

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA  
CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

AMANDA MORARA  
MARLON SIEBEN

**ESTUDO DO PROCESSO SHTPN EM AMOSTRAS DE FERRO PURO  
SINTERIZADAS A PLASMA**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO  
(Tcc2 - N° de Inscrição – 52)

CURITIBA

2017

AMANDA MORARA

MARLON SIEBEN

## **ESTUDO DO PROCESSO SHTPN EM AMOSTRAS DE FERRO PURO SINTERIZADAS A PLASMA**

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso - Tcc2 do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo L. Villanova

Co-Orientador: Prof. Dr. Euclides A. Bernardelli

CURITIBA

2017

## **TERMO DE ENCAMINHAMENTO**

Venho por meio deste termo, encaminhar para apresentação a monografia do Projeto de Pesquisa “ESTUDO DO PROCESSO SHTPN EM AMOSTRAS DE FERRO PURO SINTERIZADAS”, realizada pelos alunos Amanda Morara e Marlon Sieben, como requisito parcial para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica do Paraná.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova  
UTFPR – Damec

Co-Orientador: Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli  
UTFPR – Damec

Curitiba, 12 de junho de 2017.

## TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa “ESTUDO DO PROCESSO SHTPN EM AMOSTRAS DE FERRO PURO SINTERIZADAS A PLASMA”, realizada pelos alunos Amanda Morara e Marlon Sieben, como requisito parcial para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso - Tcc2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova  
Damec - UTFPR  
Orientador

Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli  
Damec - UTFPR  
Co-Orientador

Prof. Dr. Eduardo Mauro do Nascimento  
Damec - UTFPR  
Avaliador

Prof. Dr. Ricardo Adriano dos Santos  
PPGCTS - IFPR  
Avaliador

Curitiba, 28 de junho de 2017.

## DEDICATÓRIA

Este trabalho é dedicado aos nossos pais.

## **AGRADECIMENTOS**

Antes de qualquer agradecimento, gostaríamos de agradecer especialmente aos nossos pais Mauro Morara, Tania R. Pereira, Jovenil Gritten Sieben e Terezinha de Jesus Meira, pelo carinho e apoio em nossa jornada acadêmica.

Ao nosso orientador Rodrigo Lupinaci Villanova, e ao nosso co-orientador, Euclides Alexandre Bernardelli, por toda paciência e tempo que nos foi dedicado.

Ao Tomas Hogan e sua equipe na Normatic, sem a ajuda de vocês esse trabalho estaria incompleto.

Ao Flávio de Oliveira Antunes da Universidade Federal de Santa Catarina, pelas amostras iniciais.

Ao Laboratório de Tecnologias de Pós e Plasma (LTPP) da Universidade Federal do Paraná, especialmente ao doutorando Leonardo e mestrando Igor, que nos receberam de braços abertos e compartilharam seu laboratório e seu conhecimento conosco.

*“The truth. It is a beautiful and terrible thing, and  
should therefore be treated with great caution.”*

**J.K. Rowling**

*“Cada homem deve decidir se deseja caminhar na luz do  
altruísmo criativo ou na escuridão do egoísmo destrutivo.”*

**Martin Luther King, Jr.**

## RESUMO

MORARA, Amanda; SIEBEN, Marlon. Estudo do processo SHTPN em amostras de ferro puro sinterizadas a plasma, 2016. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Mecânica) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Curitiba-PR, 2017.

A Metalurgia do Pó é um processo de fabricação com participação e importância crescentes no cenário mundial. Suas vantagens para a indústria são principalmente a minimização dos custos, o aumento de produtividade, e/ou a obtenção de características somente possíveis a partir dela. Contudo, componentes produzidos por metalurgia do pó possuem baixas resistências à corrosão e mecânica. Assim, realizar tratamentos de superfície pode adequar um componente a uma aplicação, sem necessidade de modificar todo o volume da peça. A crescente aplicação de tratamentos superficiais em diversos setores da indústria impulsiona o desenvolvimento desta área. O processo SHTPN (Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação a Plasma, do inglês *Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*) vem sendo estudado há alguns anos e fornece resultados satisfatórios para diversas aplicações, alterando as microestruturas e conseqüentemente as propriedades dos materiais. No entanto, até o momento poucos estudos foram realizados em materiais porosos sinterizados a plasma. Desse modo, a avaliação dos efeitos do tratamento de superfície denominado SHTPN em materiais sinterizados é fundamental para o entendimento deste processo em componentes que possuem um certo grau de porosidade. O estudo do ferro puro sinterizado a plasma, submetido ao processo de tratamento por SHTPN, é o passo inicial de uma oportunidade de estudo que pode futuramente ser aplicado a outros materiais, especialmente materiais ferrosos com elementos de liga. Desta forma, o presente trabalho teve como objetivo estudar a influência da porosidade na introdução de nitrogênio em amostras sinterizadas, utilizando para isso a técnica SHTPN. Amostras com três diferentes níveis de porosidade e uma amostra de aço IF convencional foram nitretadas a plasma e solubilizadas em banho de sal em dois diferentes tempos de tratamento. A porosidade afetou negativamente a espessura da camada nitretada, porém favoreceu o processo de difusão durante a solubilização. O tamanho e homogeneidade dos poros se mostrou um fator muito determinante no processo.

**Palavras-chave:** SHTPN, Porosidade, Nitretação a Plasma, Sinterização a Plasma, Tratamentos Superficiais



## ABSTRACT

MORARA, Amanda; SIEBEN, Marlon. Estudo do processo SHTPN em amostras de ferro puro sinterizadas a plasma, 2016. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Mecânica) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Curitiba-PR, 2017.

Powder Metallurgy is a manufacturing process with increasing participation and importance in the world scenario. Its advantages for the industry are mainly minimizing costs, increasing productivity, and/or obtaining characteristics only possible from it. However, components produced by powder metallurgy have low corrosion and low mechanical resistance. Thus, performing surface treatments can tailor a component to a specific application, without modifying a part's entire volume. The surface treatments' growing application at several industry sectors boosts the development of this area. The SHTPN (Heat Treatment after Plasma Nitriding) process has been studied for some years and provides satisfactory results for quite a few applications, changing the microstructures and consequently the properties of the materials. However, few studies have been done on the subject of porous sintered plasma materials. Thus, the evaluation of SHTPN effects on sintered materials is fundamental for understanding this process when applied to components having a certain degree of porosity. The study of pure iron sintered by plasma and submitted to the SHTPN treatment process is the initial step of a study opportunity that may be applied to other materials in the future, especially ferrous materials with alloy elements. Thus, the present work aimed to study the influence of porosity on the introduction of nitrogen in sintered samples, using the SHTPN technique. Samples with three different levels of porosity and a sample of conventional IF (Interstitial Free) steel were plasma nitrided and solubilized in a salt bath at two different treatment times. The porosity negatively affected the thickness of the nitrided layer, but favored the diffusion process during the solubilization. The pore size and homogeneity proved to be a very important factor in the process.

**Keywords:** SHTPN, Porosity, Plasma Nitriding, Plasma Sintering, Surface Treatments

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Etapas gerais no processo de metalurgia do pó convencional .....	19
Figura 2.2 – Principais estágios do processo de sinterização .....	23
Figura 3.1 – Curva tensão versus corrente de uma descarga luminescente .....	24
Figura 3.2 – Configuração esquemática do reator de plasma para sinterização de componentes metálicos .....	26
Figura 3.3 – Diagrama de equilíbrio Fe-N .....	30
Figura 3.4 – Martensita de nitrogênio obtida através do SHTPN .....	30
Figura 4.1 – Fluxograma do procedimento experimental .....	35
Figura 4.2 - Sistema para nitretação a plasma localizado no LabPlasma, UTFPR ..	40
Figura 5.1 – Metalografia amostra IF no estado de fornecimento .....	47
Figura 5.2 – Metalografia amostra X sinterizada .....	49
Figura 5.3 – Metalografia amostra Y sinterizada .....	50
Figura 5.4 – Metalografia amostra Z sinterizada .....	51
Figura 5.5 – Amostra IFN: Aço IF após nitretação a plasma .....	52
Figura 5.6 - Amostra XN: Amostra X após nitretação a plasma .....	53
Figura 5.7 - Amostra YN: Amostra Y após nitretação a plasma .....	54
Figura 5.8 - Amostra ZN: Amostra Z após nitretação a plasma .....	55
Figura 5.9 - Perfil de Microdureza da amostra IFN .....	56
Figura 5.10 - Perfil de Microdureza da amostra XN .....	57
Figura 5.11 - Espessura de camada visível das amostras de aço IF e das amostras sinterizadas .....	58
Figura 5.12 - Espessura da Camada Nitretada vs. Porosidade .....	58
Figura 5.13 – Amostra IF5: amostra de aço IF nitretada e solubilizada por 5 minutos.....	59
Figura 5.14 – Amostra X5: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 5 minutos.....	60
Figura 5.15 – Amostra Y5: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 5 minutos.....	61
Figura 5.16 – Amostra Z5: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 5 minutos.....	62

Figura 5.17 - Comparação entre amostras após a solubilização em 5 minutos.....	63
Figura 5.18 – A temperabilidade, conforme medida pelo ensaio Jominy, para dois níveis de porosidade em aço sinterizado. A menor porosidade fornece melhor condutividade térmica com maior profundidade de dureza superior.....	64
Figura 5.19 – Amostra IF15: amostra de aço IF, nitretada e solubilizada por 15 minutos.....	64
Figura 5.20 – Amostra X15: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 15 minutos.....	64
Figura 5.21 – Amostra Y15: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 15 minutos.....	65
Figura 5.22 – Amostra Z15: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 15 minutos.....	66
Figura 5.23 - Perfil de Microdureza da amostra X15 .....	68
Figura 5.24 - Perfil de Microdureza da amostra X15 .....	69
Figura 5.25 - Comparação entre amostras após a solubilização em 15 minutos .....	70
Figura 5.26 – Espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras IFN, IF5 e IF15.....	71
Figura 5.27 – Espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras XN, X5 e X15.....	72
Figura 5.28 – Espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras YN, Y5 e Y15.....	73
Figura 5.29 – Espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras ZN, Z5 e Z15.....	74

## LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Descrição das 16 amostras geradas .....	36
Tabela 4.2 - Composição química do aço IF GalvaSud .....	37
Tabela 4.3 - Diâmetro dos tamanhos de partícula e Porosidade .....	38
Tabela 4.4 - Parâmetros de sinterização das amostras .....	38
Tabela 4.5 - Parâmetros do ciclo de limpeza pré-nitretação .....	41
Tabela 4.6 - Parâmetros do ciclo nitretação a plasma .....	42
Tabela 4.7 – Parâmetros da solubilização .....	43
Tabela 4.8 - Profundidades medidas nos perfis de microdureza .....	45
Tabela 5.1 – Resultados obtidos para todas as amostras.....	71

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÔNIMOS

SHTPN - *Solution Heat Treatment After Plasma Nitriding*

PAS - *Plasma Activated Sintering*

SPS - *Spark Plasma System*

PADS - *Plasma Assisted Debinding and Sintering*

IF – *Interstitial Free*

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

LabPlasma - Laboratório de Plasma da UTFPR

$t_{on}$  - tempo de pulso ligado

$t_{off}$  - tempo de pulso desligado

UFSC - Universidade Federal de Santa Catarina

ASM - International Materials Society

Rpm - Rotações por Minuto

UTFPR - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

UFSC - Universidade Federal de Santa Catarina

# SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	METALURGIA DO PÓ	18
2.1	Produção de pós	20
2.2	Homogeneização	21
2.3	Compactação	21
2.4	Sinterização	22
3	PLASMA	24
3.1	Sinterização A Plasma	25
3.2	Nitretação	27
3.2.1	Efeitos Do Nitrogênio Em Aços	27
3.2.2	Técnicas De Nitretação	31
3.2.3	Nitretação A Plasma	31
3.3	SHTPN ( <i>Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding</i> )	33
4	MATERIAIS E MÉTODOS	35
4.1	Materiais	37
4.1.1	Amostras IF	37
4.1.2	Amostras Sinterizadas	37
4.2	Preparação das Amostras para Nitretação	39
4.3	Tratamento de Nitretação a Plasma	39
4.4	Tratamento de Solubilização	43
4.5	Técnicas De Análise	44
4.5.1	Metalografia	44
4.5.2	Microdureza	45
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	47
5.1	Caracterização da amostra de aço IF em estado de fornecimento	47
5.2	Caracterização das amostras sinterizadas a plasma	48
5.3	Caracterização das amostras após nitretação	52
5.3.1	Microscopia ótica	52
5.3.2	Perfis de Microdureza	55
5.3.3	Influência da porosidade na formação da camada nitretada	57
5.4	Caracterização das amostras após solubilização	59
5.4.1	Solubilização de 5 minutos	59
5.4.2	Solubilização de 15 minutos	64
5.5	Evolução da camada após SHTPN em cada grau de porosidade	70
5.5.1	Amostras IFN, IF5 e IF15	71
5.5.2	Amostras XN, X5 e X15	72

5.5.3	Amostras YN, Y5 e Y15	73
5.5.4	Amostras ZN, Z5 e Z15	74
6	CONCLUSÕES	75
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	76
	REFERÊNCIAS	77
	APÊNDICE A – MEDIÇÕES DAS CAMADAS NITRETADAS E SOLUBILIZADAS VISÍVEIS POR MICROSCOPIA ÓTICA	80
	APÊNDICE B – TABELAS DAS MICRODUREZAS MEDIDAS PARA OBTENÇÃO DOS PERFIS DE MICRODUREZA	86

# 1 INTRODUÇÃO

A Metalurgia do Pó é um processo de fabricação com crescente e consolidada importância no cenário mundial, tanto pelas suas propriedades únicas quanto pela sua versatilidade na produção em massa de peças de diversos materiais, de ferro puro a ligas não metálicas (LAWALL, 2001 e DOBRZAŃSKI, 2017). A fabricação de componentes por Metalurgia do Pó é especialmente indicada quando se desejam formas complexas, com estreitas tolerâncias dimensionais, com composição e microestrutura controladas, e reduzidas operações de acabamento, ou seja, materiais projetados para um emprego distinto (KLEIN, 2013 e LAWALL, 2001). Ainda, esse processo produtivo é economicamente interessante quando aplicado a produção em série de grandes volumes e alta cadência, que é a velocidade de processamento (KLEIN, 2013). A demanda por componentes sinterizados e a pesquisa relacionada se concentra, em grande parte, na indústria automobilística (PAVANATI, 2005 e LAWALL, 2001). Contudo, diversos setores industriais se beneficiam dos avanços tecnológicos, de produtividade, e de qualidade decorridos dos trabalhos científicos (BATISTA, 1998). Por esses motivos Salak (1995) já havia identificado que a Metalurgia do Pó é umas das direções mais importantes para o desenvolvimento da ciência e tecnologia dos materiais.

A porosidade é uma das características inerentes dos materiais sinterizados e sua magnitude influencia as propriedades mecânicas do componente (PAVANATI, 2005). A resistência à corrosão, à fadiga, ao atrito e ao desgaste são as principais propriedades afetadas negativamente pela porosidade (PAVANATI, 2005 e ANTUNES, 2017). Desse modo, para determinadas aplicações é necessário aprimorar as propriedades dos sinterizados. Quando, por exemplo, é crucial a elevada resistência à corrosão são necessários tratamentos termoquímicos de endurecimento superficial, como a nitretação (LAWALL, 2001). Também devido à porosidade, é necessário adequar o tratamento termoquímico de componentes sinterizados, quando comparado com componentes forjadas ou fundidas (TOŠIĆ, TERZIĆ, e GLIGORIJEVIĆ, 1990). Nesse caso o uso da descarga luminescente anormal se apresenta como a técnica mais adequada aos materiais sinterizados (KLEIN, 2013 e ANTUNES, 2017).



A inserção de nitrogênio em aços tem se mostrado benéfica em diversas aplicações, gerando alterações estruturais que culminam em melhoria de diversas propriedades como dureza, resistência a fadiga e resistência à corrosão (MALISKA, 1995). Dentre as diversas técnicas para realizar este tipo de tratamento, a nitretação a plasma se mostra uma excelente opção, apresentando vantagens como repetibilidade do processo, obtenção de superfícies com menor necessidade de acabamentos, utilização de menores temperaturas, além de ser um processo com baixo nível de poluentes (REIS, 2007).

A solubilidade do nitrogênio em aços é limitada (ASSUNÇÃO *et al.*, 2013). Por este motivo e por afinidade com elementos de liga, nitretos são depositados na superfície do material tratado. Propõe-se então o SHTPN, que adiciona ao tratamento termoquímico de nitretação a plasma uma segunda etapa, a solubilização a alta temperatura. Esta solubilização permite dissolver os nitretos na matriz, inserindo o nitrogênio em solução sólida (MAFTOUM, 2012).

A avaliação dos efeitos do tratamento de superfície denominado SHTPN em materiais sinterizados é fundamental para o entendimento deste processo em componentes que possuem um certo grau de porosidade. Para isso, nesse trabalho amostras de ferro (Fe) puro sinterizadas, apresentando diferentes porosidades, foram submetidas ao processo SHTPN. Para efeitos de comparação, amostras de aço IF (Interstitial Free) também passaram pelo processo.

Os objetivos deste trabalho são:

- Avaliar o efeito da porosidade na formação das camadas nitretadas a plasma;
- Avaliar o efeito da porosidade na formação das camadas nitretadas a plasma e solubilizadas, ou seja, após aplicado o SHTPN.

Para avaliar os efeitos do tratamento de superfície denominado SHTPN em materiais sinterizados amostras de aço IF e amostras sinterizadas de diferentes porosidades foram nitretadas a plasma. Dessas amostras um grupo permaneceu apenas nitretado, outro grupo foi solubilizado em 5 minutos e resfriado a água, e o último grupo foi solubilizado em 15 minutos e também resfriado a água. As amostras foram, então, submetidas a caracterização metalográfica, medição de camada por Microscopia Ótica, e medição de camada por perfil de microdureza.

O trabalho é dividido em seis capítulos. Nos capítulos 2 e 3, a seguir, é apresentada a revisão bibliográfica dos assuntos tratados neste trabalho. No capítulo 4 são descritos os materiais, equipamentos e métodos utilizados para a realização dos experimentos e análises. No capítulo 5 são apresentados os resultados e feitas discussões acerca dos mesmos. Finalmente, no Capítulo 6 são apresentadas as conclusões a que esse estudo levou e sugestões para trabalhos futuros.

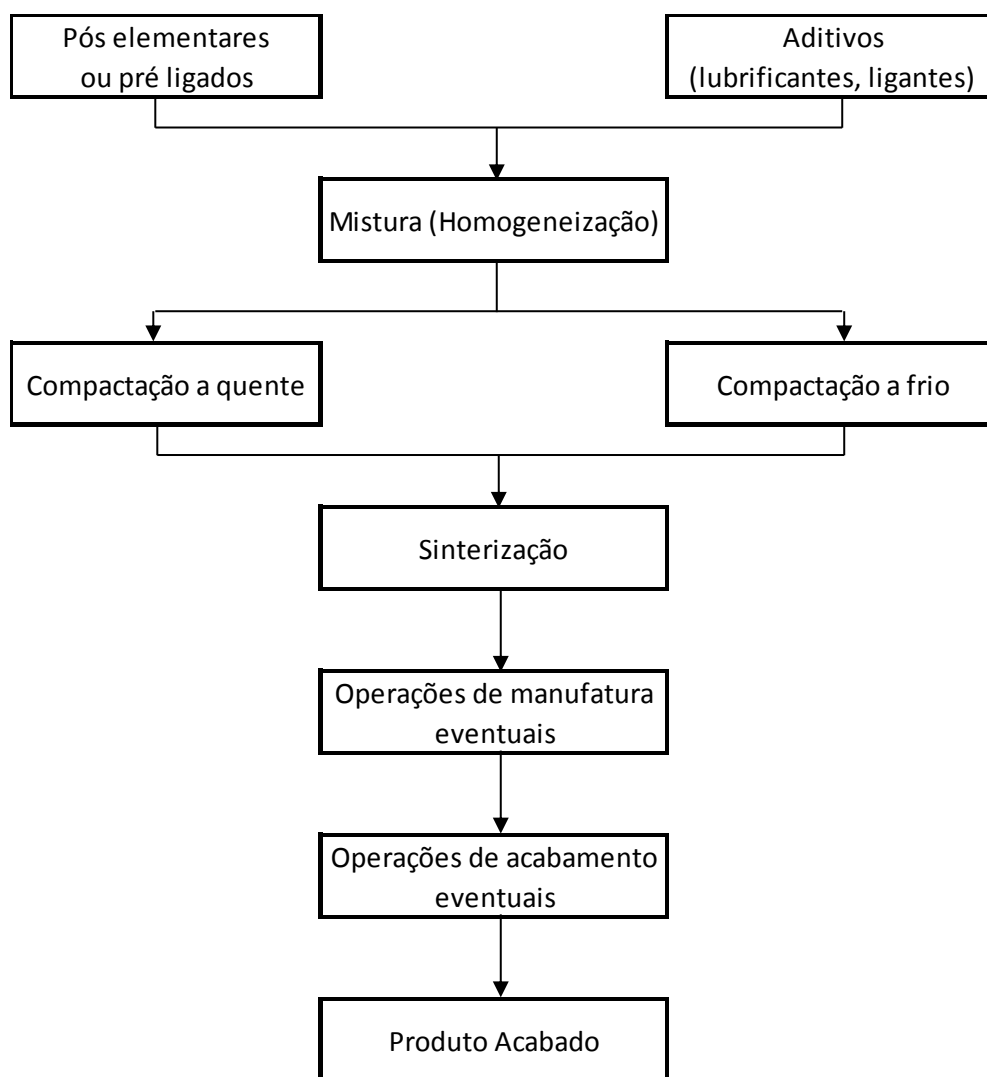
## 2 METALURGIA DO PÓ

A Metalurgia do Pó é um processo de fabricação, que resumidamente, gera peças/componentes ao se misturarem pós elementares ou pré-ligados e compactar a mistura em uma matriz. O compactado resultante é então aquecido em uma atmosfera controlada para promover a ligação metalúrgica das partículas (ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998; SALAK, 1995). As principais vantagens desse processo são:

- a perda mínima de matéria-prima, facilitando o uso de matéria prima nobre e reduzindo o custo de matéria prima;
- o controle da composição química do componente;
- a temperatura de processamento (sinterização) é baixa quando comparada com a temperatura de processamento na fundição, por exemplo;
- a obtenção de componentes acabados, ou próximo de acabados, com estreitas tolerâncias dimensionais e com mínima necessidade de operações secundárias;
- e finalmente a versatilidade do processo, pois ao trocar apenas o ferramental de compactação, diferentes peças podem ser fabricadas com a mesma prensa e forno de sinterização (ASM HANDBOOK, VOL. 7, 1998; GROOVER, 2010).

Esta técnica passou a ser utilizada na indústria com o propósito de minimizar custos, aumentar produtividade, e/ou obter características somente possíveis a partir dela, que mesmo apresentando porosidade inerente ao processo atendem as solicitações de projeto. A indústria que mais demanda a produção de peças sinterizadas é a automobilística, fato que está ligado ao envolvimento de produção em série de grandes lotes e motivação econômica (SALAK, 1995). Mas também são empregados componentes sinterizados em diversas outras indústrias como as de eletroeletrônicos, aeronáutica, e biomédica (ARIFIN *et al* 2014, ZAPATA, 1987). Por exemplo, para a indústria biomédica de implantes a porosidade é objetivo dos componentes, já que a porosidade tem papel de facilitar a osteointegração e regeneração óssea (ARIFIN *et al* 2014).

Na metalurgia do pó tradicional o processo compreende as etapas de: produção de pós, homogeneização, compactação e sinterização, e eventualmente operações de pós-processamento dos componentes, como pode ser visualizado na Figura 2.1.



**Figura 2.1 – Etapas gerais no processo de metalurgia do pó convencional**

**Fonte: Adaptado de ASM HANDBOOK, vol. 7 (1998)**

Os parâmetros de todas as etapas, juntamente com as características do pó, influenciam na porosidade final do componente (ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998). A homogeneização, também chamada de mistura, é a etapa onde os pós, ou pó, metálicos são misturados com o lubrificante. Na etapa seguinte, a compactação, é

estabelecida a geometria da peça. E finalmente na etapa de sinterização são estabelecidas as ligações metalúrgicas entre as partículas (BATISTA, 1998).

