INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**EFEITO DO 'SHOT PEENING' SOBRE A NITRETAÇÃO DE PEÇAS DE
FERRO PRODUZIDAS POR METALURGIA DO PÓ**

LEONARDO CALICCHIO

Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para a obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área de Tecnologia
Nuclear - Materiais

Orientadora:

Dra. Marina Fuser Pillis

São Paulo

2009

DEDICATÓRIA

**Aos meus pais Domenico Calicchio (In Memoriam) e
Josefa Pereira dos Santos Calicchio.**

AGRADECIMENTOS

A minha orientadora Dr^a. Marina Fuser Pillis pelos essenciais ensinamentos e conselhos sem os quais esse trabalho não seria possível e pela sua amizade e paciência no decorrer de toda essa jornada.

Aos professores do IPEN-USP e da POLI-USP pelo incentivo e troca de conhecimentos.

Agradeço a toda a minha família e amigos, em especial ao meu pai Domenico Calicchio (In Memoriam), minha mãe Josefa Pereira dos Santos Calicchio, minha noiva Patrícia Portella do Nascimento e meus irmãos Giovani Calicchio e Luiz Calicchio que sempre me apoiaram e me ajudaram durante toda a minha vida.

Agradeço ao Dr. Jan Vatauvuk por seu apoio sempre incondicional e pelo seu brilhantismo que ajudou a iluminar este trabalho.

Aos amigos Rogério Aparecido Lopes, Cleber M. Chiqueti, Eng. Dante Ribeiro, Eng Edmo Soares Junior, Eng. Herbert Jakstas Toth, Eng. João Carmo Vendramim e Eng. Bruno Otavio C. Cardoso que com impressionante presteza e competência me ajudaram na realização desse trabalho.

A Universidade Presbiteriana Mackenzie, ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares e as empresas Mahle Metal Leve SA, RNA Rassini NHK Autopeças, Combustol & Metalpó e Brasimet.

EFEITO DO ‘SHOT PEENING’ SOBRE A NITRETAÇÃO DE PEÇAS DE FERRO PRODUZIDAS POR METALURGIA DO PÓ

Leonardo Calicchio

RESUMO

Atualmente, quando se tem a necessidade de nitretar peças produzidas pela metalurgia do pó, usa-se a nitretação a plasma. Apesar de ser um processo de alto custo, com diversas dificuldades operacionais e de ajuste de processo, a nitretação a plasma é o único processo viável para nitretar esses materiais por ter uma ação apenas superficial, não apresentando ação nitretante no interior dos poros.

Nos processos de nitretação a gás e banho de sais, o meio nitretante penetra na porosidade (interconectada) dos materiais sinterizados, havendo assim a formação de camada branca em uma grande profundidade da peça (ou mesmo na peça toda), gerando problemas de deformação e fragilização do componente.

Este trabalho teve por objetivo a aplicação do processo shot peening em peças sinterizadas com a finalidade de fechar a porosidade superficial das peças e estudar seu comportamento sob o processo de nitretação a gás.

O estudo verifica que o material sinterizado submetido à nitretação gasosa permitiu a entrada do meio nitretante pelos poros abertos e interconectados promovendo a formação de camada branca no interior dos poros de praticamente todo o volume da peça. Essa camada branca no interior do material fragiliza o componente e inviabiliza sua utilização como componente em praticamente qualquer aplicação industrial.

As peças sinterizadas jateadas com granalhas de aço antes da nitretação também permitiram o acesso do meio nitretante no interior do componente, porém, sem potencial suficiente para a formação de camada branca. As amostras jateadas apresentaram apenas agulhas de nitretos formados durante a nitretação.

THE EFFECT OF SHOT PEENING ON THE GAS NITRIDING OF IRON COMPONENTS PRODUCED BY POWDER METALLURGY

Leonardo Calicchio

ABSTRACT

Plasma nitriding is the process used to nitriding components produced by powder metallurgy. Although its high cost and operational difficulties, this is the best process for this kind of materials because the nitriding occurs only in the surface.

In gas and liquid nitriding processes the nitriding atmosphere goes through interconnected porous and the white layer forms not only on the surface but around internal porous resulting in embrittlement and deformation of the component.

The aim of this work was evaluate the gas nitriding behavior of iron samples as received and previously submitted to shot peening process in order to close superficial porosities in a gas nitriding process.

The results have shown that during gas nitriding the samples as received, did not present white layer at the surface but around the porous in the bulk of the sample. This fact suggested that the gaseous atmosphere goes through interconnected porous. This white layer causes the embrittlement of the component and its use in industrial application is not recommended.

Otherwise, samples previously submitted to shot peening process before nitriding showed an external white layer but also permitted the access of nitriding atmosphere to the bulk of the sample, but in this case the nitriding potential was not sufficient to form white layer around internal porous.

SUMÁRIO

	Página
1	INTRODUÇÃO
1	1
2	OBJETIVO
2	3
3	REVISÃO DA LITERATURA
3	4
3.1	ESTADO DA ARTE
3.1	4
3.2	METALURGIA DO PÓ
3.2	5
3.2.1	Vantagens e limitações do processo
3.2.1	6
3.2.2	Pós metálicos
3.2.2	10
3.2.2.1	Atomização
3.2.2.1	10
3.2.2.1.1	<i>Atomização em água</i>
3.2.2.1.1	12
3.2.2.1.2	<i>Atomização a gás</i>
3.2.2.1.2	13
3.2.2.2	Deposição eletrolítica
3.2.2.2	14
3.2.2.3	Processos mecânicos
3.2.2.3	15
3.2.2.4	Tamanho e forma de partículas
3.2.2.4	15
3.2.2.5	Porosidade
3.2.2.5	17
3.2.2.6	Compressibilidade
3.2.2.6	17
3.2.3	Conformação
3.2.3	18
3.2.3.1	Princípios da compactação
3.2.3.1	19
3.2.3.2	Efeitos da operação de compactação
3.2.3.2	20
3.2.4	Sinterização
3.2.4	21
3.2.4.1	Teoria da sinterização
3.2.4.1	22
3.3	NITRETAÇÃO
3.3	26
3.3.1	Processos de nitretação
3.3.1	26
3.3.1.1	Nitretação a gás
3.3.1.1	28
3.3.1.2	Nitretação em banho de sais
3.3.1.2	33
3.3.1.3	Nitretação por plasma
3.3.1.3	37
3.4	SHOT PEENING
3.4	41
3.5	TRATAMENTOS TÉRMICOS
3.5	48
3.5.1	Recuperação
3.5.1	49
3.5.2	Recristalização
3.5.2	49
4	MATERIAIS E MÉTODOS
4	53
4.1	MATERIAL DE PARTIDA
4.1	53
4.2	PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA MICROSCOPIA ÓPTICA E MICRODUREZA
4.2	53
4.3	MICROSCOPIA ÓPTICA
4.3	54
4.4	MEDIDAS DE MICRODUREZA
4.4	54
4.5	SHOT PEENING
4.5	54
4.6	FASE 1
4.6	55
4.7	FASE 2
4.7	57
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO
5	60
5.1	FASE 1 – ESTADO DE RECEBIMENTO
5.1	61
5.2	FASE 1 – SHOT PEENING
5.2	62
5.3	FASE 1 – NITRETAÇÃO A 570°C
5.3	63

		Página
5.4	FASE 1 – NITRETAÇÃO A 520°C	72
5.5	EFEITO DOS PROCESSOS NA DUREZA DAS PEÇAS	78
5.6	FASE 2 - 1º PROCESSO DE NITRETAÇÃO: 10 HORAS A 400°C	80
5.7	FASE 2 - 2º PROCESSO DE NITRETAÇÃO: 20 HORAS A 400°C	85
5.8	COMENTÁRIOS GERAIS	89
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	91
7	CONCLUSÕES	92
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	93

Lista de Figuras

		Página
Figura 1	Representação esquemática das várias etapas do processo de metalurgia do pó.	9
Figura 2	Representação esquemática do processo de atomização em água.	12
Figura 3	Representação esquemática do processo de atomização a gás: (a) configuração de dois jatos e (b) configuração “anel anular”.	13
Figura 4	Tipos e formas de partículas metálicas.	16
Figura 5	Tendência de aumento da densidade de compactados de ferro, em função da pressão de compactação.	20
Figura 6	Formação do pescoço em consequência da ligação inicial entre as duas partículas.	23
Figura 7	Representação esquemática de 3 esferas sinterizadas: (a) pontos originais de contato; (b) crescimento do pescoço; (c) e (d) arredondamento dos poros.	24
Figura 8	Representação esquemática da constituição da camada de compostos e da zona de difusão de ferro e aço ligado nitretado/nitrocarbonetado, segundo Colijn et al.	27
Figura 9	Dissociação da amônia e difusão do nitrogênio no aço.	29
Figura 10	Esquema da bureta de dissociação utilizada na medição da amônia dissociada, nos processos de nitretação gasosa, e as medidas do grau de dissociação da amônia, no gás de saída da câmara de nitretação. A amônia não dissociada dissolve-se na água, enquanto o nitrogênio e o hidrogênio, que não são solúveis em água, encontram-se acima da coluna de água.	31
Figura 11	Seqüência do processo Tenifer	36
Figura 12	Esquema do forno de nitretação por plasma.	38
Figura 13	Descarga brilhante (Glow – Discharge) em um componente durante a nitretação por plasma.	39
Figura 14	Representação esquemática das reações que ocorrem na superfície na presença do Plasma.	40
Figura 15	Impacto de alta velocidade criando um “dimple”.	42

		Página
Figura 16	Tensões de compressão na região atingida pela esfera (shot).	42
Figura 17	Deformações plásticas e elásticas causadas por uma esfera contra a superfície de um material, mostradas esquematicamente.	45
Figura 18	Correlação entre o diâmetro e dureza da esfera em função do aumento do limite de fadiga de um aço 1MnCr5 carbonitretado.	48
Figura 19	Peças cedidas pela Mahle para realização da primeira fase de experimentos.	55
Figura 20	Ciclo de nitretação a 570°C da Fase 1 de testes.	56
Figura 21	Ciclo de nitretação a 520°C da Fase 1 de testes.	57
Figura 22	Componente cedido pela Mahle para realização da segunda fase de experimentos.	58
Figura 23	Superfície da amostra antes (esquerda) e depois (direita) do jateamento.	60
Figura 24	Seção transversal próxima à superfície da amostra no estado de recebimento.	61
Figura 25	Núcleo da amostra no estado de recebimento.	62
Figura 26	Seção transversal próxima à superfície da amostra com as 4 faces jateadas e não nitretada.	63
Figura 27	Seção transversal próxima à superfície da amostra não jateada e nitretada a 570°C.	64
Figura 28	Núcleo da amostra não jateada e nitretada a 570°C.	65
Figura 29	Seção transversal próxima à superfície da amostra com 2 faces jateadas e nitretada a 570°C.	67
Figura 30	Núcleo da amostra com 2 faces jateadas e nitretada a 570°C.	69
Figura 31	Seção transversal próxima à superfície da amostra com 4 faces jateadas e nitretada a 570°C.	71
Figura 32	Núcleo da amostra com 4 faces jateadas e nitretada a 570°C.	72
Figura 33	Seção transversal próxima à superfície da amostra não jateada e nitretada a 520°C.	73
Figura 34	Núcleo da amostra não jateada e nitretada a 520°C.	74

		Página
Figura 35	Seção transversal próxima à superfície da amostra com 2 faces jateadas e nitretada a 520°C.	75
Figura 36	Núcleo da amostra com 2 faces jateadas e nitretada a 520°C.	76
Figura 37	Seção transversal próxima à superfície da amostra com 4 faces jateadas e nitretada a 520°C.	77
Figura 38	Núcleo da amostra com 4 faces jateadas e nitretada a 520°C.	78
Figura 39	Seção transversal próxima à superfície do material sinterizado, não jateado com granalha de aço e nitretado pelo 1º processo de nitretação.	81
Figura 40	Núcleo do material sinterizado, não jateado com granalha de aço e nitretado pelo 1º processo de nitretação.	82
Figura 41	Seção transversal da amostra de material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado pelo 1º processo de nitretação (superfície).	83
Figura 42	Amostra de material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado pelo 1º processo de nitretação (núcleo).	85
Figura 43	Seção transversal próxima à superfície de material sinterizado, não jateado com granalha de aço e nitretado pelo 2º processo de nitretação.	86
Figura 44	Núcleo do material sinterizado, não jateado com granalha de aço e nitretado pelo 2º processo de nitretação.	87
Figura 45	Seção transversal próxima à superfície do material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado pelo 2º processo de nitretação.	88
Figura 46	Núcleo do material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado pelo 2º processo de nitretação.	89

Lista de Tabelas

		Página
Tabela 1	Composição química dos pós do material sinterizado (% em peso).	53
Tabela 2	Ciclo de nitretação a 570°C e 520°C utilizados na fase 1 de testes.	57
Tabela 3	Dureza das peças da primeira fase de testes.	80

1. INTRODUÇÃO

Materiais produzidos por metalurgia do pó, também chamados de sinterizados, são concebidos através da compactação de um ou mais pós metálicos ou não em um ferramental que pode ter a dimensão e formato da peça/produto final. Peças produzidas por esse processo têm como vantagem a necessidade de uma baixa energia de transformação, porém, obtém-se uma peça porosa (O PROCESSO, 2007).

A nitretação, que é um processo de introdução de nitrogênio por difusão na superfície de um material pelo aquecimento do mesmo (SILVA, 1988), tem como objetivo o endurecimento superficial pela formação de uma camada de nitretos. Com isso consegue-se, por exemplo, uma peça de superfície dura e resistente ao desgaste e, um núcleo tenaz, que pode oferecer a vantagem de resistir à propagação de trincas.

Quando a nitretação é realizada em peças produzidas pela metalurgia do pó, são encontradas inúmeras dificuldades, que variam de acordo com cada processo de nitretação.

