmente, os aços e materiais ferrosos são tratados de forma benéfica com nitretação por plasma. Esse processo permite o controle rigoroso da microestrutura nitretada, permitindo a nitretação com ou sem formação de camada de composto. Não só o desempenho de peças de metal é reforçado, mas, vida útil também aumenta (PYE, 2003).

Uma peça nitretada por plasma está geralmente pronta para uso. Não requer usinagem, polimento ou qualquer outra operação pós-nitretação. Assim, o processo economiza energia, uma vez que funciona mais rápido, e provoca pouca ou nenhuma distorção (PYE, 2003).

Nos processos de nitretação por plasma, o gás nitrogênio (N_2) é normalmente misturado a outros gases como o hidrogênio (H_2) e/ou argônio (Ar). De fato, o argônio e o hidrogênio também são utilizados antes do processo de nitretação, durante o aquecimento das peças para limpar as superfícies a serem nitretadas. Esse procedimento de limpeza remove eficazmente a camada de óxido das superfícies e pode remover camadas finas de solventes que poderiam permanecer. Isso também ajuda a estabilidade térmica do plasma, uma vez que o calor adicionado pelo plasma já está presente durante o aquecimento e, portanto, uma vez que a temperatura do processo é atingida a nitretação real começa com pequenas mudanças de aquecimento. No processo de nitretação propriamente dito, adiciona-se gás H_2 para manter a superfície livre de óxidos e numa proporção específica de 80% é possível aumentar a energia cinética média de elétrons do plasma, mesmo que os outros parâmetros de controle do processo se mantenham iguais, caracterizando maior eficiência energética do processo. Esses efeitos podem ser observados pela análise da superfície da peça nitretada bem como em tempo real por monitoramento através de espectroscopia de emissão óptica (BARBOSA, 2007).

Para realizar o processo de nitretação por plasma é necessário usar um equipamento que é constituído basicamente de um sistema de vácuo, uma fonte de potência e um reator, como mostra a Figura 2.3 (SOUSA, 2006).

Figura 2.3 - Esquema básico de um equipamento de nitretação iônica



Fonte: SOUSA, 2006

Em relação aos parâmetros físicos desse sistema, sabe-se que o sistema de vácuo possui válvulas que permitem controlar a vazão dos gases introduzidos, para tratamento em relação pressão este deve ser capaz de atingir em torno de 10^{-2} torr. A tensão é proveniente de uma fonte de potência com uma saída d.c, cuja voltagem máxima gira em torno de aproximadamente 1500 V. Aplicação dessa tensão pode gerar uma corrente capaz de fornecer energia à peça de trabalho para que ela seja aquecida a uma temperatura entre 300 e 600 °C. No reator existem dois eletrodos onde o cátodo também pode ser o porta amostra. O controle desses parâmetros é realizado com dispositivos que se conectam as saídas para medição de pressão, temperatura e as outras variáveis do processo.

A técnica de nitretação por plasma se sobressai em relação às demais devido ao seu caráter ecológico, apresentando aspectos relevantes tais como:

- Ausência de danos ao meio ambiente, já que não gera descarga tóxica ou nociva.
- Maior economia, porque a taxa de penetração do nitrogênio é mais rápida, permitindo temperaturas de nitretação mais baixas e menor tempo de tratamento.

- Melhor controle da espessura, da área de nitretação e da microestrutura da camada.
- Estabilidade dimensional, estabilidade estrutural e mínima distorção.

2.2.4 Nitretação por plasma DC pulsado

Neste tipo de nitretação, ao nitretar partes de peças de geometrias complexas, haverá um confinamento de plasma nos furos, arestas, pontas e cantos (ALVES JR, 2001). Se este confinamento gerar uma densidade de corrente superior àquela existente na descarga abnormal, haverá a abertura de arcos (ALVES JR, 2001). Caso ocorra abertura de arco, o potencial irá diminuir, assim, como este novo potencial é normalmente inferior à tensão de ruptura, o plasma se extinguirá. Existe a possibilidade também de ocorrer uma fusão localizada, se o equipamento for de alta potência, e dessa forma poderá danificar as peças.

Diferentemente do plasma DC (corrente contínua) constante, no plasma DC pulsado a tensão é sempre interrompida em intervalos regulares controlados. A aplicação do plasma pulsado faz com que o processo seja mais eficiente, pois, os íons de nitrogênio, que são acelerados em direção à amostra durante o tempo de pulso “ligado” do plasma, se recombina com elétrons livres durante o estado desligado do pulso e geram átomos altamente reativos próximos à superfície (OLIVEIRA, 2005). Posteriormente ao pulso, as cargas nas regiões de plasma confinado serão dispersas, de forma a restabelecer o equilíbrio do plasma, assim, é atenuada a abertura de arco, superaquecimento das peças e efeitos de borda (BÁRDOS, 2010).

Além disso, arcos elétricos (altas descargas de corrente carregadas em plasma, não controladas sobre a superfície da peça) podem ser eliminados em microssegundos no processo de nitretação por plasma pulsado, de modo que a superfície da peça não será mais danificada.

Para realizar a nitretação por plasma pulsado foi desenvolvido um sistema de chaveamento transistorizado para geração de potência com frequências entre 1000 e 10000 Hz. Utilizando a frequência destes equipamentos, praticamente nenhum arco pode se desenvolver, se as seguintes condições forem preenchidas:

- A forma do pulso deve ser quadrado, de forma a permitir um salto na voltagem de zero para a voltagem de descarga.

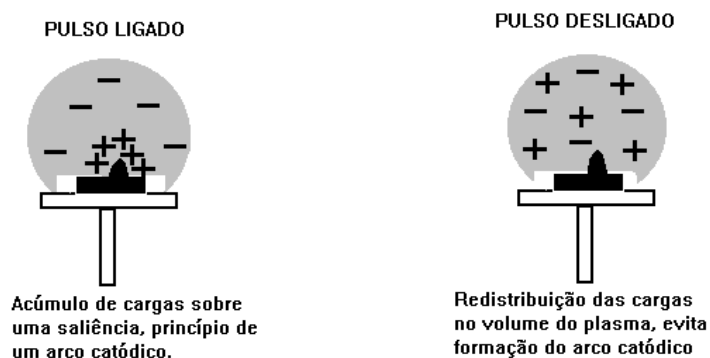
- O tempo de duração do pulso ou largura do pulso deve ser menor que o tempo de desenvolvimento do arco, por exemplo, menor que 100 ms. Desta maneira toda a carga na região de plasma confinado será dispersa, restaurando o equilíbrio de cargas, figura 2.4.

- O tempo de repetição do pulso ou pausa do pulso deve ser pequeno o suficiente para permitir uma fácil ignição da descarga para o próximo pulso.

- A razão entre a largura e a pausa do pulso deve ser variável, de forma a controlar a potência de entrada e assim controlar a temperatura da peça. Para maior pausa, menor a potência média fornecida e consequentemente menor a temperatura.

- Se necessário, o corte na corrente deve ser possível durante cada pulso.

Figura 2.4 - Mecanismo de eliminação de arco catódico devido a presença de um plasma pulsado.



Fonte: ALVES JR, 2001.

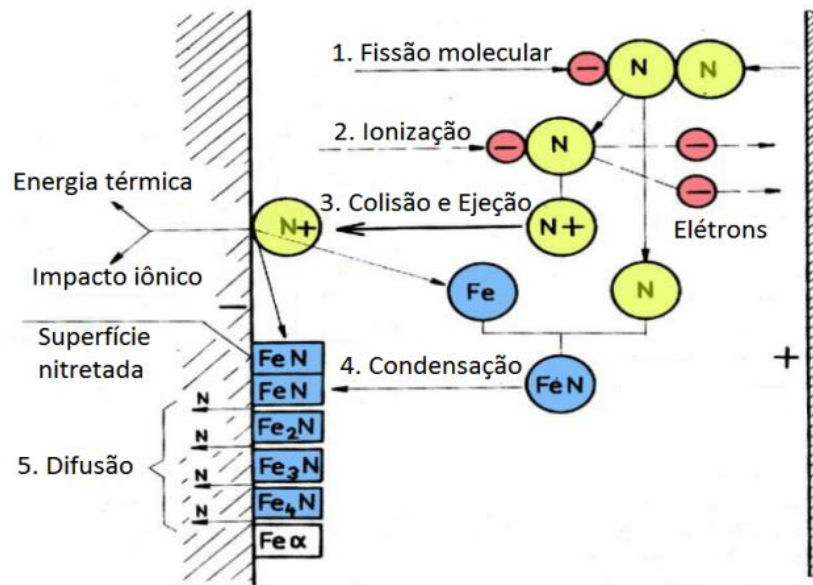
As cargas nas regiões de plasma confinado também serão dispersas após o pulso, evitando a formação de arco e o superaquecimento das peças (ALVES JR, 2001).

2.3 INTERAÇÃO DE ÍONS COM A MATÉRIA

A colisão dos íons com a superfície nos processos de nitretação por plasma ocasiona o transporte de nitrogênio do plasma para a superfície e este fenômeno ocorre fora do equilíbrio (Figura 2.5). Dessa forma, um plasma de nitrogênio, e também um feixe de íons, permite a geração de átomos com alta energia e reatividade, com relação ao estado de gás.

Em estado de plasma, ou por meio de um feixe de íons, as moléculas de nitrogênio são dotadas de uma energia em geral muito maior que a sua energia de ligação, além de estarem muitas vezes em estados excitados (ZAGONEL, 2006).

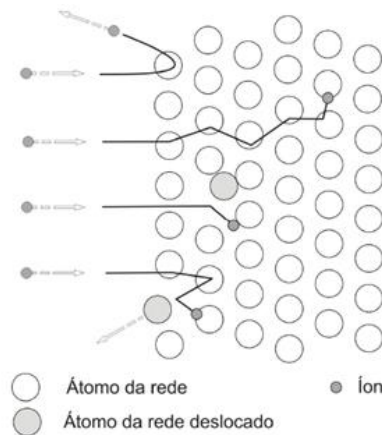
Figura 2.5 - Diagrama do processo de nitretação por plasma.



Fonte: Adaptado de SYKORA, 2015

As moléculas ionizadas atingem a superfície causando a sua dissociação, uma vez dissociada a molécula, os átomos resultantes podem ser implantados a uma determinada profundidade. A dissociação e a implantação, ainda que muito superficial, podem causar a reação química do átomo de nitrogênio com o sólido e assim fixá-lo. A Figura 2.6 representa os possíveis efeitos de interação de íons com a matéria (ZAGONEL, 2006).

Figura 2.6 - Interações de íons com a matéria



Fonte: ZAGONEL, 2006.

De fato, quando um íon monoatômico atinge uma superfície, além da dissociação e implantação, podem ocorrer ainda o retroespalhamento do íon incidente, a geração de defeitos na rede e o desgaste de átomos presentes na superfície, como são mostrados na Figura 2.6. A probabilidade de cada um destes fenômenos ocorrer depende dos átomos envolvidos e fundamentalmente da energia cinética do íon incidente.

2.4 DIFUSÃO DO NITROGÊNIO

De uma perspectiva atômica, a difusão consiste simplesmente na migração passo a passo dos átomos de uma posição para outra na rede cristalina. De fato, os átomos nos materiais sólidos estão em constante movimento, mudando rapidamente de posições. Para um átomo fazer esse movimento, duas condições devem ser atendidas: (1) deve existir uma posição adjacente vazia e (2) o átomo deve possuir energia suficiente para quebrar as ligações atômicas com seus átomos vizinhos e então causar alguma distorção da rede durante o seu deslocamento (CALLISTER JR, 2003).

Uma vez dentro da zona de implantação, os átomos de nitrogênio definem o potencial químico, controlando sua difusão para o volume do material. Essa difusão é novamente regida pela termodinâmica e não depende da forma de transporte até a zona onde o potencial químico é definido, mas apenas das propriedades do material e temperatura a que este é submetido (ABRASONIS et al., 2005). Dessa forma, a difusão

depende da microestrutura da liga sendo nitretada e, em especial, do ambiente químico dos elementos de liga.

A difusão dentro do material é regida pela Lei de Fick, que pode ser escrita para o sistema conforme a equação 2.1 (CREMASCO, 2011):

$$\frac{\partial C(z,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C(z,t)}{\partial z^2} \quad (2.1)$$

Em que a concentração, dependente da posição e do tempo, é dada em m^{-3} e o coeficiente de difusão é dado em m^2s^{-1} . Além da Lei de Fick, que rege o movimento de um soluto dentro do solvente, a nitretação inclui ainda, dentro do sólido, processos de precipitação de segregados e heterogeneidades da microestrutura que geram diferentes rotas para a difusão (ZAGONEL, 2006).