## 2.1 Produção de pós

A matéria prima da metalurgia do pó são os pós metálicos. Os processos de produção são variados, produzindo pós de praticamente todos os metais com ótimo controle de composição química e características físicas, garantindo a customização das propriedades para a aplicação desejada. (ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998). Os métodos de obtenção dos pós metálicos são divididos em métodos mecânicos, físico-químicos e eletromecânicos (UPADHYAYA, 2002 e SALAK, 1995). Os métodos mais comuns são atomização a gás e a água, cominuição mecânica, eletrólise, e redução de óxidos.

Oitenta e cinco por cento dos carregamentos de pós metálicos na América do Norte foram de pós de ferro no ano de 2001 (WHITE, 2002 *apud* PAVANATI, 2005). No início da metalurgia do pó, a produção de pós de ferro era feita pela moagem de ferro, em sua maioria refugos da produção de pregos. Nas décadas seguintes, pós de ferro passaram a ser produzidos em sua maioria por atomização a ar de ferro fundido, sendo posteriormente recozido. Mais tarde minérios de ferro eram reduzidos quimicamente em ferro esponja e pó de ferro, e mais recentemente é empregada a atomização a água, gás e óleo. Mesmo assim, todos os métodos de produção ainda são empregados dependendo das propriedades desejadas para o pó (SALAK, 1995).

Dessas propriedades se destaca a grande influência do tamanho de partícula e distribuição de tamanho de partícula no comportamento dos pós durante o processamento, influenciando e governando as propriedades finais das peças sinterizadas, tais como densidade e porosidade (ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998).

## 2.2 Homogeneização

Todos os pós recebem pelo menos um tratamento antes da compactação. A homogeneização, ou mistura, está presente em todos os processos tradicionais de metalurgia do pó (ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998).

Na etapa de homogeneização são misturados, e homogeneizados, os pós metálicos da matriz e o lubrificante sólido. O lubrificante mais amplamente utilizado é o estearato de zinco em teores de 0,5 a 1,5% (LAWALL, 2001). Também são adicionados nessa etapa os elementos de liga desejados. O lubrificante é imperativo para a metalurgia do pó e tem como função minimizar o atrito das partículas entre si, e entre as partículas e a matriz; e ainda facilitar a extração do compactado da matriz, diminuindo a carga de extração e a susceptibilidade do surgimento de trincas ou colapso do compactado a verde. O lubrificante é retirado por volatilização no início do ciclo de sinterização, assim ele não faz parte da composição da liga final (BRUNATTO, 2000).

É imperativo garantir a uniformidade de distribuição dos elementos da mistura, pois a deficiência nessa etapa do processo impacta grandemente na etapa seguinte (ARIFIN, 2014) e impacta a uniformidade das propriedades mecânicas da peça sinterizada (ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998).

## 2.3 Compactação

A etapa de compactação compreende as etapas de enchimento da matriz com a mistura, compactação da mistura na peça a verde, e por fim extração do compactado a verde da matriz (GROOVER, 2010). Os principais objetivos da consolidação dos pós são: conferir suficiente resistência a verde para o manuseio nas operações subsequentes; consolidar o pó na geometria desejada; e conferir o nível e tipo desejado de porosidade, levando em conta as mudanças resultantes da sinterização (UPADHYAYA, 2002 e SALAK, 1995).

A compactação é realizada ao se aplicar carga mecânica sobre os pós contido em matrizes rígidas. Nessa etapa o pó metálico adquire a geometria de interesse e

ocorre a densificação desse pó, onde se alcança a densidade a verde desejada em função da densidade final definida em projeto. Para pós de ferro a densificação na compactação é da ordem de 30%, o que significa que a densidade aumenta em cerca de 30% quando de uma densidade aparente para uma densidade a verde. A densidade a verde atingida depende da pressão de compactação, do tipo de compactação utilizada, e da curva de compressibilidade da mistura de pós (que traduz a ductilidade da mistura) (LAWALL, 2001).

Existem diversas técnicas de conformação de pós, como compactação uniaxial em matriz, compactação isostática, injeção de pós, laminação de pós ou extrusão de pós (LAWALI, 2001). O mais comum desses métodos é a compactação uniaxial em matriz rígida, pelo seu custo benefício e simplicidade do ferramental (ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998). Nessa técnica a pressão é aplicada por um punção (simples ação) ou mais punções (dupla ação) em apenas uma direção, restringindo assim a geometria da peça, por exemplo, furos ou reentrâncias em ângulo com a vertical (ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998). Apesar de ser o método mais utilizado, a compactação uniaxial apresenta o inerente e indesejável gradiente de densidade resultante do atrito entre as partículas e as paredes da matriz (BATISTA, 1998).

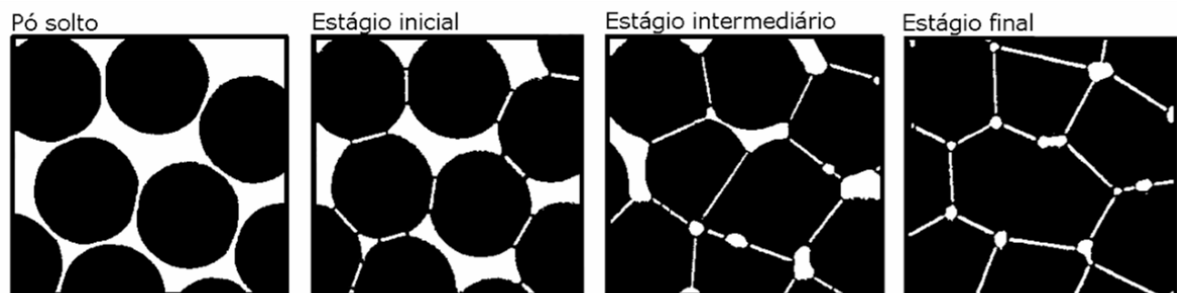
## **2.4 Sinterização**

A principal função da etapa de sinterização é promover a ligação metalúrgica entre as partículas, mas também é nessa fase que se retira o lubrificante presente no compactado a verde (UPADHYAYA, 2002). A sinterização é segundo Batista (1998) um tratamento térmico, realizado abaixo do ponto de fusão do constituinte em maior abundância, que aciona o transporte de massa “para gerar continuidade de matéria entre as partículas de pó”. Assim, é nesta etapa que se conferem as propriedades mecânicas para a peça sinterizada, pela redução da porosidade e consequente densificação. Para que essa etapa seja eficaz a atmosfera de sinterização deve ser neutra para cada etapa do ciclo de sinterização.

O mecanismo fundamental de ligação das partículas é a “diminuição da energia superficial livre do conjunto de partículas através do decréscimo da superfície total

do sistema” resultando em crescimento do contato entre as partículas e encolhimento dos poros (SILVESTRE, 2016). Ou seja, a sinterização ocorre devido ao transporte de massa. Os mecanismos de transporte de massa na sinterização são a difusão superficial, de contorno de grão, volumétrica via vacâncias e intersticiais, escoamento (ou fluxo) plástico ou viscoso, e evaporação e condensação (PAVANATI, 2005; ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998; e UPADHYAYA, 2002).

A sinterização em fase sólida tem três estágios principais, como mostrado na Figura 2.2. No estágio inicial os contatos entre as partículas, espontâneos e/ou resultantes da compactação, formam ligações, sucedendo na continuidade de matéria. Posteriormente, no estágio intermediário há o crescimento desses contatos em relação ao tamanho das partículas, assim as partículas não são mais distinguíveis. Nesse estágio há o crescimento de grão e a densificação. No estágio final os poros ficam isolados devido ao crescimento dos contatos, coalescem e se arredondam para diminuir a energia livre superficial (KLEIN *apud* PAVANATI 2005; LAWALL 2001; SALAK 1995; e UPADHYAYA, 2002).



**Figura 2.2 – Principais estágios do processo de sinterização**

Fonte: Klein *apud* Pavanati (2005).

Na sinterização convencional, o ciclo de sinterização contempla as etapas de aquecimento, onde se retira o lubrificante; patamar de sinterização; e resfriamento. A condição usual na metalurgia do pó ferrosa para a retirada do lubrificante é temperatura em torno de 500 °C num tempo de aproximadamente 30min. Já as condições usuais do patamar de sinterização são temperaturas entre 1100 e 1300°C e tempos entre 30 e 60 minutos (BATISTA, BINDER e KLEIN, 1997).



### 3 PLASMA

Qualquer átomo em condições normais possui um número de elétrons e íons livres. O mesmo ocorre para os gases. Aplicando-se uma diferença de potencial, é possível acelerar estes elétrons e íons livres, gerando colisões e por consequência uma “avalanche de elétrons”, que nada mais é do que uma reação em cadeia gerada pelas diversas colisões entre elétrons e íons, o que libera energia até o nível conhecido como energia de ionização. Este fenômeno dá início à descarga luminescente conhecida como plasma. (REIS, 2007)

Como um dos parâmetros essenciais do processo de nitretação a plasma é a temperatura, é de interesse que a mesma possa ser controlada. Isso pode ser obtido através do controle indireto da energia aplicada ao material em tratamento, o que na prática é obtido através da variação das tensões e correntes aplicadas, sendo a corrente uma função da tensão aplicada. No entanto, para que isso seja possível, é necessário que a descarga se encontre na região chamada Descarga Luminescente Anormal, conforme Figura 3.1. Nesta região, verifica-se uma ligação direta entre corrente e tensão. (ITAL, 2008)

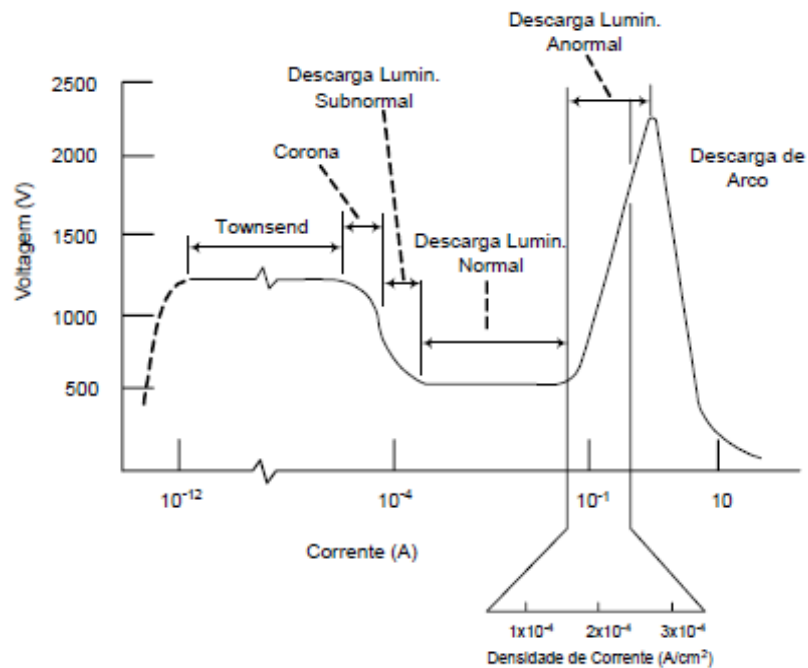


Figura 3.1 - Curva tensão versus corrente de uma descarga luminescente

Fonte: Chapman (1980)

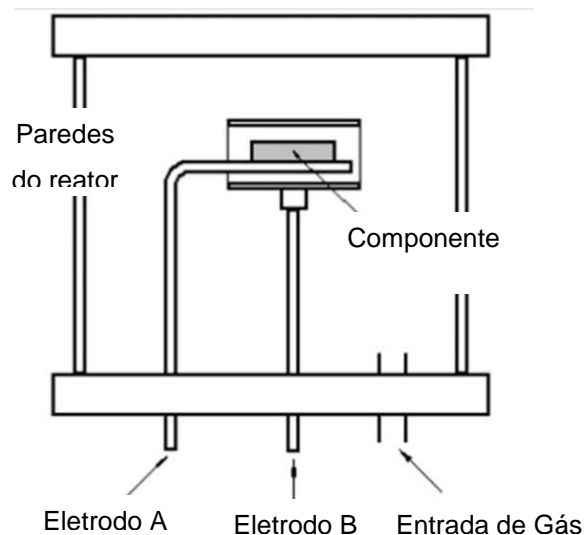
### 3.1 Sinterização A Plasma

Segundo Pavanati (2005) visando melhorar a sinterização, principalmente reduzindo o consumo de energia e mantendo atmosferas de sinterização mais controladas, novas técnicas de sinterização vêm sendo desenvolvidas. Das técnicas mais recentes as mais relevantes são: “sinterização ativada (plasma activated sintering - PAS e spark plasma system - SPS), sinterização em micro-ondas, sinterização com laser seletivo e sinterização em descarga luminescente em regime anormal”, esta última é o que chamamos nesse trabalho de sinterização a plasma. Ainda, segundo Klein *et al* (2013) e Lawall (2001) a sinterização a plasma já se provou uma técnica eficiente para sinterizar tanto materiais metálicos quanto compósitos, quando comparada com as técnicas convencionais.

Para sinterização a plasma, a descarga luminescente em regime anormal é obtida ao se aplicar uma diferença de potencial entre o cátodo e anodo dentro de uma câmara contendo uma mistura de gases à baixa pressão. Essa mistura de gases é tipicamente composta de 80% a 95% Ar (Argônio), que promove o aquecimento, e 5% a 20% H<sub>2</sub> (Gás hidrogênio), que auxilia no procedimento de limpeza e redução de óxidos (BRUNATTO, CARDOSO, KLEIN, 2017). Inicialmente o fluxo de corrente é pequeno devido a existência de poucas espécies ionizadas resultantes na mistura de gases. Com o aumento da tensão, ou seja, aumento do potencial elétrico, os elétrons são acelerados e colidem com espécies neutras, resultando na ionização parcial dos gases (BRUNATTO, CARDOSO, KLEIN, 2017 e BENDO, 2013). Com a ionização há um aumento na densidade do fluxo da corrente. Quando o ciclo de formação de íons é suficiente para gerar o mesmo número de elétrons, a descarga luminescente é autossustentável, formando o plasma (BRUNATTO, CARDOSO, KLEIN, 2017; e BENDO, 2013).

Na sinterização a plasma em descarga luminescente anormal a temperatura de sinterização desejada é atingida pela interação do plasma com o compactado a verde ou por aquecimento indireto do compactado a verde, dependendo do arranjo dos eletrodos, com o componente a ser sinterizado agindo como cátodo ou ânodo no reator a plasma (BRUNATTO, CARDOSO, KLEIN, 2017). Na chamada configuração cátodo que está apresentada na Figura 3.2, o componente age como o cátodo

(eletrodo A), ele é o eletrodo negativamente polarizado, enquanto que o outro eletrodo (eletrodo B) e/ou as paredes da câmara do reator atuam como anodo aterrado. Alternativamente pode-se desejar a configuração anodo, o componente e as paredes atuam como anodo aterrado e o outro eletrodo fica negativamente polarizado (LAWALL, 2001).



**Figura 3.2 - Configuração esquemática do reator de plasma para sinterização de componentes metálicos**

**Fonte: Adaptado de KLEIN et al. (2013)**

Na configuração cátodo chega-se à temperatura de sinterização pelo bombardeamento das espécies do plasma, resultando no bombardeamento catódico – também conhecido como *sputtering* – dos átomos do componente com deposição nos limites dos poros, produzindo selamento parcial da porosidade superficial (PAVANATI, 2005). Já no emprego da configuração anodo-catodo confinada não há o bombardeamento das espécies iônicas na superfície do componente, nesse caso o aquecimento do componente se dá pela radiação proveniente do aquecimento do eletrodo cátodo (BRUNATTO, CARDOSO, KLEIN, 2017; KLEIN et al 2013; e LAWALL 2001).

O ciclo de sinterização envolve as etapas de limpeza (em atmosfera de Ar e H<sub>2</sub>, ou H<sub>2</sub> puro), aquecimento, patamar de sinterização e resfriamento (sob fluxo dos gases utilizados na câmara) (BRUNATTO, CARDOSO, KLEIN, 2017). A etapa de limpeza tem especial importância para eliminar espécies orgânicas na superfície dos eletrodos e promover a limpeza da câmara, reduzindo as contaminações, e

principalmente evitando os microarcos que podem desestabilizar a descarga, fazendo com que o regime anormal passe para arco (BRUNATTO, CARDOSO, KLEIN, 2017).

No caso de componentes produzidos por moldagem por injeção de pós (PIM) o ambiente reativo do plasma também é utilizado durante o ciclo de sinterização para promover a extração de ligantes, usualmente orgânicos, o que garante remoção mais rápida, mantendo o forno limpo, sendo possível realizar a sinterização dentro da câmara de plasma em ciclo único (KLEIN *et al*, 2013). Do desenvolvimento desse processo, chamado de *Plasma Assisted Debinding and Sintering* (PADS), por pesquisadores da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), foi desenvolvido um equipamento que permite a utilização desse processo em escala industrial. Esse equipamento é composto de um sistema de aquecimento por plasma e aquecimento resistivo, onde a temperatura de sinterização é atingida principalmente devido à resistência elétrica, sendo os parâmetros do plasma ajustados para promover as reações necessárias para extração dos ligantes (MACHADO, 2007).

## **3.2 Nitretação**

### **3.2.1 Efeitos Do Nitrogênio Em Aços**

#### **3.2.1.1. Alto teor de nitrogênio e seus efeitos nas propriedades de materiais ferrosos**

Na ciência e engenharia de materiais, um fundamento conhecido é o de que modificações estruturais em diversos materiais, em especial materiais ferrosos, alteram suas propriedades de maneira extremamente significativa (CALLISTER, 2008). Para obtenção destas alterações, em especial no que diz respeito às camadas superficiais, tratamentos termoquímicos são aplicados, entre eles o processo de nitretação. Este processo, conforme o nome sugere, consiste em uma adição de nitrogênio à estrutura (SILVA & MEI, 2006)

O nitrogênio comumente é encontrado nos aços em baixos teores, sendo algumas vezes tratado como uma impureza. O teor de nitrogênio remete ao

percentual em peso que se encontra presente na liga. Caso este percentual esteja acima daquele que poderia ser obtido em pressão atmosférica, considera-se que a liga possui “alto teor de nitrogênio”. (REIS, 2007)

A solubilidade do nitrogênio em ferro líquido é muito baixa, cerca de 0,045% em peso a 1600°C, para pressão atmosférica. No entanto, as técnicas de nitretação sob uma atmosfera pressurizada permitem a obtenção dos supracitados aços de alto nitrogênio, mesmo em temperaturas menores (SIMMONS, 1996).

Tendo como principais variáveis os elementos de liga, temperatura e pressão parcial de nitrogênio, a Lei de Sieverts nos fornece uma relação entre as variáveis para determinação da solubilidade do nitrogênio em uma liga de ferro. Esta relação é válida até 1 atm. (ITAL, 2008)

$$\%N = K \sqrt{P} \quad (1)$$

De maneira intuitiva é possível perceber que, de acordo com a equação (1), o teor de nitrogênio no aço “%N” aumenta com o aumento da pressão de nitrogênio “P” ou com o aumento do coeficiente de interação “K” da liga tratada.

Aços com alto teor de nitrogênio em solução sólida veem sendo estudados há décadas, devido às pesquisas que mostram vantagens em relação às ligas de carbono. De fato, a inserção de nitrogênio em solução sólida nos materiais ferrosos produz resultados como aumento da dureza, resistência mecânica e resistência ao desgaste superficial, além da resistência à fadiga, que também é influenciada devido às tensões de compressão formadas na superfície do material (MALISKA, 1995). Aços inoxidáveis também apresentam resultados favoráveis para resistência à corrosão (TSCHIPTSCHIN, GARZÓN, & LOPEZ, 2007).

### 3.2.1.2 Diagrama de equilíbrio Fe-N e formação de fases

A fim de se analisar as estruturas formadas na adição do nitrogênio em aços, em especial no aço IF, que possui baixíssimo teor de carbono, torna-se essencial conhecer o diagrama de equilíbrio Fe-N, conforme a Figura 3.3. Podem ser encontradas diversas semelhanças entre o diagrama Fe-C e Fe-N, como o comportamento em relação às fases ferríticas e austeníticas. Para o caso do diagrama Fe-N, a uma temperatura de 590°C, percebe-se a solubilidade máxima de nitrogênio na ferrita, sendo 0,10% em peso. Para a fase austenítica, este limite é encontrado na temperatura de 650°C, sendo 2,8% em peso. (REIS, 2007).

Também é interessante perceber que, de maneira similar ao diagrama Fe-C, podem ser obtidas diferentes estruturas através de tratamentos térmicos e seus parâmetros variáveis (temperatura, velocidade de resfriamento). No ponto eutetóide do diagrama Fe-N, com 590°C e um teor de 2,35% de peso de nitrogênio, a fase austenítica pode se decompor em ferrita e nitreto Fe<sub>4</sub>N. (REIS, 2007)

Esta formação ocorrerá se o resfriamento for realizado de forma lenta. Caso o resfriamento seja realizado de forma rápida suficiente para que não exista nucleação dos nitretos, é formada a estrutura conhecida como martensita de nitrogênio, uma solução supersaturada de nitrogênio na estrutura ferrítica (ASSUMPÇÃO, BORGES, & MAFRA, 2014). A Figura 3.4 mostra uma martensita de nitrogênio obtida através do tratamento intitulado SHTPN. O SHTPN será tema de uma seção adiante neste trabalho.

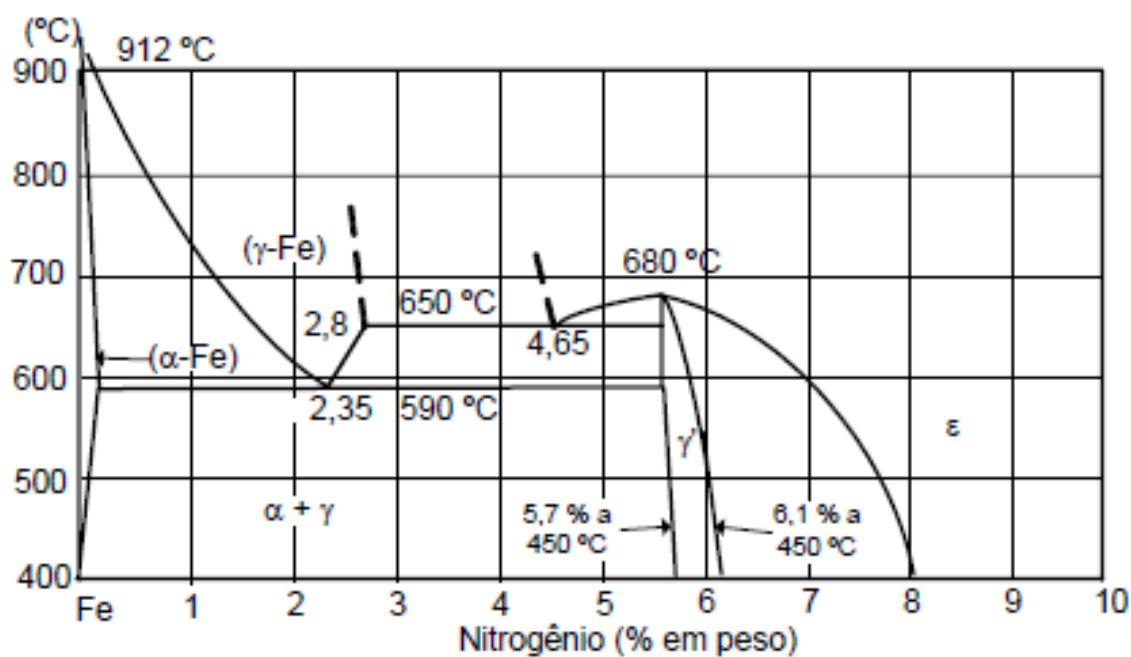


Figura 3.3 - Diagrama de equilíbrio Fe-N à pressão atmosférica

Fonte: Hansen e Anderko (1958)



Figura 3.4 - Martensita de nitrogênio obtida através do SHTPN

Fonte: Assumpção, Borges e Mafrá (2014)

### 3.2.2 Técnicas De Nitretação

Para melhorar as propriedades de resistência a corrosão, tratamentos de endurecimento superficial por nitrogênio são empregados em componentes sinterizados e podem ser realizados por banhos de sal, a gás ou a plasma (SALAK 1995). As principais técnicas de nitretação utilizadas na indústria são os processos líquido, gasoso e por plasma. (REIS, 2007)

A nitretação líquida utiliza banhos de sais fundidos à alta temperatura como procedimento, possui alto índice de poluição e elevados tempos de tratamento. Um fato interessante é que, devido à grande concentração de nitrogênio nos banhos, as camadas brancas obtidas são compostas exclusivamente por uma fase de nitretos, conhecida como  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_2\text{-3N}$ ). (EDENHOFER, 1974)

A nitretação gasosa utiliza uma atmosfera baseada em amônia para tratamento. As temperaturas são semelhantes às utilizadas na nitretação líquida, porém seus tempos são ainda maiores. Além disso, as camadas obtidas por este processo apresentam alta fragilidade. (EDENHOFER, 1974)

### 3.2.3 Nitretação A Plasma

A nitretação a plasma, por sua vez, possui diversos benefícios envolvidos. O processo a plasma possibilita uma maior taxa de crescimento de camadas, gerando uma redução no custo em relação aos processos líquido e gasoso. Também é possível controlar a camada formada através dos parâmetros de tratamento, além de repetibilidade e ausência de poluentes (REIS, 2007).