Na nitretação a gás de aços produzidos pela metalurgia do pó, a porosidade desses materiais permite que o gás penetre não só superficialmente, mas num volume maior da peça e encontre uma elevada área superficial no interior desses poros (interconectados), formando nitretos desordenadamente em praticamente todo o volume da peça, resultando em elevada distorção e fragilização do componente.

Na nitretação por banho de sais a porosidade desses materiais permite que os sais líquidos penetrem nos poros da peça, sendo estes de difícil remoção (ROLINSKI, 2005).

A solução encontrada para a nitretação de materiais produzidos por metalurgia do pó é a nitretação a plasma que, por princípio, tem efeito apenas superficial, pois o plasma não penetra nos poros. Vale no entanto salientar que a nitretação a plasma, apesar do maior controle sobre a metalurgia da camada, tem como desvantagens o alto custo de implantação do processo, uma ocupação da câmara menor do que na nitretação gasosa e um maior custo operacional. Além disso, atualmente existem tecnologias baseadas na nitretação gasosa com um nível de controle da camada que satisfaz a maioria das aplicações industriais.

Shot peening é um processo de jateamento da superfície do material com minúsculas granalhas de aço. Esse jateamento tem como finalidade típica a deformação superficial do aço, aumentando assim sua resistência e dureza (O UNIVERSO, 2008).

2. OBJETIVO

Esta dissertação teve como objetivo estudar as alterações microestruturais, decorrentes da nitretação a gás, em peças de ferro obtidas por metalurgia do pó, submetidas previamente ao processo de ‘shot peening’.

3. REVISÃO DA LITERATURA

3.1 ESTADO DA ARTE

Não foram encontrados dados na literatura relativos à aplicação industrial do processo ‘shot peening’ com a finalidade de fechar poros de materiais produzidos por metalurgia do pó e que serão nitretados em processos a gás e/ou banho de sais. Uma aplicação análoga que existe na indústria é a utilização deste processo para o fechamento de trincas, principalmente aquelas abertas em processos de conformação mecânica como o estiramento (SURESH, 1984).

Nas duas últimas décadas, o fenômeno de fechamento de trincas, introduzido originalmente por Elber (ELBER, 1970), tem sido investigado para a maioria dos materiais de engenharia (metais, cerâmicos, polímeros, compósitos, concreto, ossos humanos, entre outros), tendo em vista o reconhecimento de que se trata de um importante fenômeno que influencia o comportamento de fadiga dos materiais. Recentemente, diversos mecanismos distintos de fechamento de trincas foram considerados (SURESH, 1984), dentre eles, o fechamento de trincas induzido por oxidação.

O fechamento de trinca é afetado por diversos fatores (ALLISON, 1988), como a microestrutura do material, a geometria do corpo de prova, condições do teste (ambiente e temperatura), entre outros.

Devido ao caráter pioneiro do presente trabalho, não há referências para a técnica que foi desenvolvida, porém, técnicas análogas

como a citada acima, forneceram dados e condições de contorno para o desenvolvimento deste trabalho.

3.2 METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó é o processo metalúrgico de fabricação de peças metálicas, que se distingue dos processos metalúrgicos convencionais pelas características (CHIAVERINI, 2001):

- a) Utilização de pós metálicos e não metálicos como matérias-primas;
- b) Processo de fabricação sem a presença de fase líquida ou apenas com presença parcial da fase líquida;
- c) Produção de peças na forma acabada ou muito próximas da forma acabada (near-net-shape), dentro de tolerâncias muito estreitas e, geralmente, sem necessidade de processos posteriores de acabamento como a usinagem;
- d) Produção de componentes com características estruturais e físicas impossíveis de se obter por qualquer outro processo metalúrgico.

A partir dos pós, que podem ser obtidos por diversas técnicas de fabricação, existem duas etapas fundamentais do processo:

- a) Moldagem ou compactação pela aplicação de pressão nos pós, à temperatura ambiente, no interior de matrizes, cujas

cavidades correspondem normalmente à forma e dimensões das peças finais;

- b) Aquecimento ou sinterização a uma temperatura abaixo da temperatura de fusão do metal ou da liga metálica considerada, sob condições controladas de temperatura, tempo e ambiente.

Este segundo processo confere resistência mecânica aos compactados obtidos no primeiro processo, os quais não possuem propriedades mecânicas para seu emprego imediato.

Compactação e sinterização são operações básicas na metalurgia do pó. Outras operações típicas da metalurgia do pó consistem na mistura dos pós antes da compactação, quando se trata de vários componentes e, na calibração ou calibragem após a sinterização. Além dessas, outras operações podem ser realizadas, como por exemplo tratamentos térmicos, tratamentos superficiais, usinagem e outros.

3.2.1 Vantagens e limitações do processo

As vantagens do processo podem ser assim resumidas (CHIAVERINI, 2001):

- a) Possibilidade de produzir e conformar metais impossíveis ou difíceis de serem obtidos pelos processos metalúrgicos convencionais. Exemplo: metais refratários (tungstênio, molibdênio, tântalo), metal duro (carbonetos sinterizados de tungstênio, tântalo, titânio e outros), metal pesado e outros;

- b) Possibilidade de obtenção de características específicas nos materiais como porosidade controlada (útil na fabricação de mancais autolubrificantes, filtros e outros);
- c) Possibilidade de obtenção de materiais caracterizados pela associação de metais com materiais não-metálicos. Exemplo: discos e materiais de fricção, escovas coletoras de corrente, combinação de materiais metálicos com materiais cerâmicos e outros;
- d) Possibilidade de associar-se diferentes metais para a obtenção de materiais em que ficam mantidas as características próprias de cada componente metálico. Exemplo: contatos elétricos de tungstênio-prata, tungstênio-cobre e outros;
- e) Possibilidade de ser exercido rigoroso controle do produto acabado em vista da capacidade de partir-se de metais extremamente puros;
- f) Eliminação de qualquer excesso de material na forma de rebarba.

Graças aos avanços nas técnicas de consolidação dos pós, tanto nos processos de compactação e sinterização como na produção de pós, foi possível tornar a metalurgia do pó uma técnica competitiva aos processos metalúrgicos tradicionais. Não somente pelo aspecto econômico, mas também por serem obtidos materiais com propriedades mecânicas comparáveis às dos materiais fundidos, conformados mecanicamente ou usinados, ao mesmo

tempo que as operações de tratamento térmico e superficial podem ser aplicadas com certo êxito e facilidade.

É necessário, contudo, que as séries a serem fabricadas na maioria dos casos sejam grandes, dado o elevado custo do ferramental empregado, - matrizes e componentes de compactação - principalmente quando as peças apresentam formas complexas.

Há, portanto, limitações para a técnica de metalurgia do pó, uma das quais é exatamente a quantidade de peças a serem produzidas, para que o processo seja competitivo com as técnicas convencionais. Outra limitação importante está relacionada com as dimensões das peças a serem produzidas. Essa limitação está sendo superada pela aplicação de técnicas de compactação isostática, compactação a quente e outras. De qualquer forma, à medida que as dimensões das peças aumentam, torna-se necessário o emprego de prensas de compactação de capacidade cada vez maior, resultando em equipamentos que oferecem dificuldades técnicas muito grandes, custo elevado, podendo tornar o processo antieconômico.

Contudo, já tem sido possível fabricar peças com pesos superiores a cinco quilos, o que demonstra que até mesmo a dificuldade dimensional está sendo ultrapassada.

Em resumo, está se tornando comum a substituição de processos tais como fundição sob pressão, forjamento, fundição de precisão, estampagem, usinagem e outros, pela técnica de metalurgia do pó. A produção de milhares de peças por hora, de formas complexas, com forma definitiva ou próxima da definitiva, com tolerâncias estreitas, combinada com a eliminação

de operações de acabamento e, portanto, com economia de matérias-primas, tempo e energia, tem levado a essa tendência.

Além disso, a fabricação do ferramental necessário, assim como o suprimento de matérias-primas, não consiste mais um problema.

Por esses motivos, as aplicações de peças sinterizadas vêm se estendendo aos mais diversos campos industriais e avançando para áreas tecnológicas cada vez mais sofisticadas (CHIAVERINI, 2001).

Na figura a seguir está apresentada a representação esquemática das várias etapas do processo de metalurgia do pó.

Figura 1: Representação esquemática das várias etapas do processo de metalurgia do pó (CHIAVERINI, 2001).

3.2.2 Pós metálicos

A matéria prima da metalurgia do pó constitui, mais que na maioria dos processos metalúrgicos convencionais, um fator básico, principalmente no que se refere à sua uniformidade. Por esse motivo, é imprescindível o seu rigoroso controle, o que significa que todas as suas características devem ser conhecidas, determinadas e controladas com a maior profundidade.

Os principais métodos para a obtenção de pós metálicos, podem ser agrupados nas seguintes classes:

- a) Reações químicas e decomposição;
- b) Atomização de metais fundidos;
- c) Deposição eletrolítica;
- d) Processamento mecânico de materiais sólidos.

Um mesmo pó pode ser obtido por mais de um método. Os métodos incluídos nas duas primeiras classes acima são os que apresentam a maior importância prática, pois são os que produzem pós de custo mais baixo, com características que atendem às exigências da maioria dos produtos sinterizados (CHIAVERINI, 2001).

3.2.2.1 Atomização

Tido como um dos mais importantes processos de produção de pós metálicos, principalmente por ser utilizado em larga escala na produção

de pó de ferro, metal de maior consumo na metalurgia do pó. O processo de atomização permite a fabricação de pós de praticamente qualquer metal ou liga metálica.

O processo consiste essencialmente em pulverizar um líquido metálico em partículas finas, geralmente de tamanho inferior a 150 μm . Essa pulverização é feita forçando-se a passagem de uma corrente de metal líquido através de um pequeno orifício, na saída do qual a corrente metálica líquida é desintegrada por um jato de água, ar ou gás. O metal solidifica imediatamente pela ação combinada do jato e do resfriamento natural causado pela expansão do metal ao deixar o orifício. Mediante um sistema de sucção, o pó é recolhido numa câmara.

Dependendo do método para desintegrar a corrente de metal líquido, o processo de atomização pode ser dividido em:

- a) Atomização em água;
- b) Atomização a gás.

Em qualquer um dos casos, o equipamento essencial consiste nos seguintes componentes: forno de fusão, panela para conter o metal líquido, bocal ou válvula de vazamento, câmara de atomização e secador do metal líquido (CHIAVERINI, 2001).

3.2.2.1.1 Atomização em água

Esse processo é limitado a metais e ligas que não se oxidem excessivamente pela ação da água ou metais e ligas cujos óxidos sejam facilmente reduzidos posteriormente.

Figura 2: Representação esquemática do processo de atomização em água (CHIAVERINI, 2001).

Na figura acima pode-se observar uma panela que atua como reservatório de metal líquido de modo a suprir um fluxo uniforme, contínuo e controlado de metal à válvula de vazamento, localizada na parte inferior da panela. Essa válvula controla a forma e o tamanho da corrente de metal líquido. Essa corrente é atingida pelo meio desintegrador através de um sistema de válvulas de atomização e é desintegrada, formando-se, em

consequência de alta velocidade do meio atomizante, diminutas gotas de metal, as quais se resfriam rapidamente, solidificando e depositando-se no fundo da câmara de atomização. Essa câmara pode eventualmente ser protegida com um gás inerte, o que reduz ou impede a oxidação do pó (KLAR, 1984).

3.2.2.1.2 Atomização a gás

Este processo utiliza como elemento desintegrador do metal líquido uma substância gasosa, como ar, argônio, hélio entre outros.

Figura 3: Representação esquemática do processo de atomização a gás: (a) configuração de dois jatos e (b) configuração "anel anular" (CHIAVERINI, 2001).

A imagem supra citada mostra esquematicamente o processo de atomização a gás com duas configurações possíveis. A velocidade do gás depende da forma do bocal de atomização e pode variar de 20 m/s a velocidades supersônicas.

Os pós obtidos neste tipo de atomização podem variar sua estrutura entre amorfa, cristalina fina e dendrítica (o mesmo se aplica na atomização em água).

Apesar dos processos de atomização a gás e em água serem os mais utilizados, existem outros processos de atomização, como por exemplo: eletrodo rotativo, atomização a vácuo, atomização por disco rotativo, entre outros (KLAR, 1984).

3.2.2.2 Deposição eletrolítica

Este processo permite a produção de uma grande variedade de pós metálicos e pode ser resumido em dois métodos práticos. No primeiro, resulta a formação de um depósito esponjoso que pode ser mecanicamente desintegrado em partículas finas. No segundo, ocorre a deposição de uma camada densa, macia e quebradiça do metal, a qual pode ser moída.

Basicamente na deposição eletrolítica, parte-se de uma solução aquosa dos metais a serem produzidos. Apesar da vantagem de se obter pós de elevada pureza, o alto custo de produção faz com que o processo não seja amplamente utilizado (CHIAVERINI, 2001).

3.2.2.3 Processos mecânicos

A pulverização mecânica é aplicada a metais duros e quebradiços, como ferro e bismuto eletrolítico ou em metais muito reativos como berílio e hidretos metálicos.

O princípio da moagem é a aplicação de choques entre o material a ser moldado e uma massa dura. Um exemplo comumente usado é o moinho de bolas, que consiste em geral em tambores rotativos com bolas resistentes ao desgaste. O material a ser moído é colocado no interior do tambor onde estão as bolas, com o cuidado de haver espaço no tambor para queda das bolas com energia suficiente para quebrar o material que se pretende moer. Outro fator importante é o controle da rotação do tambor. Velocidades altas, farão com que as bolas girem em torno da parede do tambor sem cair sobre o material, reduzindo assim, drasticamente a eficiência do moinho. Velocidades muito baixas também diminuem a eficiência do moinho.

É comum nesse tipo de moagem, o uso de lubrificantes e outros agentes para impedir a soldagem, evitando a aglomeração de partículas (CHIAVERINI, 2001).