2.5 NITRETAÇÃO DE MATERIAIS FERROSOS

A descarga elétrica dos íons promove a colisão com as espécies neutras (átomos e moléculas) que são ativadas e assim atingem a superfície das amostras com grande energia, provocando a ejeção (sputtering) dos átomos, tanto de ferro como de elementos de liga e de impurezas presentes na superfície (EDENHOFER, 1974, PART 1; LAMPE ET AL., 1993).

No entanto, existe a vertente de que em um plasma de nitrogênio puro as moléculas de N_2 vibracionalmente excitadas, seguidas de íons N^{2+} e átomos neutros N são as espécies ativas mais abundantes do processo. Outro aspecto importante diz respeito ao papel desempenhado pelas espécies neutras N e N_2 , inclusive nos processos de pós-descarga. Com isso, é dito que as espécies ionizadas e efeitos do *sputtering* da superfície não são imprescindíveis para a formação de camadas nitretadas, sendo fatores decisivos a temperatura do substrato e a presença de nitrogênio atômico que pode passar pelo processo de adsorção química na superfície e conseqüentemente difundido para o substrato. O papel do hidrogênio seria o de desoxidar a superfície do substrato ferroso e de produzir maior densidade de átomos livres de N , além de íons e radicais neutros do tipo NH_x (LOPES, 2016).

A ativação da superfície pelo plasma sabidamente aumenta a taxa de nitretação (KELLER, 1971; LAMPE et al., 1993). Em primeiro lugar, impurezas que poderiam

prejudicar a difusão do nitrogênio para dentro do material são removidas pelo bombardeio de íons e partículas neutras. A presença de hidrogênio na mistura gasosa causa a redução de óxidos de ferro, e o *sputtering* remove os demais óxidos, levando à despassivação da superfície.

Existe uma gama de parâmetros de tratamento que podem ser ajustados (voltagem, corrente, pressão e composição do gás, duração do tratamento, temperatura, etc.) e estes viabilizam a possibilidade de otimizar a microestrutura, espessura e propriedades mecânicas da camada de compostos e da zona de difusão.

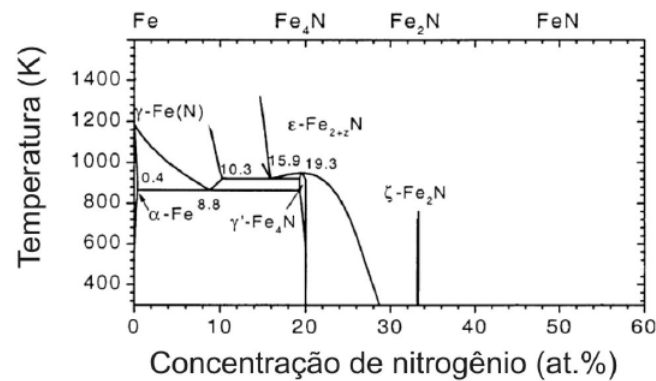
Em relação à cinética da nitretação por plasma, é importante mencionar que a potência e a densidade de corrente desempenham um papel secundário. O fator limitante desse processo é a introdução de nitrogênio no material, controlada ou pela taxa de difusão do nitrogênio através da matriz ou pela taxa de transferência de nitrogênio na interface entre a zona compósita e o substrato (SEGUNDOINAL et al., 1990).

2.5.1 Sistema ferro-nitrogênio

Considerando que o átomo de nitrogênio é consideravelmente menor do que o de ferro, não é possível colocar o primeiro em um sítio substitucional do segundo, onde o nitrogênio assumiria o lugar do ferro. No entanto, o nitrogênio é suficientemente pequeno para ocupar sítios intersticiais.

Assim, é formado um sistema semelhante ao ferro-carbono em certos aspectos. De modo que apenas uma pequena quantidade de nitrogênio pode ser diluída na rede cristalina do ferro e fases cristalinas de nitreto de ferro são formadas para concentrações maiores que o limite de solubilidade. Nesses casos, a rede cristalina é basicamente a rede cúbica de face centrada, rede do ferro em temperatura ambiente, com distorções que formam a fase cúbica de corpo centrado, de estequiometria Fe_4N ou, para maiores concentrações, a fase hexagonal compacta, de estequiometria Fe_{2-3}N . O diagrama de fase do sistema ferro-nitrogênio, mostrado na Figura 2.4, indica as regiões em que essas fases são termodinamicamente estáveis (ZAGONEL, 2006).

Figura 2.7 - Diagrama de fase do sistema ferro-nitrogênio



Fonte: ZAGONEL, 2006.

2.6 FERRO FUNDIDO

Os ferros fundidos são caracterizados em função de sua composição e microestrutura. Atualmente são classificados em 6 tipos distintos, quais sejam: ferro fundido branco, ferro fundido cinzento, ferro fundido mesclado, ferro fundido maleável, ferro fundido nodular e ferro fundido vermicular (Chiaverini, 2002).

- Ferro fundido branco – possui baixa concentração de silício em sua composição, e em função disso, o carbono se apresenta na forma combinada Fe₃C em quase toda sua estrutura. Possui denominação “branca” em função da coloração clara apresentada nos pontos de fratura. Suas principais características são alta dureza e baixa ductilidade, o que restringe muito sua aplicação em engenharia. É utilizado como matéria prima para a produção de ferro fundido maleável, através de tratamento térmico de maleabilização.

- Ferro fundido cinzento – possui alta concentração de silício, o que proporciona a formação de carbono livre na forma de veios grafíticos. Apresentam uma faixa de limite de resistência à tração variando de 100 a 400 MPa, sem alongamento expressivo, além de excelente usinabilidade. A grafita em veios fornece boa condutividade térmica, característica que permite o uso de ferros fundidos cinzentos em componentes sujeitos a fadiga térmica (tambores e discos de freio, cabeçotes de motor). Ainda deve ser destacada a capacidade de atenuação de vibrações, através da transformação das energias vibratórias em energia térmica. Essa propriedade possibilita o uso de ferro fundido cinzento em bases de máquinas e equipamentos, além de

aplicações com restrições de ruído (blocos de motor, carcaças, discos de freio). É denominado “cinzento” em função da coloração escura apresentada em suas regiões de fratura.

- Ferro fundido mesclado – Quando a solidificação resulta na formação de áreas de ferro fundido branco e de ferro fundido cinzento, em virtude de parte de sua solidificação se verificar segundo o sistema estável (austenita-grafita) e parte, segundo o sistema metaestável (austenita-carboneto). O ponto de fratura apresenta a coloração cinza-claro, também em função da mistura das características dos ferros fundidos branco e cinzento. Suas propriedades são intermediárias entre os ferros fundidos brancos e cinzentos.

- Ferro fundido maleável – É obtido a partir do ferro fundido branco através de tratamento térmico de maleabilização, onde a cementita se decompõe em grafita e austenita, dando origem aos chamados ferros maleáveis de núcleo preto (ou americano), ou é removida parcialmente por oxidação, com a formação de alguma grafita, sendo então chamado ferro maleável de núcleo branco (ou europeu). Possuem como características de destaque a melhor usinabilidade comparada entre os ferros fundidos branco e cinzento e alguns aços como SAE 1022, 1112 e 1035. Sua ductilidade também chama a atenção por ser superior a dos ferros fundidos cinzentos, apresentando alongamentos que ultrapassam os 10%. São aplicados na produção conexões para tubulações hidráulicas, conexões para linhas de transmissão elétrica, sapatas de freios entre outros.

- Ferro fundido nodular – se caracteriza pela presença do carbono livre na forma de nódulos grafíticos, distribuídos em matriz ferrítica, perlítica ou ferrítica-perlitica, resultante de um processo denominado nodulização, feito ainda no estado líquido. Possui como características a ductilidade, aliada a elevados limites de resistência à tração. Em ferros fundidos nodulares de matriz ferrítica, os limites de resistência variam de 380 a 450 MPa associados a alongamentos de 7 a 22%. Já para ferros fundidos nodulares de matriz perlítica, os valores de limite de resistência podem atingir até 900 MPa com alongamentos de até 2%. A excelente combinação de propriedades vem fazendo com que essa liga substitua os ferros fundidos cinzentos, maleáveis e até alguns aços fundidos com o passar dos anos. Ferros fundidos nodulares são usados em eixos de comando de válvulas, carcaças, componentes hidráulicos,

engrenagens, coletores de exaustão, peças de suspensão de veículos, tubulações e válvulas para transporte de água, entre outros.

- Ferro fundido vermicular – Os ferros fundidos vermiculares, ou como também são conhecidos ferros fundidos de grafita compactada apresentam também carbono livre na forma de grafita. A grafita se apresenta na forma de escamas, ou seja, com a forma de plaquetas, estrias ou vermes (daí o nome vermicular). Para que a grafita se apresente na forma de vermes, é necessária a presença de elementos de liga como terras raras ou Ti, que reduzam a formação de nódulos. Essa liga possui como características uma fundibilidade parecida com a do ferro fundido cinzento, com melhor resistência mecânica e ainda alguma ductilidade. Suas aplicações típicas são coletores de exaustão, blocos de motores diesel de novas gerações, caixas de engrenagens, suportes de mancais e rodas dentadas. Os ferros fundidos vermiculares possuem condutibilidade térmica que permitem a sua utilização em peças fundidas utilizadas a temperaturas elevadas e/ou sob condições de fadiga térmica, como lingoteiras, cárter, tubulações de exaustão e discos de freio.

2.7 MECANISMOS DE DESGASTE

Desgaste é o dano produzido em uma superfície causado pela interação com outra superfície. Envolve a perda progressiva de material devido à carga e deslocamento entre as mesmas. O comportamento do material em situações de desgaste depende do tipo de contato, do nível de tensão, da temperatura resultante e da natureza do ambiente. Para mantê-lo dentro de limites aceitáveis faz-se geralmente uso de materiais mais resistentes e tratamentos de superfície. São identificados quatro tipos de desgaste: abrasivo, adesivo, corrosivo e desgaste por fadiga de contato (TIER, 1998).

2.7.1 Desgaste Abrasivo

Forma de contato que ocorre quando uma superfície com alta dureza e rugosidade ou uma superfície contendo partículas duras desliza sobre outra superfície mais macia, causando sobre esta uma série de sulcos. É resultante da penetração e formação de ranhuras com a retirada de material de uma superfície por outro corpo. Pode ocorrer com ou sem a presença de lubrificante. Um caso típico de desgaste abrasivo envolve uma superfície em contato com partículas sólidas com formas e

propriedades mecânicas diversas. O que ocorre quando duas asperezas atuam é que em vez de deformar-se ou aderir, a mais dura corta ou risca a mais macia. Isso produz uma perda significativa de material na superfície mais macia (GOBBI, 2009).

2.7.2 Desgaste Adesivo

Processo de desgaste que ocorre quando um corpo desliza sobre o outro retirando fragmentos de uma das superfícies e aderindo a outra. É identificado por produzir cavaco descontínuo. Ocorre principalmente em situações onde a lubrificação é insuficiente e inadequada e quando os materiais em contato são compatíveis (GOBBI, 2009).

Quando dois corpos são colocados em contato com carregamento, a pressão de contato entre as asperezas é elevada, causando adesão entre elas. Existem grandes forças inter atômicas de curto alcance que atuam nas superfícies em contato. Se uma das superfícies é movida em relação à outra a adesão existente sofrerá ruptura, gerando partículas de desgaste (GOBBI, 2009).

Em uma grande parte de contatos deslizantes, como mancais, engrenagens, correntes, a causa de falhas rápidas, algumas vezes catastróficas, é o desgaste adesivo. Quando duas superfícies de contato não são devidamente separadas, como por exemplo, por um lubrificante, este modo de desgaste é quase inevitável (BUYTOZ, 2005).

A formação de filmes na superfície de desgaste é uma característica do desgaste adesivo, onde material é transferido de uma superfície para outra podendo ser subsequentemente liberado como partícula de desgaste. Isto distingue o desgaste adesivo da maioria dos outros mecanismos de desgaste (OLIVEIRA, 2006).

Na adesão nem sempre encontramos exclusivamente partículas do material mais macio. Em geral, fragmentos do material mais duro aparecem em menor quantidade. Isto indica que neste último existem zonas de baixa resistência. Se a união coincidir com uma área de alta resistência do material mais macio, serão formadas partículas provenientes do corpo duro.

2.8 ESCARIFICADORES

O escarificador é um implemento agrícola utilizado no preparo da terra que apresenta algumas diferenças nos resultados obtidos, se o compararmos ao arado

convencional e à grade. A sua utilização quebra a compactação do solo, que ocorre pela utilização dos outros implementos mecanizados.

A escarificação é a mobilização do solo a uma determinada profundidade, tendo-se pouca alteração na sua superfície (MACHADO et al., 1996). As ponteiros são as partes ativas do escarificador, responsáveis diretas pela mobilização do solo.

A durabilidade das ponteiros de escarificadores ainda é um problema a ser resolvido, pois o desgaste gerado pelo solo força a substituição periódica desses componentes no escarificador. Esse procedimento além de ser dispendioso, onerando o produtor, demanda tempo, que poderia ser utilizado em trabalho efetivo.