A porosidade inerente dos sinterizados afeta os tratamentos de endurecimento superficial, por exemplo, poros abertos contribuem com a difusão do nitrogênio, resultando em uma camada endurecida mais profunda e menos definida (SALAK, 1995). Nesse cenário, estudos de nitretação a plasma de componentes sinterizados data dos anos 1980 (TOSIC, TERZIC, GLIGORIJEVIĆ, 1990).



A presença de poros tem papel importante na performance dos diferentes processos de nitretação, por exemplo, ela pode atrapalhar a resistência a corrosão após a nitretação líquida, levando a corrosão prematura do componente sinterizado, pois os resíduos salinos presos nos poros tendem a extravasar (KLEIN *et al* 2013).

Segundo Klein *et al* (2013) a nitretação a plasma é o processo de endurecimento superficial mais apropriado para peças produzidas por metalurgia do pó devido ao alto grau de possibilidade de ajuste da camada nitretada pelo controle dos parâmetros de tratamento e devido a formação de camada de compostos apenas na superfície, o que não ocorre com a nitretação a gás, onde a camada de compostos também se forma na superfície dos poros interconectados no interior da peça.

Ainda segundo Klein *et al* (2013) uma outra vantagem importante da nitretação a plasma é a possibilidade de realizar a sinterização e a nitretação a plasma no mesmo ciclo, deixando o processo mais econômico em termos de tempo e energia.

### **3.2.3.1 Formação da Camada Nitretada**

O plasma reage com a superfície de tratamento fornecendo energia para a mesma. Com a influência de todos os componentes envolvidos e energia fornecida pelo plasma (elétrons, íon negativos, positivos, partículas neutras e radicais livres), os íons são acelerados em direção à superfície, alterando a sua superfície (MALISKA, 1995).

A inserção do nitrogênio na estrutura dos materiais se dá através da dissociação da amônia (NH<sub>3</sub>). Em temperaturas entre 500 e 570°C, o nitrogênio é liberado em sua forma atômica, em uma reação que também resulta em três moléculas de hidrogênio (H<sub>2</sub>), além das duas de nitrogênio (N), já citado (REIS, 2007). Desta forma, o elemento em sua forma atômica pode ser arremessado em direção à superfície, resultando na reflexão, pulverização ou absorção pelo material ferroso. (MALISKA, 1995)

O nitrogênio, ao ser absorvido pelo material ferroso, sofre um processo de difusão para o interior do material (REIS, 2007). Dependendo da afinidade dos elementos de liga do material base com o elemento nitrogênio, o tratamento de nitretação pode fornecer diferentes resultados. Isso se deve à formação de duas camadas: a de compostos e a de difusão. A camada de compostos é a mais superficial, composta por nitretos do tipo  $\gamma'$  [ ] ou  $\epsilon$  [ ]. A camada de difusão apresentará um perfil de dureza, iniciando em um nível superior e diminuindo até o interior do material, devido à própria difusão do nitrogênio em solução sólida na estrutura ferrosa (WOELLNER, 2013). Ambas as camadas dependerão da difusão. Portanto, dependem de fatores diretamente controlados como afinidade da liga com o nitrogênio, atmosfera, tempo e temperatura utilizados no tratamento (MAFTOUM, 2012).

Além da interação do plasma com o material, a difusão também é fundamental para o mecanismo de formação da camada nitretada. Vários fatores influenciam neste processo, entre eles a temperatura, tempo de tratamento e coeficiente de difusão de cada liga. Defeitos cristalinos como contornos de grão, lacunas, entre outros também influenciam de forma positiva na difusão. (REIS, 2007)

### **3.3 SHTPN (*Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*)**

O SHTPN, quando realizado em um material, tem como objetivo a obtenção de uma camada livre de precipitados, de maneira a obter o maior benefício possível com respeito às propriedades do mesmo. Para tanto, são realizados tratamentos de nitretação à plasma (PN) e de solubilização em alta temperatura (SHT), este sendo realizado após o tratamento termoquímico de nitretação. Desta forma, é possível obter os benefícios da modificação estrutural em uma camada mais uniforme, profunda e com baixa presença de precipitados, compostos que fragilizam o material e afetam negativamente suas propriedades (BERTON, 2014).

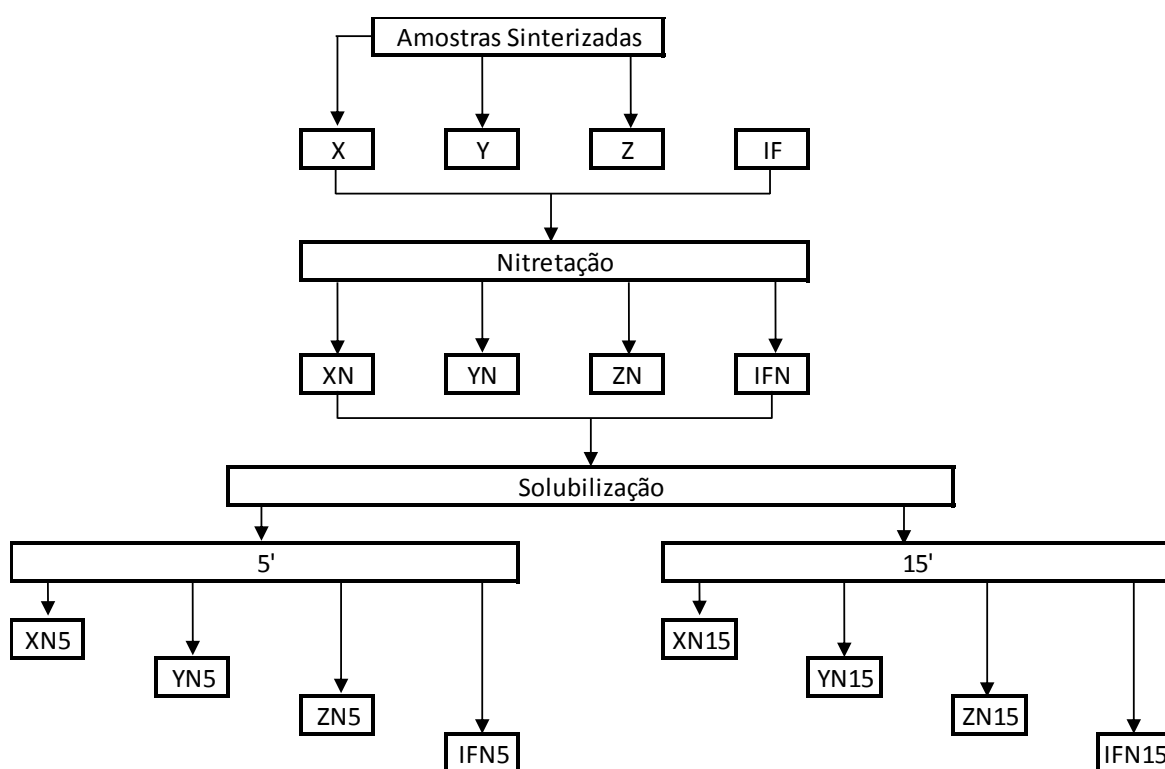
Existe uma alta susceptibilidade à oxidação no processo. Desta forma, além dos parâmetros de temperatura e tempo de tratamento, deve ser levada em conta a atmosfera onde é realizado o tratamento. Usualmente, utiliza-se um gás inerte para o tratamento, como o Argônio, por exemplo (REIS, 2007).

A solubilidade do nitrogênio em materiais ferrosos é limitada e dependente da liga envolvida (REIS, 2007). Especificamente neste trabalho, busca-se entender melhor a respeito da solubilidade do elemento em um material poroso de Fe puro, produzido a partir de sinterização também realizada a plasma.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia apresentada a seguir tem o objetivo de delinear os experimentos e análises a serem realizadas para que se observe o efeito da porosidade inevitável aos componentes obtidos por Metalurgia do Pó no enriquecimento superficial por nitrogênio obtido através do processo SHTPN em dois tempos diferentes de solubilização. Os parâmetros variados dizem respeito às três porosidades e ao tempo a que as amostras ficaram submetidas ao processo térmico de solubilização. As amostras de aço IF passaram pelos mesmos procedimentos que as amostras sinterizadas para fins de comparação.

O delineamento experimental pode ser esquematicamente visualizado a partir do fluxograma da Figura 4.1.



**Figura 4.1 - Fluxograma do procedimento experimental**

Fonte: Autoria própria<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Demais gráficos, figuras e tabelas que não indiquem fonte ou autoria são de autoria própria

As análises metalográficas foram feitas nas amostras em seu estado de fornecimento, após a nitretação e após a solubilização nos dois tempos de solubilização. Os perfis de microdureza foram realizados para as amostras nitretadas e solubilizadas.

A partir de análise do delineamento experimental é apresentado na Tabela 4.1 a seguir as amostras geradas.

**Tabela 4.1 - Descrição das 16 amostras geradas**

<b>Amostra</b>	<b>Condição</b>
X	Estado de fornecimento sinterizada de maior porosidade
Y	Estado de fornecimento sinterizada de média porosidade
Z	Estado de fornecimento sinterizada de menor porosidade
IF	Estado de fornecimento aço IF (sem porosidade)
XN	Sinterizada nitretada de maior porosidade
YN	Sinterizada nitretada de média porosidade
ZN	Sinterizada nitretada de menor porosidade
IFN	Aço IF nitretado
XN5	Sinterizada nitretada e solubilizada em 5' de maior porosidade
YN5	Sinterizada nitretada e solubilizada em 5' de média porosidade
ZN5	Sinterizada nitretada e solubilizada em 5' de menor porosidade
IFN5	Aço IF nitretado e solubilizado em 5'
XN15	Sinterizada nitretada e solubilizada em 15' de maior porosidade
YN15	Sinterizada nitretada e solubilizada em 15' de média porosidade
ZN15	Sinterizada nitretada e solubilizada em 15' de menor porosidade
IFN15	Aço IF nitretado e solubilizado em 15'

Observa-se, assim, que foram geradas dezesseis amostras nesse trabalho.

## 4.1 Materiais

### 4.1.1 Amostras IF

O material das amostras de aço IF foi fornecido pela GalvaSud, em forma de tarugo, com a composição química nominal, indicada pelo fabricante, sendo apresentada na Tabela 4.2.

**Tabela 4.2 - Composição química do aço IF GalvaSud.**

Elemento	Percentual em peso
<b>C</b>	0,0035
<b>Mn</b>	0,137
<b>P</b>	0,007
<b>S</b>	0,0069
<b>Si</b>	0,085
<b>Al</b>	0,024
<b>Nb</b>	0,035
<b>Ti</b>	0,037
<b>N</b>	0,0035

Fonte: Woellner (2013)

As amostras de aço IF foram caracterizadas por Microscopia Óptica (MO) para fins de comparação neste estudo, e é identificada como IF.

### 4.1.2 Amostras Sinterizadas

As amostras sinterizadas foram as mesmas utilizadas por Antunes (2017). Essas amostras foram produzidas a partir de pó de ferro puro AHC – 100.29 atomizado a água, produzido pela Höganäs do Brasil Ltda, com diâmetro (d) de partícula na faixa de 30 a 200  $\mu\text{m}$ . O pó de ferro foi peneirado para a obtenção de três faixas de tamanho de partícula, nomeadas como X, Y e Z. A porosidade superficial das amostras foi determinada por Antunes (2017) ao analisar as micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da superfície

das amostras sinterizadas, nas diferentes faixas de granulometria, por um software de análise de imagem. As três faixas, o tamanho de partícula correspondente, e a porosidade medida são apresentados na Tabela 4.3.

**Tabela 4.3 - Diâmetro dos tamanhos de partícula e Porosidade**

Faixa	Tamanho de Partícula	Porosidade (%)
X	$d < 45 \mu\text{m}$	$10,51 \pm 1,02$
Y	$75 \mu\text{m} < d < 106 \mu\text{m}$	$8,78 \pm 1,82$
Z	$d > 125 \mu\text{m}$	$4,25 \pm 2,15$

Fonte: Adaptado de Antunes (2017)

Ao pó de ferro foi adicionado o lubrificante sólido estearato de zinco na proporção 0,5% em massa. O estearato de zinco e o pó de ferro foram misturados por 1 hora num misturador tipo “Y” com 35 rpm (ANTUNES, 2017). As amostras foram compactadas em uma matriz uniaxial de duplo efeito em uma prensa hidráulica (Gabrielli – L4 Press). A compactação foi realizada a 600 MPa, produzindo amostras com dimensões aproximadas de 20 mm de diâmetro por 5 mm de espessura, segundo Antunes (2017) esses procedimentos já foram utilizados em outros trabalhos como Oliveira, (1998) e Bendo, (2013).

A sinterização das amostras compactadas e a extração do estearato de zinco foram realizadas pelo processo PADS – *Plasma-assisted debinding and sintering*. Os parâmetros de sinterização utilizados são apresentados na Tabela 4.4.

**Tabela 4.4 - Parâmetros de sinterização das amostras.**

ddp (V)	ton ( $\mu\text{s}$ )	Fluxo ( $\text{cm}^3/\text{min}$ )	Mistura Gasosa (%)	Pressão (Torr)	Temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ )	Tempo (h)
400	40	500	95 Ar – 5 H <sub>2</sub>	1	1125	1

Fonte: Antunes (2017)

As amostras sinterizadas foram caracterizadas por Microscopia Óptica para fins de comparação neste estudo, e foram identificadas apenas pela letra respondente a faixa de tamanho de partícula.

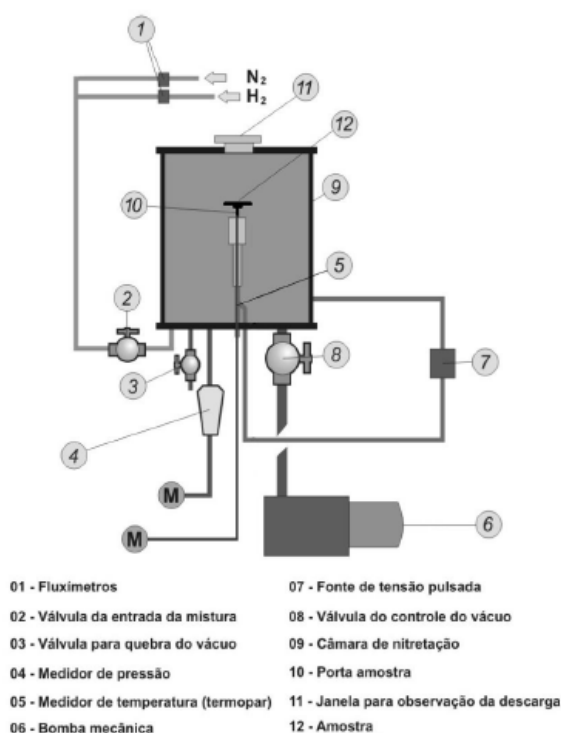
## **4.2 Preparação das Amostras para Nitretação**

O tarugo do aço IF recebido em condição de fornecimento foi cortado em amostras cúbicas com dimensões aproximadas de 10mm de aresta. Antes da nitretação as amostras receberam acabamento total utilizando lixa até grana 1200 em lixadeiras rotativas, seguido de polimento em pano de polimento rotativo com alumina de 1  $\mu\text{m}$  em suspensão. O mesmo foi realizado para as amostras sinterizadas, estas recebidas no formato de discos de tamanho aproximado de 20mm de diâmetro e 5mm de espessura.

## **4.3 Tratamento de Nitretação a Plasma**

O tratamento termoquímico de nitretação a plasma foi realizado no Laboratório de Plasma (LabPasma) da UTFPR. Um esquemático do sistema, formado por uma bomba de vácuo, fonte de tensão pulsada, linhas de gases e câmara de nitretação, é mostrado na Figura 4.2.





**Figura 4.2 - Sistema para nitretação a plasma localizado no LabPlasma, UTFPR**

**Fonte: REIS (2007)**

O sistema de vácuo é formado por uma bomba mecânica e uma válvula conectada entre a porção inferior do reator e a bomba, que permite o controle da pressão de trabalho. A fonte de tensão pulsada utilizada foi controlada através da variação do tempo de pulso ligado e desligado,  $t_{on}$  e  $t_{off}$ , respectivamente. As linhas de gases utilizam válvulas diafragma e fluxímetros para controle da atmosfera. A câmara de nitretação, de dimensões 297 mm de diâmetro por 300 mm de altura, é feita de vidro resistente a altas temperaturas.

As amostras foram posicionadas em uma base no reator conforme a Figura 4.3. Vácuo foi realizado a fim de se remover os gases contaminantes da atmosfera. Em seguida, foi iniciado o ciclo de aquecimento, alterando-se a pressão interna na câmara de tratamento até o parâmetro de 300°C. Com o reator aquecido, iniciou-se a etapa de limpeza. Esta etapa ocorreu no tempo de 30 minutos, com pressão de 3 torr, tensão de 600V, atmosfera de 50% de hidrogênio mais 50% de Argônio, com vazão de 200 cm<sup>3</sup>/min. A temperatura nesta etapa variou entre 300 e 400°C. Os parâmetros estão mostrados na tabela 4.5. A Figura 4.4 mostra a bainha catódica formada durante o processo.

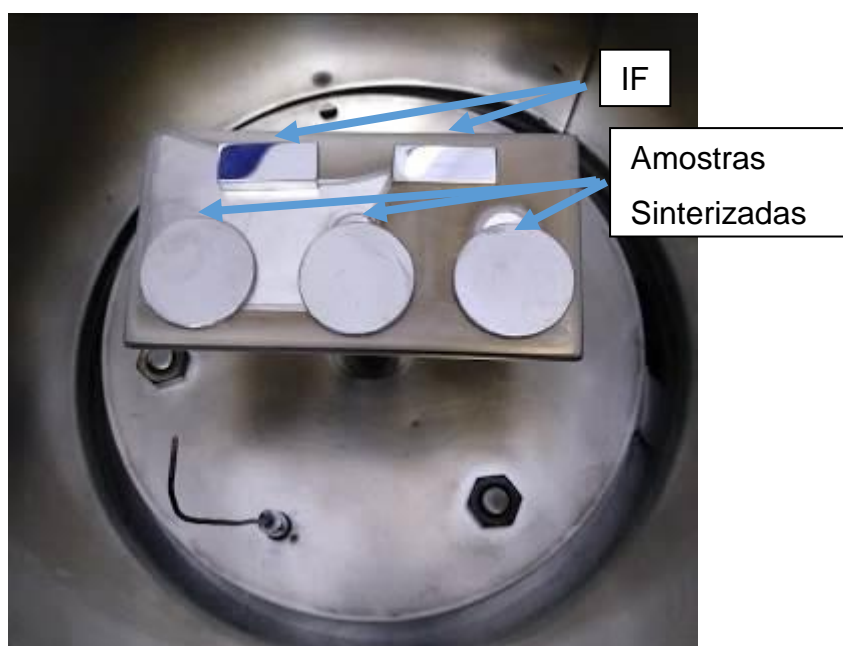


Figura 4.3 - Posicionamento das amostras na câmara de nitretação

Tabela 4.5: Parâmetros do ciclo de limpeza pré-nitretação.

Parâmetro	Ciclo de Limpeza
Temperatura	300°C a 400°C
Tensão	600V
Pressão	3 Torr
Tempo	30 minutos
Atmosfera	50% H <sub>2</sub> + 50% N <sub>2</sub>
Vazão	200 cm <sup>3</sup> /min



**Figura 4.4 - Bainha catódica formada durante o processo de nitretação.**

Após 30 minutos do ciclo de limpeza, iniciou-se a rampa de temperatura até o valor desejado para o tratamento de nitretação. Nesta etapa, o  $t_{on}$  variou entre 100 $\mu$ s e 140 $\mu$ s. A tensão permaneceu em 600V até o final da rampa de aquecimento, quando foi diminuído para 500V.

Com a temperatura estabilizada em 510°C, iniciou-se o tratamento termoquímico de nitretação. Os parâmetros de temperatura, pressão, atmosfera, vazão, tensão e tempo são mostrados na tabela 4.6.

**Tabela 4.6 - Parâmetros do ciclo nitretação a plasma.**

<b>Parâmetro</b>	<b>Nitretação a Plasma</b>
<b>Temperatura</b>	510 $\pm$ 5°C
<b>Tensão</b>	500V
<b>Pressão</b>	3 Torr
<b>Tempo</b>	1 hora
<b>Atmosfera</b>	80% N <sub>2</sub> + 20% H <sub>2</sub>
<b>Vazão</b>	200 cm <sup>3</sup> /min

Após uma hora de tratamento, as amostras foram resfriadas lentamente em atmosfera de hidrogênio. As amostras nitretadas foram caracterizadas por Microscopia Óptica (MO), e foram identificadas apenas pelo letra N.

#### 4.4 Tratamento de Solubilização

A solubilização foi realizada na empresa de tratamentos térmicos Normatic em forno tubular de aquecimento resistivo. As amostras nitretadas foram solubilizadas em banho de sais. Na tabela 4.7 a seguir são apresentados os parâmetros desse tratamento.

**Tabela 4.7 - Parâmetros da solubilização**

<b>Parâmetro</b>	<b>Solubilização</b>
<b>Temperatura</b>	800 ± 5°C
<b>Tempo</b>	5 e 15 minutos
<b>Concentração de carbono no banho de sal</b>	0,5%
<b>Temperatura de resfriamento (água)</b>	20 ± 5°C

Um grupo de amostras, IF5, X5, Y5 e Z5, permaneceu no banho de sal por 5 minutos. O outro grupo de amostras, IF15, X15, Y15, e Z15, permaneceu no banho de sal por 15 minutos. Os sais constituintes do banho, segundo a Normatic, são cloreto de potássio, cloreto de sódio e cianeto de potássio. A concentração de carbono nesse banho de sal foi determinada pela empresa como sendo 0,5% de carbono em massa.

Para o caso dessa solubilização a rampa de aquecimento do forno não é considerada, já que o forno se encontrava aquecido na temperatura de solubilização, 800°C.

O resfriamento das amostras foi realizado em água a temperatura ambiente, aproximadamente 20°C, tão logo as amostras foram retiradas do banho de sal.

As amostras solubilizadas foram caracterizadas por Microscopia Óptica, e foram identificadas apenas pelo tempo de solubilização.

## 4.5 Técnicas De Análise

### 4.5.1 Metalografia

Para realização das análises metalográficas foram obtidas imagens de microscopia ótica através do microscópio ótico Olympus BX51 com sistema de aquisição de imagem acoplado ao computador, localizado no Laboratório de Materiais da UTFPR. Então, as amostras sinterizadas, nitretadas, e solubilizadas foram seccionadas no sentido transversal com disco de corte diamantado, e a amostra do estado de fornecimento do aço IF permaneceu como preparada anteriormente. Todas as amostras foram embutidas em baquelite, lixadas até grana 1200 em lixadeiras rotativas, e polidas em pano de polimento rotativo com alumina de 1  $\mu\text{m}$  em suspensão.

Previamente à etapa de lixamento das amostras nitretadas, foi realizada deposição de cobre na superfície para que a camada de compostos permanecesse intacta durante a preparação.