3.2.2.4 Tamanho e forma de partículas

Essas características são as de maior importância nos pós metálicos.

Figura 4: Tipos e formas de partículas metálicas (CHIAVERINI, 2001).

Como mostra a figura 4, a maioria dos pós apresenta forma irregular. Essa forma pode ser mais ou menos equidimensional ou apresentar predominância em uma ou duas dimensões.

Partículas esféricas, aparentemente, são mais favoráveis do ponto de vista da compactação, porém formas irregulares apresentam uma melhor sinterização, devido à maior superfície em relação ao volume das partículas, o que propicia uma maior interação entre essas partículas.

Uma consideração importante, tanto para a compactação como para a sinterização, é a distribuição do tamanho de partículas. Uma distribuição de partículas adequada oferece melhores condições de operação na metalurgia do pó (HISCHHORN, 1969).

3.2.2.5 Porosidade

Existem partículas metálicas porosas. Quando presentes, os poros afetam não só outras características dos pós, como densidade aparente e compressibilidade, como igualmente a porosidade da peça acabada. Deve-se distinguir dois tipos de porosidade: porosidade tipo esponjosa, caracterizada pela presença de poros que não estão interligados entre si e porosidade em que os poros estão interligados entre si. Neste caso e quando, além disso, os poros estiverem ligados com a superfície, verifica-se um aumento da superfície específica das partículas, além de ficar facilitada a adsorção de gases durante o seu processamento (HISCHHORN, 1969).

3.2.2.6 Compressibilidade

A compressibilidade é uma expressão utilizada para quantificar a densificação que uma massa de pó pode sofrer sob aplicação de pressão. Define-se ainda a compressibilidade como a relação entre a “densidade verde” (densidade do compactado apenas comprimido) e a “densidade aparente” do pó. Em outras palavras, a compressibilidade corresponde a uma medida do decréscimo de volume que se obtém na operação de compactação. Essa

relação também é definida por “relação de compactação” (CHIAVERINI, 2001).

3.2.3 Conformação

Compactação é a primeira operação de consolidação da metalurgia do pó. Esta operação tem os seguintes objetivos:

- a) Conformar o pó na forma projetada;
- b) Conferir as dimensões finais, ou aproximadamente finais especificadas, levando em conta as possíveis alterações dimensionais que possam ocorrer durante a sinterização;
- c) Conferir a adequada densidade verde ao compactado;
- d) Conferir a resistência mecânica necessária para o manuseio posterior;
- e) Proporcionar o necessário contato entre as partículas de pó, para que a operação de sinterização seja efetuada de modo mais eficiente.

Lista-se abaixo, os processos mais importantes de conformação:

- a) Compressão em matriz rígida;
- b) Compressão isostática;
- c) Compressão isostática a frio;
- d) Compressão isostática a quente;
- e) Conformação por laminação de pós, para a conformação de chapas e tiras;

f) Extrusão de pós metálicos.

Existem outros processos de conformação, como forjamento e compactação por explosão, que não serão discutidos neste trabalho.

Em geral, a conformação é feita com aplicação de pressão, porém, existem casos, como por exemplo, a fabricação de filtros metálicos onde a compactação é feita apenas com o pó solto no molde e, posteriormente, levado à sinterização (LENEL, 1984).

3.2.3.1 Princípios da compactação

Restringindo-se aos dois processos mais comuns de compactação (matriz rígida e isostática em receptáculos flexíveis), pode-se dividir o comportamento do pó quando submetido à pressão em três estágios:

Estágio 1: As partículas do pó são re-amoldadas e ou re-arranjadas, de modo a eliminar parcialmente a formação de vazios, formação essa que sempre ocorre quando se empilha a esmo partículas de pó;

Estágio 2: Envolve deformação plástica das partículas. A profundidade de deformação plástica depende da ductibilidade do pó e de outras características. Existe uma relação entre a capacidade de deformação plástica do pó e a sua compressibilidade. A deformação é mais profunda em pós de metais dúcteis;

Estágio 3: As partículas de pó ficam frágeis devido ao encruamento dos estágios anteriores, quebram e formam fragmentos menores.

Os três estágios geralmente se sobrepõem (LENEL, 1984).

3.2.3.2 Efeitos da operação de compactação

A pastilha obtida a partir de pó compactado sempre apresenta porosidade.

Figura 5: Tendência de aumento da densidade de compactados de ferro, em função da pressão de compactação (LENEL, 1984).

A figura 5 mostra a diminuição da taxa de densificação com o aumento da pressão aplicada. Portanto, para se obter densidades mais próximas da densidade real do material a partir do qual o pó foi produzido, seria necessário pressões elevadíssimas e, para isso, equipamentos de elevada carga e custo, tornando economicamente inviável o processo.

A diferença de densidade do pó compactado para a densidade real do material do qual esse pó foi feito, deve-se aos poros do compactado (LENEL, 1984).

3.2.4 Sinterização

Operação fundamental da técnica de metalurgia do pó, constitui a fase final do ciclo de consolidação dos pós metálicos, ciclo esse iniciado com a compactação.

A sinterização consiste no aquecimento dos compactados verdes, obtidos na operação de compactação, a temperaturas elevadas, porém abaixo do ponto de fusão do metal ou do principal constituinte da liga metálica considerada, sob condições controladas de tempo, temperatura e atmosfera. Como resultado, as partículas que constituem o compactado ligam-se entre si e o material adquire as características desejadas de densidade, dureza e resistência mecânica.

Existem casos onde a sinterização é o único processo de consolidação, como no caso dos filtros metálicos, que são sinterizados sem prévia compactação.

Normalmente, a temperatura de sinterização é da ordem de $2/3$ a $3/4$ da temperatura de fusão da liga considerada.

No caso da sinterização de sistemas de vários constituintes, algumas vezes, a temperatura de sinterização é superior à temperatura de fusão de um ou mais constituintes da liga, formando assim uma fase líquida que favorece as condições de sinterização.

A sinterização deve ser feita em “atmosfera protetoras” cujos objetivos são:

- a) Evitar ou minimizar qualquer reação química entre o compactado verde (que em geral se caracteriza pela presença de porosidade) com o meio ambiente. A oxidação é a reação mais importante que uma atmosfera protetora evita;
- b) Remover impurezas presentes, principalmente películas de óxidos existentes não só na superfície como igualmente no interior do compactado, devido a sua porosidade intrínseca;
- c) Fornecer, eventualmente, um ou mais elementos químicos para se ligarem com o metal do compactado.

3.2.4.1 Teoria da sinterização

A prática da sinterização é relativamente simples, desde que se disponha de equipamento adequado (fornos, atmosferas protetoras e instrumentos de medição e controle). Contudo, a sinterização depende de uma série de fatores que afetam os resultados finais, tornando-a uma operação delicada, que exige rigoroso conhecimento e controle de todas as variáveis do

processo. Essas variáveis são: a natureza do pó, a natureza da mistura do pó, as características dos compactados verdes obtidos na primeira fase de consolidação, tais como porosidade, densidade, resistência a verde, entre outros.

A sinterização é basicamente um processo de difusão no estado sólido. Porém, a presença de uma fase líquida na sinterização, favorece a ligação das partículas metálicas entre si e diminui a porosidade do material.

No estágio inicial do processo de difusão, ocorre transporte de material. O mecanismo mais importante de transporte de material é o fluxo de difusão. Como resultado desse fluxo, cresce o contato entre as partículas e verifica-se uma ligação entre elas. Quanto maior a densidade verde do compactado, mais eficiente essa ligação, devido à maior área de contato existente.

Figura 6: Formação do pescoço em consequência da ligação inicial entre as duas partículas (ASM, 1984).

A figura 6 mostra o pescoço formado na ligação inicial entre duas esferas. O raio r forma-se na extremidade do pescoço entre as duas partículas.

Nesse pescoço forma-se um contorno de grão entre as duas partículas. Quando os átomos se movimentam do contorno de grão em direção ao pescoço, as lacunas se movimentam na direção contrária e são assim eliminadas no contorno de grão. Esse fato causa a aproximação dos centros das duas partículas, resultando em contração.

Figura 7: Representação esquemática de 3 esferas sinterizadas: (a) pontos originais de contato; (b) crescimento do pescoço; (c) e (d) arredondamento dos poros (ASM, 1984).

A figura 7 mostra a ligação entre as partículas composta de 4 estágios:

Estágio a) Tem lugar na primeira etapa do processo, quando o material é aquecido, em consequência da difusão de átomos, desenvolvem-se contornos de grão;

Estágio b) Crescimento dos contornos, que significa um maior grau de ligação no interior da massa sobre ligação. Nesse estágio, não ocorre decréscimo na quantidade de poros, ou seja, não se verifica qualquer contração do material;

Estágio c) Fechamento dos canais que interligam os poros, o que significa uma mudança apreciável na natureza da porosidade da massa sinterizada. Formam-se poros isolados devido ao crescimento do pescoço e a contração dos poros;

Estágio d) Arredondamento dos poros, que pode ser considerado consequência natural do crescimento do pescoço. Quando o material é transportado das regiões do pescoço a partir das superfícies dos poros, esses tendem a ficar mais arredondados e não há necessidade de contração dos poros para que isso possa ocorrer.

Na ausência de poros interligados, os estágios (b) e (c) são praticamente ausentes.

Outros estágios não apresentados na figura 7 também podem ocorrer, como a contração dos poros, que somente fica evidenciado pela densificação da massa sob sinterização e o coalescimento dos poros. Este estágio ocorre com a eliminação de poros pequenos para o crescimento de poros maiores e, portanto, mantém-se a quantidade total de poros, não havendo assim densificação do material (ASM, 1984).

3.3 NITRETAÇÃO

3.3.1 Processos de nitretação

O tratamento superficial de nitretação é definido como um tratamento termoquímico, que consiste na introdução de nitrogênio na forma atômica, por difusão, no interior do reticulado cristalino de ligas ferrosas, onde a ferrita é mais estável, em temperaturas normalmente na faixa de 500-590°C. O nitrogênio que se difunde combina-se com o ferro e elementos de liga presentes, forma microconstituintes (nitretos) que modificam as propriedades físicas e mecânicas das superfícies das peças. Quando presente também o elemento carbono no meio nitretante, o processo é comumente chamado de nitrocarbonetação ferrítica (BELL, 1977).

Os processos de nitretação mais utilizados industrialmente são a nitretação a gás, a nitretação em banho de sais ou nitretação líquida e a nitretação por plasma, sendo que este último está em ampla expansão na indústria devido às suas vantagens frente aos dois primeiros (STRÄMKE, 1995).

A camada nitretada pode consistir de uma camada externa, denominada de camada de compostos ou camada branca, devido ao seu aspecto no microscópio óptico, quando atacada com o reagente Nital, e uma camada interna, logo abaixo daquela, denominada zona de difusão. A figura 8 representa uma microestrutura típica da camada nitretada de ferro puro e aços ligados, obtida através da nitretação/nitrocarbonetação (COLIJN, 1983).

Figura 8: Representação esquemática da constituição da camada de compostos e da zona de difusão de ferro e aço ligado nitretado/nitrocarbonetado, segundo Colijn *et al* (COLIJN, 1983).

Na zona de difusão do ferro puro e aços-carbono, o nitrogênio, dependendo da taxa de resfriamento após a nitretação e o subsequente envelhecimento, pode estar em solução sólida na matriz ou já precipitado como nitretos α'' (Fe_{16}N_2) e γ' (Fe_4N). Na presença de elementos de liga na composição do aço, tais como Al, Cr, Mo, V, W e Ti (elementos formadores de nitretos), o nitrogênio já estará precipitado na forma de nitretos nas temperaturas de nitretação.

O aspecto metalúrgico das camadas nitretadas (microestrutura, profundidade, zona porosa da camada de compostos) e as propriedades obtidas são as mais diversas e dependem da composição do aço a ser nitretado, bem como da seleção de um determinado processo de nitretação, juntamente com os seus parâmetros (composição do gás, tempo, temperatura, etc.).

De uma maneira geral, as principais melhorias de propriedades obtidas com o uso dos processos de nitretação em aços, que se refletem em um aumento do desempenho das peças são (KNERR, 1991):

- a) Elevação da dureza superficial e da resistência ao desgaste;
- b) Redução do coeficiente de atrito;
- c) Elevação da resistência à corrosão (exceto aços inoxidáveis);
- d) Elevação da resistência à fadiga;
- e) Elevação da resistência ao revenimento e da dureza a quente.

E O tratamento superficial de nitretação traz melhorias significativas em propriedades tribológicas (BERBERICH, 2001)(CHEN, 1997).

3.3.1.1 Nitretação a gás

É uma das técnicas mais utilizadas para promover dureza superficial e melhorar propriedades anti-corrosivas por meio da formação de uma camada superficial de nitretos (BELL, 1977) (MONGIS, 1984).

A nitretação a gás é realizada numa atmosfera de gás amônia em temperaturas da ordem de 400 a 570°C por períodos que variam entre 8 a 100 horas, dependendo da profundidade da camada requisitada.

O princípio do processo está baseado na dissociação de moléculas de gás amônia que são adsorvidas na superfície do metal aquecido, liberando conseqüentemente átomos de nitrogênio (nitrogênio nascente) e átomos de hidrogênio, conforme ilustra a figura 9.

Figura 9: Dissociação da amônia e difusão do nitrogênio no aço (LILIENTAL, 2001).

Uma pequena fração de átomos de nitrogênio produzidos pela dissociação catalítica é absorvida pelo Fe- α , ao passo que o restante se recombina para formar o nitrogênio molecular N_2 que, por sua vez, é inerte ao processo de nitretação.