Dentre os tipos de desgaste, o abrasivo é o que melhor descreve a ação do solo sobre ferramentas de preparo (BHOLE & YU, 1992), pois pressupõe o deslizamento de uma superfície rugosa com partículas duras (solo) sobre uma superfície macia (ponteira), gerando nessa última o desprendimento de material, sem que haja a posterior adesão desse à outra superfície do par. Há fatores no solo, no material da ferramenta e no próprio sistema de abrasão que afetam o desgaste.

No solo é importante a textura (tamanho, forma, dureza e quantidade de uma determinada partícula) e o teor de água. Na ferramenta, há que se considerar a dureza do material, sua resistência mecânica, sua resistência à propagação de fissuras e sua composição (liga presente). No sistema de abrasão deve-se levar em consideração a pressão na superfície de contato, a duração do contato e a velocidade do contato (GILL & VANDEN BERG, 1968; KEPNER et al. 1972).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

A realização deste trabalho consistiu em duas etapas: primeiramente foram estudadas e definidas as melhores condições de nitretação, através da análise das propriedades mecânicas obtidas em amostras de escala laboratorial, utilizando as técnicas de nitretação por plasma DC e plasma DC pulsado.

O material usado para essa investigação foi o ferro fundido nodular, cuja composição está apresentada na Tabela 3.1. Foi determinada a melhor condição de nitretação, em função de parâmetros como temperatura, pressão e tempo de tratamento para amostras. Posteriormente foi analisada a formação de camadas de nitretos e a microdureza superficial para cada condição de tratamento utilizada. Após isso, aplicou-se a condição de tratamento que resultou em melhorias mais eficientes em peças reais de trabalho (hastes de escarificadores), que foram nitretadas, e utilizadas em campo na UFERSA.

Tabela 3.1- Composição química (% em peso) do ferro fundido nodular

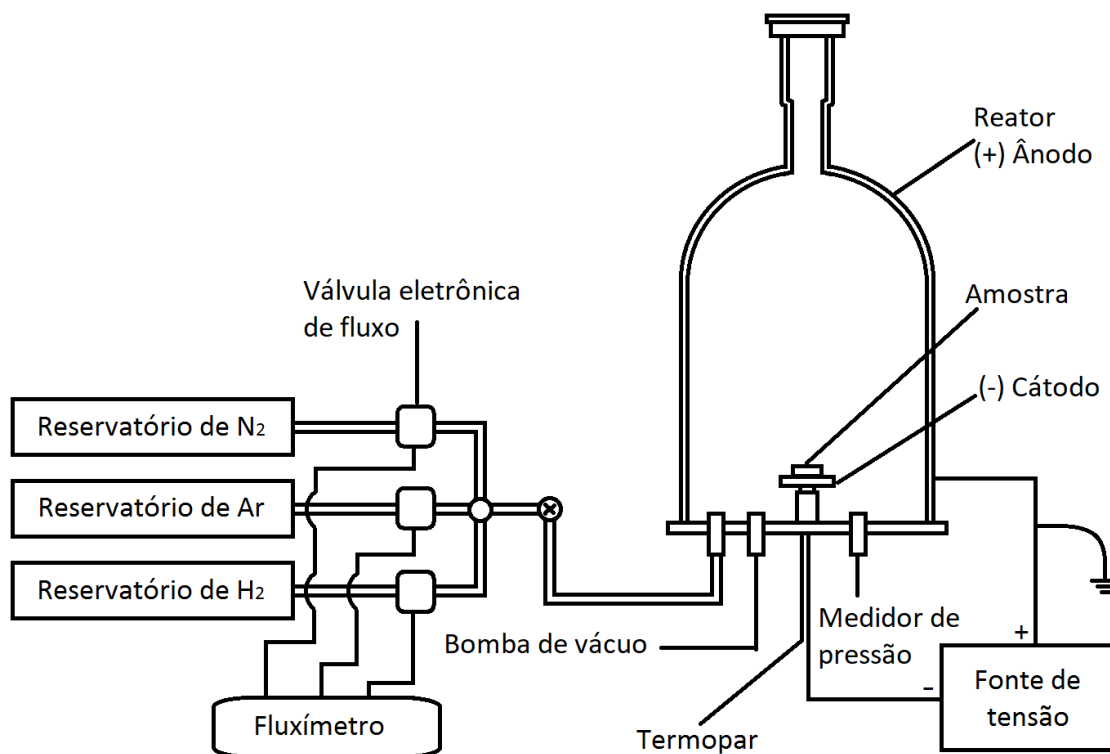
Fe	C	Mn	Si	S
94,3	4,4	1,0	0,2	0,1

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

3.1 EQUIPAMENTO DE NITRETAÇÃO POR PLASMA

O tratamento de nitretação por plasma das amostras e peças de ferro fundido nodular foi realizado em um reator acoplado a uma fonte pulsada, do Laboratório de Deposição de Filmes da UFERSA. O esquema do equipamento está ilustrado na figura 3.1.

Figura 3.1 - Esquema do equipamento usado



Fonte:(PRÓPRIO AUTOR, 2017).

Os componentes do sistema são:

a) Reator de nitretação (Figura 3.2): recipiente cilíndrico fabricado em aço inoxidável com 450 mm de diâmetro e 821 mm de altura e fechado por um flange de aço inoxidável. A vedação é feita com gaxeta cilíndrica de “viton”. Na campânula é conectado o terminal positivo da fonte de potência, que constitui o ânodo. O flange inferior possui 8 orifícios, dos quais um é central no qual é fixada a haste de suporte do porta amostra, que por sua vez, é ligado ao terminal negativo da fonte (cátodo). Os seis orifícios, periféricos, servem para conexões necessárias ao sistema de vácuo, entrada de gases e sensor de pressão e de temperatura.

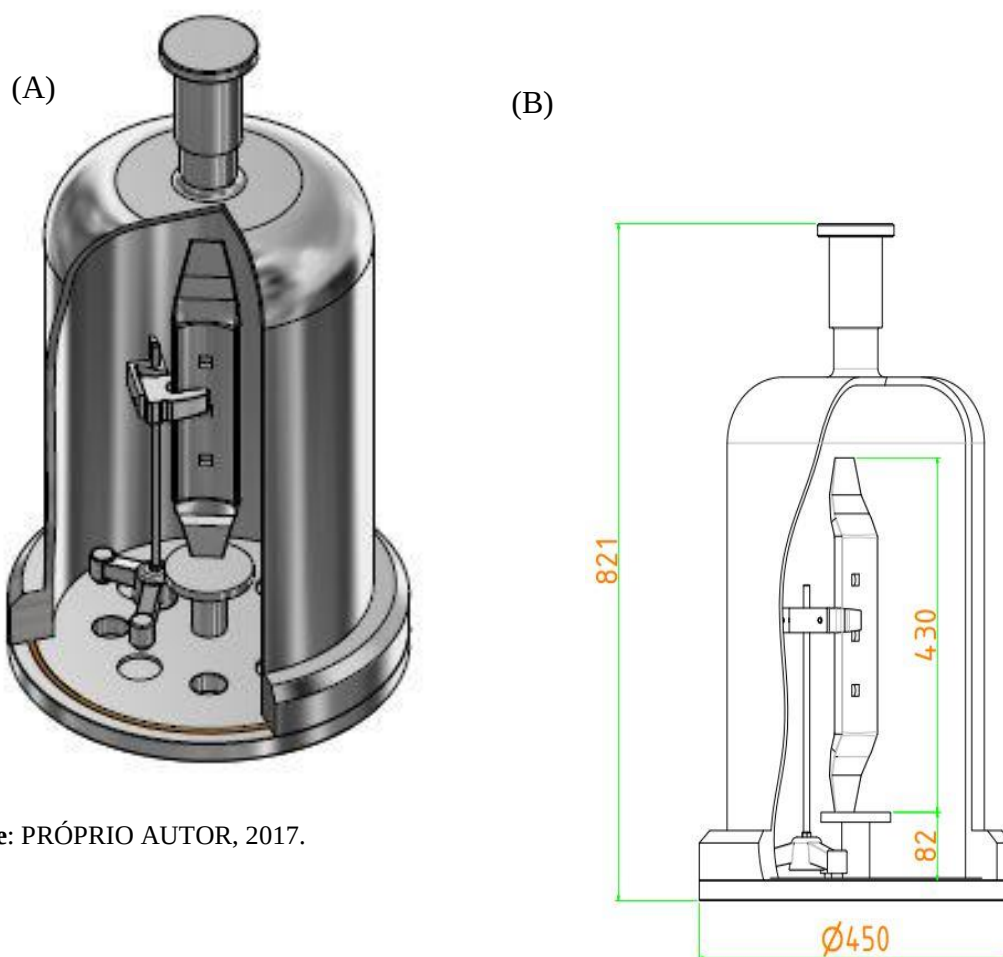
b) Sistema de vácuo: a pressão é reduzida no interior do reator por uma bomba mecânica rotativa Edwards (modelo E2M40), com capacidade de vácuo até 1 Pa (0,01 mbar). O monitoramento da pressão de trabalho é feito por um sensor de pressão de membrana capacitiva Edwards, modelo barocel W600 21811, com escala de fundo de 1000 Pa.

c) Fonte de tensão: foi utilizado um sistema de retificação que recebe tensão da rede elétrica convencional (corrente alternada, 220 V) e converte em corrente contínua (0 – 1200 V).

d) sistema de alimentação de gases: foi utilizado um mistura composta por N_2 , H_2 e Ar. Os gases são inseridos na câmara individualmente por meio de fluxímetros MKS 1179A. Os gases são misturados na linha de fluxo. O fluxo total foi fixado em 20 sccm (centímetro cúbico por minuto).

Os detalhes da montagem do sistema do reator juntamente com a ferramenta tratada é mostrado esquematicamente na figura 3.1.

Figura 3.2 - (A) Perspectiva da peça como montada no reator e (B) Representação esquemática com as dimensões do equipamento.



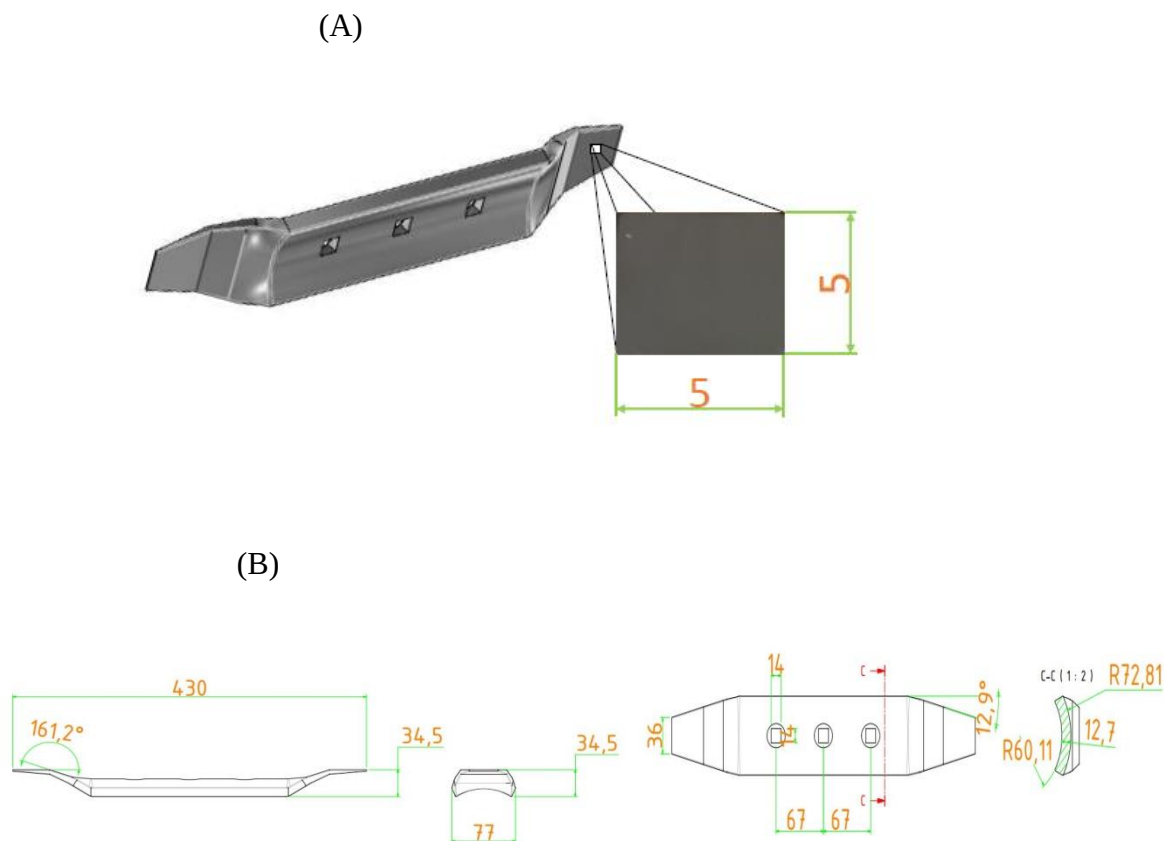
Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Uma haste de ferro fundido nodular de um escarificador, foi cortada em amostras de dimensões 5 mm x 5mm x 1 mm, as quais foram lixadas com 220, 400, 600

e 1500, posteriormente foram polidas em disco de feltro com solução de alumina. Após toda essa preparação metalográfica, as amostras foram nitretadas por plasma.