Para revelar a microestrutura foi feito ataque utilizando reagente Nital 2% em todas as amostras. Nessa etapa as amostras que continham porosidade foram atacadas, também utilizando o reagente Nital 2%, polidas por menos de um minuto e atacadas novamente, para que os poros que eventualmente se fecharam durante o lixamento fossem reabertos e ficassem evidentes na metalografia.

As imagens obtidas por microscopia ótica também foram utilizadas para a medição da camada nitretada e solubilizada visível devido às dificuldades apresentadas para obtenção de um perfil de dureza satisfatório. Este assunto será abordado mais adiante neste trabalho, no Capítulo 5 - Resultados e Discussões.

Para determinar essa medida foram realizadas pelo menos 9 medições (a fim de se obter a média, o desvio padrão e o erro), igualmente espaçadas, por meio de programa de processamento de imagens. Para não tirar a fluidez do texto as imagens das medidas realizadas são apresentadas no APÊNDICE A. O erro foi calculado segundo Albertazzi (2008) para um coeficiente de Student função de 95% de confiabilidade e grau de liberdade de acordo com o número de medidas realizadas, sendo assim  $t = 2,300$ .

#### 4.5.2 Microdureza

Os perfis de microdureza foram realizados no Laboratório de Tecnologias de Pós e Plasma (LTPP) da UFPR. O microdurômetro utilizado é da marca Shimadzu, modelo HMV-2T, equipado com penetrador piramidal do tipo Vickers (HV). A carga utilizada foi de 25 gramas com tempo de aplicação de 15 segundos. Três perfis foram realizados em cada amostra, a fim de se obter um desvio padrão. O erro foi calculado segundo Albertazzi (2008) para um coeficiente de Student função de 95% de confiabilidade e grau de liberdade de acordo com o número de medidas realizadas, sendo assim  $t = 4,303$ .

A dureza do núcleo também foi medida. As medidas foram realizadas nas profundidades mostradas da tabela 4.8.

**Tabela 4.8 - Profundidades medidas nos perfis de microdureza.**

PROFUNDIDADE ( $\mu\text{m}$ )	PROFUNDIDADE ( $\mu\text{m}$ ) - cont.
10	130
20	140
30	150
40	175
50	200
60	250
70	300
80	400
90	500
100	650

As profundidades acima foram escolhidas para as medições de forma que se possibilite observar a evolução da microdureza na camada. A profundidade de endurecimento foi determinada seguindo o critério NHT onde mede-se a dureza do

núcleo do substrato, e adiciona-se 50 HV para obter a dureza limite de nitretação (DIN 50.190-3 *apud* PINEDO, 2000).

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nas seções a seguir serão apresentados os resultados e as discussões possíveis. Primeiro são expostas as caracterizações feitas para as amostras em seu estado de fornecimento. Na sequência são apresentadas as caracterizações das amostras nitretadas e a comparação da influência da porosidade na camada obtida por nitretação a plasma. Subsequentemente são apresentadas as caracterizações das amostras solubilizadas e a comparação da influência da porosidade na camada obtida pós solubilização. Por fim, é apresentada a evolução da camada após SHTPN para cada grau de porosidade.

### 5.1 Caracterização da amostra de aço IF em estado de fornecimento

A metalografia do aço IF em estado de fornecimento (Figura 5.1) revelou, como esperado, a ausência de porosidade, já que esse material não foi obtido por Metalurgia do Pó.



Figura 5.1 – Metalografia amostra IF no estado de fornecimento

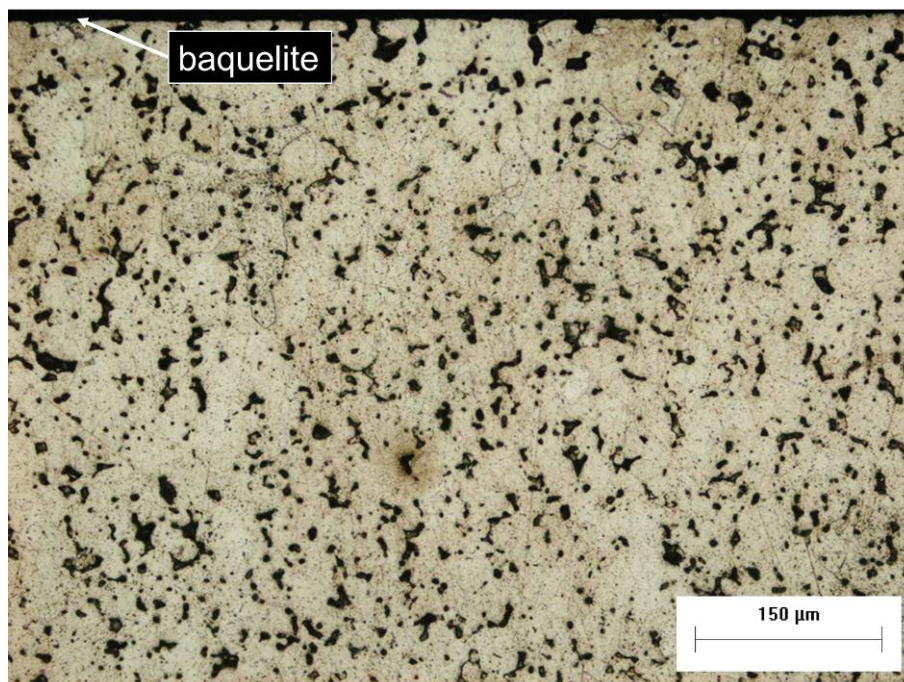


Também pode ser observado pela Figura 5.1 que os grãos têm tamanho elevado, o que é representativo de toda a amostra. Essa característica pode ser creditada à laminação a quente, processo de fabricação das amostras de aço IF. Isso porque as temperaturas normalmente utilizadas nesse processo de conformação levam a recuperação, recristalização e crescimento de grão do material (PADILHA e SICILIANO JUNIOR, 2005). Como será apresentado a seguir, os tamanhos de grão das amostras sinterizadas são significativamente menores do que os grãos da amostra de aço IF.

## **5.2 Caracterização das amostras sinterizadas a plasma**

As amostras X, Y e Z foram sinterizadas e, portanto, possuem certo grau de porosidade. Segundo Pavanati (2005) a sinterização de ferro puro, em temperaturas próximas às utilizadas neste trabalho, “acontece essencialmente através do transporte de átomos individuais, ou seja, o transporte de átomos é controlado somente pela difusão volumétrica, superficial e nos contornos de grãos”.

Na Figura 5.2 a seguir é apresentada a metalografia obtida para a amostra X em seu estado de fornecimento. A amostra X possui o menor tamanho de partícula e a maior porosidade dentre as amostras sinterizadas, ou seja, partículas com diâmetro menor do que  $45\mu\text{m}$  e porosidade superficial de  $10,51 \pm 1,02 \%$  determinada por Antunes (2017).



**Figura 5.2 – Metalografia amostra X sinterizada**

Pela Figura 5.2 observa-se um grande número de pequenos poros distribuídos por toda a amostra, não necessariamente distribuídos nos contornos de grão.

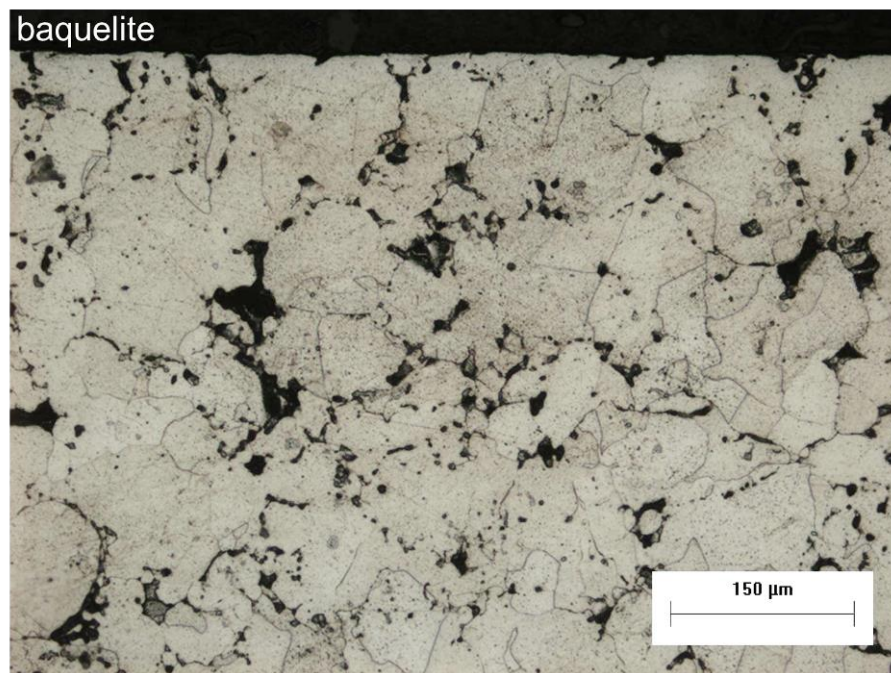
Na Figura 5.3 a seguir é apresentada a metalografia obtida para a amostra Y em seu estado de fornecimento. A amostra Y possui médio tamanho de partícula e média porosidade dentre as amostras sinterizadas, ou seja, partículas com diâmetro entre 75 e 106 $\mu\text{m}$  e porosidade superficial de  $8,51 \pm 1,82 \%$  determinada por Antunes (2017).



**Figura 5.3 – Metalografia amostra Y sinterizada**

Pela Figura 5.3 observa-se poros principalmente distribuídos nos contornos de grão.

Na Figura 5.4 a seguir é apresentada a metalografia obtida para a amostra Z em seu estado de fornecimento. A amostra Z possui o maior tamanho de partícula e a menor porosidade dentre as amostras sinterizadas, ou seja, partículas com diâmetro maior do que  $125\mu\text{m}$  e porosidade superficial de  $4,25 \pm 2,15 \%$  determinada por Antunes (2017).



**Figura 5.4 - Metalografia amostra Z sinterizada**

Pela Figura 5.4 observa-se menos poros e maior dispersão do tamanho dos poros.

Os resultados de porosidade obtidos eram esperados, já que se sabe que o tamanho e formato de partícula influenciam na porosidade final do componente sinterizado (ASM HANDBOOK, vol. 7, 1998). Isso significa que as amostras obtidas a partir de menores tamanhos de partícula, e com menor distribuição de tamanho de partículas, apresentarão maior quantidade de poros devido a sua menor compactibilidade em relação a partículas de tamanhos maiores (OLIVEIRA, 1998).

Os tamanhos de grão observados nas metalografias também são proporcionais ao tamanho de partícula, ou seja, amostras com maior tamanho de partícula apresentaram maior tamanho de grão. O que faz sentido pois o tamanho de grão pode ser dependente do tamanho de partícula, pois, por exemplo, gerar partículas de pó pequenas também gera grãos pequenos (UPADHYAIA, 2002). Além disso os tamanhos de grão das amostras sinterizadas são significativamente menores do que os grãos da amostra de aço IF

A temperatura e o tempo de sinterização também influenciam no tamanho de grão (FUCHS, 2008), contudo as amostras foram processadas no mesmo ciclo de sinterização, ou seja, esse fator não teve influência nas diferenças de tamanhos de grão.

### 5.3 Caracterização das amostras após nitretação

#### 5.3.1 Microscopia ótica

Na Figura 5.5 a seguir é apresentada a metalografia obtida para a amostra de aço IF após o tratamento de nitretação a plasma. É possível verificar a camada superficial formada, composta por nitretos aciculares precipitados em suas orientações preferenciais. A camada visível apresentou na microscopia ótica uma espessura média de  $171 \pm 11 \mu\text{m}$ .

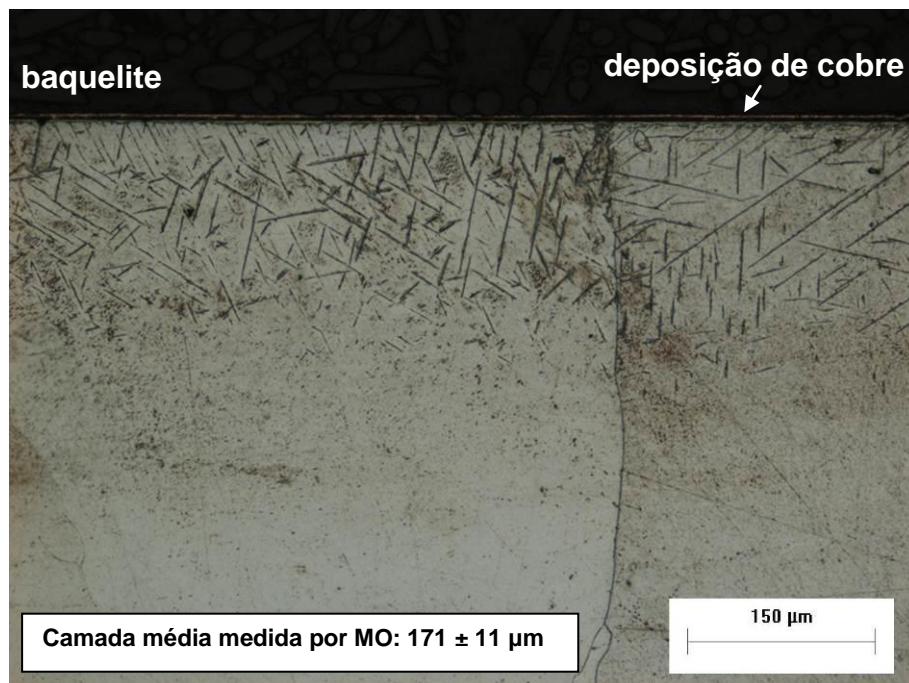
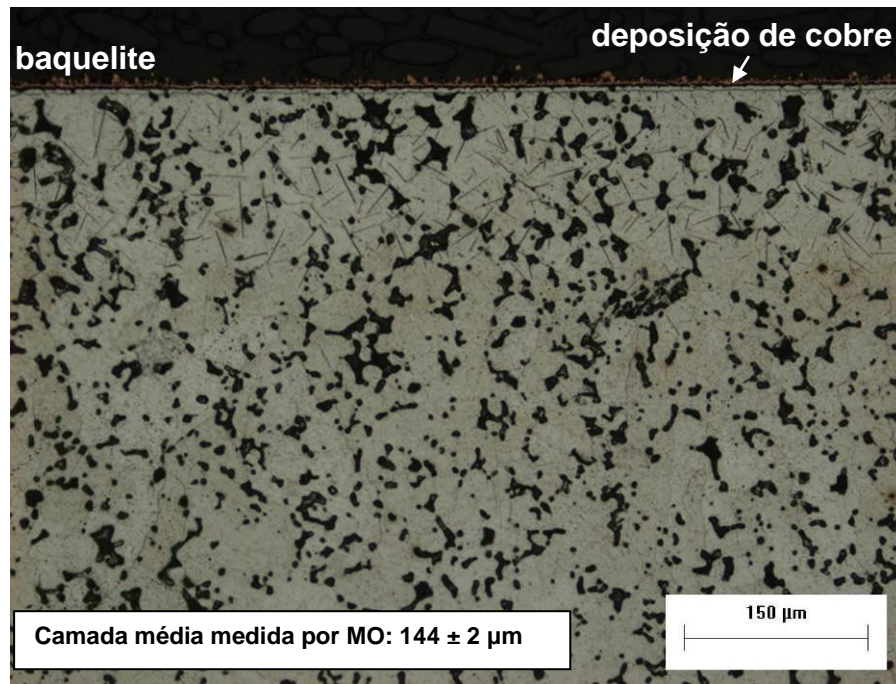


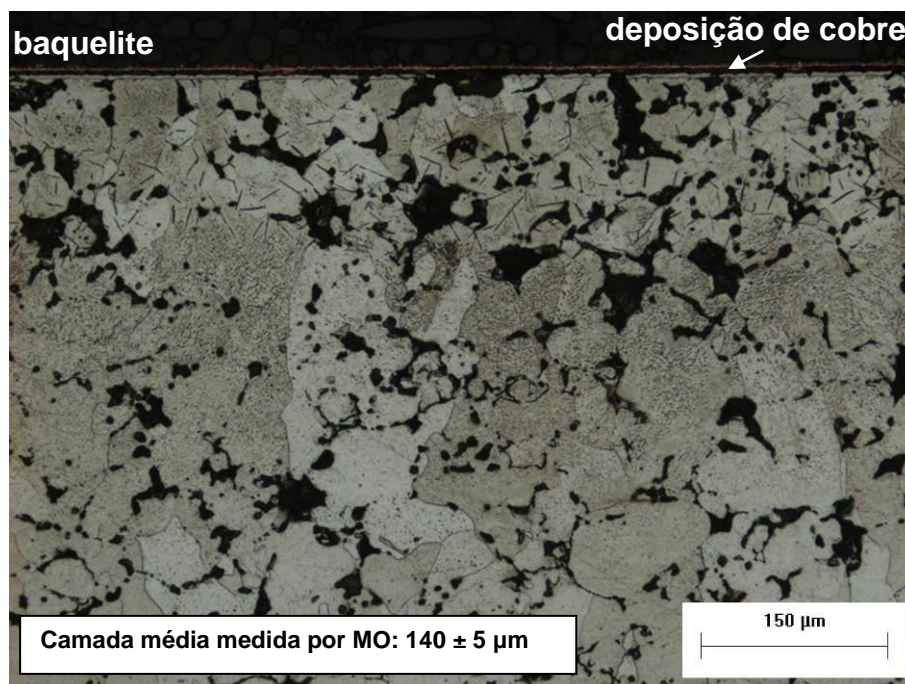
Figura 5.5 - Amostra IFN: Aço IF após nitretação a plasma

As micrografias obtidas para as amostras sinterizadas e nitretadas estão de acordo com a literatura (PAVANATI, 2005; BENDO, 2013; ANTUNES, 2017). Na figura 5.6 é apresentada a metalografia obtida para a amostra XN, amostra de maior porosidade, após o tratamento de nitretação a plasma. De maneira semelhante à amostra de aço IF não sinterizado, a camada formada é composta por nitretos em suas orientações preferenciais. A espessura desta camada se apresenta menor que a do aço IF, chegando a uma profundidade de  $144 \pm 2 \mu\text{m}$ .



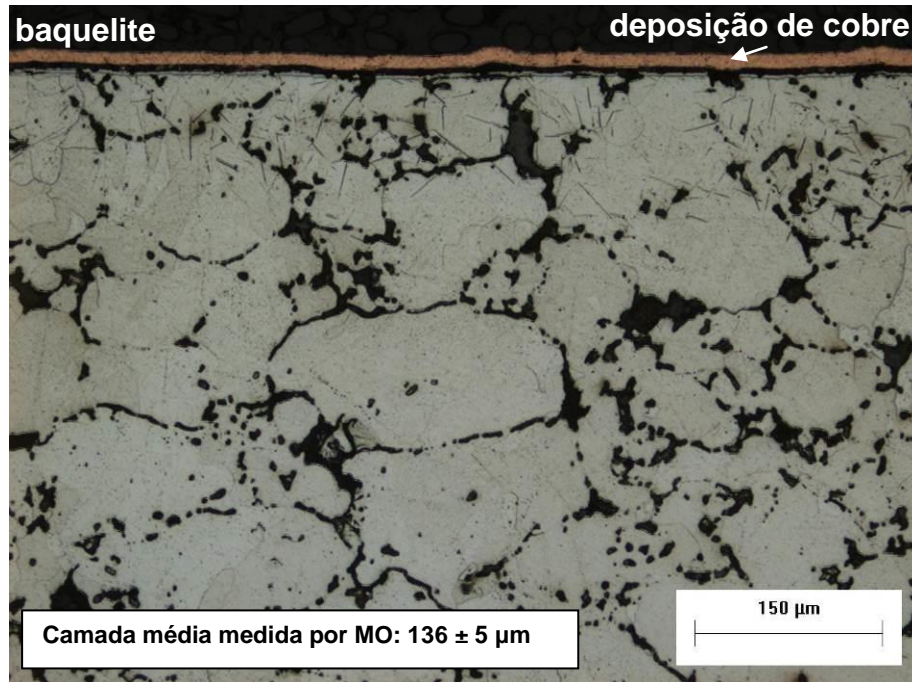
**Figura 5.6 - Amostra XN: Amostra X após nitretação a plasma**

Na Figura 5.7 é apresentada a metalografia obtida para a amostra YN, amostra de média porosidade, após o tratamento de nitretação a plasma. Nesta condição, verificou-se também uma camada similar às condições anteriores, formadas pelos nitretos em sua orientação preferencial. A espessura medida por microscopia é de  $140 \pm 5 \mu\text{m}$ .



**Figura 5.7 - Amostra YN: Amostra Y após nitretação a plasma**

Por fim, na Figura 5.8 é apresentada a metalografia obtida para a amostra ZN, amostra de menor porosidade, após o tratamento de nitretação a plasma. O aspecto da camada formada é similar aos anteriores, com uma camada de nitretos em suas orientações preferenciais até a profundidade de  $136 \pm 5 \mu\text{m}$ .



**Figura 1.8 - Amostra ZN: Amostra Z após nitretação a plasma**

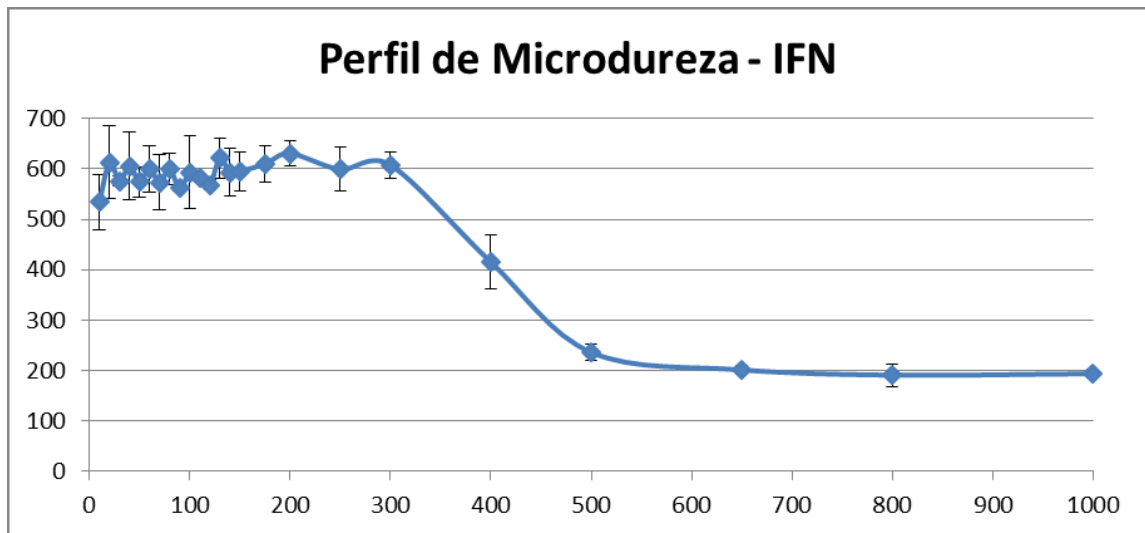
Pela comparação das Figuras 5.5 a 5.8 observa-se que em todas as amostras tratadas ocorreu uma formação similar da camada nitretada, sendo que nessas camadas a camada de compostos é muito fina. Observa-se que em todas as amostras a camada de difusão é composta por nitretos aciculares precipitados em suas orientações preferenciais. Também é possível visualizar que as camadas de difusão das amostras com porosidade são menos regulares do que a amostra de aço IF. Uma explicação para isso vem do fato de que nos poros e regiões de contornos de grãos, onde a difusão de nitrogênio é maior, a formação da camada é favorecida (BENDO, 2013).

### 5.3.2 Perfis de Microdureza

Realizou-se a tentativa de obter, para todas as amostras, perfis de microdureza para melhor entendimento das camadas obtidas. Isso foi realizado com um microdurômetro equipado com penetrador piramidal do tipo Vickers (HV), utilizando uma carga de 25 gramas com tempo de aplicação de 15 segundos.