À medida que o processo prossegue, a concentração de nitrogênio atômico dissolvido intersticialmente no reticulado cristalino do Fe- α se eleva gradativamente. Quando esta concentração exceder a máxima solubilidade de nitrogênio, iniciar-se-á a nucleação de nitretos de ferro (com aproximadamente 5,9% em peso de nitrogênio). Os primeiros núcleos de nitretos a se formarem no ferro puro são os do tipo γ' , e em seguida os do tipo ϵ (com pelo menos 6,2% em peso de nitrogênio). Estes nitretos compõem a camada de compostos ou camada branca, situada na superfície de um componente nitretado (LILIENTAL, 2000).

A espessura e propriedades da camada superficial nitretada dependem das condições de nitretação, da estrutura cristalográfica e da densidade de defeitos (FERKEL, 2002). Em particular, a cinética para a nitretação é afetada pelo tipo de reação química que ocorrerá na superfície da amostra, assim como pela difusividade do nitrogênio no material tratado (BELL, 1975). A difusividade no nitrogênio será maior quanto maior for a densidade de defeitos na amostra tratada.

A atividade de nitrogênio atômico durante a nitretação a gás é controlada através do fluxo de amônia dentro do forno, determinado pelo grau de dissociação resultante. O grau de dissociação da amônia é medido pelo gás de saída da câmara de nitretação, através de uma bureta de dissociação (figura 10). O princípio da medição é que o gás amônia se dissolve na água e os gases de hidrogênio e nitrogênio não. Portanto, quando se lê, por exemplo, 30% de grau de dissociação, significa que o gás de exaustão contém 70% de gás amônia (NH_3) (THELNING, 1975).

Figura 10: Esquema da bureta de dissociação utilizada na medição da amônia dissociada, nos processos de nitretação gasosa, e as medidas do grau de dissociação da amônia, no gás de saída da câmara de nitretação. A amônia não dissociada dissolve-se na água, enquanto o nitrogênio e o hidrogênio, que não são solúveis em água, encontram-se acima da coluna de água (KNERR, 1991).

Na década de 60, os processos de nitretação a gás sofreram modificações nas misturas gasosas e foram adicionados além do gás amônia, gases contendo carbono. Este processo passou a se chamar nitrocarbonetação ferrítica e consiste na introdução simultânea de carbono e nitrogênio na superfície do metal, com o objetivo de produzir uma fina (10-20 μm) e tenaz camada de compostos, constituída essencialmente de carbonitreto ϵ ($\text{Fe}_2\text{-}_3(\text{C},\text{N})$), e uma zona de difusão contendo nitrogênio dissolvido ou nitretos de ferro ou de elementos de liga.

As temperaturas dos processos de nitrocarbonetação são em média 570°C e os períodos podem variar de 1 a 3 horas, ou seja, tempos bem menores em relação aos processos de nitretação a gás tradicionais. Por este motivo, estes processos são denominados de nitretação de ciclo curto. (BELL, 1977)

Qualquer tratamento de nitrocarbonetação gasosa envolve as reações de nitretação, reação de dissociação da amônia, e de carbonetação. Como por exemplo, a utilização de gás endotérmico (gás natural) no processo de nitrocarbonetação. O carbono nascente é liberado pelas seguintes reações:

A presença de CO e CO₂ na atmosfera nitretante acelera a reação de nitretação, visto que o CO₂ do gás inicial e/ou formado pela reação 2 reage com o H₂ (reação 3) produzido pela reação de nitretação, aumentando conseqüentemente a taxa de dissociação da amônia na superfície do metal.

As propriedades superficiais produzidas pela nitrocarbonetação gasosa são semelhantes às produzidas pela nitretação em banho de sais. Uma vantagem da nitrocarbonetação a gás sobre a nitretação em banhos de sais (nitretação ou nitrocarbonetação líquida) é a eliminação de problemas ambientais associados com o manuseio e remoção de resíduos tóxicos, particularmente de cianetos (CLAYTON,1983).

3.3.1.2 Nitretação em banho de sais

Os tratamentos de nitretação em banho de sais (nitrocarbonetação ferrítica) foram inicialmente introduzidos a partir da década de 50 e todos os processos desse tipo são oriundos de duas patentes britânicas, comercialmente conhecidas pelas denominações "Tufftride" e "Sulfinuz". Os componentes do banho de ambos os processos são normalmente uma mistura de cianetos e cianatos de metais alcalinos. Tanto o processo Tufftride quanto o processo Sulfinuz se desenvolvem através de uma reação de oxidação e de uma reação catalítica, numa temperatura de aproximadamente 570°C.

No caso do processo Tufftride, o cianeto de sódio é oxidado, gerando o sal de cianato, agente responsável pela ação nitretante, conforme a reação de oxidação descrita abaixo:

Esta reação pode ocorrer pela oxidação natural do banho (envelhecimento), tendo, no entanto, um difícil controle do teor do cianato. Através da injeção de ar no banho de sais (aeração), que promove a agitação e estimula a atividade química, o processo pode ser acelerado e o teor de cianato melhor controlado.

Os sais de cianato se decompõem em contato com a superfície do aço, conforme a reação catalítica descrita a seguir, liberando nitrogênio e carbono, os quais se difundem no ferro.

O teor de cianeto CN^- e de cianato CNO^- no banho de sais do processo Tufftride é de 42-50% e 42-48%, respectivamente.

O processo Sulfinuz consiste de um banho fundido, contendo essencialmente 8-12% de cianeto de sódio, 15-25% de cianato de sódio, 0,2-0,3% de enxofre (presente na forma de sulfito de sódio) e o restante de carbonatos e cloretos. Uma reação adicional (reação 7), além da reação de oxidação da reação 4, ocorre dentro do banho devido à presença do sulfito de sódio.

Conseqüentemente, o sulfito de sódio acelera a formação do radical cianato de sódio e favorece uma nitrocarbonetação mais rápida, sem haver a necessidade de aeração externa no banho.

Considerações ambientais e o alto custo de desintoxicação dos efluentes contendo cianetos, aliado à competitividade crescente, na década de 70, dos tratamentos de nitrocarbonetação a gás, levaram as indústrias a desenvolverem processos livres de elementos tóxicos.

Na Alemanha, a Degussa Company desenvolveu em 1975 um método com o objetivo de substituir o processo Tufftride. Chamado de New Tufftride, Tenifer 1 (TF-1) ou Melonite, este processo substitui o cianeto tóxico pelo tiocianato que, como os cianetos, formam o cianato no banho. A

quantidade de cianeto que se forma durante o processamento é de 2 a 3%, quantidade esta facilmente removida pelos métodos de desintoxicação.

No processo Tenifer 1, o banho de sais fundidos é contido em cadinho revestido de titânio ou inconel, que reduz a contaminação do banho por compostos de ferro, evitando, assim, a formação de ferrocianetos $\text{Na}_4[\text{Fe}(\text{CN}_6)]$, que causam porosidades na camada de compostos. O fluxo de ar dentro do banho é realizado com o auxílio de tubulações de alumínio que chegam até o fundo do cadinho.

A sequência do processo Tenifer 1 está apresentada na figura 11. Inicialmente, as peças são pré-aquecidas em ar para minimizar as perdas de calor e diminuir a possibilidade de formação de trincas e respingos. O processo de nitretação é comumente realizado a 570°C por períodos de até 2 horas, uma vez que, para tempos prolongados, os sais têm forte ação corrosiva, aumentando consideravelmente a rugosidade e a porosidade da camada de compostos. O resfriamento pode ser realizado em água, óleo ou em banho de sais de nitritos e nitratos "AB1" (ver figura 11) na faixa de 330 a 400°C (banho de têmpera oxidante).

Figura 11: Seqüência do processo Tenifer 1 (VENDRAMIM, 1994).

Com o tratamento AB1, a superfície é enriquecida em óxido de ferro (Fe_3O_4), conferindo uma coloração preta, uniforme e brilhante que atende às exigências de estética, além de aumentar ainda mais a resistência à corrosão e ao emperramento.

Os processos de nitretação em banho de sais produzem camadas de compostos de espessuras que variam entre 10 e 20 μm , constituídas essencialmente de carbonitreto ϵ ($\text{Fe}_{2-3}(\text{N},\text{C})$), devido ao alto potencial de nitrogênio e carbono do banho de cianatos, e zonas de difusão contendo nitrogênio em solução sólida ou na forma de nitretos de ferro ou elementos de liga, no caso dos aços ligados.

Assim como nos processos de nitrocarbonetação a gás, os objetivos básicos da nitretação em banho de sais são a melhoria das propriedades de resistência ao desgaste, à corrosão, à fadiga e ao emperramento (BELL, 1977).

3.3.1.3 Nitretação por plasma

A nitretação por plasma foi patenteada em 1931 por J. J. Egan nos EUA e em 1932 por B. Berghaus na Alemanha, não sendo continuada em virtude do seu alto custo e das dificuldades técnicas do equipamento encontradas naquela época. Os avanços tecnológicos, principalmente relacionados à eletrônica, automação e informatização, a partir da década de 80, permitiram que o processo assumisse um destaque no ambiente industrial do primeiro mundo e, nesse período, a nitretação de ferro e aço, particularmente, tem sido amplamente estudada e inúmeros fornos industriais foram construídos ao redor do mundo (KORHONEN, 1999).

Na literatura internacional, a técnica da nitretação por plasma recebe as seguintes denominações:

- a) Nitretação por Plasma (Plasma Nitriding);
- b) Nitretação em Descarga Brilhante (Glow Discharge Nitriding);
- c) Nitretação Iônica ou Ionitretação (Ion Nitriding) ou Ionitriding.

O equipamento do processo de nitretação por plasma, mostrado esquematicamente na figura 12, consiste de uma câmara de aço inoxidável, que atua como um anodo (+), das peças a serem nitretadas, que atuam como um catodo (-), um sistema de alimentação de gases, um conjunto de bombas para estabelecer o vácuo e uma fonte de tensão pulsada (STRÄMKE, 1995).

Figura 12: Esquema do forno de nitretação por plasma (STRÄMKE, 1995).

O processo se desenvolve quando uma determinada diferença de potencial é aplicada (500-1000V) entre os dois eletrodos, posicionados dentro de uma mistura gasosa ($N_2 + H_2$ ou $N_2 + H_2 + CH_4$) em condições de temperatura (500-550°C) e pressão (1 a 10 Torr) específicas. Sob tensão, elétrons são emitidos pelo catodo (peça) em direção ao anodo (parede do forno) que encontrando as moléculas da mistura gasosa, provocam a formação de átomos e íons de nitrogênio de carga positiva. Nestas condições, tem-se a formação do plasma que pode ser definido como uma mistura de partículas positivas, negativas e neutras — íons, elétrons, átomos e moléculas. Além disso, a uma curta distância da superfície do catodo, os íons de nitrogênio N^+ ao captarem elétrons provenientes do catodo emitem fótons. Esta emissão de

fótons, durante o retorno do nitrogênio iônico para o seu estado atômico, resulta no efeito luminoso visível de coloração violeta (figura 13), denominado de “descarga brilhante” (glow discharge).

Figura 13: Descarga brilhante (Glow – Discharge) em um componente durante a nitretação por plasma (BWNow, 2006).

A figura 14 apresenta o modelo de Kölbe, que é o mais amplamente aceito para descrever o mecanismo da nitretação por plasma. Segundo este modelo, os íons de nitrogênio N^+ e hidrogênio H^+ , por serem partículas positivas, são acelerados para a superfície da peça (catodo), bombardeando-a com um nível relativamente alto de energia cinética. Uma grande proporção desta energia (até 90%) é então transferida para energia térmica, promovendo o aquecimento da peça a uma temperatura de operação desejada, da ordem de $550^{\circ}C$. Já a energia cinética remanescente dos íons positivos causa o que se denomina de desintegração do catodo "sputtering", isto é, o arrancamento e o lançamento de átomos de ferro, assim como de elementos não metálicos (C,N,O) da superfície do metal, para a atmosfera do

plasma. Estes átomos de ferro formam com os átomos de nitrogênio altamente reativo do plasma, um composto termicamente instável, FeN , no plasma, que ao se condensar na superfície da peça, decompõe-se em nitretos menores e mais estáveis (Fe_2N , Fe_{2-3}N , Fe_4N), liberando juntamente o nitrogênio em excesso que pode difundir-se para dentro do metal ou retornar ao plasma (STRÄMKE, 1995).

Figura 14: Representação esquemática das reações que ocorrem na superfície na presença do Plasma (VENDRAMIM, 1997).

A utilização crescente da nitretação por plasma nos países industrializados é decorrente das inúmeras vantagens em relação aos processos convencionais de nitretação (a gás e em banho de sais). Dentre elas pode-se destacar a excelente repetibilidade, a não emissão de resíduos poluentes, economia de energia, reduzido consumo de gás, possibilidade de tratamento em temperaturas mais baixas, possibilidade de tratamento em áreas selecionadas, possibilidade de mascaramento mecânico, controle da camada

de compostos, obtenção de uma estrutura ou outra, ε ou γ' ou até supressão (EDENHOFER, 1974).

Entretanto, obviamente, algumas limitações são encontradas na aplicação deste processo, dentre as quais estão a imprecisão na medição da temperatura de processamento, a sensibilidade do processo à geometria das peças a serem nitretadas, bem como a disposição das mesmas na câmara. Além disso, este processo requer um operador altamente qualificado e experiente, pois caso contrário, pode haver um superaquecimento localizado da carga, prejudicando a qualidade superficial dos componentes. (GRÜN, 1991)

3.4 SHOT PEENING

O shot peening é um processo de deformação plástica a frio no qual a superfície do material é bombardeada com pequenas esferas denominadas “shot”. Essas esferas agem como diminutos martelos batendo na superfície do material, deformando-a e criando pequenos “dimples” (covas), como mostra a figura 15. Abaixo de cada “dimple”, o material deformado tenta restabelecer a forma original da superfície deformada a frio, originando assim, tensões de compressão, como mostra a figura 16 (O UNIVERSO, 2008).

Figura 15: Impacto de alta velocidade criando um “dimple” (COLOSIO, 2003).