Figura 3.3 - A) Representação esquemática 3D da haste do escarificador, indicando a região de onde as amostras foram obtidas e (B) Dimensões da peça.



Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

3.3 TRATAMENTO DAS AMOSTRAS

Inicialmente as amostras foram nitretadas por plasma DC pulsado, sendo realizados três tratamentos, de modo que cada experimento foi feito com duas amostras. Os parâmetros utilizados para os tratamentos da superfície do ferro fundido nodular estão apresentados na tabela 3.2, vale salientar que para cada experimento foi variado apenas o tempo.

Tabela 3.2 - Parâmetros utilizados para o processo de nitretação por plasma pulsado

TEMPERATURA (°C)	500
PRESSÃO (mbar)	2,5
T_{ON} (Tempo ligado - ms)	100
T_{OFF} (Tempo desligado - ms)	50
ATMOSFERA	20% N ₂ + 80% H ₂
TEMPO (h)	2, 3 e 4

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

É importante ressaltar que antes de iniciar o tratamento com a atmosfera nitretante (20% N₂ + 80% H₂) foi utilizado o uma atmosfera de 100% do gás argônio (Ar) com o intuito de limpar o sistema e realizar o pré-sputtering.

As amostras também foram nitretadas por plasma DC, sendo realizados dois tratamentos, de modo que cada experimento foi feito com duas amostras. Os parâmetros utilizados para os tratamentos da superfície do ferro fundido nodular estão apresentados na tabela 3.3, vale ressaltar que para cada experimento foi variado apenas a pressão, uma vez que observou-se a melhor condição de tempo nos tratamentos anteriores, que foi quatro horas.

Tabela 3.3 - Parâmetros utilizados para o processo de nitretação por plasma DC

TEMPERATURA (°C)	500
PRESSÃO (mbar)	2,5 e 4
ATMOSFERA	20% N ₂ + 80% H ₂
TEMPO (h)	4

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

Assim, após as análises laboratoriais, foram estabelecidos os melhores parâmetros de tempo e pressão, 4 horas e 2,5 mbar (Tabela 3.4), para realizar a nitretação da haste completa. Foram executados dois processos de nitretação (B e A), sendo “A” uma duplicata de “B”. Nesses dois tratamentos, cada um foi realizado sobre o escarificador e uma amostra semelhante às anteriores simultaneamente para que estas pudessem ser caracterizadas em laboratório e assim confirmar a eficiência do tratamento. Em função da massa da haste ser significativamente elevada o sistema não

alcançou a temperatura de 500°C, sendo 400°C a temperatura máxima atingida e assim os tratamentos foram feitos a essa temperatura.

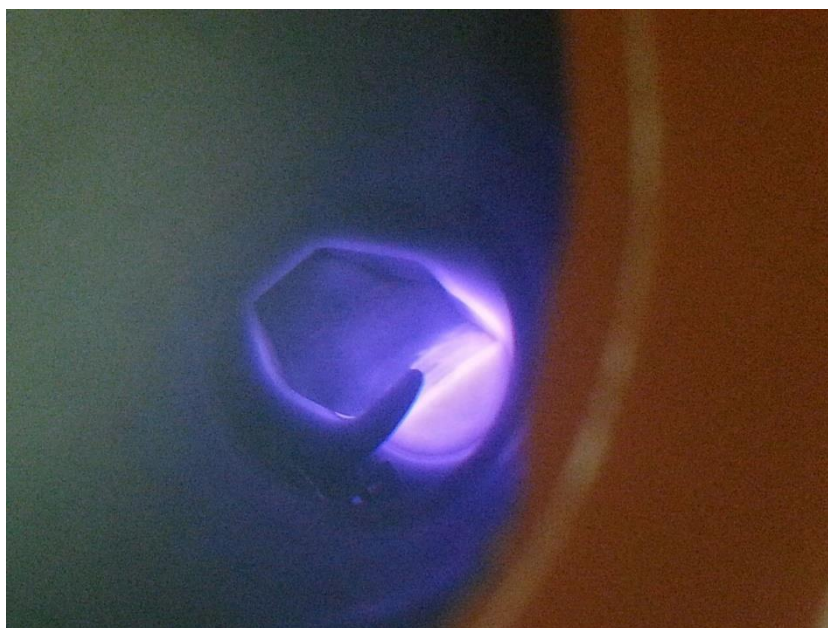
Tabela 3. 4 - Parâmetros utilizados para o processo de nitretação por plasma DC para tratar a haste completa

TEMPERATURA (°C)	400
PRESSÃO (mbar)	2,5
ATMOSFERA	20% N ₂ + 80% H ₂
TEMPO (h)	4

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

A Figura 3.4 ilustra o aspecto visual do plasma ativado durante o tratamento da haste completa.

Figura 3.4 - Aspecto visual do plasma no experimento com a haste completa



Fonte: AUTOR PRÓPRIO, 2017

3.4 ENSAIO DE MICRODUREZA

A avaliação de microdureza Vickers em superfície das amostras foi realizada com carga de 0,98 N. O microdurômetro é um Pantec, modelo HVS – 1000. Os valores obtidos são uma média de 5 medidas tomadas em cada região das camadas analisadas.

3.5 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X

A difratometria de raios-X foi realizada com a geometria Bragg-Brentano para a identificação das fases presentes na formação de compostos superficiais foi utilizado um difratômetro de raios-X Shimadzu XRD, modelo XCR-6000:

- Radiação; Cu- α ;
- Potência: 40 kV;
- Ângulo de varredura (2θ): de 20 a 80°;
- Ângulo de avanço: 0,02°;
- Intervalo de tempo por avanço: 1,5 s.

A identificação das fases foi realizada com auxílio do programa PMGR do pacote de programas da Shimadzu.

3.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A microscopia eletrônica de varredura é uma técnica de obtenção de imagens de uma superfície que utiliza elétrons ao invés de luz. A principal vantagem na utilização desta técnica é a larga profundidade de foco, que permite que uma grande área da superfície seja observada simultaneamente. Produz imagens de alta resolução e não requer uma elaborada preparação de amostras quando estas são condutoras.

Seu princípio básico de funcionamento é uma varredura por feixe de elétrons de uma superfície e a aceleração, obtida por uma modulação de espelhos eletromagnéticos. Os elétrons arrancados da superfície são acelerados e posteriormente modulados da mesma forma que o feixe incidente. Ao atingirem uma tela, do tipo tradicional de tubo de raios catódicos, é formada a imagem.

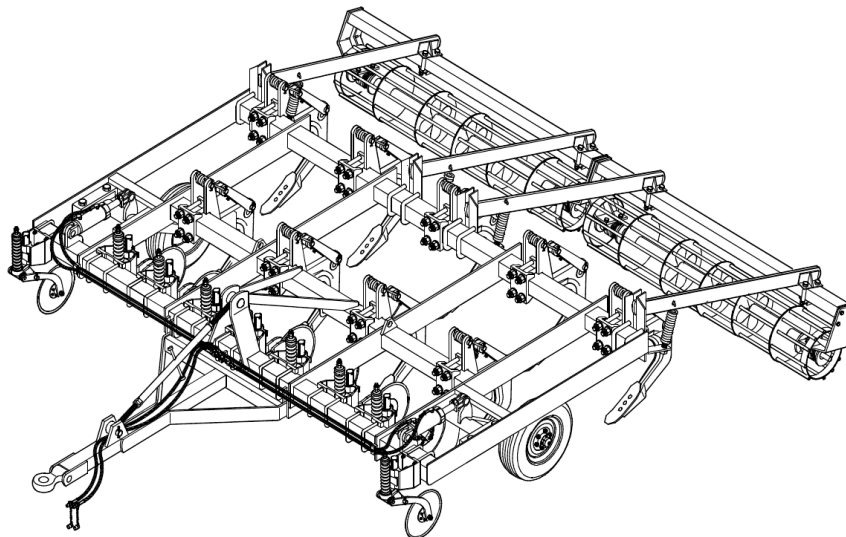
Foi utilizado O microscópio eletrônico o tipo VEGA 3 LMU da marca TESCAN, pertencente ao LIMEV (Laboratório institucional de microscopia eletrônica de varredura) da UFERSA, com o qual foram tomadas imagens de topo e de perfil dos substratos com vistas a obtenção da estrutura e espessura dos filmes depositados e camadas nitretadas.

3.7 ENSAIO DE CAMPO

Para a realização do experimento utilizou-se um trator marca John Deere, modelo 6110J, 4 x 2 com tração dianteira auxiliar (TDA) e potência na rotação nominal

de 80,9 kW (110 CV). O escarificador utilizado foi da marca Marchesan, modelo AST/MATIC, com 5 hastes espaçadas de 0,40 m, largura de trabalho de 2,0 m e profundidade máxima de 0,45 m. O esquema do escarificador está ilustrado na figura 3.3.

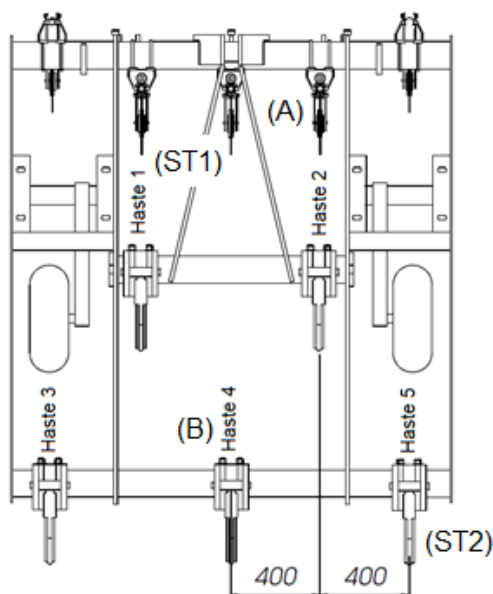
Figura 3.5- Desenho esquemático do escarificador



Fonte: MANUAL DO FABRICANTE, 2017.

A marcha utilizada foi a 2ª A, com velocidade teórica, segundo manual do fabricante de 2,61 km/h. As hastes foram dispostas no implemento, conforme a figura 3.4 e a descrição das hastes está na tabela 3.5.

Figura 3.6 – Disposição das hastes no escarificador.



Fonte: MANUAL DO FABRICANTE, 2017.

Tabela 3.5 – Descrição das hastes

Haste	Descrição
1	Haste não tratada (ST1)
2	Haste tratada (A)
3	Haste não tratada (de outro fabricante)
4	Haste tratada (B)
5	Haste não tratada (ST2)

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

Após cada ciclo operativo de uma hora as ponteiras foram retiradas do implemento, lavadas para a retirada de resíduos de solo e em seguida foram pesadas. Para aquisição dos dados de duração do ensaio, velocidade de deslocamento e distância percorrida (Tabela 3.6) utilizou-se uma placa Arduino shield gps, arca U-blox, modelo NEO-6M e conectado a uma placa de desenvolvimento Arduino Mega e foram armazenados em um micro SD Card (Cartão de memória).

Tabela 3.6 – Tempo de ensaio, distância e velocidade percorrida

Tempo (h)	Duração (s)	Distancia percorrida (m)	Velocidade média (Km/h)
0	0,0	0,0	0,0
1	3663,0	2180,0	2,38
2	3605,0	2388,0	2,38
3	3616,0	2374,0	2,33
4	3575,0	2273,0	2,24
5	3552,0	2212,0	2,19

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

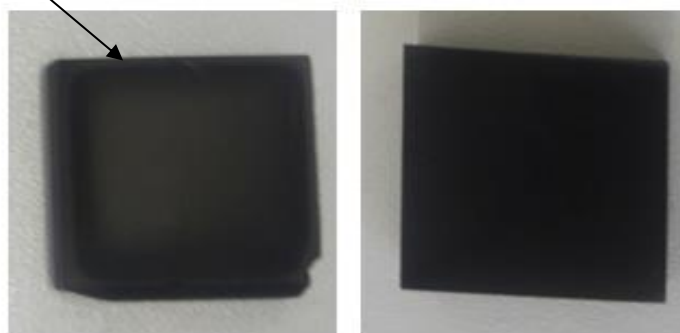
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE DA FORMAÇÃO DE CAMADA NITRETADA

Fazendo uma observação macroscópica das amostras tratadas (Figura 4.1), é perceptível que na superfície das amostras nitretadas por plasma DC existe uma região próxima às bordas em que ocorre uma alteração na espessura ou mesmo a ausência da camada de nitretos, identificada pela alteração da cor, também denominada por efeito de borda (SOUSA, 2005).