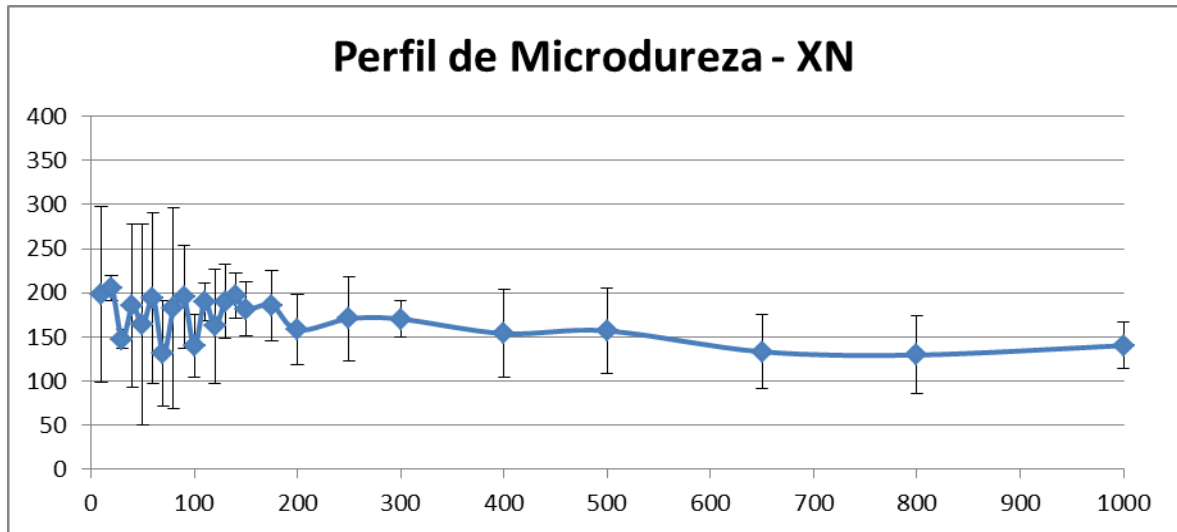
A figura 5.9 mostra o perfil de microdureza obtido para a amostra IFN. A tabela contendo as medições realizadas para cada profundidade, sua média, desvio padrão, e erro serão apresentadas no APÊNDICE B, para não tirar a fluidez do texto. A dureza média do núcleo também foi medida, sendo de  $194 \pm 11$  HV, valor que é coerente com as medidas feitas por Woellner (2013) para o mesmo material.



**Figura 5.9 - Perfil de Microdureza da amostra IFN**

Através do perfil, é possível perceber a formação de uma camada de dureza uniforme até 300 µm com microdureza em torno de 600 HV. O perfil de dureza mostra a influência do tratamento termoquímico até aproximadamente 450 µm de profundidade, considerando o critério NHT de espessura de camada onde se adiciona à dureza do núcleo 50 HV para obter o ponto de dureza que representa a espessura limite de nitretação.

A figura 5.10 mostra o perfil de dureza obtido para a amostra XN. A tabela contendo as medições realizadas para cada profundidade, sua média, desvio padrão, e erro serão apresentadas no APÊNDICE B, para não tirar a fluidez do texto. Embora seja possível realizar indentações passíveis de medição, a presença da porosidade gera uma alta dispersão nos dados, o que torna o perfil não confiável e, portanto, inconclusivo.



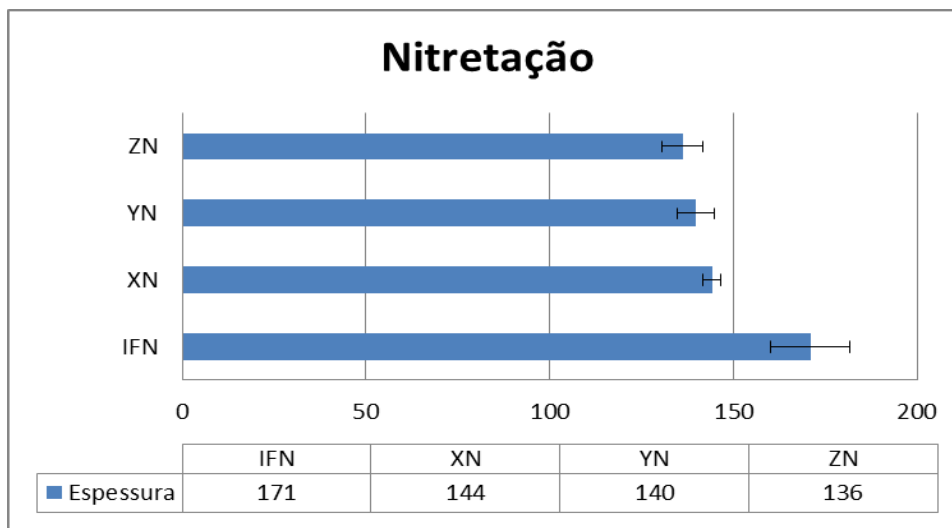
**Figura 5.10 - Perfil de Microdureza da amostra XN**

A microdureza típica medida em Fe sinterizado é em torno de 100 HV e as microdurezas para a camada de difusão do nitrogênio nesse material são em torno de 200 a 250 HV dependendo dos parâmetros de tratamento (BENDO, 2013). Assim, mesmo com alta dispersão das medidas é possível dizer que a microdureza da amostra XN (substrato:  $142 \pm 19$  HV, camada: 150 a 250 HV) está de acordo com a literatura.

Foram realizadas diversas tentativas de se obter um perfil de microdureza também para as amostras YN e ZN. Contudo, as indentações apresentaram deformações, a ponto de não ser possível realizar a medição de seu tamanho, visto que indentações disformes não são contempladas no método Vickers. Isto inviabilizou a realização de perfis de microdureza adequados. Devido à presença de poros de tamanhos consideravelmente maiores que os da amostra XN, a influência dos mesmos foi tamanha que deformou as indentações. Desta forma, optou-se por avaliar a espessura da camada visível formada através da microscopia ótica.

### 5.3.3 Influência da porosidade na formação da camada nitretada

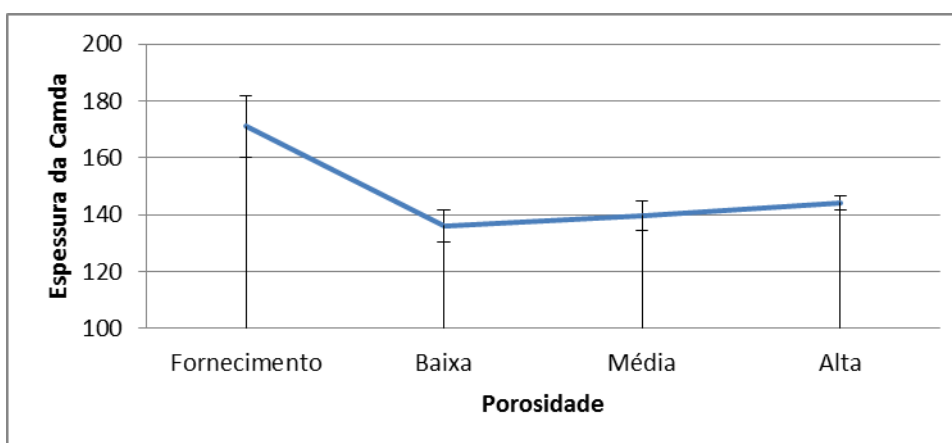
Na Figura 5.11 são apresentadas as espessuras de camada de difusão e camada de compostos obtidas para todas as amostras nitretadas.



**Figura 5.11 – Espessura de camada visível das amostras de aço IF e das amostras sinterizadas**

Pode-se observar que as camadas formadas nas amostras sinterizadas possuem espessura inferior a amostra de aço IF. Também é percebido que o valor de espessura da camada não se alterou de forma significativa entre as condições XN, YN e ZN. Assim, considerando-se o erro de medição, é possível afirmar que os diferentes níveis de porosidade formaram camadas de mesma espessura visível.

A Figura 5.12 também mostra a espessura da camada versus o nível de porosidade para as amostras nitretadas.



**Figura 5.12 - Espessura da Camada Nitretada vs. Porosidade**

Portanto, neste estudo, os diferentes níveis de porosidade e diferentes tamanhos de poros não afetaram a formação da camada nitretada nesta condição

de nitretação, diferente do ocorrido após a solubilização, conforme será abordado nas seções seguintes.

## 5.4 Caracterização das amostras após solubilização

### 5.4.1 Solubilização de 5 minutos

#### 5.4.1.1 Microscopia ótica

A Figura 5.13 mostra a microscopia ótica da amostra IF5, amostra de aço IF nitretada e solubilizada por 5 minutos em banho de sal, com resfriamento rápido em água. A camada medida por microscopia ótica foi de  $143 \pm 2 \mu\text{m}$ .

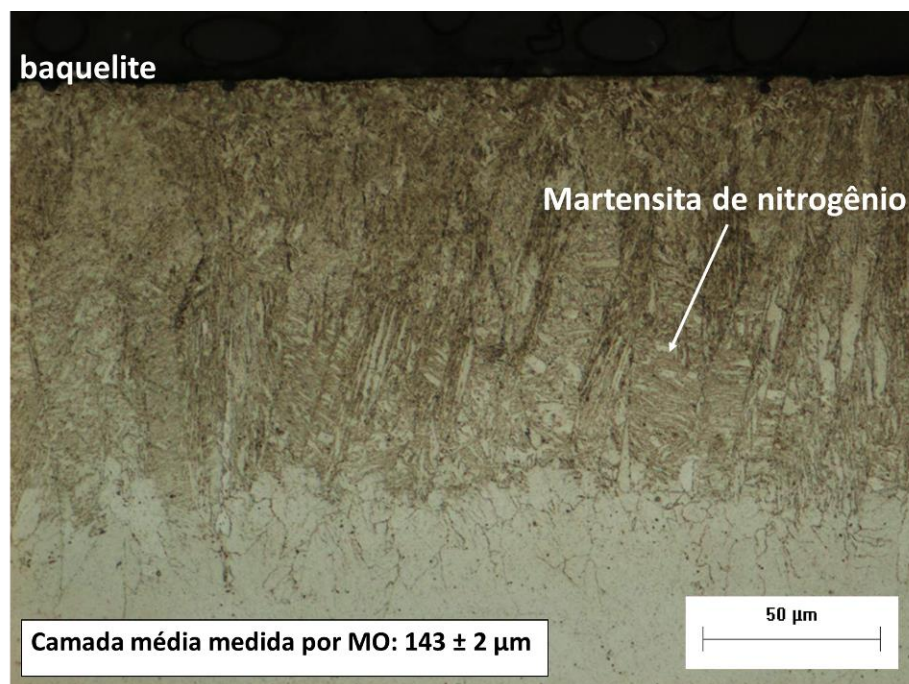


Figura 5.13 – Amostra IF5: amostra de aço IF nitretada e solubilizada por 5 minutos

A solubilização permite que os nitretos formados durante o processo de nitretação a plasma se difundam em solução sólida. O resfriamento em água a temperatura ambiente é rápido, fazendo com que a estrutura seja modificada de tal forma que o nitrogênio é aprisionado na rede cristalina, formando uma estrutura conhecida como martensita de nitrogênio (ASSUMPÇÃO, 2013). Desse modo não

se observam nitretos aciculares, ao contrário do obtido nas amostras apenas nitretadas. Nas Figuras 5.14, 5.15 e 5.16 a seguir também se observa a estrutura martensítica de nitrogênio para as amostras X5, Y5 e Z5.

A Figura 5.14 a seguir mostra a microscopia ótica da amostra X5, amostra sinterizada de maior porosidade, nitretada, e solubilizada por 5 minutos em banho de sal, com resfriamento rápido em água. A camada visível obtida medida por microscopia ótica foi de  $288 \pm 21 \mu\text{m}$ .

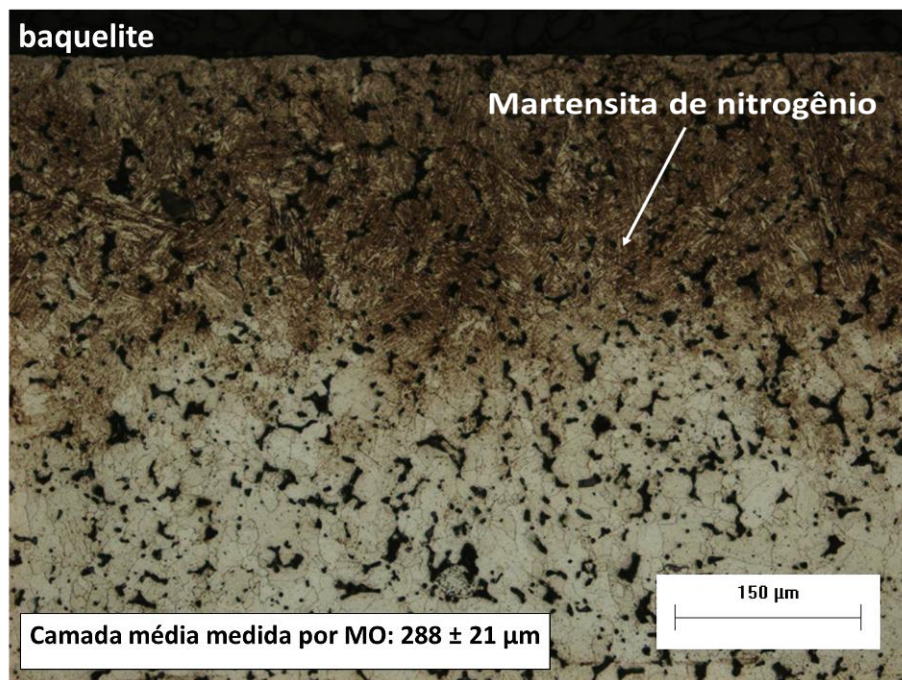
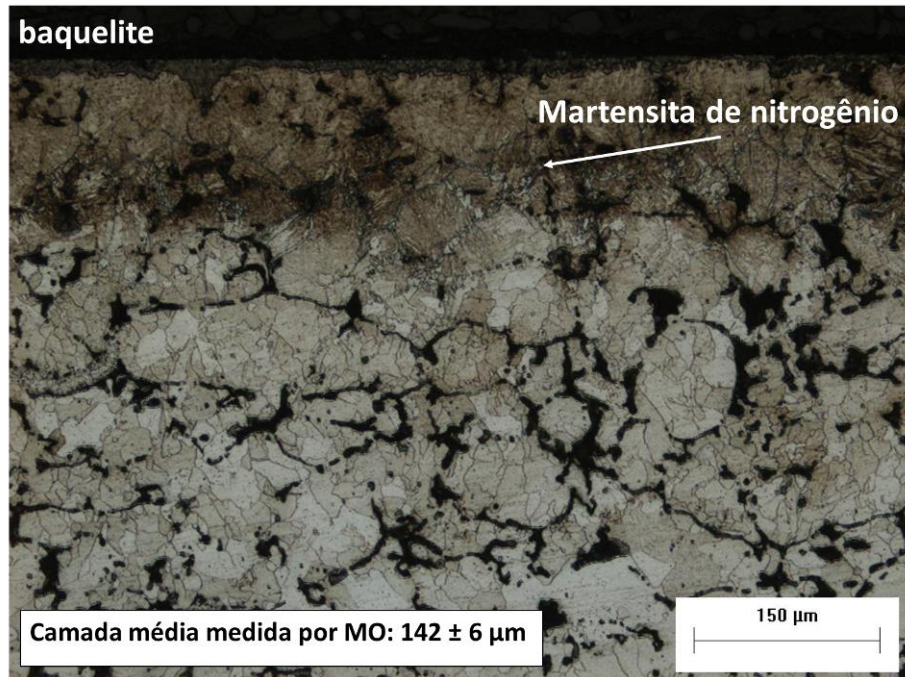


Figura 5.14 – Amostra X5: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 5 minutos

Nota-se que a camada obtida não apresenta espessura homogênea, essa camada é até menos constante do que a camada da amostra XN.

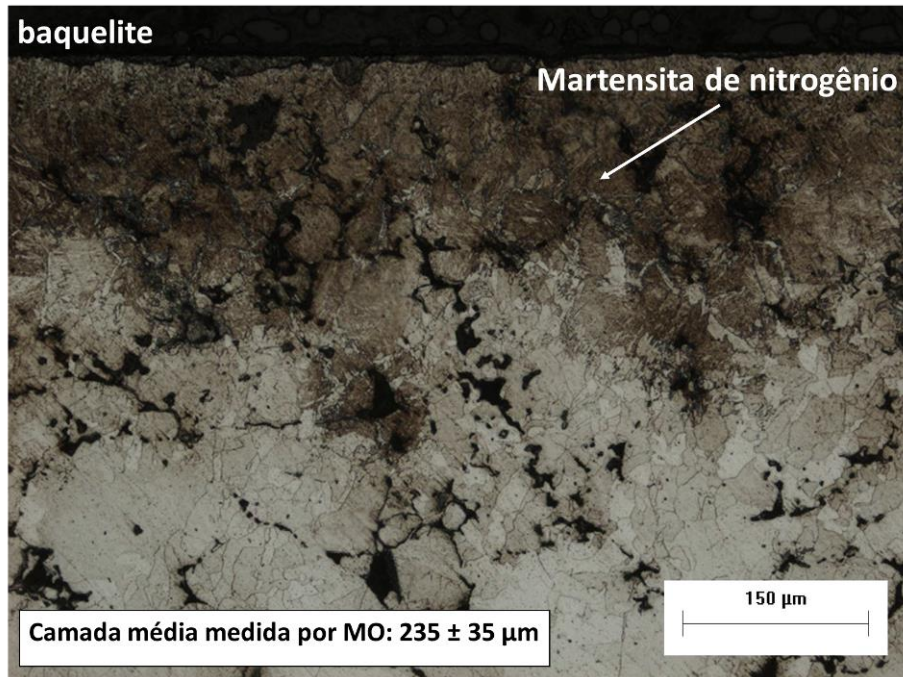
A Figura 5.15 a seguir mostra a microscopia ótica da amostra Y5, amostra sinterizada de média porosidade, nitretada, e solubilizada por 5 minutos em banho de sal, com resfriamento rápido em água. A camada medida por microscopia ótica foi de  $142 \pm 6 \mu\text{m}$ .



**Figura 5.15 – Amostra Y5: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 5 minutos**

Nota-se que a camada obtida não apresenta espessura homogênea, contudo essa camada é mais constante do que a camada da amostra X5.

A Figura 5.16 a seguir mostra a microscopia ótica da amostra Z5, amostra sinterizada de menor porosidade, nitretada, e solubilizada por 5 minutos em banho de sal, com resfriamento rápido em água. A camada medida por microscopia ótica foi de  $235 \pm 35 \mu\text{m}$ .



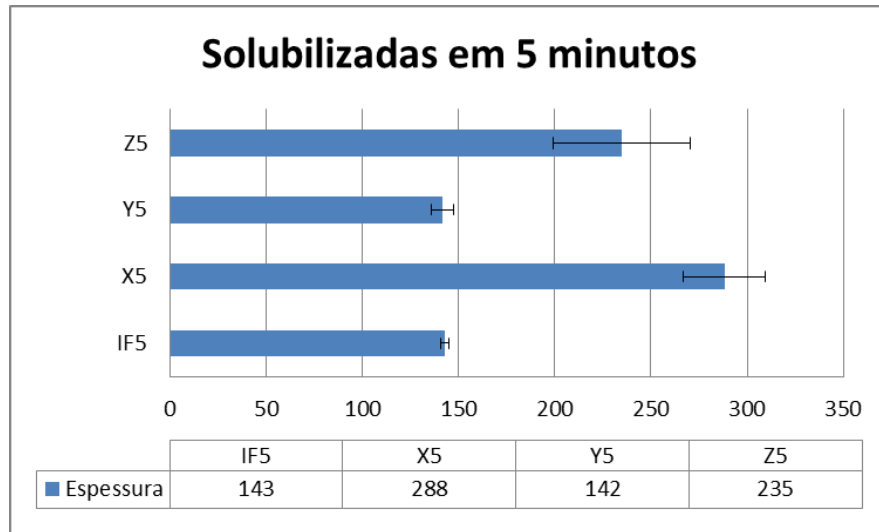
**Figura 5.16 – Amostra Z5: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 5 minutos**

Nota-se que a camada obtida não apresenta espessura homogênea, essa camada é menos constante do que a camada das amostras ZN, X5 e Y5.

As Figuras 5.13, 5.14, 5.15 e 5.16 não apresentam camada de compostos, mostrando que o tempo de 5 minutos de solubilização foi suficiente para a solubilização das fases formadas na camada de compostos.

#### **5.4.1.2 Influência da porosidade na camada obtida na solubilização**

Para comparar os efeitos da porosidade na camada obtida é apresentada a Figura 5.17 a seguir, onde as amostras estão dispostas em ordem crescente de porosidade.



**Figura 5.17 - Comparação entre amostras após a solubilização em 5 minutos**

A amostra X5 apresentou a maior espessura de camada visível. As camadas das amostras IF5 e Y5 são praticamente iguais, sendo as menores do grupo de amostras.

A camada visível é composta de martensita de nitrogênio e só é formada com o resfriamento rápido, aprisionando o nitrogênio na estrutura cristalina. Segundo Tosic, Terzic, e Gligorijević (1990), a condutividade térmica de um componente sinterizado é menor do que a de um componente completamente denso. Este fato também é citado por German (1994), de acordo com a figura 5.18. Por isso, é possível que o tamanho dos poros da amostra Y5 tenha diminuído a condutividade térmica da amostra (em maior magnitude do que as amostras X5 e Z5, que possuem menores tamanhos de poros) e conseqüentemente diminuído a temperabilidade do componente. Assim, o resfriamento pós-solubilização não foi rápido o suficiente para formar martensita de nitrogênio em maior profundidade.



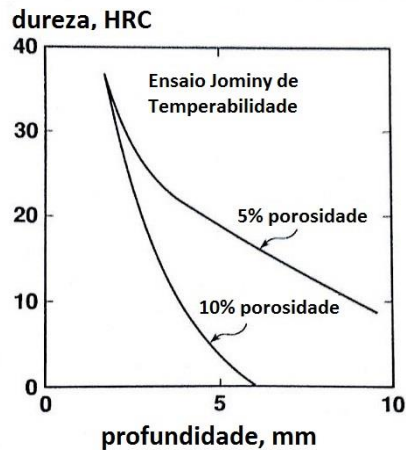


Figura 5.18 – A temperabilidade, conforme medida pelo ensaio Jominy, para dois níveis de porosidade em aço sinterizado. A menor porosidade fornece melhor condutividade térmica com maior profundidade de dureza superior (German, 1994)

#### 5.4.2 Solubilização de 15 minutos

##### 5.4.2.1 Microscopia ótica

A Figura 5.19 mostra a microscopia ótica da amostra IF15, amostra de aço IF nitretada e solubilizada por 15 minutos em banho de sal, com resfriamento rápido em água. A camada medida por microscopia ótica foi de  $235 \pm 5 \mu\text{m}$ .