Figura 16: Tensões de compressão na região atingida pela esfera (shot) (COLOSIO, 2003).

Sobrepondo-se os “dimples”, desenvolve-se uma camada uniforme de tensão residual de compressão no metal.

É bem conhecido, que uma trinca não se inicia ou se propaga numa região de tensões de compressão. Portanto, as tensões de compressão provocadas pelo shot peening acarretarão um aumento considerável de “vida” ao material.

Entre os benefícios obtidos pelo processo de shot peening, estão:

- a) Aumento de resistência a falhas por fadiga;

- b) Aumento de resistência à corrosão por atrito, acelerada por vibrações diferenciais na zona interfacial (fretting) (VATAVUK, 2009);
- c) Aumento da resistência à corrosão por fadiga;
- d) Aumento da resistência à corrosão sob tensão;
- e) Aumento da resistência a trincas causadas por hidrogênio;
- f) Aumento da resistência à corrosão intergranular.

Outros benefícios conferidos aos materiais submetidos ao processo de shot peening são:

- a) Aumento de dureza;
- b) Textura superficial;
- c) Fechamento de poros superficiais (VATAVUK, 2009).

O shot peening ou jateamento é recomendado para as mais variadas superfícies, como por exemplo: usinada, endurecida, soldada, eletro depositada, anodizada, descarbonetada e outras (SHOT-PEENING, 2008).

A maior importância da tecnologia de jateamento em função da melhoria da resistência à fadiga reside na aplicação em componentes que têm caráter estrutural, molas como barras de torção e estabilizadoras, molas helicoidais e feixes de molas (ROBINSON, 1984).

Durante o bombardeio das esferas contra a superfície do material ocorrem deformações plásticas nos grãos superficiais, as quais são produzidas pelas tensões longitudinais, transversais e de compressão. A profundidade da área deformada praticamente é proporcional ao diâmetro da impressão e se

estende radialmente do centro até uma distância superior ao diâmetro referido.

Dependendo dos parâmetros de jateamento, como o tamanho das esferas e do componente, a profundidade de deformação plástica pode ser de alguns micrometros a valores tão elevados quanto 1,6 mm para alguns materiais (WANG, 1998). A figura 17 mostra a dimensão da zona deformada plasticamente (h_p) em função do impacto de cada esfera, que podem ser correlacionadas pela equação 9 (KOBAYASHI, 1998).

$$h_p / R = k \sqrt[3]{(z / R)} \quad (8)$$

onde:

k é uma constante do material

z é a profundidade de impressão e

R é o raio da esfera.

Figura 17: Deformações plásticas e elásticas causadas por uma esfera contra a superfície de um material, mostradas esquematicamente (KOBAYASHI, 1998).

A otimização do processo de jateamento depende das seguintes variáveis:

- Geometria e propriedades mecânicas do componente jateado;
- Fluxo de energia produzido pelo processo em função dos parâmetros operacionais: tipo de esfera, velocidade, ângulo de ataque e tempo de jateamento;
- Condição de contato entre a esfera e o componente: coeficiente de atrito e relação de dureza da esfera e do componente.

O tipo de máquina de jateamento é essencial na otimização do processo, porque dependem dela os parâmetros de jato, como a intensidade, cobertura, ângulo do jato e saturação. Em função do tipo de esfera, a

intensidade do jato é obtida pela capacidade em ser arremessada com determinada velocidade (SOCIETY, 1991), gerando uma energia de impacto. Estudos mostram que, quando se tem um excesso de velocidade do jato, tem-se uma diminuição do benefício do jateamento, porque começa a ocorrer uma agressão excessiva na superfície jateada.

A intensidade do jateamento também sofre uma forte influência do ângulo do jato, isto é, quanto menor o ângulo, menor será a intensidade do jateamento. Entretanto, para uma situação mais agressiva com o ângulo de 90°, não se obtém as maiores tensões residuais compressivas no material, porque nesta condição começa ocorrer uma perda de eficiência do jato devido aos impactos entre as esferas arremessadas contra as esferas retornadas.

A cobertura do jato é uma das variáveis mais importantes do jateamento, porque corresponde à capacidade do processo em homogeneizar as tensões superficiais em toda a superfície jateada. Componentes jateados apresentam tensões residuais compressivas elevadas, mas em determinadas regiões podem apresentar falhas de jateamento. Estas falhas comprometem a sua vida quando, coincidentemente, uma trinca nucleia-se nestas regiões. A cobertura é dada pela porcentagem da área atingida pelas esferas durante o processo de jateamento e por isso sofre forte influência do tempo, porém, por uma questão prática, os valores máximos obtidos são da ordem de 98%, sendo então definidos como cobertura total. O cálculo da cobertura pode ser expresso pela equação 9 abaixo:

$$C_n = 1 - (1 - C_1)^n \quad (9)$$

Onde:

C_1 = porcentagem de cobertura após 1 passe

C_n = porcentagem de cobertura após n passes

n = número de ciclos do jateamento

As partículas de jateamento são escolhidas de acordo com sua forma, tamanho, densidade, dureza e durabilidade (SOCIETY, 1991). O tamanho e a dureza influenciam diretamente na profundidade das camadas de tensões residuais e na rugosidade superficial, porém, utilizam-se esferas com dureza igual ou maior à do componente jateado (SOCIETY, 1993); no caso do tamanho das esferas, estudos têm mostrado melhores profundidades de tensões residuais para utilização de esferas maiores (DELITIZA, 1984), por outro lado, quanto maior o tamanho da esfera maior será o tempo de saturação do processo de jateamento (FARRAHI, 1995).

Um gráfico interessante mostrado por Benedetti (BENEDETTI, 2001) exemplifica a correlação entre o diâmetro e a dureza da esfera em função do benefício do jateamento no limite de fadiga do material (figura 18). Pode-se notar que apesar do aumento do diâmetro da esfera produzir um aumento na profundidade das tensões residuais, foi constatada uma redução no limite de fadiga do material.

Figura 18 – Correlação entre o diâmetro e dureza da esfera em função do aumento do limite de fadiga de um aço 1MnCr5 carbonitretado (BENEDETTI, 2001).

As variáveis citadas são importantes no processo de jateamento e são elas que determinam o tempo de saturação, isto é, a melhor condição do jateamento é gradativamente alcançada até um certo tempo de processo. Entretanto, a partir de certo valor de tensão residual compressiva não é observada uma melhora significativa, mesmo com tempos prolongados (GENERAL, 1992).

3.5 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Operações de aquecimento e resfriamento controlados, que visam modificar as características de aços e ligas especiais, são denominadas tratamentos térmicos.

Aços e ligas especiais são submetidos a diversos tratamentos térmicos com vistas à otimização de suas propriedades. Os tratamentos térmicos de aços e ligas especiais englobam uma das mais amplas faixas de

temperaturas dentre os processos industriais, variando desde o processo subzero (temperaturas abaixo de 0°C) até a austenitização de aços rápidos, a 1280°C . Além disso, diversas taxas de resfriamento são empregadas visando permitir a obtenção da exata estrutura desejada (SILVA, 1988).

No caso de ferros e aços deformados plasticamente, quando se aquece o material acima da temperatura de recristalização e se mantém essa temperatura por tempo suficiente, tem-se a seguinte sequência de fenômenos: alívio de tensões, recuperação, recristalização e crescimento de grãos.

3.5.1 Recuperação

Na recuperação, uma parte da energia interna de deformação armazenada é liberada em virtude do movimento das discordâncias (na ausência da aplicação de uma tensão externa), como resultado de uma melhor difusão atômica e temperatura mais elevada. Existe alguma diminuição no número de discordâncias e são produzidas configurações de discordâncias que possuem baixa energia de deformação. Além disso, algumas propriedades físicas, como as condutividades elétrica e térmica, são recuperadas aos estados anteriores ao processo de trabalho a frio (CALLISTER, 2002).

3.5.2 Recristalização

Mesmo após o processo de recuperação estar completo, os grãos ainda se apresentam em um estado de energia de deformação elevado. A recristalização é o processo de formação de um novo conjunto de grãos livres

de deformação e que são equiaxiais (isto é, possuem dimensões aproximadamente iguais em todas as direções), com baixa densidade de discordâncias. A força motriz para produzir essa nova estrutura de grãos é a diferença que existe entre as energias internas do material submetido à deformação e do material sem deformação. Os novos grãos se constituem na forma de núcleos muito pequenos e crescem até que substituam completamente o seu material de origem.

Ainda durante a recristalização, as propriedades mecânicas que foram alteradas como resultado do trabalho a frio são restauradas aos seus valores iniciais, isto é, o metal se torna menos resistente, porém mais dúctil. Alguns tratamentos térmicos são projetados para permitir a ocorrência de recristalização resultando em modificações nas propriedades mecânicas.

A recristalização é um processo que depende tanto do tempo como da temperatura. O grau (ou fração) da recristalização aumenta em função do tempo. Porém, pode haver crescimento de grão se o tempo for excessivo.

O comportamento da recristalização de uma determinada liga metálica é algumas vezes especificado em termos de uma “temperatura de recristalização”, que é a temperatura na qual a recristalização atinge o seu término em exatamente 1 hora. Tipicamente, a temperatura de recristalização se encontra entre um terço e metade da temperatura absoluta de fusão de um metal ou liga e depende de diversos fatores, incluindo a quantidade de trabalho a frio a que o material foi submetido anteriormente e a pureza da liga. Aumentando a porcentagem de trabalho a frio, melhora-se a taxa de

recristalização. A temperatura de recristalização é diminuída e se aproxima de um valor constante ou valor limite em deformações mais elevadas.

Existe um nível crítico de deformação plástica a frio abaixo do qual a recristalização não pode ser induzida. Normalmente, esse nível se encontra entre 2 e 20% de trabalho a frio.

A recristalização ocorre mais rapidamente em metais puros do que em ligas. Assim, a formação de ligas aumenta a temperatura de recristalização, algumas vezes de maneira bastante substancial. No caso de metais puros, a temperatura de recristalização é normalmente $0,3 T_f$, onde T_f é a temperatura absoluta de fusão. No caso de algumas ligas comerciais, ela pode ser tão elevada quanto $0,7 T_f$.

As operações de deformação plástica são com frequência realizadas a temperaturas acima da temperatura de recristalização em um processo descrito como trabalho a quente. Nesse processo o material permanece relativamente dúctil durante a deformação, pois ele não sofre encruamento e, portanto, são possíveis grandes deformações (CALLISTER, 2002).

Em 1952, foi sintetizado por Burke e Turnbull o conhecimento disponível sobre a recristalização na forma de 7 “leis” que são abaixo transcritas (STAGETTI, 2008):

1. Para que a recristalização ocorra é necessária uma deformação mínima;
2. Quanto menor o grau de deformação, mais alta é a temperatura para o início de recristalização;
3. Quanto mais longo o tempo de recozimento, menor é a temperatura necessária para a ocorrência da recristalização;

4. O tamanho de grão final depende fortemente do grau de deformação e fracamente da temperatura. Quanto maior o grau de deformação e/ou menor a temperatura, menor será o tamanho de grão final;
5. Quanto maior o tamanho de grão original, maior é o grau de deformação necessário para que a recristalização se complete no mesmo tempo e temperatura de recozimento;
6. O grau de redução necessário para se obter um mesmo endurecimento por deformação (encruamento) aumenta com o aumento da temperatura de deformação. Para um dado grau de redução, quanto maior a temperatura de deformação, maior é a temperatura de recristalização e maior é o tamanho de grão final;
7. O aquecimento contínuo após o término da recristalização causa crescimento de grão.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAL DE PARTIDA

O material estudado foi gentilmente cedido pela Mahle Grupo Brasil e são peças sinterizadas produzidas a partir da mistura de pós de ferro atomizados em água com adição de lubrificantes (estearato de zinco), cuja composição química nominal (em peso) está indicada na tabela abaixo:

Tabela 1 – Composição química dos pós do material sinterizado (% em peso).

	Fe (mín)	C	O	S	Mn
50% atomet 28 ®	99,4	0,05	0,17	0,005	0,008
50% atomet 1001 ®	99,4	0,003	0,08	0,007	0,20

Os sinterizados têm densidade de aproximadamente 6,5 g/cm³ (aproximadamente 82,6% da densidade do ferro maciço), segundo a empresa fornecedora, e a escolha desse material deveu-se a sua ampla utilização em componentes automotivos sujeitos a condições de atrito elevado.

4.2 PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA MICROSCOPIA ÓPTICA E MICRODUREZA

Amostras do material como recebido e do material submetido às diversas etapas de 'shot peening' e nitretação foram cortadas, embutidas em baquelite, lixadas em lixas d'água de carbeto de silício nas granas 240, 320,

400 e 600. A seguir foram polidas em pasta de diamante de 6, 3 e 1 μm . O ataque químico utilizado para a revelação da microestrutura foi Nital a 2%.

A preparação de amostras, as observações em microscópio óptico e as medidas de microdureza foram realizadas no Laboratório de Metalurgia da Escola de Engenharia da Universidade Presbiteriana Mackenzie.

4.3 MICROSCOPIA ÓPTICA

As amostras preparadas conforme descrito no item 4.2 foram observadas em microscópio óptico olympus BX60 e as fotomicrografias foram registradas através do software Image Pro-express Version 5.1.

4.4 MEDIDAS DE MICRODUREZA

As medidas de microdureza foram realizadas em um durômetro micro vickers HXD 1000TM Pantec Panambra. Os dados apresentados na Tabela 3 são médias de cinco endentações realizadas em cada amostra.

4.5 SHOT PEENING

O shot peening das amostras foi realizado em equipamento específico da empresa RNA- Rassini- NHK nas condições abaixo descritas:

- Amperagem: 30 – 40 A
- Tensão de compressão na superfície: 350 – 500 MPa (em aço AISI 5160 temperado e revenido: 43 – 48 HRC).