Figura 4.1- Aspecto visual das amostras de ferro fundido nitretadas com fontes diferentes

Efeito de borda



Tratamento por plasma DC

Tratamento por plasma DC pulsado

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

Os efeitos de borda são resultantes do *sputtering* não uniforme. Isso ocorre devido ao fato de que as bordas imersas em plasma provocam a curvatura das linhas de campo elétrico definindo uma incidência oblíqua de partículas do plasma em uma região ao longo da borda. Considerando que o *sputtering* oblíquo é mais efetivo que o *sputtering* com incidência normal, há nessa região um predomínio da taxa de *sputtering* comparada à taxa de deposição superficial (BOEUF et al., 1988).

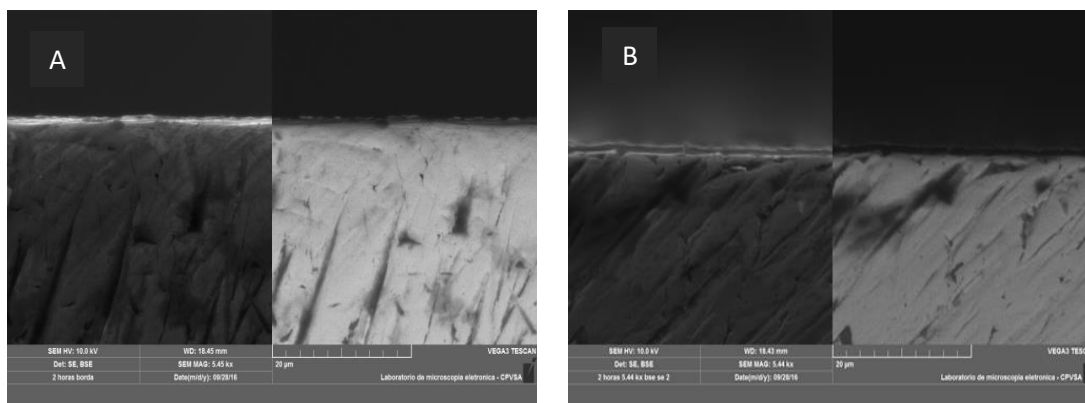
No entanto, as amostras tratadas em plasma DC pulsado mostram uma maior uniformidade ao longo da superfície. Isso se deve ao fato de que no plasma pulsado a aceleração das partículas carregadas via campo elétrico não se mantém durante a fase de desligamento. No tratamento por plasma pulsado a taxa de bombardeamento é menos intensa (menor energia) se comparada com a nitretação por plasma DC. No entanto, a densidade de elétrons é muito alta, ela se mantém crescente nas primeiras dezenas de microsegundos e alcança um valor estacionário cerca de 100 microsegundos após corte da descarga. Com isso, o bombardeamento iônico não é tão severo na região das bordas,

embora a temperatura no cátodo não diminua na mesma proporção (HENRION et al., 1997).

Como não foi encontrado na literatura o tempo ideal de tratamento para o ferro fundido nodular, foi necessário realizar um estudo sistemático de três diferentes tempos de tratamentos iniciais baseado na nitretação de aços de baixa liga. A seguir serão apresentadas todas as análises em amostras tratadas por plasma DC e DC pulsado.

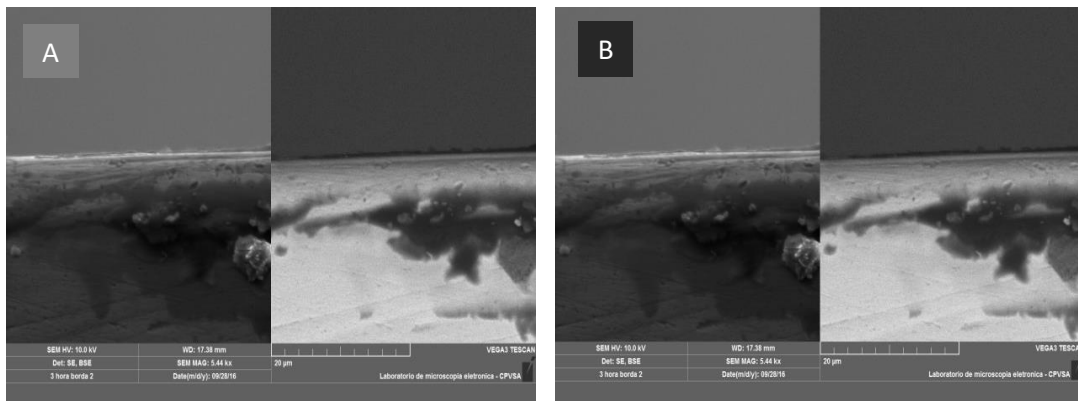
As figuras 4.2, 4.3 e 4.4 mostram os comparativos das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados (BSE-MEV) em função do tempo de tratamento, por plasma DC pulsado, que cada amostra foi submetida. Todas elas foram tratadas a temperatura de 500°C e a pressão de 2,5 mbar.

Figura 4.2 - Amostra de ferro fundido nodular nitretado por 2 horas (aumento de 5000x). (A) Borda da amostra. (B) Centro da amostra. À esquerda MEV e a direita BSC – MEV.



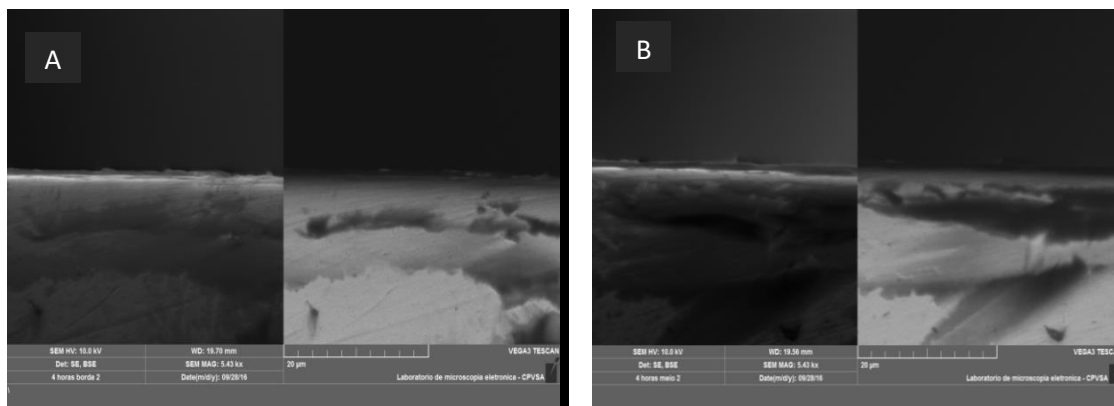
Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

Figura 4.3 - Amostra de ferro fundido nodular nitretado por 3 horas (aumento de 5000x). (A) Borda da amostra. (B) Centro da amostra. À esquerda MEV e a direita BSC – MEV



Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

Figura 4.4 - Amostra de ferro fundido nodular nitretado por 4 horas (aumento de 5000x). (A) Borda da amostra. (B) Centro da amostra. À esquerda MEV e a direita BSC – MEV.



Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

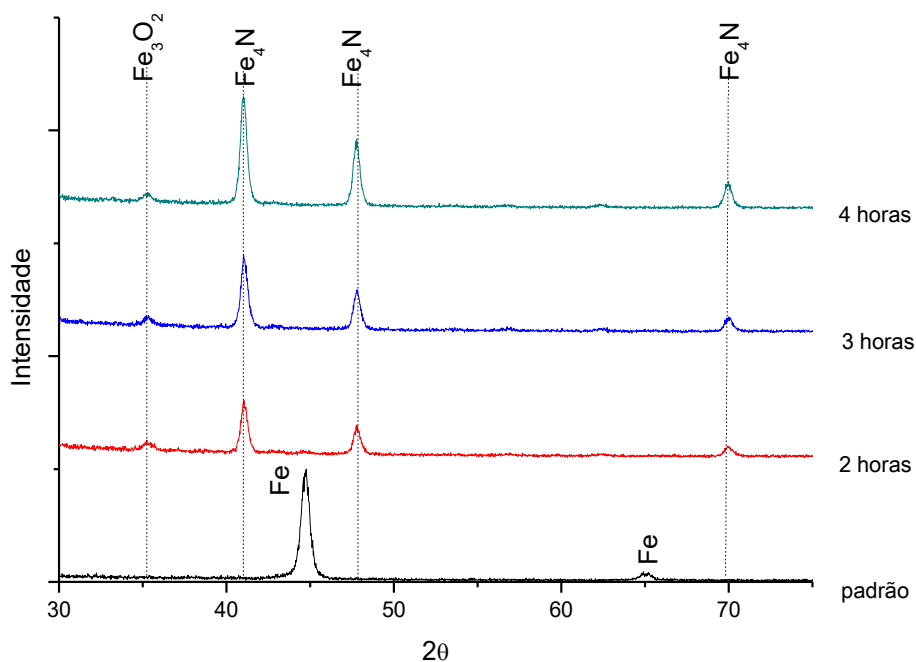
As imagens acima revelam a formação da camada nitretada nas amostras tratadas por plasma DC pulsado. Na amostra tratada por 2 horas (Figura 4.2) já é perceptível a diferença de espessura entre a camada de nitretos formada na borda (A) e no centro da amostra (B), sendo a primeira mais espessa. Nas demais imagens (Figuras 4.3 e 4.4) também está evidenciada a formação de nitretos de ferro, conforme visualizado na difração de raio x, com uma espessura crescente, em função do maior tempo de tratamento, 3 e 4 horas, respectivamente, além da diferenciação de espessura da camada formada na borda e no centro, sendo a primeira superior a segunda.

De acordo com as análises de microdureza e tomando como base a espessura de camada verificada através do MEV, pode-se ressaltar que o aumento da dureza está associado ao crescimento da espessura de camada. Contudo, não é possível, por meio deste estudo, afirmar que a relação entre essas duas grandezas é linear.

4.2 ANÁLISE DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Através da difração de raios X é possível afirmar que houve difusão do nitrogênio nas camadas superficiais das amostras tratadas por plasma DC pulsado, conforme figura 4.5, já que na amostra sem tratamento existe apenas o ferro (Fe), enquanto que essa fase de ferro é substituída pela fase γ' -Fe₄N, destacando o tempo de tratamento de quatro horas em que os picos referentes às camadas dos nitretos de ferro são mais intensos. Além desta, o difratômetro evidenciou pequena oxidação do material representada pelo pico de Fe₃O₂. Vale ressaltar que as amostras foram tratadas a temperatura de 500°C e a pressão de 2,5 mbar.

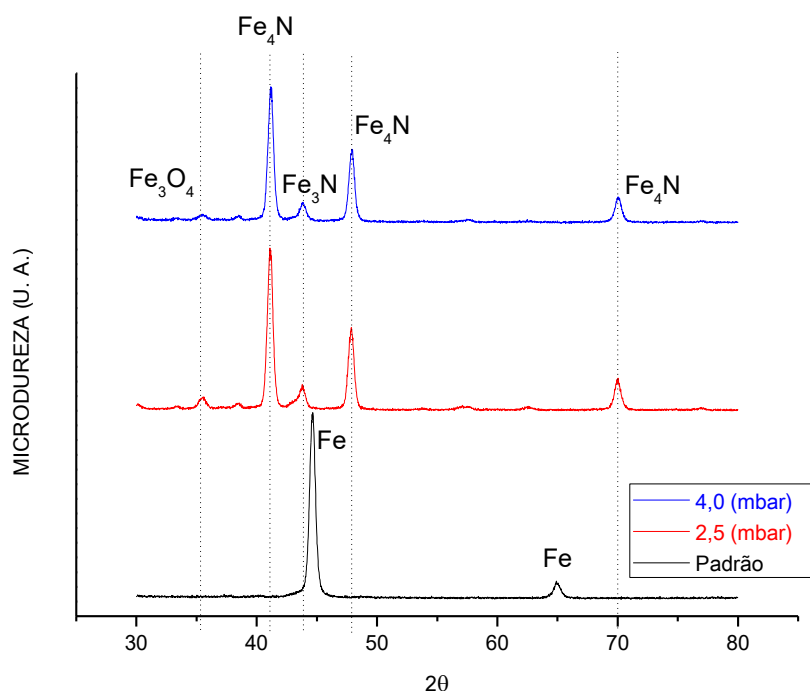
Figura 4.5 - Difração de raio x de amostras tratadas à 2,5 mbar na fonte DC pulsada.



Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

Para as amostras tratadas por plasma DC, as fases encontradas na difratometria de raios X são análogas às encontradas nas demais nitretadas por plasma DC pulsado, conforme figura 4.6. As amostras passaram por quatro horas de tratamento (escolha feita em função dos tratamentos feitos com plasma DC pulsado) submetidas a temperatura de 500 °C de modo que os processos foram realizados a pressões diferentes, 4 mbar e 2,5 mbar, respectivamente. A fase de ferro existente na amostra de referência foi substituída pelas fases γ' - Fe_4N e ϵ - Fe_3N , evidenciando a pressão de trabalho de 2,5 mbar em que os picos referentes aos nitretos de ferro são mais intensos. Neste caso, o difratômetro também identificou pequena oxidação do material representada pelo pico de Fe_3O_2 .

Figura 4.6 - Difratoograma de raio-X de amostras tratadas à diferentes pressões na fonte DC.

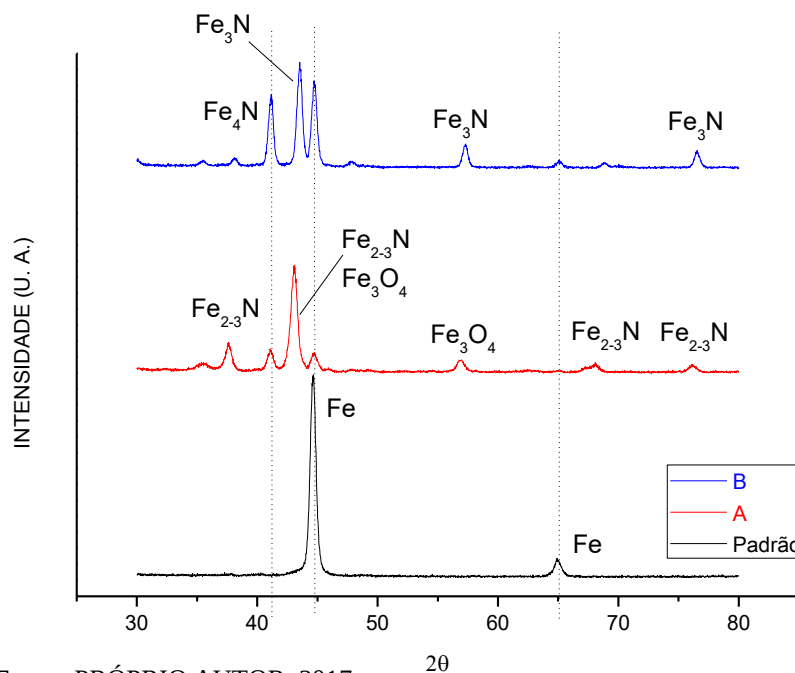


Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017

Uma análise mais detalhada dos espectros de raio-X mostra que a fase γ' - Fe_4N está presente em maior quantidade (intensidade) em todas as amostras tratadas, esse efeito deve-se ao sputtering que ocorre na amostra (cátodo) e é inerente ao processo. Segundo (RUSET, 2003) o sputtering provoca descarbonetação superficial em materiais ferrosos, favorecendo a estabilização desse nitreto.

Com respeito ao processo em que as amostras foram nitretadas simultaneamente às hastes completas, a análise de difratometria de raio-X (Figura 4.7) mostrou que o resultado foi semelhante ao obtido no caso anterior. Desta vez, os dois difratogramas das amostras tratadas apresentadas representam a nitretação da haste do escarificador (A) e uma reprodução do tratamento (B).

Figura 4.7 - Difratoograma de raio- X de amostras tratadas à 2,5 mbar na fonte DC.



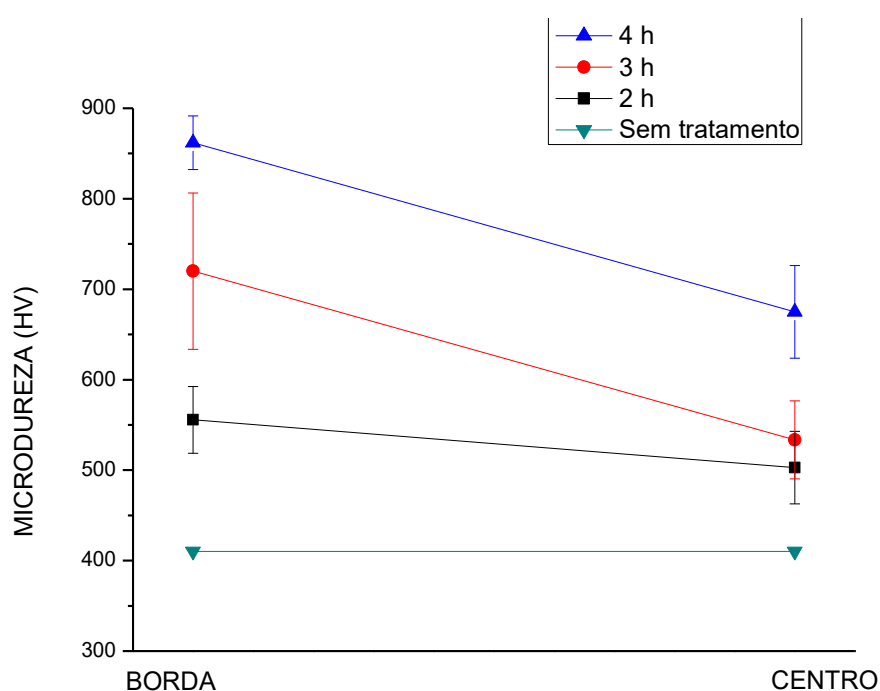
Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

É perceptível que houve predominância das fases $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ e $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$ ao invés da $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$, como foi observado nos tratamentos anteriores. As duas fases têm características similares, dependendo do teor de nitrogênio no composto Fe_{2-3}N (MELADO, 2011; BENDO, 2013). Outra particularidade é o congelamento predominante da fase $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ no difratograma “A” e $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$ e sutil presença da fase $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ no “B”. Essa diferença pode ter sido resultado da liberação de um composto orgânico proveniente das borrachas utilizadas como isolantes no experimento “A” o que não ocorreu no experimento “B”. Embora os parâmetros de controle do plasma tenham sido os mesmos, a atmosfera nitretante foi contaminada por elementos que não estavam previstos no processo. Em função disso, durante o tratamento ocorreram inúmeras aberturas de arcos e instabilidade elétrica do plasma. Outro aspecto relevante é a ocorrência da fase referente ao óxido (Fe_3O_4) que aparece significativamente mais intensa no experimento “A”, essa ocorrência pode ser explicada considerando a existência do elemento oxigênio nos poros da borracha utilizada e na sua própria estrutura química.

4.3 ENSAIOS DE MICRODUREZA

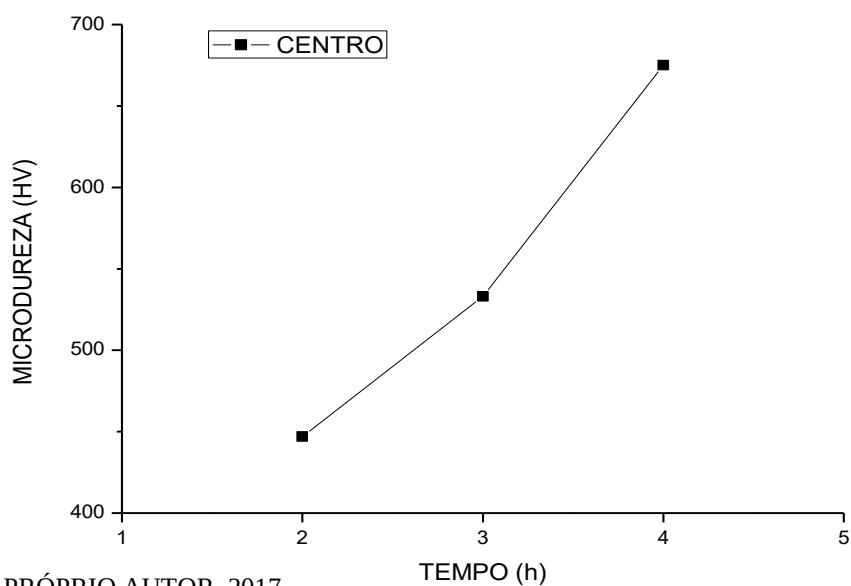
Os valores de microdureza das amostras nitretadas, com tempo de tratamento de 4 horas utilizando plasma pulsado se mostrou maior em qualquer tratamento realizado em comparação com a amostra de referência. Da mesma forma, os resultados mostraram interessante tendência ao maior endurecimento do material nas extremidades, diferentemente das amostras tratadas por plasma DC. A figura 4.8 representa a diferença de microdureza na borda da peça e no seu centro.

Figura 4.8 - Variação da microdureza com o tempo de tratamento por plasma DC pulsado sob pressão de 2,5 mbar



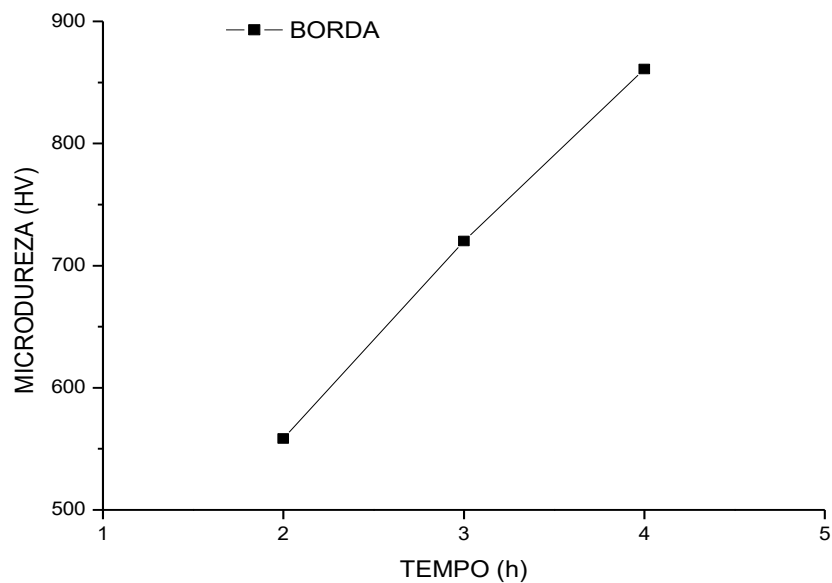
Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

As figuras 4.9 e 4.10 mostram o perfil de dureza localizado no centro e borda da amostra com respeito ao tempo de tratamento. As mesmas apresentam o mesmo perfil de aumento de dureza.

Figura 4.9 - Comportamento da microdureza no centro da amostra tratada por plasma DC pulsado

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

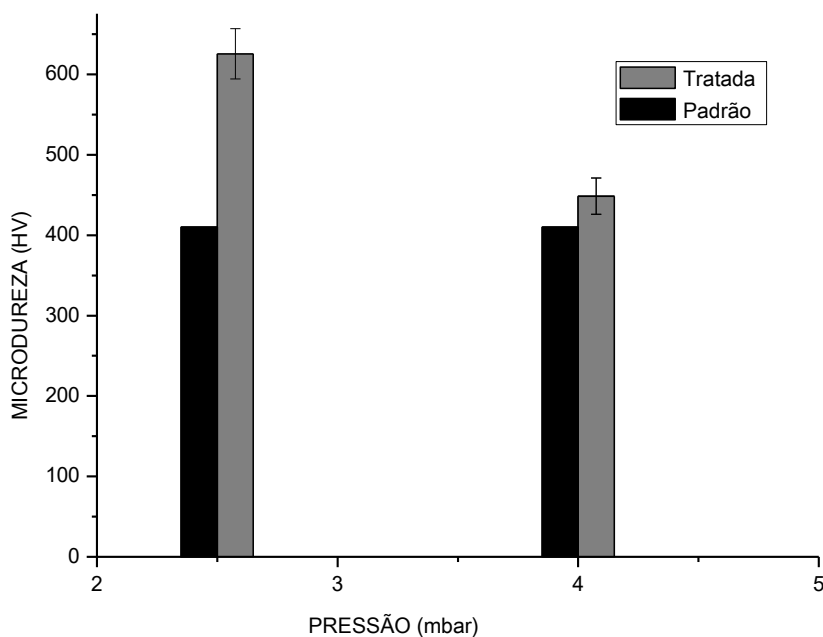
Observando especificamente a evolução da microdureza do centro da amostra tratada em função do tempo, é possível inferir que o aumento é significativo se comparado com o valor medido na amostra sem tratamento (Figura 4.9) e esse valor encontra seu máximo após quatro horas. Da mesma forma, é possível examinar o aumento de microdureza das peças tratadas particularmente em suas bordas, como pode ser visto na figura 4.10.

Figura 4.10 - Comportamento da microdureza na borda da amostra tratadas por plasma DC pulsado

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

As medidas de microdureza revelaram que as amostras tratadas à pressão de 2,5 mbar tiveram seus valores de microdureza significativamente mais elevados do que os valores da amostra padrão e das amostras tratadas a 4 mbar (Figura 4.11).