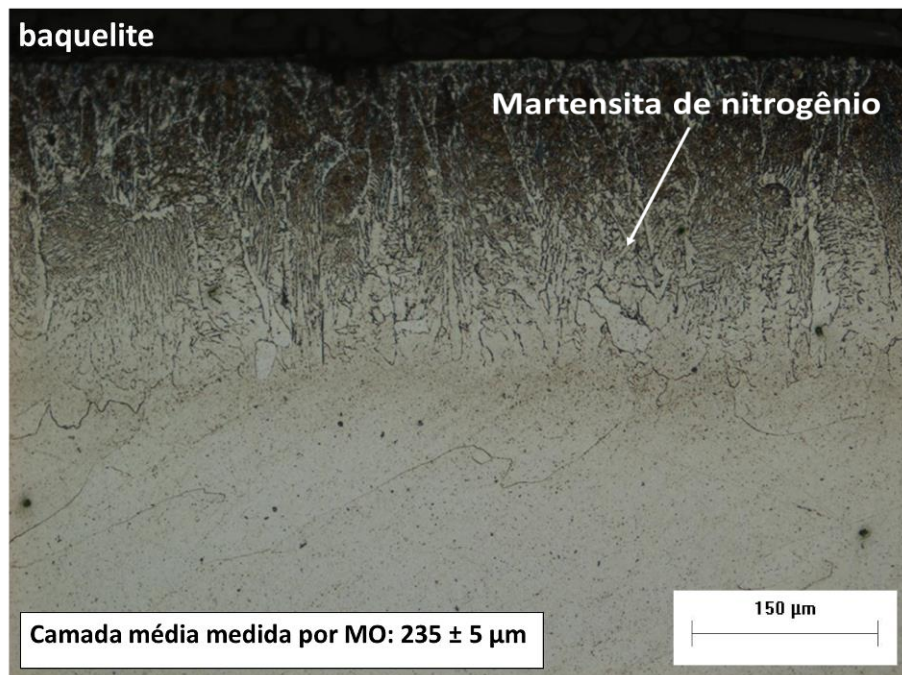
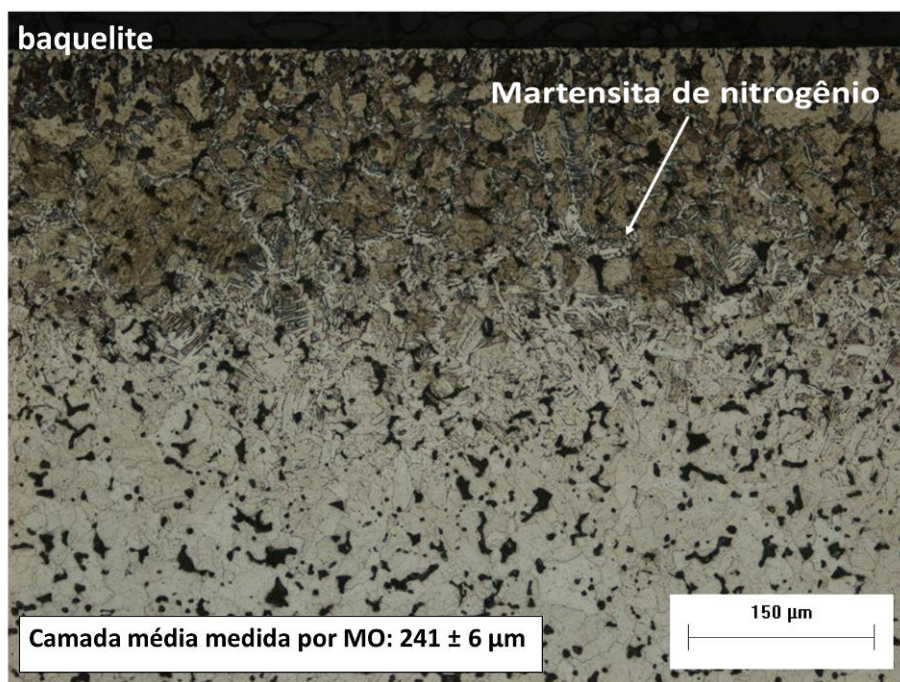


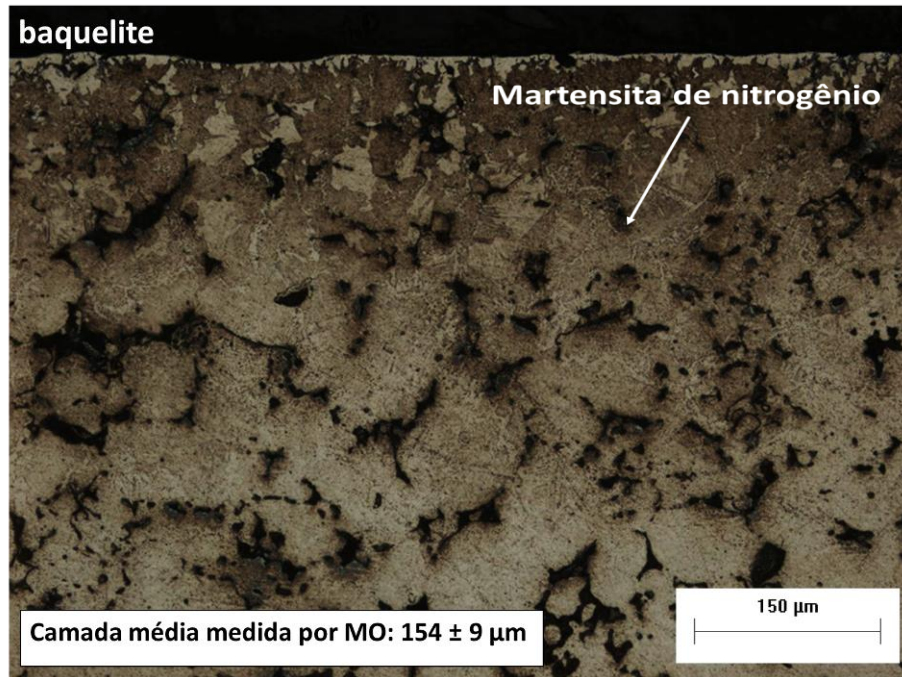
Figura 5.19 – Amostra IF15: amostra de aço IF, nitretada e solubilizada por 15 minutos

A Figura 5.20 a seguir mostra a microscopia ótica da amostra X15, amostra sinterizada de maior porosidade, nitretada, e solubilizada por 15 minutos em banho de sal, com resfriamento rápido em água. A camada visível obtida medida por microscopia ótica foi de  $241 \pm 6 \mu\text{m}$ .



**Figura 5.20 – Amostra X15: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 15 minutos**

A Figura 5.21 a seguir mostra a microscopia ótica da amostra Y15, amostra sinterizada de média porosidade, nitretada, e solubilizada por 15 minutos em banho de sal, com resfriamento rápido em água. A camada visível obtida medida por microscopia ótica foi de  $154 \pm 9 \mu\text{m}$ .



**Figura 5.21 – Amostra Y15: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 15 minutos**

A Figura 5.22 a seguir mostra a microscopia ótica da amostra Z15, amostra sinterizada de menor porosidade, nitretada, e solubilizada por 15 minutos em banho de sal, com resfriamento rápido em água. A camada visível obtida medida por microscopia ótica foi de  $293 \pm 21 \mu\text{m}$ .

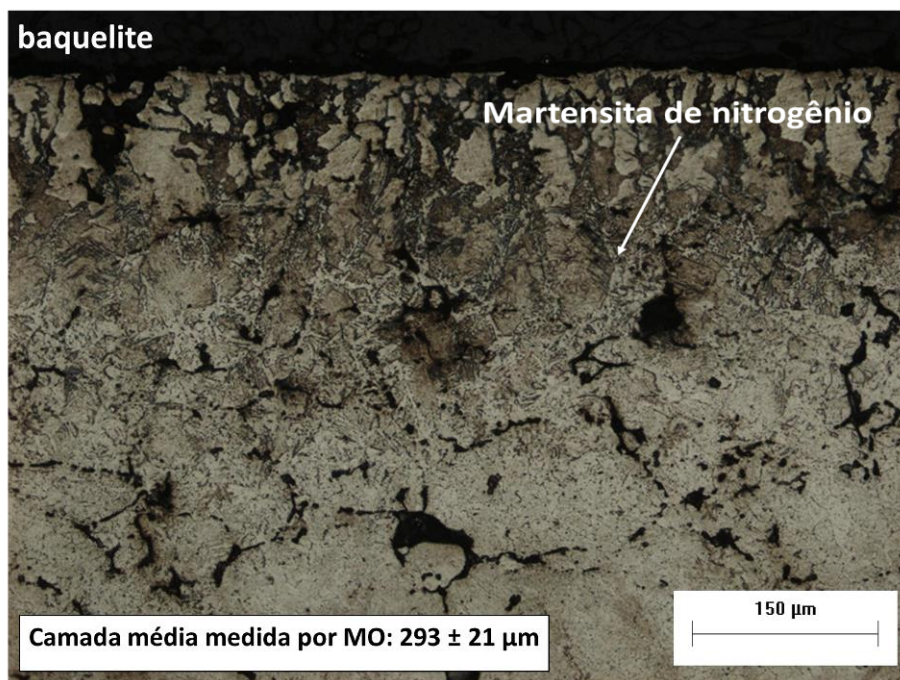
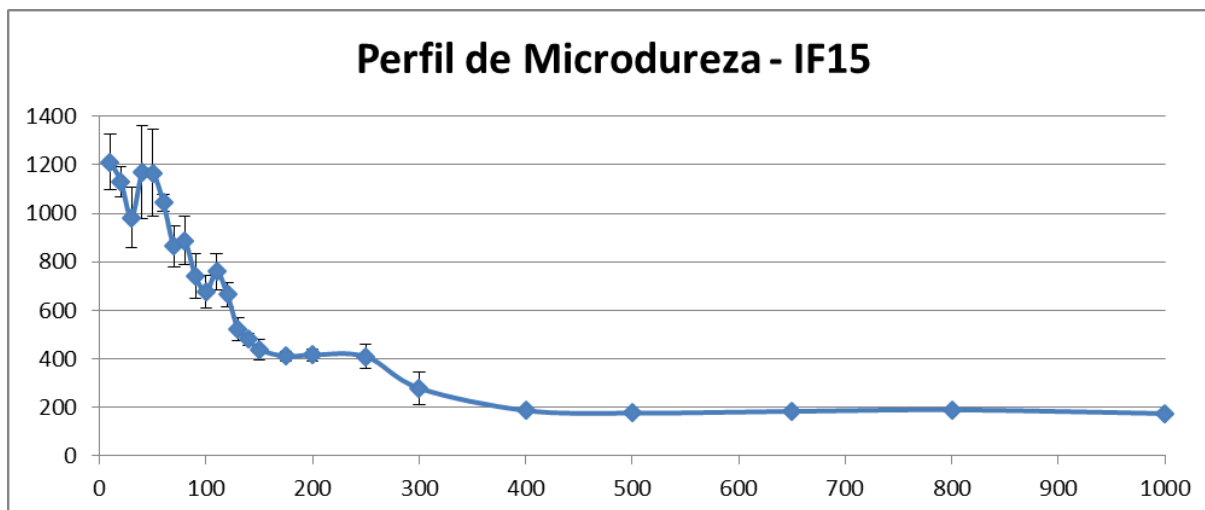


Figura 5.22 – Amostra Z15: amostra sinterizada, nitretada e solubilizada por 15 minutos

Como nas amostras solubilizadas em 5 minutos, não se observam nitretos aciculares nem camada de compostos nas amostras solubilizadas em 15 minutos, ao contrário do obtido nas amostras apenas nitretadas.

#### 5.4.2.2 Perfis de Microdureza

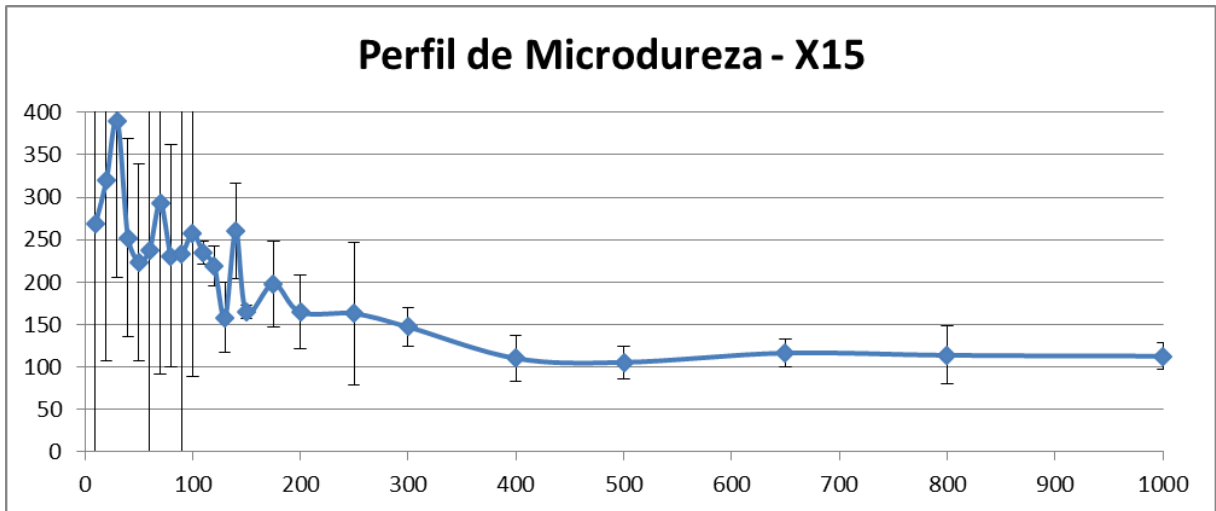
A Figura 5.23 mostra o perfil de dureza obtido para a amostra IF15. A tabela contendo as medições realizadas para cada profundidade, sua média, desvio padrão, e erro serão apresentadas no APÊNDICE B, para não tirar a fluidez do texto.



**Figura 5.23 - Perfil de Microdureza da amostra IF15**

Pode-se perceber um alto endurecimento na camada superficial da amostra, seguida por uma queda abrupta até uma profundidade em torno de 300 µm. Esta camada se apresenta em uma espessura inferior à camada nitretada. Possivelmente o tempo de processo não foi suficiente para que os nitretos se difundissem a uma maior profundidade. Devido ao aumento significativo da dureza superficial, estima-se que a martensita inicial formada na camada tenha um teor de nitrogênio muito superior às camadas inferiores, o que ocasionou a queda abrupta no teor da substância e, conseqüentemente, no perfil de microdureza.

A figura 5.24 mostra o perfil de dureza obtido para a amostra X15. A tabela contendo as medições realizadas para cada profundidade, sua média, desvio padrão, e erro serão apresentadas no APÊNDICE B, para não tirar a fluidez do texto. A presença da porosidade gera uma alta dispersão nos dados, o que torna o perfil não confiável e, portanto, inconclusivo.



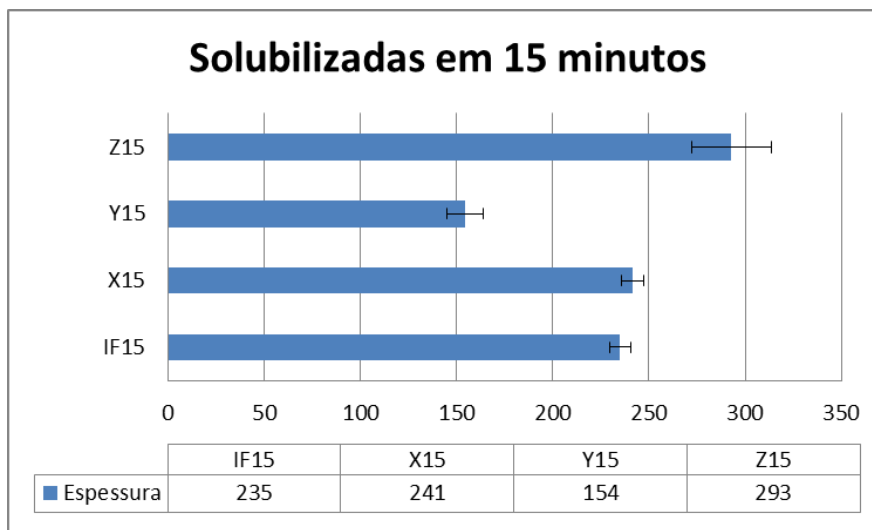
**Figura 5.24 - Perfil de Microdureza da amostra X15**

Através do perfil, não é possível determinar a microdureza da camada de difusão. Mas, mesmo com a alta dispersão, o perfil de dureza mostra a influência do tratamento termoquímico até aproximadamente 300 μm de profundidade, considerando o critério NHT.

A microdureza típica para Fe sinterizado são em torno de 100 HV (BENDO, 2013). Assim, mesmo com alta dispersão das medidas é possível dizer que a microdureza do substrato da amostra X15 ( $100 \pm 41$  HV) está de acordo com a literatura.

#### **5.4.2.3 Influência da porosidade na camada obtida na solubilização**

Para comparar os efeitos da porosidade na camada obtida é apresentada a Figura 5.25 a seguir, onde as amostras estão dispostas em ordem crescente de porosidade.



**Figura 5.25 - Comparação entre amostras após a solubilização em 15 minutos**

A amostra Z15 apresentou a maior espessura de camada visível, enquanto a amostra Y15 teve a menor espessura de camada. As camadas das amostras IF15 e X15 são praticamente iguais.

Assim como na solubilização em 5 minutos, é possível que a porosidade da amostra Y15 tenha afetado a condutividade térmica da amostra diminuindo-a significativamente (em maior magnitude do que a porosidade das amostras X15 e Z15). Desse modo o resfriamento pós solubilização não foi rápido o suficiente para a formação de martensita de nitrogênio em maior profundidade.

## 5.5 Evolução da camada após SHTPN em cada grau de porosidade

A Tabela 5.1 mostra os diferentes valores de camada visível obtidos em todas as condições analisadas neste trabalho. A espessura e evolução destas camadas é discutida nas próximas sessões.

Tabela 5.1 – Resultados obtidos para todas as amostras

Amostra	Porosidade (%)	Tempo Solubilização (min)	Espessura Camada ( $\mu\text{m}$ )
IFN	0	-	171 $\pm$ 11
XN	10,51 $\pm$ 1,02	-	144 $\pm$ 2
YN	8,78 $\pm$ 1,82	-	140 $\pm$ 5
ZN	4,25 $\pm$ 2,15	-	136 $\pm$ 6
IF5	0	5	143 $\pm$ 2
X5	10,51 $\pm$ 1,02	5	288 $\pm$ 21
Y5	8,78 $\pm$ 1,82	5	142 $\pm$ 6
Z5	4,25 $\pm$ 2,15	5	235 $\pm$ 35
IF15	0	15	235 $\pm$ 5
X15	10,51 $\pm$ 1,02	15	241 $\pm$ 6
Y15	8,78 $\pm$ 1,82	15	154 $\pm$ 9
Z15	4,25 $\pm$ 2,15	15	293 $\pm$ 21

### 5.5.1 Amostras IFN, IF5 e IF15

Na Figura 5.26 a seguir são comparadas as espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras IFN, IF5 e IF15.

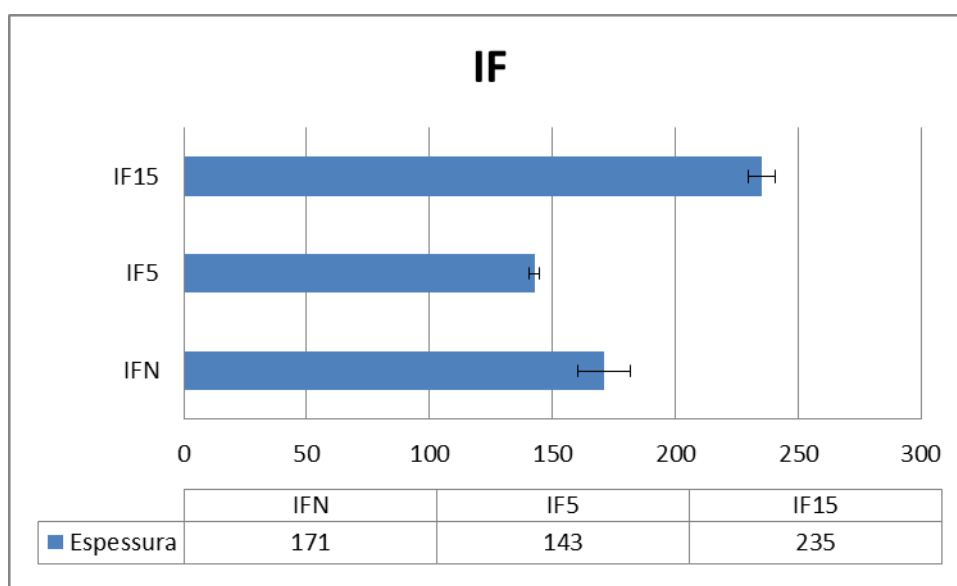


Figura 5.26 – Espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras IFN, IF5 e IF15



Observa-se que, para as amostras IF, a espessura da camada visível obtida na solubilização em 5 minutos é menor do que a camada visível para a amostra apenas nitretada. Pode se explicar essa diferença pela austenita retida que não ficaria visível na microscopia ótica ou pela baixa concentração de nitrogênio, não sendo suficiente para formação da martensita de nitrogênio, que é visível. Observa-se também que a espessura da camada visível obtida na solubilização em 15 minutos é maior do que a das outras duas amostras, o que evidencia uma solubilização satisfatória dos nitretos aliada ao processo de difusão, com um aumento de camada de 64  $\mu\text{m}$  em relação à condição nitretada.

### 5.5.2 Amostras XN, X5 e X15

Na Figura 5.27 a seguir são comparadas as espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras XN, X5 e X15.

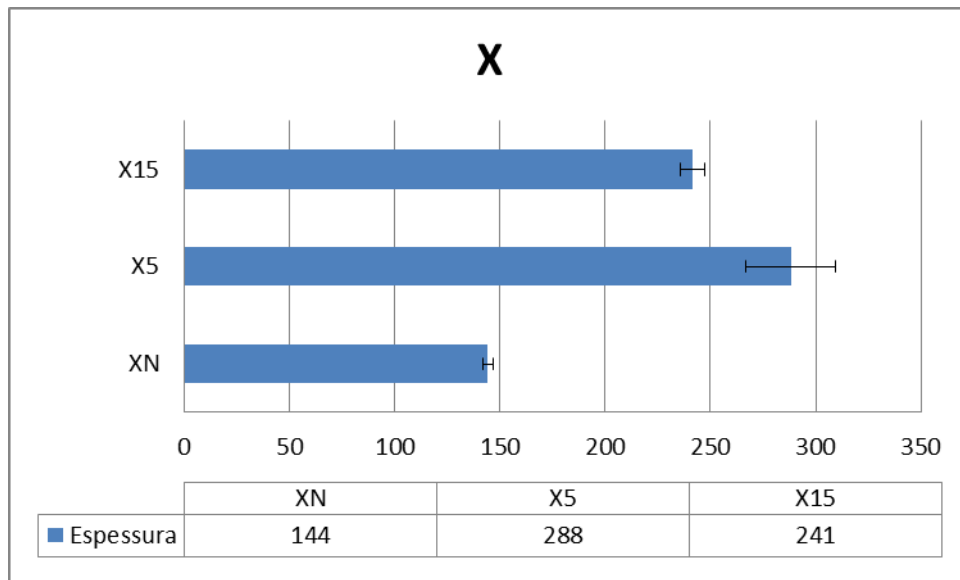


Figura 5.27 – Espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras XN, X5 e X15

Observa-se que, para as amostras X, a espessura da camada visível obtida na solubilização em 5 minutos é maior do que a camada visível para as outras duas amostras, nitretada e solubilizada em 15 minutos. Diferentemente do esperado a

solubilização em 15 minutos não gerou a camada visível mais espessa. É possível que o nitrogênio tenha se difundido em maior profundidade, porém em baixa concentração, não sendo suficiente para formação da martensita de nitrogênio e, portanto, apresentando uma camada visível de menor profundidade.

### 5.5.3 Amostras YN, Y5 e Y15

Na Figura 5.28 a seguir são comparadas as espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras YN, Y5 e Y15.