- Granalha: Aço SAE 1080 – 250 kgf/mm² – 640 HV - cut wire ø 0,8 mm x 0,8 mm
- Granulometria: ø 0,8 mm 20% - ø 0,6 mm 70% - ø 0,4 mm 10%

A parte experimental foi dividida em 2 fases como descritas a seguir.

4.6 FASE 1

Para a fase 1 de testes foram escolhidas peças com geometria simples no formato de barra com comprimento de 85 mm, espessura de 12 mm e largura de 15 mm, apresentada na figura a seguir.

Figura 19: Peças cedidas pela Mahle para realização da primeira fase de experimentos.

Primeiramente essas peças foram divididas em 3 grupos como consta a seguir:

- Grupo 1: Peças em seu “estado de recebimento”, aqui também denominadas “sem jateamento”;

- Grupo 2: Peças jateadas em 2 lados opostos. Essas peças foram jateadas nas faces com área 12 mm X 8 5mm. O dispositivo que foi desenvolvido para fixar as peças no equipamento de shot peening tem o objetivo de jatear não só essa área principal exposta ao jateamento, mas também jatear no mínimo metade da altura das laterais da peça. Assim, ao virar a peça no equipamento para jatear o lado oposto à primeira face jateada, provavelmente ter-se-ia um jateamento completo da peça ao final desses dois passes;
- Grupo 3: Peças jateadas nos 4 lados de maior área.

Esses três grupos de amostras foram analisados sem nitretação e após nitretação a 570° e 520°C. Os testes de nitretação foram realizados na empresa Bodycote Brasimet conforme os ciclos descritos abaixo:

Figura 20: Ciclo de nitretação a 570°C da Fase 1 de testes.

Figura 21: Ciclo de nitretação a 520°C da Fase 1 de testes.

Tabela 2: Ciclo de nitretação a 570°C e 520°C utilizados na fase 1 de testes.

Figura 20	Descrição	Tempo (h)
AB	Aquecimento em N ₂	1
BC	1ª fase Vazão de CO ₂ = 0,3 m ³ /h Vazão de N ₂ = 4,5 m ³ /h Vazão de NH ₃ = 4,5 m ³ /h	4
CD	2ª fase Vazão de CO ₂ = 0,6 m ³ /h Vazão de N ₂ = 4,5 m ³ /h Vazão de NH ₃ = 4,5 m ³ /h	2
DE	Resfriamento em N ₂	1

4.7 FASE 2

Na figura 22 está apresentado o componente que foi utilizado na fase 2 de testes.

Figura 22: Componente cedido pela Mahle para realização da segunda fase de experimentos.

Amostras retiradas do componente acima foram nitretadas a gás a 400°C. Foram realizados testes de nitretação por 10 horas e 20 horas, aqui denominados 1º e 2º processo de nitretação, respectivamente. Foram utilizadas duas amostras em cada processo de nitretação (10 e 20 horas).

As nitretações da fase 2 de testes foram realizadas na empresa Combustol & Metalpó e os gases utilizados nos processos foram NH_3 e N_2 , porém, suas quantidades não foram fornecidas devido à alegação de sigilo de patente.

Em cada processo foram nitretadas duas amostras, sendo que uma amostra em cada processo de nitretação foi submetida ao processo de ‘shot peening’ antes de ser nitretada e a outra não.

1º processo de nitretação (10 horas):

Amostra A: material sinterizado e nitretado;

Amostra B: material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado.

2º processo de nitretação (20 horas):

Amostra C: material sinterizado e nitretado;

Amostra D: material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado.

Para as análises metalográficas, as amostras do 2º processo foram envoltas em papel alumínio para evitar o destacamento da camada branca durante o lixamento das peças.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Um dos primeiros testes realizados nas amostras sinterizadas utilizadas nesse trabalho foi o jateamento com granelhas de aço e, como mostra a figura a seguir, é notória a deformação plástica na superfície das peças. Para o jateamento das amostras, as mesmas eram posicionadas em suporte adaptado no equipamento de ‘shot peening’, onde as peças se encaixavam com uma pequena folga. Após o jateamento, a deformação gerada no processo causava uma pressão da lateral da peça no suporte e muitas vezes foi necessário o uso de uma alavanca para remover a amostra do suporte.

Figura 23: Superfície da amostra antes (esquerda) e depois (direita) do jateamento.

5.1 FASE 1 – ESTADO DE RECEBIMENTO

Na figura 24 tem-se o material de estudo em seu estado de recebimento, onde nota-se que há uma maior fração volumétrica de poros próximos à superfície do material em uma região com aproximadamente 150 μm de profundidade. Esse fato ocorre devido ao atrito do pó com a superfície do molde durante a compactação, que dificulta essa etapa e, portanto, o volume de pó que estiver mais distante das paredes do molde durante a compactação tende a se tornar um volume mais denso na peça sinterizada.

Figura 24: Seção transversal próxima à superfície da amostra no estado de recebimento.

Na figura 25 vê-se que o núcleo da peça sinterizada tem uma distribuição mais uniforme e uma menor fração volumétrica de poros, o que

indica uma maior densidade da peça nessa região em relação à superfície do material.

Figura 25: Núcleo da amostra no estado de recebimento.

5.2 FASE 1 – SHOT PEENING

Na figura 26 é possível observar a região afetada pelo jateamento com esferas de aço. Pelos grãos deformados pode-se determinar a profundidade de ação do jateamento em torno de 50 μm e, comparando-se com a figura 24, verifica-se também o fechamento dos poros superficiais.

Figura 26: Seção transversal próxima à superfície da amostra com as 4 faces jateadas e não nitretada.

5.3 FASE 1 – NITRETAÇÃO A 570°C

A figura 27 apresenta a seção transversal próxima à superfície da amostra que não foi submetida ao jateamento com granalhas de aço antes da nitretação a 570°C. Nessa imagem é possível verificar a formação de camada branca ou camada de nitretos com aproximadamente 25 μm de espessura na superfície da amostra, porém, a formação dessa camada branca não ocorreu somente na superfície externa da peça, mas também ao redor dos poros internos da amostra e nos contornos de partícula. Esse fato indica que poros abertos e intercomunicados permitiram o acesso do meio nitretante em quantidade abundante para o interior da amostra, propiciando assim a formação e crescimento de camada branca ao redor dos poros no interior do material.

Figura 27: Seção transversal próxima à superfície da amostra não jateada e nitretada a 570°C.

A figura 28 mostra o núcleo da amostra que não foi jateada com granalhas de aço antes da nitretação a 570°C. Nessa imagem é possível verificar a formação de camada branca mesmo ao redor dos poros do núcleo da peça, que estão a uma distância de 6 mm da superfície externa mais próxima do material. Esse fato indica que o meio nitretante permeou completamente a peça através dos poros interconectados em quantidade suficiente para a formação de camada branca, similar ao fato ocorrido na superfície da peça. Além disso, assim como visto na figura 27, é possível observar camada de nitretos também nos contornos de partícula.

A formação de camada branca ao redor dos poros e nos contornos de partícula em praticamente todo o volume da amostra causa a fragilização

da peça e inviabiliza seu uso na quase totalidade das aplicações industriais e comerciais, como por exemplo, no uso como componente automotivo.

Figura 28: Núcleo da amostra não jateada e nitretada a 570°C.

Na figura a seguir tem-se a amostra que foi jateada diretamente em duas superfícies opostas antes da nitretação a 570°C. Jateada diretamente significa que o jato de granalhas de aço está diretamente apontado para a face que se deseja jatear. Entretanto, por meio empírico sabe-se que as superfícies laterais da amostra também são jateadas de uma maneira que se denomina indireta e, portanto, dessa maneira todas as faces da amostra são jateadas com o menor número de passes de jateamento possível, questão essa de relevante importância no que diz respeito à produção em série.

A face ilustrada na figura 29 foi jateada de maneira indireta e apresentou a formação de uma camada branca não uniforme com espessura

que varia de 2 a 25 μm , além de finas agulhas de nitretos em toda a seção transversal sob a camada de nitretos.

A deformação plástica promovida pelo ‘shot peening’ cria defeitos na superfície do material e aumenta a sua energia interna. A diferença de energia entre o material deformado e esse mesmo material sem deformação é a força motriz para a recrystalização (CALLISTER, 2002). É possível que a superfície jateada indiretamente tenha sofrido uma deformação heterogênea e, portanto, áreas que foram melhor jateadas armazenaram mais energia e recrystalizaram completamente durante a nitretação. Essas áreas recrystalizadas apresentam baixa densidade de defeitos, fator que dificulta a difusão do nitrogênio através da peça e favorece a formação da camada branca na superfície da amostra. Nas áreas que sofreram menor deformação plástica e armazenaram menos energia, houve a recuperação do material e não recrystalização. O material recuperado apresenta uma densidade relativamente alta de defeitos que facilitam a difusão do nitrogênio para o interior da peça e desfavorece a formação de camada branca na superfície do material (VATAVUK, 2009). Isso explicaria o fato da figura 29 apresentar camada branca mais espessa nas regiões mais “afundadas” ou mais deformadas da superfície da amostra. A recrystalização, que elimina defeitos, também cria contornos de grãos que favorecem a difusão do nitrogênio. Porém, percebeu-se nas amostras nitretadas uma tendência de formação de camada de nitretos nos contornos de grão.

Para o ferro comercialmente puro, a temperatura de recrystalização é de aproximadamente 450° (CALLISTER, 2002).

Figura 29: Seção transversal próxima à superfície da amostra com 2 faces jateadas e nitretada a 570°C.

Sob a camada branca da figura 29 até o núcleo da peça apresentado na figura 30 é possível observar agulhas de nitretos. Por difusão a partir da superfície, seria pouco provável que o nitrogênio atingisse essa profundidade de 6 mm. A própria empresa que nitretou as amostras confirmou o fato de jamais ter conseguido uma profundidade de nitretação de 6 mm no processo utilizado nessas amostras. Portanto, possivelmente os poros não foram completamente fechados pelo processo ‘shot peening’ e permitiram a entrada do meio nitretante para o interior da peça, porém, com um potencial nitretante ou disponibilidade de gás nitretante menor do que na amostra não jateada antes da nitretação. Partindo desse princípio, podemos chegar a pelo menos duas hipóteses plausíveis:

1. O meio nitretante permeia o núcleo da peça com baixo potencial e promove a formação das agulhas de nitretos;

2. O meio nitretante atinge o núcleo da peça e forma uma pequena camada branca ao redor dos poros internos do material durante o estágio inicial da nitretação, contudo, a camada branca externa à amostra fecha definitivamente os poros superficiais deformados impedindo que o meio nitretante continue invadindo o interior da peça. Durante o restante do processo de nitretação a camada branca formada na superfície dos poros internos do material é dissolvida, disponibilizando nitrogênio para a formação das agulhas de nitretos no interior da amostra.

Ao contrário da amostra que não foi jateada antes da nitretação e apresentou camada branca no interior da peça inteira, as agulhas de nitretos encontrados no interior da amostra jateada não inviabilizam o uso desse material. É possível também submeter a amostra da figura abaixo a um tratamento térmico para solubilizar essas agulhas de nitretos (JUNYOU, 2008) e, com isso, diminuir a fragilidade do componente.

Figura 30: Núcleo da amostra com 2 faces jateadas e nitretada a 570°C.

Na figura 31 tem-se a amostra do material jateado nos quatro lados de maior área da peça e submetido à nitretação por 8 horas a 570°C. Com essa configuração de jateamento a amostra apresentou uma camada branca mais espessa e uniforme do que a amostra jateada em dois lados opostos, variando sua espessura entre 20 e 50 μm. Esse fato está de acordo com o que foi proposto para a peça da figura 29. A maior deformação plástica contribui para a recristalização, eliminando defeitos que são facilitadores na difusão do nitrogênio para o interior da peça. Com um menor escape de nitrogênio para o interior da peça, a camada branca é favorecida e se apresenta mais espessa, como mostra a figura abaixo. Essa teoria está de acordo com os seguintes fatos apresentados nos resultados dos testes de nitretação a 570°C nas peças jateadas indiretamente, diretamente e não jateada:

1. A face da amostra jateada indiretamente (figura 29) apresenta a menor espessura de camada branca devido aos defeitos causados pelo jateamento que são pouco eliminados na recuperação durante a nitretação;
2. A amostra jateada diretamente (figura 31) possui a maior espessura de camada branca devido ao fato da maior deformação plástica superficial promovida pelo jateamento direto ter agido como força motriz para a recristalização e conseqüente eliminação de grande parte dos defeitos do volume deformado pelo ‘shot peening’.
3. A face da amostra não jateada (figura 27) apresenta uma camada branca de espessura intermediária entre a espessura da camada branca da amostra jateada diretamente e a jateada indiretamente pelo fato desta, excluindo-se os defeitos de equilíbrio, conter apenas os defeitos gerados no processo de metalurgia do pó que, possivelmente, durante a nitretação se configurem como menores do que a amostra jateada indiretamente e maiores do que a jateada diretamente.

Portanto, a quantidade de defeitos próximos à superfície do material tem ação direta na espessura de camada branca obtida na nitretação (VATAVUK, 2009).

Observa-se que em amostras fundidas nitretadas, o processo de formação de camada branca segue uma lei linear. Na medida em que o processo continua, o crescimento da camada de nitretos passa a seguir uma lei parabólica de velocidades. Entretanto, o mesmo material submetido previamente ao processo ‘shot peening’ não apresenta cinética linear e a

velocidade de nitretação segue uma lei parabólica desde o início do processo, o que limita a velocidade de difusão do nitrogênio (GU, 2001).

Figura 31: Seção transversal próxima à superfície da amostra com 4 faces jateadas e nitretada a 570°C.

Na figura 32 é possível observar que mesmo a amostra que teve os quatros lados jateados com granalhas de aço apresenta agulhas de nitreto no núcleo da peça. Percebe-se que mesmo nessa configuração de jateamento o meio nitretante teve acesso ao núcleo da amostra.