Figura 4.11 - Médias das microdurezas das amostras tratadas por plasma DC sob pressões diferentes

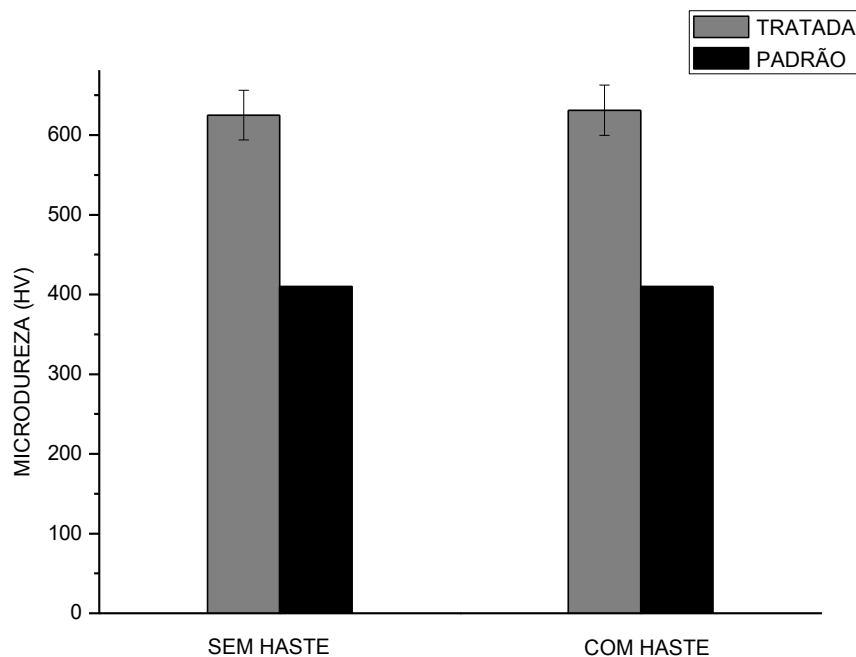


Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

Essa diferença dos valores de microdureza em função da mudança da pressão de trabalho pode ser correlacionada com a intensidade dos picos, que representam as fases dos nitretos: ϵ -Fe₂₋₃N, ϵ -Fe₃N e γ' -Fe₄N. É perceptível que a intensidade do pico inerente à fase do composto Fe₄N, referente ao tratamento de 4 mbar, é menor do que o do tratamento de 2 mbar.

As peças ferrosas nitretadas que apresentam a fase ϵ -Fe₃N possuem dureza superficial mais elevada do que aquelas que apresentam a fase γ' -Fe₄N, porém, apesar da predominância da fase γ' -Fe₄N nas amostras nitretadas sem a haste, o perfil de dureza semelhante às demais deve-se à existência da fase ϵ -Fe₃N. Assim, corroborando com as fases observadas na difratometria de raio x, é possível perceber que os valores de microdureza foram equivalentes para os dois casos em que o tratamento foi feito a pressão de 2,5 mbar (Figura 4.12).

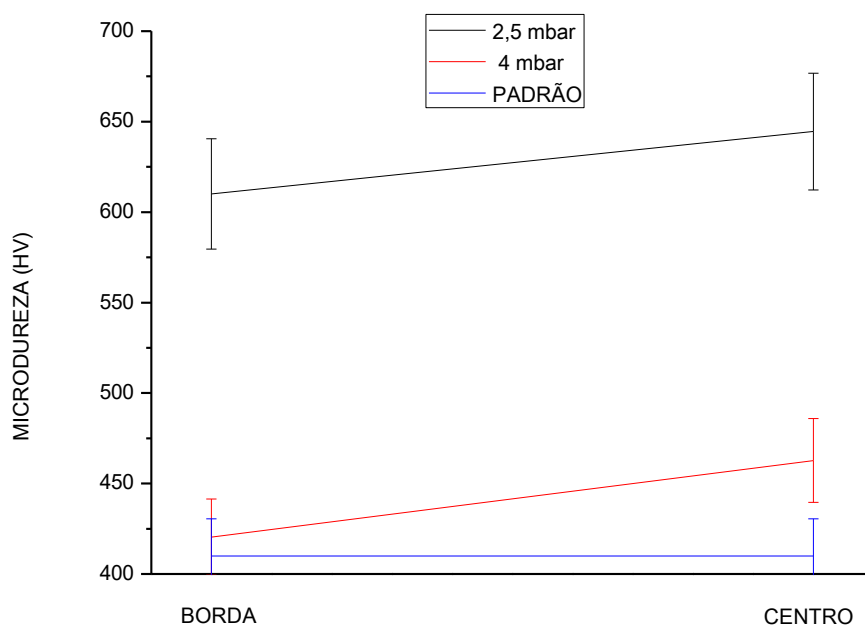
Figura 4.12 - Médias das microdurezas das amostras tratadas sem e com a haste sob pressão de 2,5 mbar.



Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

Conforme o que foi amplamente estudado e divulgado pela comunidade científica, a nitretação por plasma DC não oferece uniformidade superficial, de modo que na região próxima à borda, assim como o que foi observado no aspecto visual, a microdureza superficial da camada nitretada cai sistematicamente, se comparada com o centro da amostra (Figura 4.13).

Figura 4.13 - Variação da microdureza da borda e do centro das amostras tratadas por plasma DC.



Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017

4.4 ANÁLISE DA PERDA DE MASSA

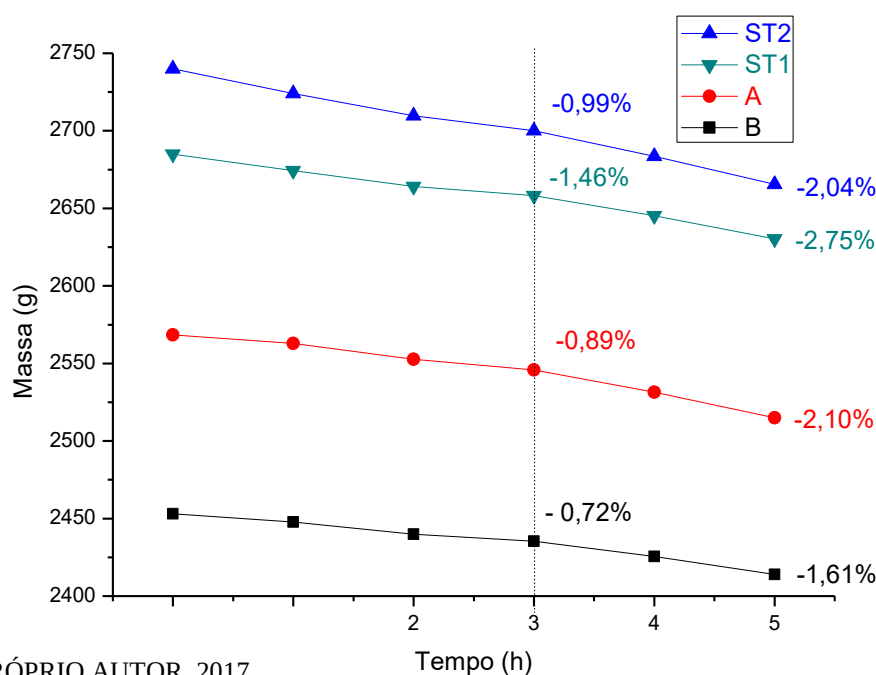
As hastes tratadas foram submetidas aos parâmetros de trabalho padrão realizado na UFERSA. Após nitretadas as ferramentas foram acopladas ao escarificador em conjunto com as não tratadas, com o intuito de avaliar o desgaste de todas elas sob as mesmas condições de solo. Na tabela 4.1 estão apresentados os dados referentes à diminuição das respectivas massas ao longo do tempo de contato com o solo, em que “A” e “B” representam as hastes tratadas nas mesmas condições e “ST1” e “ST2” são as hastes de referência.

Tabela 4.1 – Massas das hastes ao longo do processo de descompactação do solo.

Haste	Massa inicial (g)	Massa (g) em função do tempo (h)				
		1	2	3	4	5
B	2453,06	2447,76	2439,94	2435,44	2425,58	2413,93
A	2568,46	2562,86	2552,67	2545,74	2531,52	2514,89
ST1	2739,97	2723,97	2709,67	2700,04	2683,6	2665,42
ST2	2684,9	2674,38	2664,18	2658,31	2645,31	2630,33

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

Fica claro que as hastes tratadas exibiram maior resistência ao desgaste do que as duas não tratadas. Apesar do desempenho das ferramentas de referência não terem sido iguais entre si, não foi percebido qualquer indício de equivalência com o desempenho das hastes nitretadas. A figura 5.1 mostra as curvas tendência do comportamento de todas as hastes em função do tempo de trabalho.

Figura 4.14 - Massas das hastes ao longo do processo de descompactação do solo

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

A inclinação das curvas representa a maior perda de massa das hastes em função do tempo de descompactação do solo. Como verificado nas análises laboratoriais em que a dureza superficial se mostrou quase o dobro para as amostras tratadas, no experimento de campo as hastes nitretadas exibiram semelhante resistência ao desgaste se comparadas às de referência, chegando ao final do processo (5 horas) com perda de 1,6% da peça mais resistente contra 2,75% de perda de massa da não tratada menos resistente.

A tabela 4.2 apresenta maiores detalhes da perda de massa das quatro hastes em intervalos de uma hora.

Tabela 4.2 – Percentual de perda de massa das hastes ao longo do processo de descompactação do solo.

Haste	Massa inicial (g)	Perda de massa (%) em função do tempo (h)					Perda de massa total (%)
		1	2	3	4	5	
B	2453,06	0,22	0,32	0,18	0,40	0,48	1,61
A	2568,46	0,22	0,40	0,27	0,56	0,66	2,10
ST1	2739,97	0,58	0,52	0,36	0,61	0,68	2,75
ST2	2684,90	0,39	0,38	0,22	0,49	0,57	2,05

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

É interessante destacar que no tempo de 3 horas a perda de massa da haste denominada “ST1” foi o dobro se comparada à haste tratada “B”. A haste “ST1” possuía a massa de 2700,04 gramas o que representa a perda de 1,46% de sua massa inicial. Em contrapartida, a massa da haste “B” no mesmo período era 2435,44 gramas o que significa uma perda de 0,72% de sua massa inicial. Contudo, essa diferença foi diminuindo nas duas últimas horas de trabalho, a exemplo das demais hastes.

Vale ressaltar que um dos fatores que influenciam na perda de massa desse tipo de ferramenta é o tipo solo que hasta realizará o processo de descompactação. Assim foi realizada a granulometria do solo em que o ensaio de campo foi feito (Tabela 4.3).

Tabela 4.3 - Granulometria do solo em que o ensaio de campo foi realizado

Identificação		Granulometria (kg/kg)			Classe	Relação
Serial	Usuário	Areias	Silte	Argila	Textural	Silte/Argila
A1_0-10	R1	0,88	0,07	0,05	13	1,37
A1_10-20	R1	0,87	0,08	0,06	13	1,33
A1_20-30	R1	0,84	0,07	0,09	13	0,72
A1_30-40	R1	0,80	0,06	0,14	12	0,43
A2_0-10	R2	0,89	0,05	0,06	13	0,94
A2_10-20	R2	0,90	0,05	0,05	13	1,21
A2_20-30	R2	0,91	0,04	0,05	13	0,96
A2_30-40	R2	0,90	0,06	0,04	13	1,61
A3_0-10	R3	0,87	0,08	0,05	13	1,55
A3_10-20	R3	0,92	0,02	0,06	13	0,35
A3_20-30	R3	0,86	0,05	0,08	13	0,67
A3_30-40	R3	0,79	0,03	0,18	12	0,18

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

De acordo com o resultado da granulometria pode-se inferir do classe textural (Tabela 4.4) do solo em questão é areia, ou seja, o trabalho foi realizado num solo arenoso.