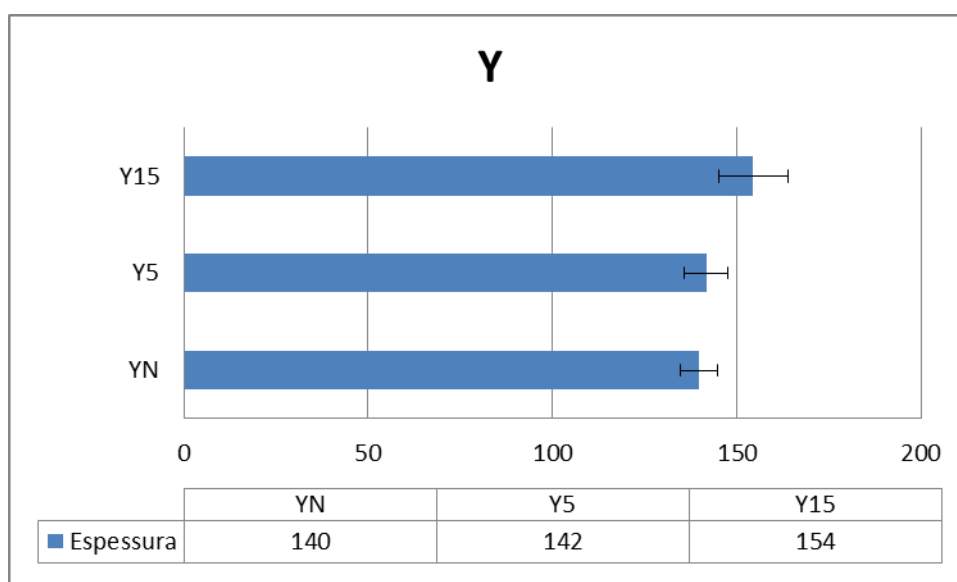
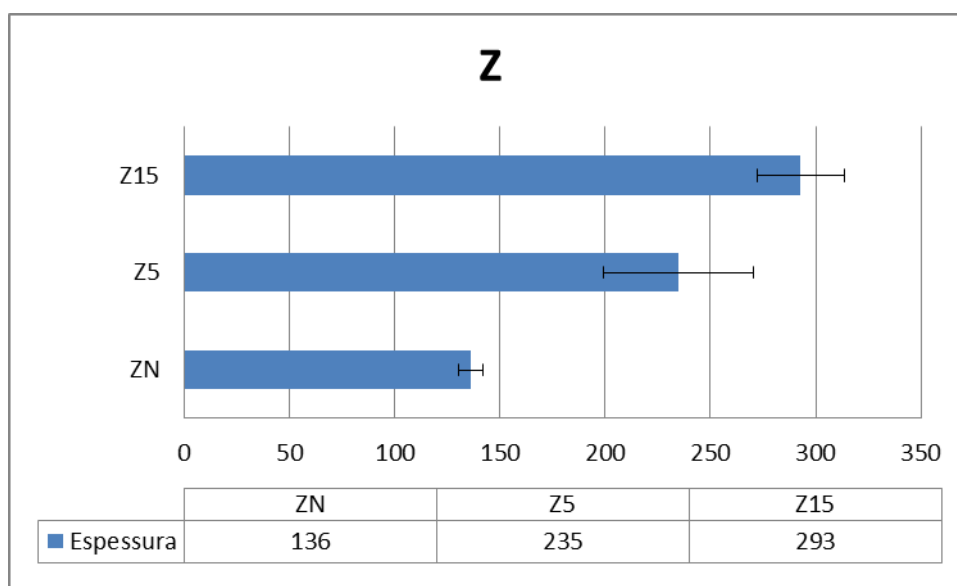


Figura 5.28 – Espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras YN, Y5 e Y15

Observa-se que, para as amostras Y, a espessura da camada visível obtida na solubilização em 5 minutos é praticamente igual à camada visível da amostra apenas nitretada. Ainda, a espessura da camada visível obtida na solubilização em 15 minutos é levemente maior do que as camadas das outras amostras. Conforme já dito anteriormente, a amostra Y apresenta o maior tamanho de poros dentre as condições. É possível que o mesmo tenha afetado negativamente sua condutividade térmica, impossibilitando a formação da camada martensítica em maior profundidade.

#### 5.5.4 Amostras ZN, Z5 e Z15

Na Figura 5.29 a seguir são comparadas as espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras ZN, Z5 e Z15.



**Figura 5.29 – Espessuras das camadas visíveis obtidas para as amostras ZN, Z5 e Z15**

Observa-se que, para as amostras Z, a espessura da camada visível obtida na solubilização em 15 minutos é maior do que a camada visível da amostra solubilizada em 5 minutos, que por sua vez é significativamente maior do que a camada da amostra apenas nitretada.

## 6 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos no desenvolvimento do presente trabalho de pesquisa, é possível concluir que:

1. A porosidade influenciou na formação da camada após nitretação a plasma, fornecendo camadas menos espessas quando em comparação a uma amostra não porosa.
2. Os diferentes níveis de porosidade estudados não geraram diferenças significativas no processo de formação da camada após nitretação a plasma, quando comparados entre si.
3. O nível de porosidade total da amostra não foi o parâmetro de maior de maior influência nos resultados obtidos. Percebeu-se que a homogeneidade e tamanho dos poros teve maior influência na formação e difusão das camadas após o processo SHTPN.
4. A amostra Y, de maior tamanho de poros, apresentou a menor camada formada pelo processo SHTPN.
5. As amostras X e Z, que apresentaram maior homogeneidade de poros, tiveram como resultado as maiores camadas martensíticas após o tratamento de nitretação e solubilização por 15 min.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A seguir, são sugeridos estudos mais aprofundados para próximos trabalhos:

- Estudar a influência da porosidade no SHTPN, gerando amostras com diferentes níveis de porosidade para um mesmo tamanho de partícula, variando a pressão de compactação das amostras;
- Estudar a influência da porosidade no SHTPN utilizando resfriamento lento após a solubilização, de maneira que possa ser melhor observado o efeito difusivo;
- Aplicar (ou desenvolver) técnicas em que se possa medir a camada não visível e o teor de nitrogênio nas camadas tratadas por SHTPN em amostras porosas.

## REFERÊNCIAS

ALBERTAZZI, Armando; SOUSA, AR de. **Fundamentos de metrologia científica e industrial**. Editora Barueri, 2008.

ANTUNES, Flávio de Oliveira. **Efeito da Porosidade e dos Tratamentos Termoquímicos de Nitretação e Nitrocementação na Resistência à Corrosão de Ferro Puro Sinterizado e Tratado Via Plasma**. 2017. 95f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Curso de Pós-Graduação em em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

ARIFIN, Amir; SULONG, Abu B.; MUHAMAD, Norhamidi; SYARIF, Junaidi; RAMLI, Mohd I. Material processing of hydroxyapatite and titanium alloy (HA/Ti) composite as implant materials using powder metallurgy: A review. **Materials & Design**, v. 55, p. 165-175, 2014.

ASM International. **ASM HANDBOOK. Vol 7: Powder Metal Technologies and Applications**. ISBN: 0-87170-387-4, 1998.

BATISTA, Vilson J.; BINDER, R.; KLEIN, Aloisio N.; MUZART, Joel L. R. A Novel Technique For Steel Sintering Using An Abnormal Glow Discharge. **International Journal of Powder Metallurgy**. v. 34, n. 8, p. 55-62, 1998.

BATISTA, Vilson J. **Desenvolvimento Do Processo De Sinterização De Materiais Metálicos Por Plasma**. 1998. 90f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1998

BENDO, Tatiana; MALISKA, Ana Maria; ACUÑA, Javier J. S.; BINDER, Cristiano; HAMMES, Gisele; CORSONI, Deise R.; KLEIN, Aloisio N. The effect of Mo on the characteristics of a plasma nitrided layer of sintered iron. **Applied Surface Science**, v. 363, p. 29-36, 2016

BENDO, Tatiana. **Caracterização Estrutural e Microestrutural de Camadas Obtidas em Ferro Puro Sinterizado, Enriquecido Superficialmente e Nitretado por Plasma**. 2013. 176f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Programa De Pós-Graduação Em Ciência E Engenharia De Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013

BRUNATTO, Silvio F.; CARDOSO, Rodrigo P.; KLEIN, Aloisio N. Application of Direct Current Plasma Sintering Process in Powder Metallurgy. **Powder Metallurgy-Fundamentals and Case Studies**. InTech, 2017

BRUNATTO, Silvio F. **Estudo e Desenvolvimento do Processo de Sinterização de Compactados de Ferro com Enriquecimento Superficial Simultâneo de Elemento de Liga em Descarga Elétrica de Catodo Oco**. 2000. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2000.

DIN 50190 – “**Häteteife Wärmebehandelter Teile – Ermittlung der Nitriehätetiefe**”, Teil 3, März, 1979.

DOBRZAŃSKI, Leszek A. Goals and Contemporary Position of Powder Metallurgy in Products Manufacturing. **Powder Metallurgy-Fundamentals and Case Studies**. InTech, 2017

PINEDO, Carlos E. – **Estudo Morfológico e Cinético da Nitretação por Plasma Pulsado do Aço Inoxidável Martensítico AISI 420**. 2000. 176p. Tese (Doutorado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, 2000.

FUCHS, Herson Carlos. **Estudo do tamanho de grão em amostras de ferro sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco**. 2008. 119f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Curso de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Feral do Paraná, Curitiba, 2008.

GERMAN, Randall M. **Powder Metallurgy Science**. 1994.

GROOVER, M P. **Fundamentals of Modern Manufacturing: Materials, Processes, and Systems**. John Wiley & Sons, 2010

KLEIN, A. N. et al. DC plasma technology applied to powder metallurgy: an overview. **Plasma Science and Technology**, v. 15, n. 1, p. 70, 2013

LAWALL, Ivani Teresinha. **Estudo do Processo de Sinterização de Compactados de Ferro em Descarga Elétrica na Configuração Ânodo-Cátodo Confinado**. 2001. 110f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.

MACHADO, Ricardo. **Projeto, construção e homologação de um reator industrial para extração de ligantes e sinterização assistidos por plasma (PADS) de peças injetadas**. 2007. 164f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007

OLIVEIRA, Antonio M. **Estudo da Influência da Nitretação e Nitrocementação por Plasma Sobre a Redução de Porosidade Superficial em Amostras de Ferro Puro Sinterizado**. 1998. 92f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1998.

PADILHA Angelo F; SICILIANO JUNIOR, Fulvio. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo: ABM, 2005.

PAVANATI, Henrique Cezar. **Sinterização de Ferro Puro com Enriquecimento Superficial Simultâneo de Cromo em Descarga Elétrica em Regime Anormal**. 2005. 189f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-

Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005.

SALAK, Andrej. **Ferrous powder metallurgy**. Cambridge: Cambridge International Science Publishing, v.1, 1995.

SILVESTRE, Marcus N. **Obtenção da liga NiTi por metalurgia do pó**. 2016. 93f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016.

TOŠIĆ, M. M.; TERZIĆ, I.; GLIGORIJEVIĆ, R. Plasma nitriding of powder metal steel. **Vacuum**, v. 40, n. 1-2, p. 131-134, 1990.

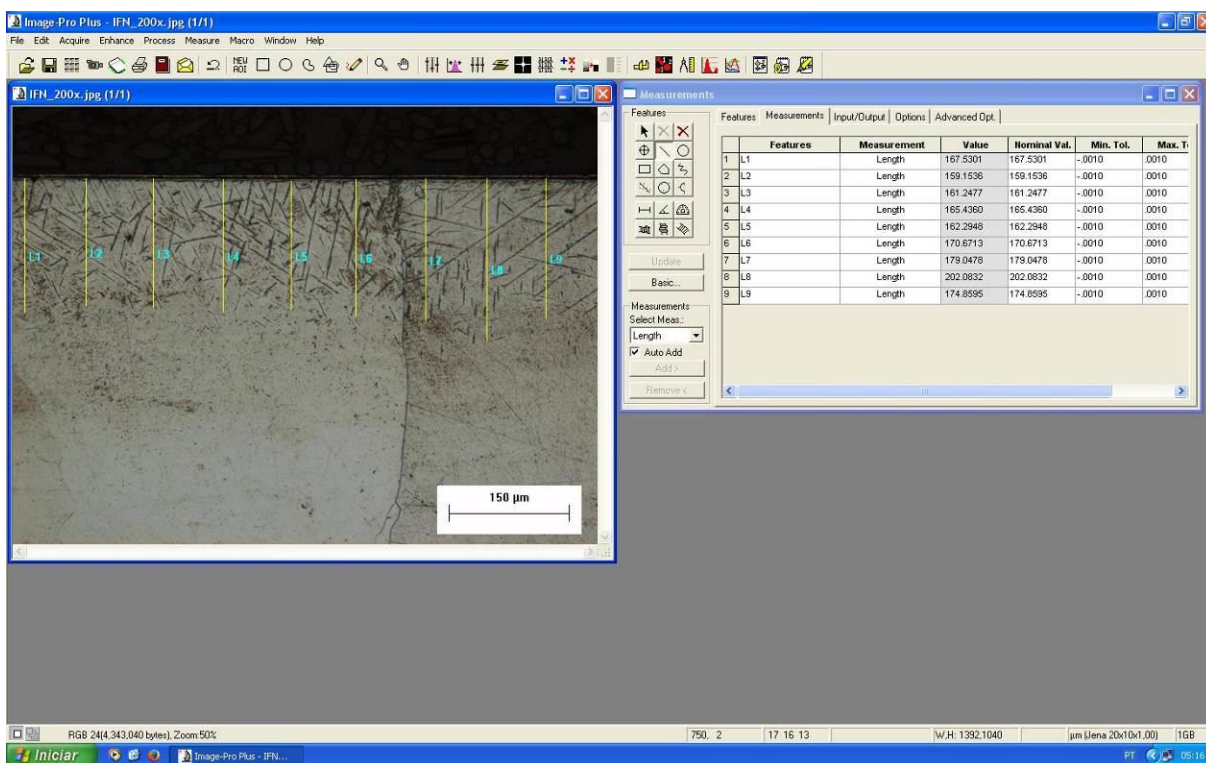
UPADHYAYA, G. S. **Powder metallurgy technology**. Cambridge: Cambridge International Science Publishing, v.1 2002

WOELLNER, Nikolas. **Processo Shtpn e Seus Efeitos na Microestrutura e Microdureza de Aço IF**. 2013. 66f. Trabalho de Conclusão de Curso - Curso de Tecnologia em Mecatrônica Industrial, Universidade Tecnológica Federal Paraná, Curitiba, 2013.

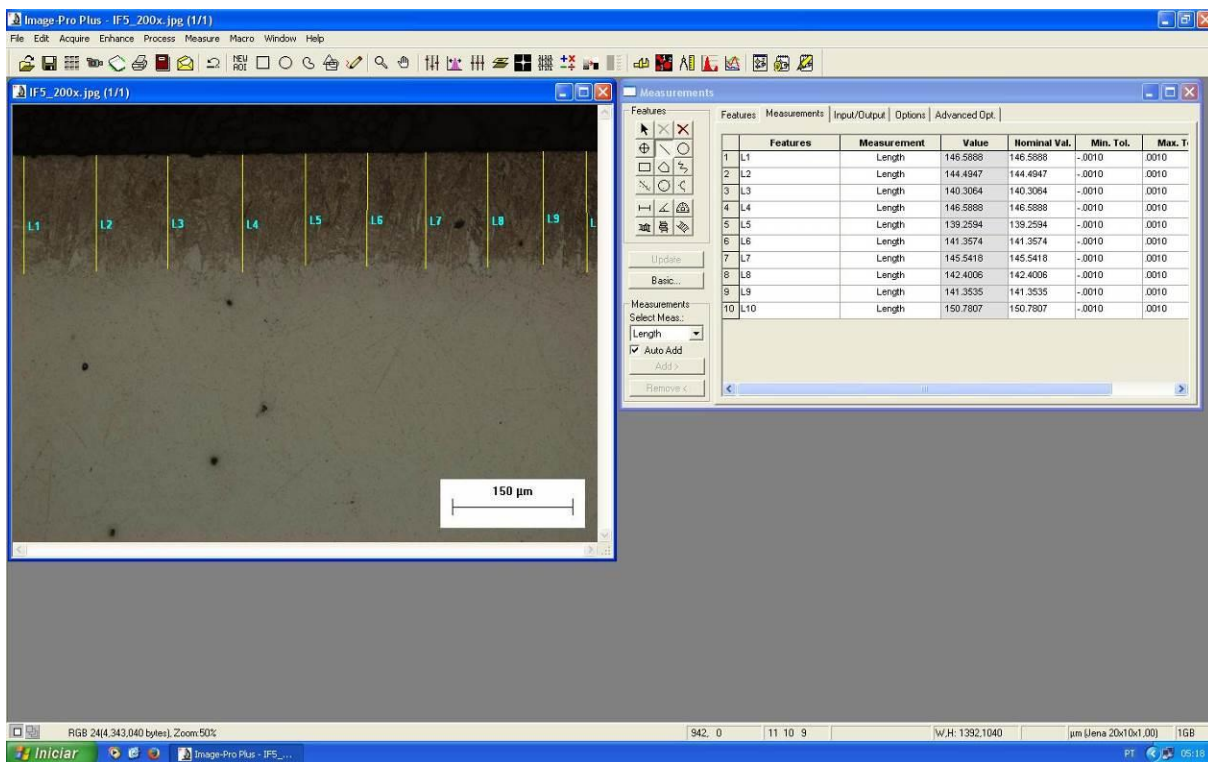
ZAPATA, Walter C. Estado Atual da Metalurgia do Pó. **ABM – Revista da Metalurgia**, vol. 43 (361): p 880-890, 1987



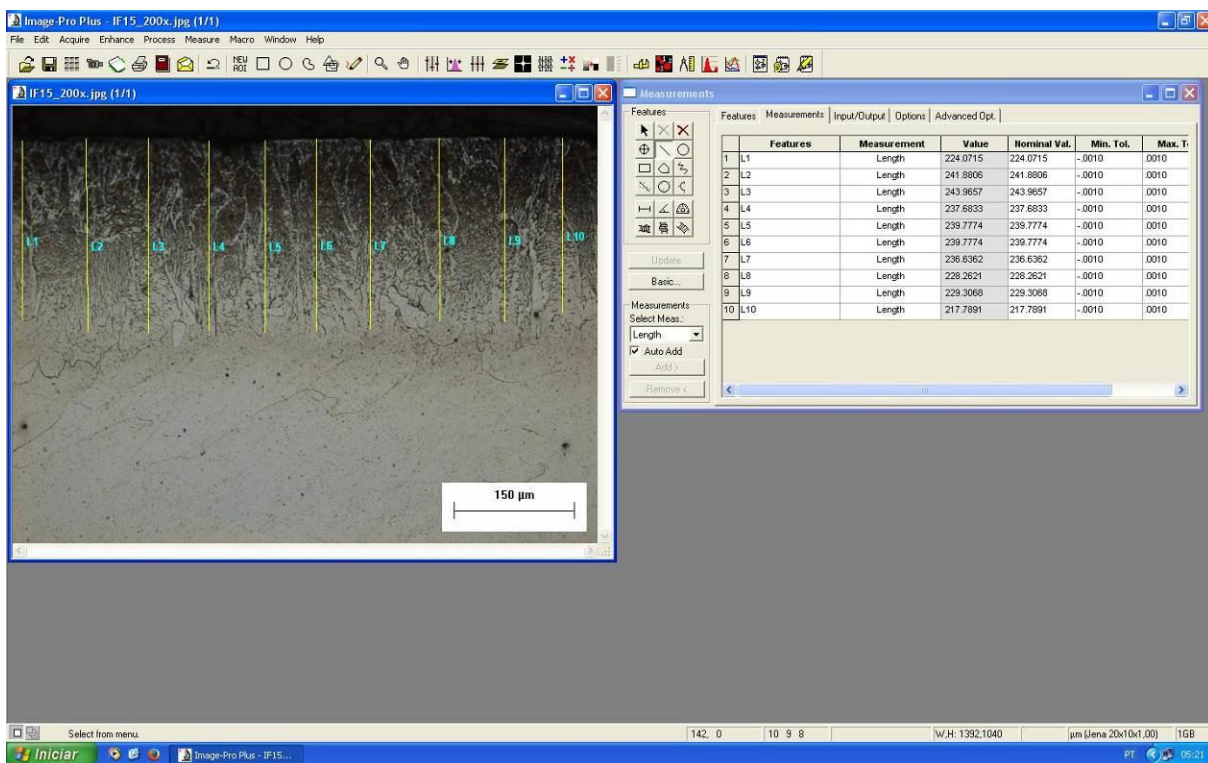
## APÊNDICE A – MEDIÇÕES DAS CAMADAS NITRETADAS E SOLUBILIZADAS VISÍVEIS POR MICROSCOPIA ÓTICA