O fato do núcleo da amostra jateada em quatro faces (figura 32) apresentar uma menor fração volumétrica de agulhas de nitretos no interior do componente em relação à amostra jateada em duas faces, foi devido à maior espessura de camada branca da amostra com as 4 faces jateadas. O crescimento mais rápido da camada de nitretos fechou os poros intercomunicados antecipadamente ao ocorrido na amostra jateada

diretamente em duas faces, disponibilizando assim, menor quantidade de meio nitretante para a formação de agulhas de nitretos no núcleo da amostra jateada nas quatro faces. Mesmo para os nitretos formados apenas por difusão a partir da superfície da amostra, a camada branca mais espessa dificulta esse processo. Como a difusão do nitrogênio é mais lenta na camada de nitretos do que no material base da amostra (FERKEL, 2002), a maior espessura de camada branca diminui a entrada de nitrogênio para o interior do componente e, conseqüentemente, formam-se menos agulhas de nitretos.

Figura 32: Núcleo da amostra com 4 faces jateadas e nitretada a 570°C.

5.4 FASE 1 – NITRETAÇÃO A 520°C

Na figura 33 observa-se a seção transversal próxima à superfície da amostra não jateada e nitretada a 520°C. Similar ao ocorrido na amostra

não jateada e nitretada a 570°C, o meio nitretante penetrou pelos poros interconectados promovendo a formação de camada branca ao redor dos poros no interior da peça. Observa-se também a formação de camada de nitretos nos contornos de partícula e, inclusive, observam-se poros intercomunicados nitretados formando “caminhos” em direção ao núcleo do componente. A camada branca superficial se formou nessa amostra com espessura aproximadamente três vezes menor do que a camada da amostra nitretada a 570°C devido à menor temperatura de nitretação.

Figura 33: Seção transversal próxima à superfície da amostra não jateada e nitretada a 520°C.

Na figura 34 vê-se que o meio nitretante teve acesso ao núcleo da peça com potencial suficiente para formação de camada branca ao redor dos poros e nos contornos de partícula do interior da amostra.

Figura 34: Núcleo da amostra não jateada e nitretada a 520°C.

A figura 35 apresenta a amostra que foi jateada diretamente em duas superfícies opostas e nitretada a 520°C. A fotomicrografia mostra a seção transversal próxima à superfície jateada indiretamente e pelos mesmos fatores da amostra da figura 29, a camada branca apresenta variação de espessura em áreas de maior e menor deformação, tendo uma espessura máxima de camada de aproximadamente 12 μm . Essa espessura máxima de camada é aproximadamente metade da espessura máxima da camada da amostra jateada em dois lados opostos e nitretada a 570°C e, para essa diferença de espessura é apontado quase que exclusivamente o fator da diferença de temperatura de nitreção. Agulhas de nitretos também são observadas nessa amostra.

Figura 35: Seção transversal próxima à superfície da amostra com 2 faces jateadas e nitretada a 520°C.

A figura 36 apresenta o núcleo da amostra que foi jateada diretamente em duas superfícies opostas e nitretada a 520°C. Levando-se em consideração os resultados da amostra jateada nas mesmas condições e nitretada a 570°C, esperava-se que a diminuição da temperatura de nitretação evitasse ou diminuísse consideravelmente a formação de agulhas de nitretos no interior da peça, mesmo sem alterar outras variáveis que pudessem evitar ou dificultar o acesso do meio nitretante ao interior da amostra. A figura a seguir mostra uma menor fração volumétrica de agulhas de nitretos em relação à amostra jateada nas mesmas condições e nitretada a 570°C. Mesmo havendo uma condição mais favorável no que diz respeito à fragilização do componente, a condição ideal seria a não formação de agulhas de nitretos no interior da peça sob a zona de difusão.

Figura 36: Núcleo da amostra com 2 faces jateadas e nitretada a 520°C.

Na amostra da figura 37 tem-se um caso similar ao ocorrido nas amostras nitretadas a 570°C e o componente que teve quatro faces submetidas ao jateamento apresentou uma camada branca mais uniforme com espessura máxima de aproximadamente 14 μm . Nas faces que sofreram jateamento de forma direta, é pouco evidente a variação de espessura de camada.

Figura 37: Seção transversal próxima à superfície da amostra com 4 faces jateadas e nitretada a 520°C.

Na figura 38 é possível verificar que mesmo com o jateamento com granalhas de aço das quatro faces de maior área do componente e uma menor temperatura de nitretação, não foi possível evitar a formação de agulhas de nitretos no interior da amostra. Aparentemente, jatear duas ou quatro faces do componente tem pouca influência no que diz respeito ao acesso do meio nitretante ao interior da peça, entretanto, tem influência significativa na homogeneidade da espessura da camada branca formada na superfície da peça. Portanto, para componentes que terão apenas duas faces opostas submetidas a desgaste, pode-se conseguir uma economia de tempo e recursos com o jateamento apenas das faces de trabalho.

Em desacordo com o ocorrido nas amostras jateadas em duas faces opostas, nas amostras com quatro lados jateados houve pouca diferença

na fração volumétrica de agulhas de nitretos no núcleo das peças nitretadas a 520 e 570°C.

Figura 38: Núcleo da amostra com 4 faces jateadas e nitretada a 520°C.

5.5 EFEITO DOS PROCESSOS NA DUREZA DAS PEÇAS

A Tabela 3 apresenta os valores de dureza a 50 μm de profundidade sob a camada branca e no núcleo das amostras utilizadas na fase 1 de testes.

Pelos dados da tabela verifica-se que o jateamento com granalhas de aço tem um efeito considerável no endurecimento superficial do ferro sinterizado e que a nitretação após o jateamento acarreta um acréscimo de dureza pequeno sob a camada branca da amostra. Nas amostras jateadas, a uma profundidade de 50 μm sob a camada de nitretos, o acréscimo de dureza

promovido pela nitretação nas amostras foi em média de 21 HV, enquanto que o acréscimo de dureza medido no núcleo dessas amostras foi em média de 61 HV. Considerando-se que houve recristalização ou no mínimo recuperação da superfície jateada durante a nitretação das amostras, o acréscimo de dureza promovido pela nitretação a 50 μm de profundidade sob a superfície deve ser um valor maior que 21 HV.

Excluindo-se a amostra em seu estado de recebimento, a Tabela 3 mostra também uma diferença de dureza entre o núcleo da amostra e a uma profundidade de 50 μm sob a camada branca.

Nas amostras apenas jateadas, a diferença de dureza deve-se aos defeitos criados durante o jateamento da superfície.

Nas amostras jateadas e nitretadas, tanto no núcleo da amostra como na profundidade mencionada encontra-se uma estrutura parecida, composta por agulhas de nitretos dispersos em uma matriz ferrosa. A diferença de dureza deve-se ao fato já mencionado da recuperação e/ou recristalização ocorrida na nitretação e promovida pelo jateamento. As áreas onde ocorreu recuperação mantiveram uma grande quantidade de defeitos, que explica a maior dureza próxima a superfície e, onde houve recristalização, mesmo com a eliminação de defeitos, o maior valor de dureza encontrado próximo a superfície é explicado pelo refino de grão promovido pela recristalização. Além disso, uma maior quantidade de nitrogênio dissolvido no volume da peça próximo a superfície ocasiona também um acréscimo de dureza.

Nas amostras não jateadas antes da nitretação a diferença de dureza deve-se ao fato da dificuldade de se manter uma distinção entre matriz

e camada branca na endentação. Como o meio nitretante promoveu a formação de camada branca em praticamente todo o volume da peça, a endentação era feita ora em matriz ora em camada branca.

Tabela 3 – Dureza das peças da primeira fase de testes.

Estado da amostra	Nitretação	50µm de profundidade	Núcleo
Estado de Recebimento	Não	60HRF	60HRF
Jateada 2 lados opostos	Não	218HV	80HV
Jateada 4 lados	Não	220HV	80HV
Sem Jateamento	520°C	202HV	172HV
Jateada 2 lados opostos	520°C	255HV	148HV
Jateada 4 lados	520°C	240HV	147HV
Sem Jateamento	570°C	445HV	352HV
Jateada 2 lados	570°C	243HV	136HV
Jateada 4 lados	570°C	220HV	134HV

5.6 FASE 2 - 1º PROCESSO DE NITRETAÇÃO: 10 HORAS A 400°C

Na fase 2 de testes, a temperatura de nitretação foi diminuída para 400°C a fim de se conseguir um potencial nitretante baixo o suficiente no interior da amostra a ponto de que não houvesse formação de agulhas de nitretos no núcleo do componente.

A figura 39 apresenta a seção transversal próxima à superfície do material sinterizado (amostra A) que não foi submetido ao processo de ‘shot peening’ antes da nitretação. São evidentes os poros, característicos do material produzido por metalurgia do pó, e se observa a presença de uma

camada branca fina e descontínua na superfície da amostra. O fato de não haver camada branca em toda a superfície da peça pode ter sido ocasionado por destacamento da camada branca durante o polimento da amostra, assim como pode ser também um efeito característico do processo nesse componente. O processo de nitretação é fortemente influenciado pela temperatura e menos influenciado pelo tempo, por esse motivo, mesmo com 10 horas de nitretação, o potencial nitretante a 400°C pode não ter sido suficiente para a formação da camada branca espessa na superfície dessa amostra.

É possível verificar também uma camada branca ao redor dos poros muitas vezes mais espessa do que a camada branca superficial.

Além de nitretos finos dispersos na matriz ferrítica, nitretos grosseiros também aparecem por toda a área da amostra próximo à superfície.

Figura 39: Seção transversal próxima à superfície do material sinterizado, não jateado com granalha de aço e nitretado pelo 1º processo de nitretação.

A figura 40 apresenta o núcleo do componente da figura 39. Como era de se esperar em uma amostra de ferro sinterizado não jateado com granalhas de aço, o meio nitretante teve acesso ao interior do componente promovendo a formação de camada branca ao redor dos poros do núcleo da amostra.

Figura 40: Núcleo do material sinterizado, não jateado com granalha de aço e nitretado pelo 1º processo de nitretação.

Na figura 41 é possível observar que o componente submetido ao processo ‘shot peening’ foi favorecido no que diz respeito à formação de camada branca durante a nitretação. Enquanto a amostra da figura 39, que não foi submetida ao processo ‘shot peening’, teve a formação de uma camada branca fina e descontínua, a amostra da figura 41 apresenta camada branca com uma espessura média de 9 μm. Nessa amostra não se verificam nitretos grosseiros, apenas algumas agulhas finas de nitreto.

A microestrutura da figura 41, onde se tem a presença de camada branca na superfície, seguida por uma zona de difusão com agulhas finas de nitretos, é a configuração geralmente idealizada para componentes da indústria automotiva.

Poros abertos diretamente para a superfície do material, como eram evidentes no componente da figura 39, não são evidenciados na amostra da figura 41.

Figura 41: Seção transversal da amostra de material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado pelo 1º processo de nitretação (superfície).

Na figura 42 tem-se o núcleo do componente mostrado na figura 41 e é possível notar a formação de camada branca ao redor dos poros. Devido ao fato do componente utilizado nessa fase de testes possuir uma geometria relativamente complexa se comparada ao componente utilizado na primeira fase de testes, não houve maneira de criar uma sistemática de jateamento que

pudesse ser reproduzida de modo a garantir um jateamento equivalente em todas as peças da segunda fase de testes e, por esse motivo, o jateamento nessas amostras foi realizado em diversos passes com a peça posicionada em varias posições em relação ao jato de granalhas aço, na tentativa de garantir deformação por jateamento em toda a superfície da peça. Aparentemente, algumas áreas da superfície da peça não foram jateada ou foram jateadas de modo não eficiente para garantir o fechamento dos poros interconectados. Por meio dessa área não deformada, acredita-se que o meio nitretante penetrou no núcleo da peça ocasionando a formação de camada branca ao redor dos poros e nos contornos de partícula do núcleo do componente. Reforça essa hipótese o fato da superfície do componente não ter apresentado camada branca ao redor dos poros ou nos contornos de grão. É possível que essa área superficial, apresentada figura 41, tenha tido os poros interconectados fechados pelo processo ‘shot peening’, permitindo o acesso do nitrogênio apenas por difusão. No interior do componente apresentado na figura a seguir, o meio nitretante teve acesso por alguma área não jateada da amostra, o que proporcionou a formação de camada branca ao redor dos poros.

Figura 42: Amostra de material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado pelo 1º processo de nitretação (núcleo).

5.7 FASE 2 - 2º PROCESSO DE NITRETAÇÃO: 20 HORAS A 400°C

Devido às dificuldades encontradas nas amostras nitretadas por 10 horas, as amostras dessa fase de testes, nitretadas por 20 horas, foram envoltas em papel alumínio para garantir que não houvesse destacamento da camada branca durante o lixamento e polimento.

Na figura 43 é possível observar que houve formação de uma pequena camada branca com aproximadamente 9 μm de espessura na amostra que não foi submetida ao processo 'shot peening' antes da nitretação. Além disso, verifica-se a presença de camada branca ao redor dos poros e nos contornos de partícula. É possível que a camada de nitretos tenha preenchido os poros superficiais e propiciado a formação de uma camada branca espessa devido ao maior tempo de nitretação.

Figura 43: Seção transversal próxima à superfície de material sinterizado, não jateado com granalha de aço e nitretado pelo 2º processo de nitretação.

Na amostra da figura 44 é possível verificar a presença de camada branca ao redor dos poros e nos contornos de partícula no núcleo do componente, fato que novamente confirma que o meio nitretante teve acesso ao núcleo da amostra.

Figura 44: Núcleo do material sinterizado, não jateado com granalha de aço e nitretado pelo 2º processo de nitretação.

Na figura 45 observa-se que a amostra jateada antes da nitretação apresentou uma camada branca com aproximadamente 3 μm de espessura. Essa camada mais fina do que a amostra não jateada e nitretada por 20 horas vem de encontro com o ocorrido nos outros testes, porém, de acordo com o esperado, não se verifica formação de camada branca ao redor dos poros ou mesmo em contornos de partícula.