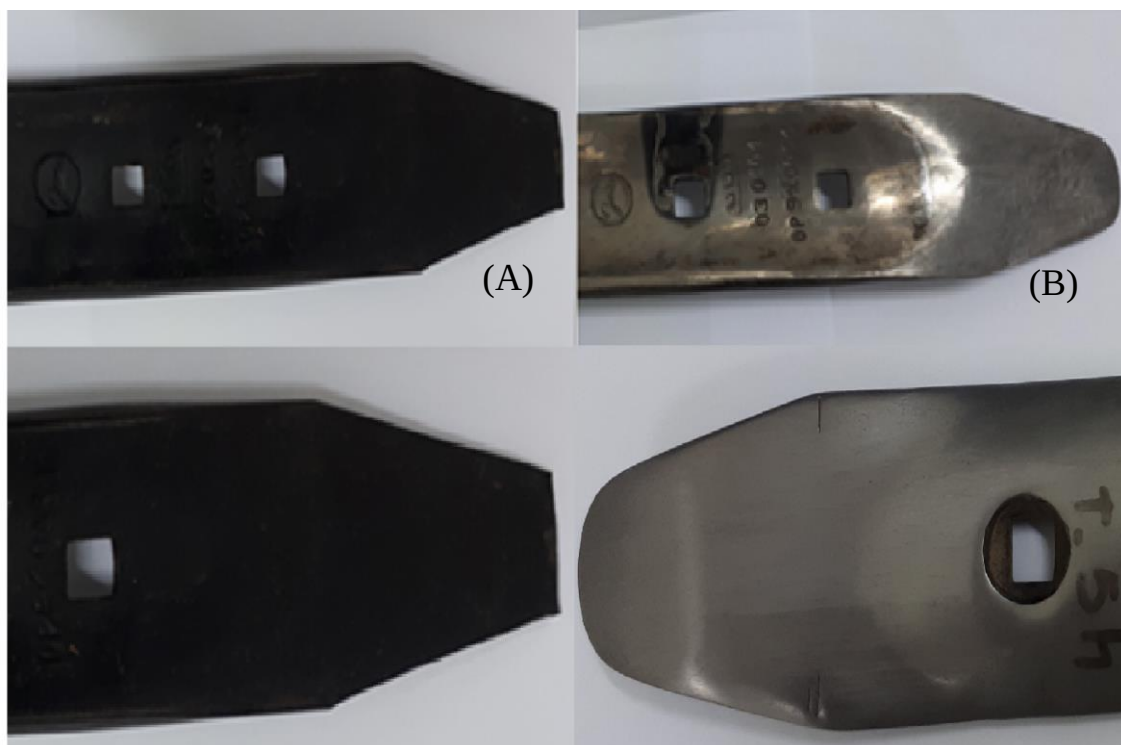
Tabela 4.4 - Relação entre o código e a classe textural do solo

Código	CLASSE TEXTURAL
1	Muito argilosa
2	Argila
3	Argila Siltosa
4	Argila Arenosa
5	Franco argilosa
6	Franco Argilo Siltosa
7	Franco Argilo Arenosa
8	Franca
9	Franco Siltosa
10	Silte
11	Franco Arenosa
12	Areia Franca
13	Areia

Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

A Figura 4.15 ilustra o aspecto visual da haste sem uso (A) e após ser submetida a cinco horas de trabalho (B). Na imagem (B superior) é perceptível uma diferença de coloração entre a região da ponta e a parte anterior a essa, isso ocorreu em detrimento do arracamento da camada de nitretos da região da ponta que esteve em contato com o solo. Ao comparar as imagens (A) e (B inferior) é possível perceber que o formato da ponta foi significativamente modificado, adquirindo um formato arredondado nos cantos, em função do desgaste proveniente do atrito entre a ferramenta e o solo.

Figura 4.15 - Aspecto visual da haste sem uso (A) e após ser submetida à 5 h de trabalho (B).



Fonte: PRÓPRIO AUTOR, 2017.

5. CONCLUSÕES

Diante dos resultados mencionados, os parâmetros do processo que propiciaram melhor resultado foram a pressão de 2,5 mbar com o tempo de tratamento de quatro horas de duração e as amostras tratadas a essas condições e sob as temperaturas de 400 °C e 500 °C apresentaram valores de microdureza similares.

É possível inferir também que o uso de borrachas como isolante do sistema influenciou no congelamento de fases de nitretos diferentes daquelas formadas no processo sem isolante orgânico. Esse isolante também foi responsável pelo aumento da formação de óxidos. Além disso, relacionando as fases encontradas nos difratogramas com os valores de microdureza, ficou evidente que os nitretos Fe_{2-3}N e Fe_4N foram os responsáveis pelo aumento da dureza superficial.

Por último é importante dizer que a maior diferença de perda de massa no mesmo escarificador ocorreu até três horas de ensaio. A haste não tratada (ST1) perdeu duas vezes mais massa do que a haste tratada (B). Assim, o ensaio de campo corroborou com as análises laboratoriais, mostrando que as hastes nitretadas sofreram menor perda de massa, a diferença após as cinco horas de descompactação do solo foi de aproximadamente 40%;

6. PERSPECTIVAS

- ✓ Analisar a eficiência de hastes nitretadas para os diferentes tipos de solo;
- ✓ Estudar o impacto econômico financeiro provocado pela diminuição da perda de massa com o tempo.
- ✓ Avaliar a relação custo benefício desse tratamento para fins industriais.
- ✓ Realizar este trabalho com ferramentas de outros materiais, como aço, por exemplo.

REFERÊNCIAS

- ABRASONIS, G. et al. Flux effect on the ion-beam nitriding of austenitic stainless-steel AISI 304L. **Journal Of Applied Physics**, [s.l.], v. 97, n. 12, p.124906-124916, 15 jun. 2005. AIP Publishing. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1929093>.
- ALVES JR., C. **Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações**. Natal: Editora UFRN, 2001.
- ASADI, Z. Soltani; MAHBOUBI, F.. Effect of component's geometry on the plasma nitriding behavior of AISI 4340 steel. **Materials & Design**, [s.l.], v. 34, p.516-521, fev. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2011.04.066>.
- BARBOSA, Júlio César Pereira. **Análise por meio de espectroscopia de emissão óptica das espécies ativas em nitretação iônica e gaiola catódica**. 2007. 96 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências em Engenharia de Materiais, UFRN, Natal, 2007.
- BÁRDOS, L.; BARÁNKOVÁ, H.. Cold atmospheric plasma: Sources, processes, and applications. **Thin Solid Films**, [s.l.], v. 518, n. 23, p.6705-6713, set. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2010.07.044>.
- BENDO, Tatiana. **Caracterização estrutural e microestrutural de camadas obtidas em ferro puro sinterizado, enriquecido superficialmente e nitretado por plasma**. 2013. 177 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.
- BHOLE, S. D., YU, H. Abrasive wear evaluation of tillage tool materials. **Lubrication Engineering**; v.48, n.12, p.925-34, 1992.
- BOEUF, J.-p. et al. A two-dimensional model of dc glow discharges. **Journal Of Applied Physics**, [s.l.], v. 63, n. 5, p.1342-1349, mar. 1988. AIP Publishing. <http://dx.doi.org/10.1063/1.339961>.
- Buytoz., S., (2005). Microstructural properties of M7C3 eutectic carbides in a Fe-Cr Calloy. **Materials Letters**, v.60, p.605-608.

CALLISTER JR., William D. **Materials Science and Engineering: An Introduction**. 6^a.ed. New York: John Wiley & Sons, 2003.

CORDEIRO, Rafael Cavalcante. **Nitreção iônica por plasma pulsado de aços inoxidáveis duplex**. 2010. 106 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

CREMASCO, Marco Aurélio. **Fundamentos de transferência de massa**. Campinas, SP: Unicamp, 2002. 728 p.

EDENHOFER, Bernd. **Physical and metallurgical aspects of ionitriding** - Part 1. Heat Treatment of Metals, vol. 1, p. 23-28, 1974.

GOBBI, Vagner João. **Influência da nitreção a plasma na resistência ao desgaste microabrasivo do aço ferramenta aisi d2**. 2009. 111 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, 2009.

GILL, W. R., VANDEN BERG, G. E. V. **Soil dynamics in tillage and traction**. Washington: U. S. Department of Agriculture, 1968, 511p.

HEINLIN, J et al. Plasma applications in medicine with a special focus on dermatology. **Journal Of The European Academy Of Dermatology And Venereology**, [s.l.], v. 25, n. 1, p.1-11, 3 dez. 2010. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1468-3083.2010.03702.x>.

HENRION, Gérard et al. Reactivity of a DC-pulsed plasma: plasma diagnostics and nitrided sample analysis. **Surface And Coatings Technology**, [s.l.], v. 97, n. 1-3, p.729-733, dez. 1997. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0257-8972\(97\)00320-4](http://dx.doi.org/10.1016/s0257-8972(97)00320-4).

LEPICKA, Magdalena; GRADZKA-DAHLKE, Małgorzata. Direct Current and Pulsed Direct Current Plasma Nitriding of Ferrous Materials a Critical Review. **Acta Mechanica Et Automatica**, [s.l.], v. 10, n. 2, p.1-9, 1 jan. 2016. Walter de Gruyter GmbH. <http://dx.doi.org/10.1515/ama-2016-0024>.

LI, Yang et al. Characteristics of the nitrided layer formed on AISI 304 austenitic stainless steel by high temperature nitriding assisted hollow cathode

discharge. **Materials & Design**, [s.l.], v. 64, p.527-534, dez. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.08.023>.

LOPES, Jorge Teófilo de Barros. **Materiais Ferrosos**, 2011. Disponível em: <<https://jorgeteofilos.files.wordpress.com/2011/03/mcm-apostila-capitulo03.pdf>>.

Acesso em: 07 dez. 2016

KELLER, K., Schichtaufbau glimmitrierter Eisenwerkstoffe, **Härtereitechnische Mitteilungen**, vol. 26, n. 2, p. 120-130, 1971.

KEPNER, R. A., BAINER, R., BARGER E. L. **Principles of farm machinery**. 2nd ed., Westport: Avi Publishing Company, 1972, 487p

MACHADO, A. L. T., REIS, A. V., MORAES, M. L. B., ALONÇO, A. S. **Máquinas para preparo do solo, semeadura, adubação e tratamentos culturais**. Pelotas: Universitária – UFPel, 1996, 229p

MELADO, André Caetano. **Parâmetros de nitretação a plasma na resistência ao desgaste microabrasivo do aço ferramenta aisi h13**. 2011. 118 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Espírito Santo, Vitória, 2011.

OLIVEIRA, Antonio Maia. **Nitretação e carbonitretação por plasma em aços inoxidáveis e suas influências na resistência à corrosão e ao desgaste**. Tese de Doutorado, 2005. 125f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais)

OLIVEIRA de, C.K.N. (2006). **Avaliação de Camadas de Carbonetos e de Boretos Produzidas nos Aços AISI H13 e D2 por Meio de Tratamentos Termo-Reativos**, Tese de doutorado- USP.

OLZON-DIONYSIO, M. et al. Influences of plasma nitriding edge effect on properties of 316L stainless steel. **Surface And Coatings Technology**, [s.l.], v. 204, n. 21-22, p.3623-3628, ago. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.04.034>.

Pinedo, C. E.: – Anais do I Seminário Internacional de Engenharia de Superfície. Ed. Núcleo de Pesquisas Tecnológicas da UMC, p. 13-26, 1995.

PRASS, André Ricardo; FONTANA, Luis Cesar; RECCO, Abel André Cândido. Nitretação por plasma com revenimento simultâneo do aço ferramenta VF 800AT.

Matéria (rio de Janeiro), [s.l.], v. 22, n. 2, p.1517-1522, 2017. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620170002.0158>.

PYE, David. **Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing**. 2003. Disponível em: <<http://www.asmininternational.org>>. Acesso em: 01 dez. 2016.

RIBEIRO, K. J. B., **Nitretação em plasma com gaiola catódica: Caracterização e avaliação do desempenho da camada nitretada em facas de corte**. Dissertação (Mestrado). Centro de Ciências Exatas e da Terra. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Natal – RN, 2007.

RUSET, C. **Surface and Coatings Technology** 174-175, (2003) 1201 – 1205.

SOUSA, R. R. M., **Nitretação iônica sem efeito de borda: desenvolvimento e avaliação de uma nova técnica**. Dissertação (Mestrado). Centro de Ciências Exatas e da Terra. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Natal, 2006.

SYKORA, Radek; ZETEK, Miroslav. Increasing Cutting Tool Efficiency When Machining Regulatory Spindles Made from Ion Nitrided Nimonic 901 for Steam Turbine Valves. **Procedia Engineering**, [s.l.], v. 100, p.1424-1433, 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2015.01.512>

Tier, M.A.D. (1998). **Avaliação da Resistência ao Desgaste do Aço AISI M2 Nitretado a Plasma**, Tese de Doutorado, PPGEM, UFRGS

TROTTA, B.P., **Barreiras de difusão para o hidrogênio em aço API 5L X-65 criadas por nitretação iônica por plasma pulsado**. Tese de Mestrado. COPPE/UFRJ, RJ, Brasil, 2000.

ZAGONEL, Luiz Fernando. **Tratamentos de superfícies de uma liga ferrosa por íons de nitrogênio**. 2006. 115 f. Tese (Doutorado) - Curso de Física, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, Sp, 2006.

ZLATANOVIĆ, M.; POPOVIĆ, I. GAS DISCHARGE STATIC CHARACTERISTICS IN PULSE REGIME. **Contemporary Materials**, [s.l.], v. 1, n. 2, p.138-143, 3 jul. 2010. Academy of Sciences and Arts of the Republic of Srpska. <http://dx.doi.org/10.5767/anurs.cmat.100102.en.138z>.