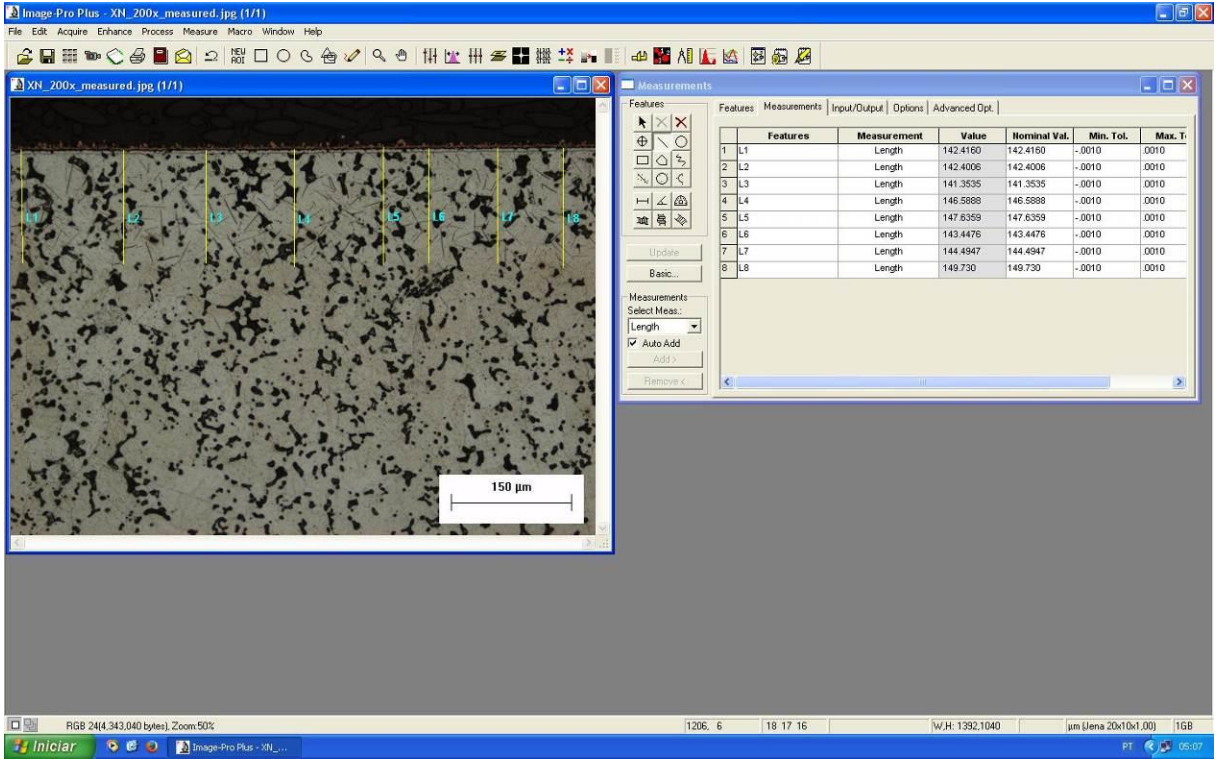
IFN



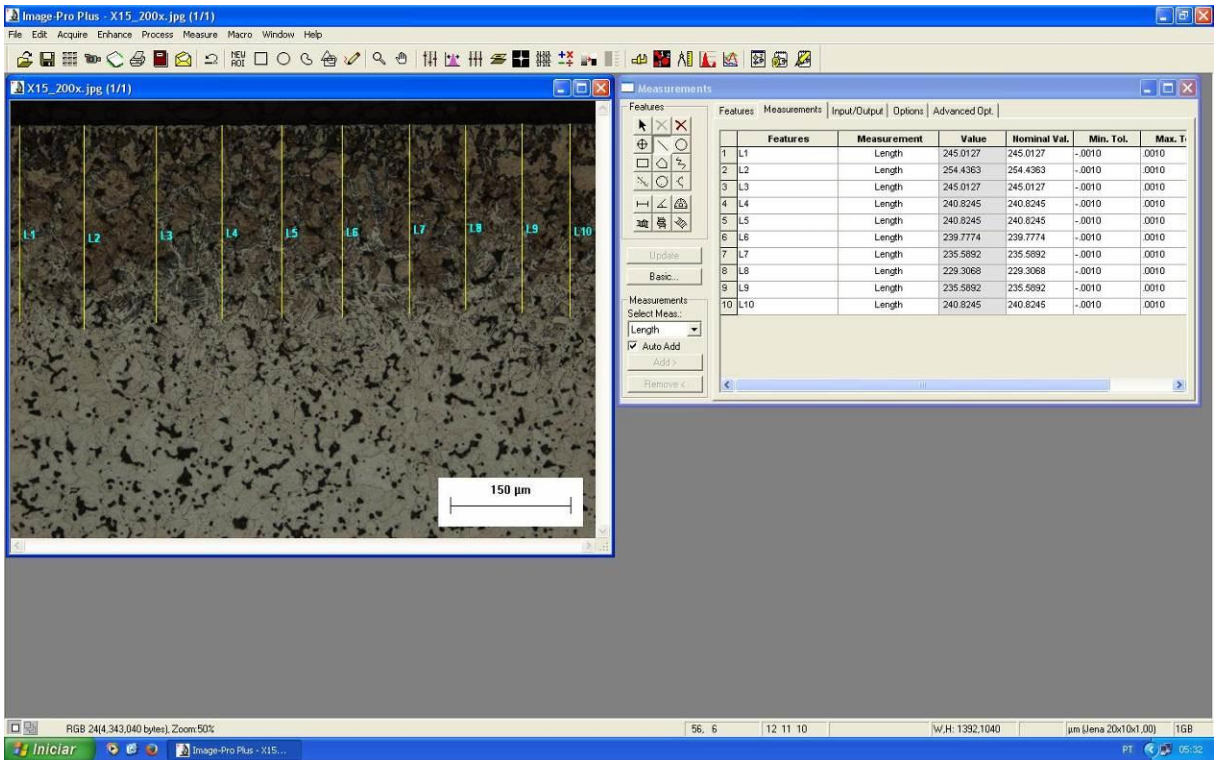
IF5



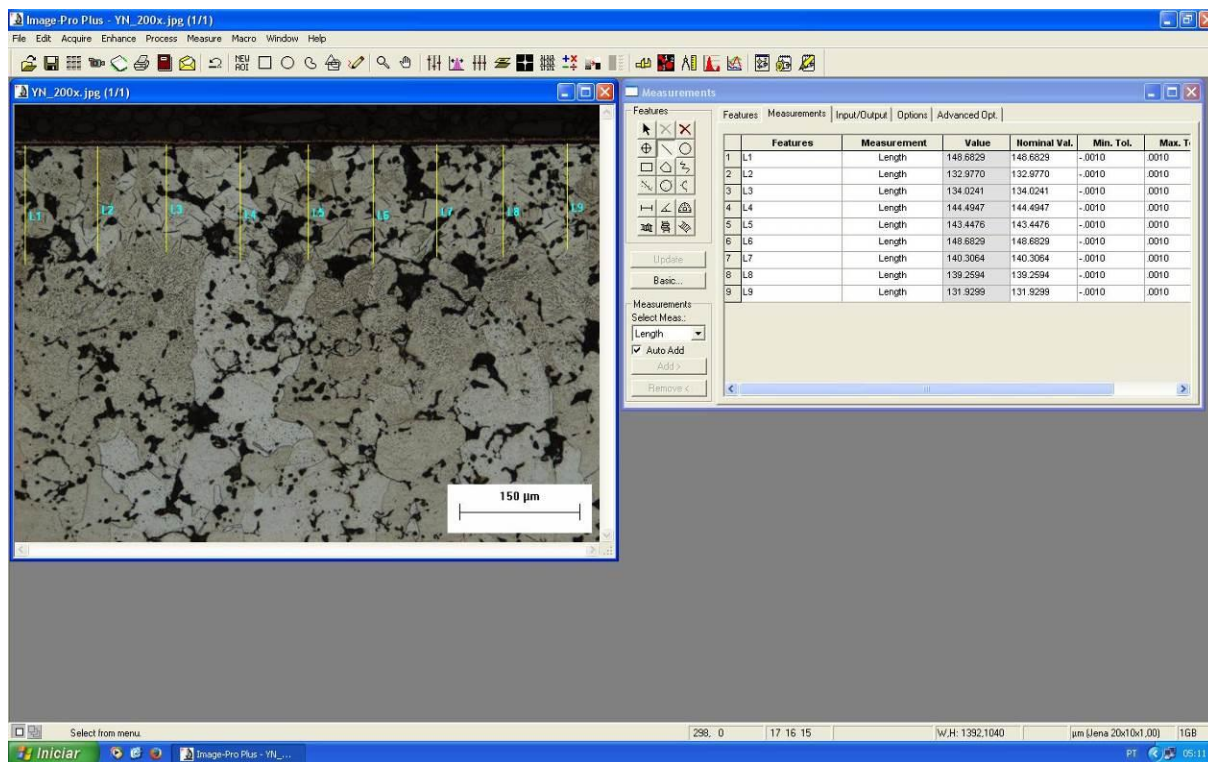
IF15



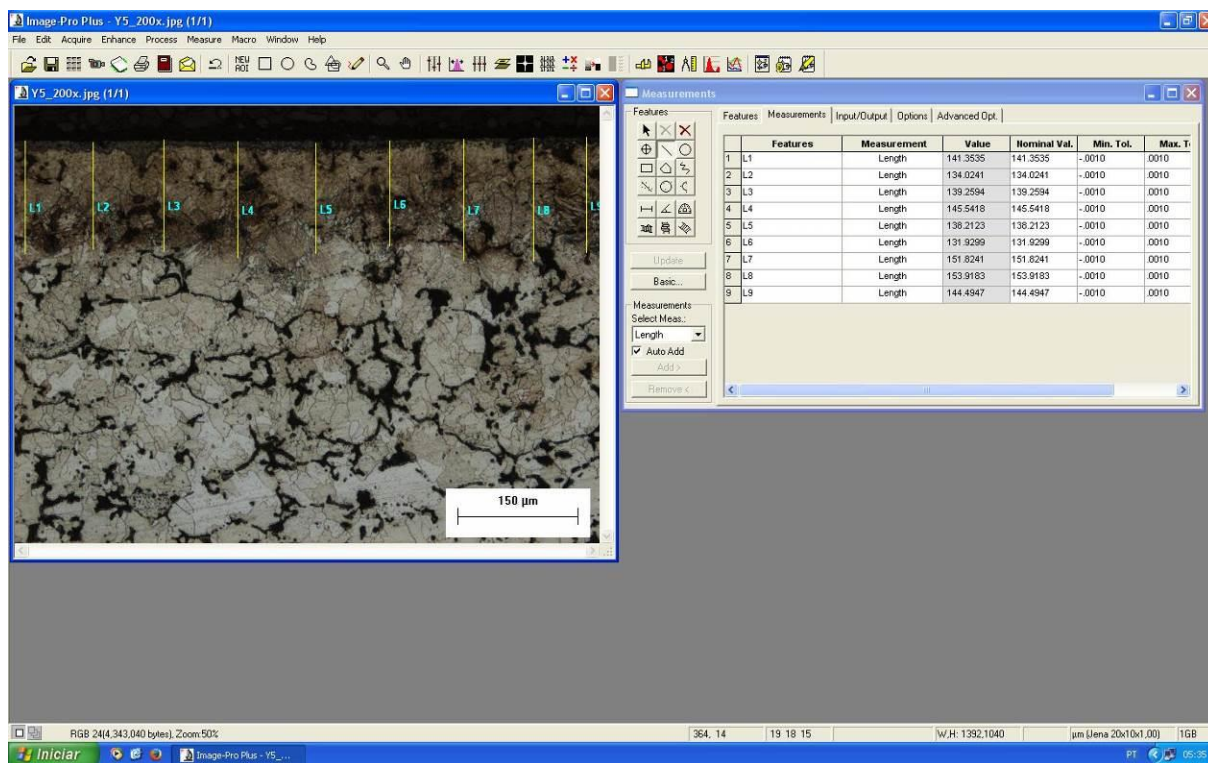
X5



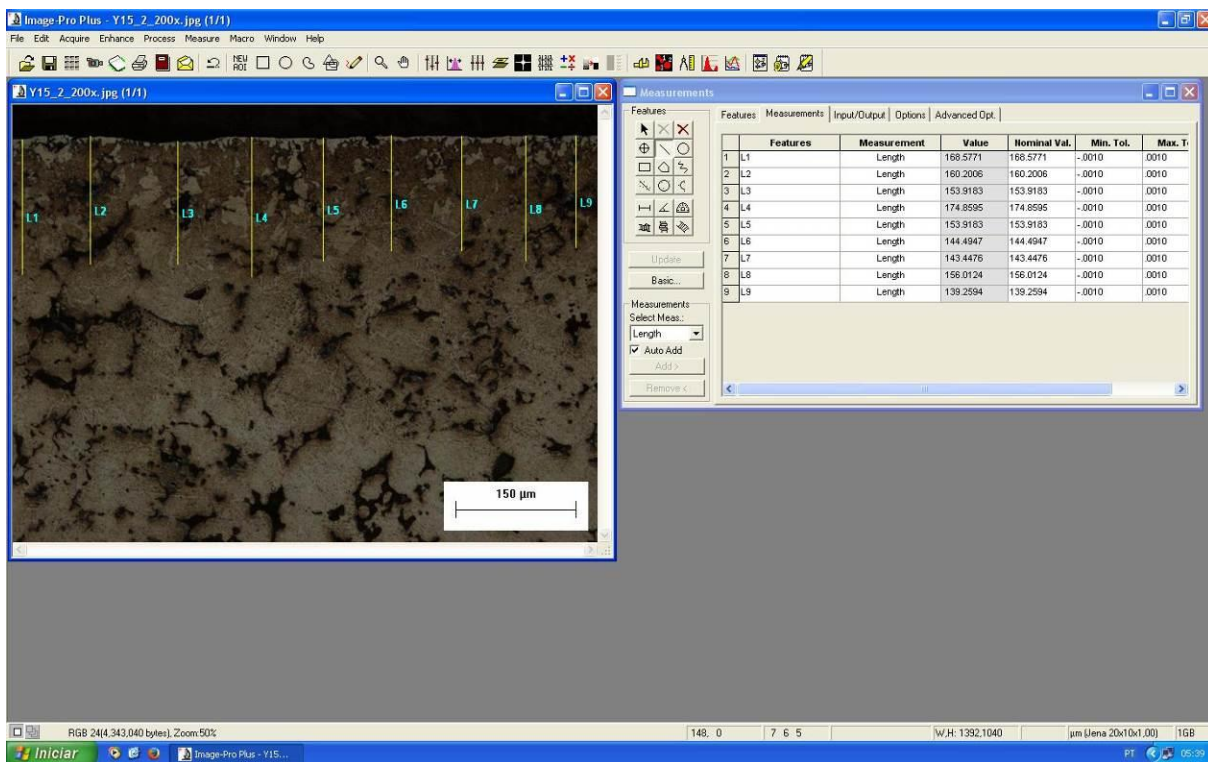
X15



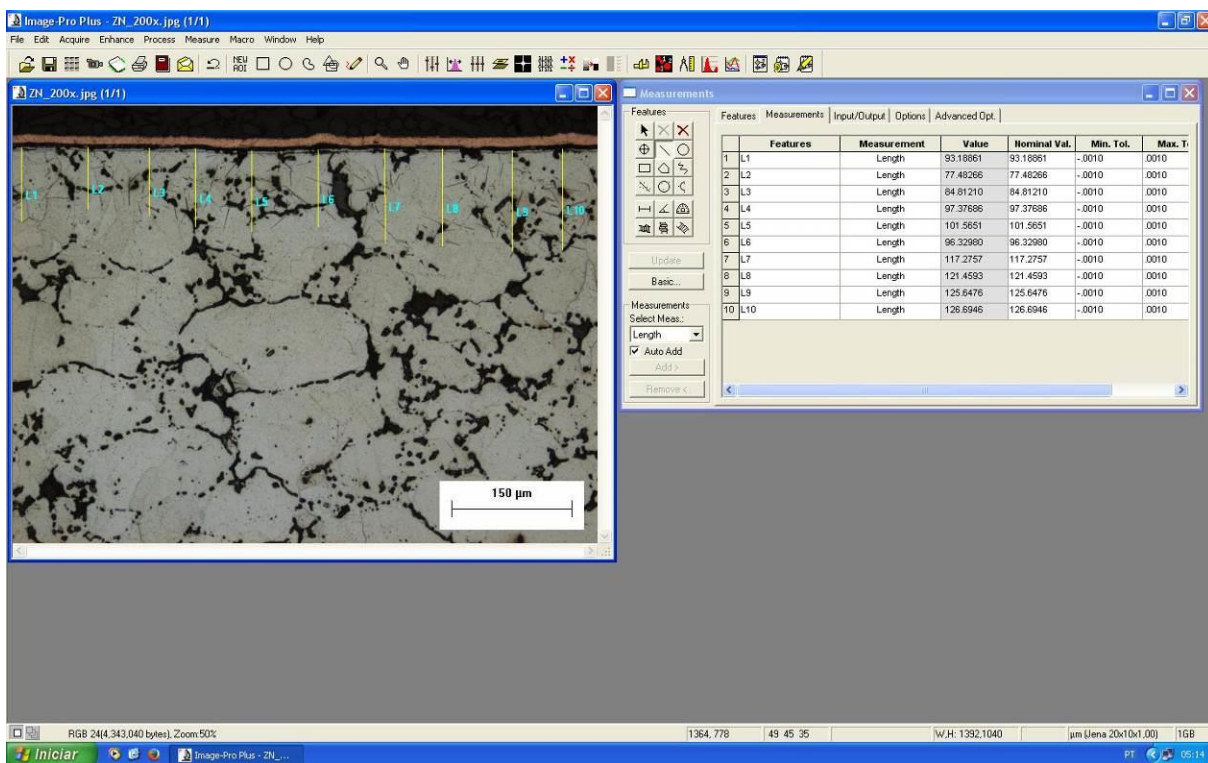
YN



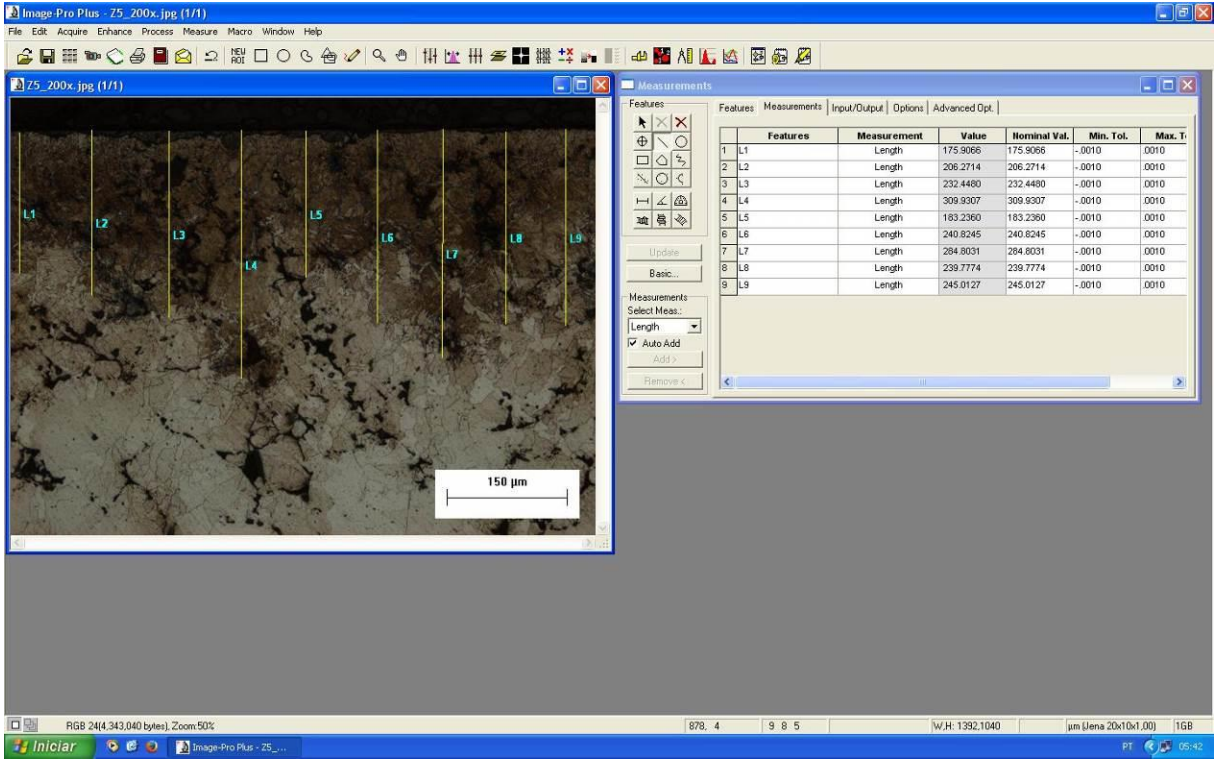
Y5



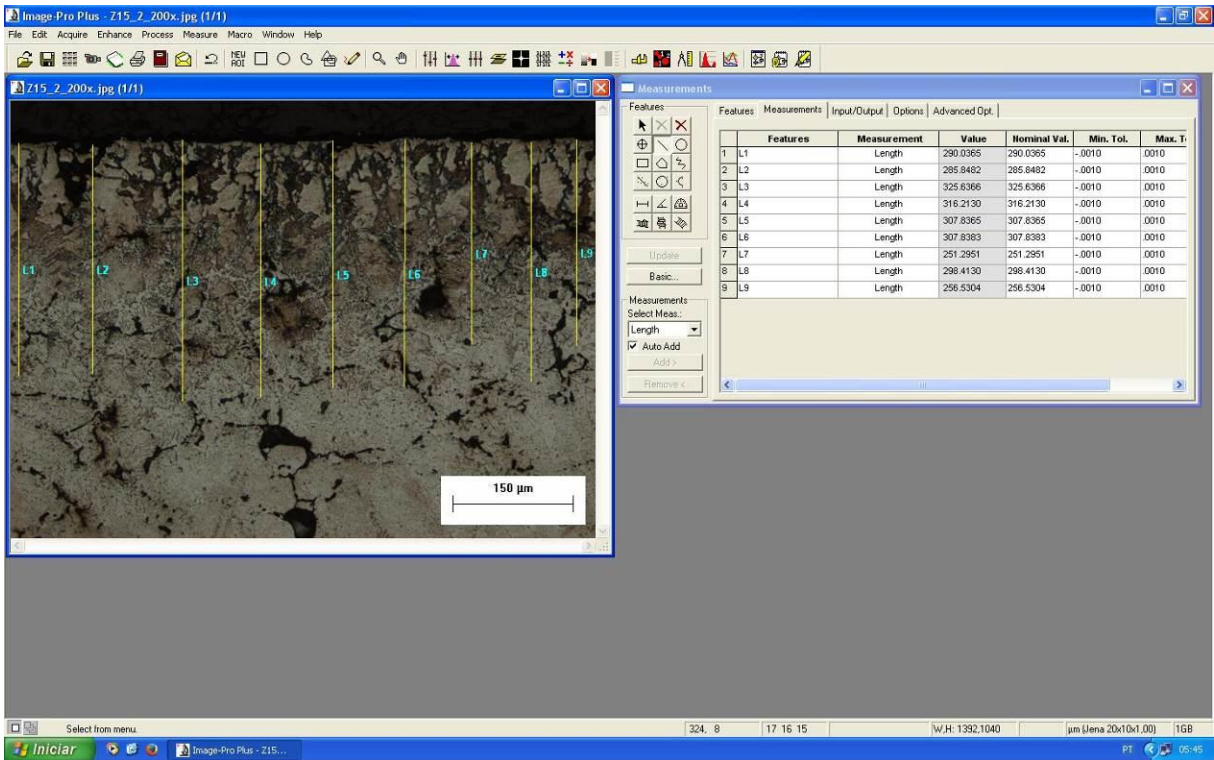
Y15



ZN



Z5



Z15

## APÊNDICE B – TABELAS DAS MICRODUREZAS MEDIDAS PARA OBTENÇÃO DOS PERFIS DE MICRODUREZA

Microdurezas medidas para obtenção dos perfis de microdureza da amostra IFN, e suas médias, erros e desvios padrão

PROFUNDIDADE (um)	#1	#2	#3	MÉDIA	ERRO	DESVIO PADRÃO
10	550	515	537	534	54	17,692
20	586	644	610	613,333	72	29,143
30	579	578	571	576	11	4,359
40	593	587	637	605,667	68	27,301
50	583	580	561	574,667	30	11,930
60	583	599	620	600,667	46	18,556
70	598	567	555	573,333	55	22,189
80	602	586	611	599,667	31	12,662
90	562	559	563	561,333	5	2,082
100	615	604	560	593	72	29,103
110	579	585	580	581,333	8	3,215
120	573	567	565	568,333	10	4,163
130	602	632	629	621	41	16,523
140	606	571	601	592,667	47	18,930
150	580	596	611	595,667	39	15,503
175	618	593	619	610	37	14,731
200	620	632	640	630,667	25	10,066
250	580	614	604	599,333	43	17,474
300	597	608	618	607,667	26	10,504
400	440	400	406	415,333	54	21,572
500	243	236	230	236,333	16	6,506
650	206	200	199	201,667	9	3,786
800	197	181	196	191,333	22	8,963
1000	191	198	193	194	9	3,606

Microdurezas medidas para obtenção dos perfis de microdureza da amostra XN e suas médias, erros e desvios padrão

PROFUNDIDADE (um)	#1	#2	#3	MÉDIA	ERRO	DESVIO PADRÃO
10	203	163	228	198	100	32,787
20	210	199	208	205,667	15	5,859
30	149	151	143	147,667	10	4,163
40	194	144	217	185	93	37,323
50	111	195	185	163,667	114	45,884
60	150	225	206	193,667	97	38,991
70	155	107	132	131,333	60	24,007
80	190	133	224	182,333	114	45,982
90	178	186	222	195,333	58	23,438
100	149	123	147	139,667	36	14,468
110	192	197	180	189,667	22	8,737
120	191	141	154	162	64	25,942
130	179	210	182	190,333	42	17,098
140	208	188	195	197	25	10,149
150	196	173	176	181,667	31	12,503
175	183	203	171	185,667	40	16,166
200	163	140	171	158	40	16,093
250	150	188	174	170,667	48	19,218
300	167	164	180	170,333	21	8,505
400	132	171	159	154	50	19,975
500	165	135	171	157	48	19,287
650	153	125	122	133,333	42	17,098
800	117	122	150	129,667	44	17,786
1000	130	140	151	140,333	26	10,504



Microdurezas medidas para obtenção dos perfis de microdureza da amostra IF15 e suas médias, erros e desvios padrão

PROFUNDIDADE (um)	#1	#2	#3	MÉDIA	ERRO	DESVIO PADRÃO
10	1246	1216	1172	1211,33	113	37,220
20	1121	1160	1112	1131	63	25,515
30	949	957	1040	982	125	50,388
40	1199	1225	1080	1168	192	77,311
50	1246	1150	1104	1166,67	180	72,452
60	1058	1043	1030	1043,67	35	14,012
70	882	886	825	864,333	85	34,122
80	848	883	928	886,333	100	40,104
90	750	701	773	741,333	91	36,774
100	697	647	688	677,333	66	26,652
110	784	726	768	759,333	74	29,956
120	643	670	681	664,667	49	19,553
130	526	502	540	522,667	48	19,218
140	480	473	492	481,667	24	9,609
150	420	442	454	438,667	43	17,243
175	404	409	420	411	20	8,185
200	428	415	408	417	25	10,149
250	396	401	433	410	50	20,075
300	250	289	301	280	66	26,665
400	189	185	190	188	7	2,646
500	173	176	182	177	11	4,583
650	181	190	182	184,333	12	4,933
800	189	193	190	190,667	5	2,082
1000	180	172	175	175,667	10	4,041

Microdurezas medidas para obtenção dos perfis de microdureza da amostra X15 e suas médias, erros e desvios padrão

PROFUNDIDADE (um)	#1	#2	#3	MÉDIA	ERRO	DESVIO PADRÃO
10	220	374	213	269	277	91,000
20	270	419	271	320	213	85,738
30	451	413	307	390,333	185	74,628
40	258	296	203	252,333	116	46,758
50	254	170	247	223,667	116	46,608
60	137	213	362	237,333	284	114,457
70	210	372	299	293,667	202	81,132
80	189	214	290	231	131	52,602
90	291	113	296	233,333	259	104,242
100	179	296	296	257	168	67,550
110	241	234	230	235	14	5,568
120	222	209	227	219,333	23	9,292
130	177	152	146	158,333	41	16,442
140	234	275	271	260	56	22,605
150	168	165	162	165	7	3,000
175	175	205	214	198	51	20,421
200	184	160	150	164,667	43	17,474
250	145	142	202	163	84	33,808
300	158	141	143	147,333	23	9,292
400	118	98	115	110,333	27	10,786
500	114	99	104	105,667	19	7,638
650	109	119	122	116,667	17	6,807
800	129	111	102	114	34	13,748
000	110	109	120	113	15	6,083