Figura 45: Seção transversal próxima à superfície do material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado pelo 2º processo de nitretação.

É possível observar na figura 46 que o núcleo do componente submetido ao jateamento por granalhas de aço antes da nitretação apresenta agulhas finas de nitretos. A presença dessas agulhas finas indica que o jateamento não impediu a entrada do meio nitretante, porém, diminuiu o potencial nitretante do meio e inibiu a formação de camada branca ao redor dos poros do interior do componente. É possível que o fechamento dos poros e o acesso do meio nitretante ao núcleo do componente da figura 46 tenham ocorrido de forma similar às amostras jateadas e nitretadas a 520 e 570°C. A menor fração volumétrica de agulhas de nitretos apresentadas no componente da figura 46 deve-se, portanto, ao fato da menor temperatura de nitretação utilizada nessas amostras. A 400°C a solubilidade do nitrogênio na matriz ferrítica é menor do que a 520 e 570°C, desse modo, há uma menor quantidade

de nitrogênio disponível na matriz para a formação das agulhas de nitretos durante o resfriamento da amostra.

Figura 46: Núcleo do material sinterizado, jateado com granalha de aço e nitretado pelo 2º processo de nitretação.

5.8 COMENTÁRIOS GERAIS

O fechamento completo dos poros por meio do jateamento com granalhas de aço de modo que o meio nitretante não tenha acesso ao interior das peças durante a nitretação é a condição considerada ideal para esses componentes.

O que se conseguiu nas experiências aqui apresentadas foi uma diminuição considerável do potencial nitretante do gás que teve acesso ao interior da peça e, com isso, foi possível evitar a formação de camada branca ao redor dos poros do interior da amostra. Mesmo essa não sendo a condição

considerada ideal, já que houve a formação de agulhas de nitretos em todo o volume da amostra, foi possível demonstrar que o processo ‘shot peening’ pode viabilizar a nitretação a gás de peças produzidas por metalurgia do pó, sendo necessário encontrar condições ideais de ‘shot peening’.

No caso das amostras jateadas e nitretadas apresentadas aqui, é possível que um tratamento térmico com a finalidade de solubilizar as agulhas de nitretos melhore a microestrutura, melhorando assim as propriedades mecânicas. Entretanto, ressalta-se que os jateamentos realizados nesse trabalho foram feitos sempre por meio de adaptações no equipamento de ‘shot peening’, já que este equipamento não foi projetado com a finalidade de jatear peças nas geometrias aqui apresentadas. É provável que em um equipamento de ‘shot peening’ projetado especificamente para uma determinada geometria, onde se adéqüe perfeitamente parâmetros como o tamanho das granalhas de aço, velocidade das esferas, ângulo de jateamento, posicionamento do componente em cada passe de jateamento, entre outros aspectos, seja possível um fechamento completo dos poros e, conseqüentemente, se impeça por completo o acesso do meio nitretante para o interior da peça.

Para esse trabalho, o custo de construção ou adaptação de um equipamento de ‘shot peening’ especificamente para as geometrias aqui apresentadas não se justifica. Porém, para uma empresa que pretende produzir em larga escala peças sinterizadas nitretadas, o investimento em um equipamento de ‘shot peening’ especializado nos produtos dessa empresa pode ser uma opção relevante.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- 1) Tratamento térmico das amostras nitretadas, previamente submetidas ao processo ‘shot peening’, para verificar se é possível solubilizar as agulhas de nitretos;
- 2) Ensaios de ruptura transversal para verificar o grau de comprometimento das propriedades mecânicas;
- 3) Alterar variáveis do processo ‘shot peening’;
- 4) Utilizar menores temperaturas de nitretação com amônia plenamente dissociada.

7. CONCLUSÕES

1) Durante a nitretação de materiais produzidos por metalurgia do pó, a porosidade interconectada, característica dos materiais produzidos por esse processo, permite a penetração do meio nitretante no interior da peça, formando nitretos numa grande profundidade da amostra ou em toda a amostra.

2) O aumento do tempo de nitretação proporciona um aumento da espessura da camada branca.

3) A aplicação do processo ‘shot peening’ em peças sinterizadas dificulta o acesso do meio nitretante na nitretação a gás desses materiais e favorece a formação de camada branca na superfície.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALLISON, J.E., “The Measurement of Crack Closure During Fatigue Crack Growth”, Fracture Mechanics – *Eighteenth Symposium*, ASTM-STP 945, ASTM, pp. 913-933, 1988.
- ASM Committee on Physical Fundamentals of Consolidation . Jul. 1984
- BELL T, BIRCH B.J, KOROTCHENKO V, EVANS S.P, Heat Treatment. Book nº 163, The Metals Society, London, 1975.
- BELL T. Ferritic nitrocarburizing. *Source Book on Nitriding*, ASM Engineering Bookshelf, 1 st. printing, p. 266-278, August, 1977.
- BENEDETTI, M.; FONTANARI, V.; OSTER, P.; TOBIE, T. *Influence of residual stresses and fatigue behavior of surface treated gears*; XXX Congresso Nazionale AIAS – Alghero (SS), Anais..., p. 263-272, 12 a 15 de Setembro, 2001.
- BERBERICH, F.; MATZ, W.; KREISSIG, U.; RICHTER, E.; SCHELL, N.; MÖLLER, W. Structural Characterization of Hardening of Ti-Al-V Alloys after nitriding by Plasma Immersion Ion Implantation; *Applied Surface Science* 179. 2001. 13-19.
- BRADASCHIA, Clóvis. *Metalurgia do pó Estado da Arte no Brasil*. São Paulo: ABM, 1987.
- BRANCO, C. *Mecânica dos Materiais*. 3ª Edição. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1998.
- BWNow. Disponível em: <www.bwnow.com/efton-ion/door>. Acesso em 19 abr. 2006.
- CALLISTER, W. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 5ª Edição, LTC, Rio de Janeiro - Brasil. p. 121-124, 2002.
- CHEN, A.S.; HARJU, E. Surface Engineering with Light Alloys – Hard Coatings, Thin Films and Plasma Nitriding. 1999.
- CHEN, K.C.; JAUNG, G.J., Thin Solids Films 303. 1997. 226-231.
- CHIAVERINI, V. *Metalurgia do pó: Técnica e Produtos*. 4ª Edição. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001.
- CLAYTON, D. B.; SACHS, K. Reduction of ‘white layer’ on the surface of nitrided components. Heat Treatment’ 76, The Metals Society, London, p. 1-6, 1976.
- COLIJN, P. F.; MITTEMEIJER, E. J.; ROZENDAAL, H. C. F. Light-Microscopical Analysis of Nitrided or Nitrocarburized Iron and Steels. *Zeitschrift für Metallkunde*, v. 74, n. 9, p. 620-627, 1983.

COLOSIO, M. *Uma abordagem da vida em fadiga em barra estabilizadora automotiva considerando defeito superficial fisicamente pequeno*. Instituto de Pesquisas Energética e Nucleares, São Paulo, 2003.

DELITIZA, A. T. Influence of shot peening on the residual stresses in spring steel plate; In INTERNATIONAL CONFERENCE PRESS – ICP, p. 237 – 240; Anais... Chicago, 1984.

DRAGAN, I et al. *Effect of Plastic deformation on nitriding*.

EDENHOFER, B. Physical and metallurgical aspects of ionitriding (part 1). *Heat Treatment of Metals*, v.1, p. 23-28, 1974.

ELBER, W., “Fatigue Crack Closure Under Cyclic Tension”, Eng. Fract. Mech., v. 2, pp. 37-45, 1970.

FARRAHI, G.H.; LEBRUN, J.L.; COUTRATIN, D. Effect of shot peening on residual stress and fatigue life of a spring steel. *Fatigue Fracture. Engineering Materials Structure*; v. 18, nº 2, p. 211-220, 1995.

FERKEL, H. GLATZER, M. ESTRIN, Y. VALIEV, R.Z. RF plasma nitriding of a severely deformed high alloyed steel. *Scripta Materialia*, 2002.

GENERAL MOTORS ENGINEERS STANDARDS. Recommended practices for shot peening processes. GM4283. p. 1-7, Maio, 1992.

GRÜN, R.; GÜNTHER, H. J. Plasma Nitriding in industry - problems, new solutions and limits. *Materials Science and Engineering*, v. A140, p. 435-441, 1991.

GU, J.F.; BEI, D.H.; PAN, J.S.; LU, J.; LU, K.; Improved nitrogen transport in surface nanocrystallized low-carbon steels during gaseous nitridation – *Materials Letters*. 2001.

HISCHHORN, J.S. Introduction to Powder Metallurgy – The Colonial Press, Inc. 1969.

JIA-CHI.; DING-QUAN, Z.; BANG-JUN, S. *The fatigue strength and fracture morphology of leaf spring steel after prestressed shot peening*. In: ICPS CETIM PERGAMON PRESS, Paris. Anais... Paris, p. 367-373, 1981.

JUNYOU, L; FENGJIU, S; HANJIANG, Y; AIDANG, S. Thermal stability of iron nitrides prepared by mixing laser and plasma beam nitriding technology. *Current Applied Physics*, 2008.

KLAR, E. FESKO, J.W. Gas And Water Atomization, in : W. Klar (Ed.), Metal Handbook, vol. 7, 9 ed., Powder Metallurgy, American Society For Metals Park, OH, USA, 1984, pp. 25-39.

KNERR, C. H.; ROSE, T. C.; FILKOWSKI, J. H. Gas nitriding. *ASM Handbook*, Heat Treating, v. 4, p. 387-409, 1991.

KOBAYASHI, M.; MATSUI, T.; MURAKAMI, Y. *Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening*. International Journal of Fatigue; v.20, n. 5, p. 351-357, 1998.

KORHONEN A.S.; HARJU, E.; Surface Engineering with Light Alloys – Hard Coatings, Thin Films and Plasma Nitriding. 1999.

LENEL, F. V. Mechanical Fundamentals of consolidation, Metal Handbook 9th edition, volume 7 Powder Metallurgy, American Society for Metals, 298-307, 1984.

LILIENTAL, W. K.; LARSON, M. *Longer life for forging dies through Nitreg potential controlled gas nitriding*. Paper, 2000. Disponível em: <www.tms.org3.net>. Acesso em 27 jul. 2001.

MAJZOBI, G.H. A three-dimensional simulation of shot peening process using multiple shot impacts. *Journal of Materials Processing Technology*, 2005.

MATSUBARA, K. *Efeito da Nitretação nas Propriedades Mecânicas dos Aços Ferramentas AISI D2 e H-13*. 1003. Monografia - Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo.

METIN, E., INAL, O. T. Formation and Growth of iron nitrides during ion-nitriding. New México: *Journal of Materials Science*. 1987.

MONGIS, J.; Peyre, J.P.; Tournier, C. Heat Treat. Met. 3 1984, 71.

O Processo de Metalurgia do pó. Disponível em <<http://www.qualisinter.com.br/Processo.htm>>. Acesso em 6 mai. 2007.

O Universo do Shot Peening. Disponível em <<http://www.febratec.com.br/not/shot1.html>>. Acesso em 22 abr. 2008.

PINEDO C. E. *Estudo morfológico e cinético da nitretação por plasma pulsado do aço inoxidável martensítico AISI 420*. 2000. Tese (Doutorado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.

Plasma nitriding in comparison with gas nitriding. Technical Report. Fluidtherm.

RANNDALL, M. German. *Powder Metallurgy Science*. 2ª Edição. New Jersey – USA: MPIF, 1997.

ROBINSON, C. G.; SMART, E. *The use of specialized shot peening techniques on tapered leaf suspension springs for road vehicles*; International Conference on Shot Peening, Chicago, USA, p.79-83, 1984.

ROLINSKI, E.; SHARP, G. When and Why Ion Nitriding/ Nitrocarburizing Makes Good Sense; Vacuum/Surface Treating. 2005.

Rossetti. *Química Professor Rossetti*. Disponível em <<http://www.rossetti.eti.br>>. Acesso em 22 abr. 2008.

Shot-Peening. Disponível em <<http://www.tecgal.com/shot.htm>>. Acesso em 22. abr. 2008.

SILVA, A. L. C. *Aços e Ligas Especiais*. São Paulo, 1988.

STAGETTI, F. Encruamento e recristalização dos aços rápidos AISI M2 e ABC III: Um estudo comparativo. 70f. Dissertação – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

STRÄMKE, S.; DRESSLER, S. Nitretação por plasma pulsado – Um tratamento de superfície sem poluição. *Anais do 1º Seminário Internacional de Engenharia de Superfície*, Universidade de Mogi das Cruzes, p. 42-50, 1995.

SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS – SAE. *Manual on shot peening: SAE HS-84*; p. 1-41; setembro, 1991.

SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS – SAE. *Cast shot and grit size specification for peening and cleaning*. SAE J444, p. 1-5, 03 May, 1993.

SURESH, S., RITCHIE, R.O., “Near-threshold Fatigue Crack Propagation: A Perspective on The Role of Crack Closure”, *Fatigue Crack Growth Threshold Concepts*, AIME, pp. 227-261, 1984.

THELNING, K. E. *Steel and Its Heat Treatment*. Ed. McGraw-Hill, 1975

VATAVUK, J. Comunicação Pessoal, 2009.

VENDRAMIM, J. C.; MORENO, D.; GUNTER, R. Tratamento termoquímico de carbonitretação por nitretação sob plasma em ferro sinterizado. *Revista Metalurgia e Materiais*. v. 53, n. 462, p. 91-94, 1997.

VENDRAMIM, J. C. Processos de Nitretação. Relatório Interno da Empresa Brasimet. 1994.

WANG, S.; LI, Y.; YAO, M.; WANG, R. *Compressive residual Stress introduced by shot peening*. *Journal of Materials Processing Technology*; v.73, p. 64-73, 1998.