

# INFLUÊNCIA DOS PROCESSOS DA NITRETAÇÃO GASOSA E POR PLASMA NA RUGOSIDADE DE AMOSTRAS DE Fe PURO SINTERIZADO

**Elidio Angioletto**  
**Ana Maria Maliska**  
**Adelci Menezes de Oliveira**  
**Henrique Cezar Pavanati**  
**Valderes Drago**

Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Engenharia Mecânica, **LABMAT**/ Laboratório de Materiais, CEP 88015-100, Florianópolis, SC – BRASIL. E.mail: [elidio@pg.materiais.ufsc.br](mailto:elidio@pg.materiais.ufsc.br)  
<http://www.materiais.ufsc.br>

## Resumo

Neste trabalho são apresentados os resultados das medidas de rugosidade em ferro puro sinterizado, tratados por nitretação gasosa e por plasma. As amostras foram analisadas utilizando um rugosímetro com apalpador mecânico e a topografia foi observada através do microscópio eletrônico de varredura (MEV). A rugosidade foi medida, antes e após a nitretação das peças, e correlacionada com o selamento dos poros superficiais. Os resultados mostram que a rugosidade existente antes do tratamento está diretamente relacionada com a faixa granulométrica do pó utilizado, crescendo com o aumento da granulometria. Como resultado da formação de nitretos na superfície do sinterizado após o tratamento de nitretação, tem-se um aumento na rugosidade média, sendo mais elevada na nitretação gasosa devido ao menor selamento dos poros.

**Palavras-chave:** Nitretação, Rugosidade, Ferro Sinterizado.

## 1. INTRODUÇÃO

Na superfície das peças obtidas através da metalurgia do pó ocorre normalmente uma grande quantidade de poros. A quantidade de poros e o tamanho dos mesmos influem diretamente sobre as propriedades do sinterizado, sendo a porosidade normalmente um fenômeno indesejado especialmente para as aplicações estruturais. Para melhorar o desempenho, tratamentos superficiais como a nitretação e a nitrocementação são normalmente utilizados em aços sinterizados para diminuir o efeito negativo dos poros, conforme mostrado em recente trabalho por Maliska *et al.*(1998). A rugosidade da peça é uma propriedade relacionada com a superfície e é dependente do processo de conformação, da granulometria do pó utilizado, das condições de sinterização e do tratamento superficial. A porosidade, (quantidade e morfologia),

existente em peças de ferro fabricadas por metalurgia do pó foram correlacionadas à granulometria por Ledoux *et al.*(1988). A rugosidade depende também do tratamento termoquímico realizado, devido as modificações nas propriedades físicas e químicas da superfície da peça. Com o tratamento superficial de nitretação ocorre uma diminuição efetiva na quantidade de poros conforme recentemente demonstrado por Oliveira, (1998). Os nitretos se formam também nas bordas dos poros e dependerá do tamanho destes para que fiquem totalmente preenchidos e se tenha o selamento total da peça sinterizada.

Neste trabalho é avaliado o efeito dos tratamentos superficiais de nitretação por plasma e gasoso sobre a rugosidade de amostras sinterizadas de Fe puro. Foram correlacionadas granulometria do pó e a rugosidade das peças.

## 2 . PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 2.1 Obtenção das Amostras

Foram produzidas amostras de ferro puro (pó de ferro 1000B da Hoeganaes + 0,6% de estearato de Zn ) por compactação uniaxial de duplo efeito, com 10 mm de diâmetro e 11 mm de altura. Com a finalidade de obter-se amostras com tamanho de poros e rugosidade superficial diferentes o pó foi separado por peneiramento em frações. Obteve-se cinco grupos de pós com distintos tamanhos de partículas, (tabela 1). Todas as amostras foram compactadas com igual pressão (600 MPa). Como consequência do uso de pós com tamanhos de partícula diferentes, obtém-se poros com tamanhos distinto e com rugosidade diferente para as diversas faixas de pó utilizadas.

**Tabela 1:** Distribuição do tamanho de partículas.

Variável	Distribuição em tamanho ( $\mu\text{m}$ )
T1	$\phi < 45$
T2	$45 \leq \phi < 75$
T3	$75 \leq \phi < 150$
T4	$\phi \geq 150$
T5	Pó não peneirado

A sinterização foi realizada em forno de laboratório cujo ciclo incluiu a retirada do lubrificante a 500 °C durante 0,5 h e a sinterização durante 1h a 1150 °C em atmosfera de hidrogênio comercial com razão de aquecimento e de resfriamento de 10°C/min. Após a sinterização foram efetuadas medidas de rugosidade.

### 2.2 Nitretação das Amostras

Antes de realizar o tratamento de nitretação as amostras foram limpas com acetona em ultra-som, durante 15 min. A nitretação por plasma foi realizada em um reator de laboratório, com câmara de aço inox ABNT 310, controle de temperatura, pressão, tensão e do fluxo da mistura conforme descrito por Maliska *et al.*(1995). Após colocar as amostras no reator removeu-

se o ar da câmara (vácuo  $\approx 10^{-2}$  Torr) e aplicou-se uma descarga de hidrogênio puro, durante 20 min, afim de remover eventuais contaminantes residuais da superfície. As amostras foram, então, nitretadas por plasma sob fluxo constante de uma mistura nitretante composta de 75%  $N_2$  e 25%  $H_2$ . O hidrogênio presente na mistura, além de eliminar a formação de arcos durante o tratamento confere características redutoras a atmosfera, conforme mostrado por Maliska *et al.*(1995). As condições de nitretação foram as seguintes: temperatura 540 °C; pressão 3,0 Torr; tempo de 2,0h; voltagem de 440-470V.

A nitretação gasosa foi realizada com equipamento descrito por Angioletto (1998). Após colocar as amostras no reator foi feita a remoção do ar por aplicação de um fluxo de  $NH_3$  por 30 minutos. A seguir as amostras foram nitretadas sob fluxo constante de  $NH_3$  e o controle do fluxo é feito por borbulhador. Os parâmetros de tempo e temperatura foram semelhantes àqueles descritos para o plasma, e a pressão de 1 atm.

### **2.3 Caracterização das amostras e análise da rugosidade e porosidade:**

A análise da rugosidade foi realizada utilizando-se um rugosímetro Perthen com apalpador mecânico. A trajetória de apalpamento (LT) foi de  $5,6 \times 10^{-3}$ m;  $4 \times 10^{-3}$ m de trajetória de medida padrão (LM) e amplitude vertical (VB) de 62,50  $\mu$ m. Foi utilizado filtro gaussiano (GS) e o limite de comprimento de onda (LC)  $8 \times 10^{-4}$ m. O número de medidas por superfície foi 128.

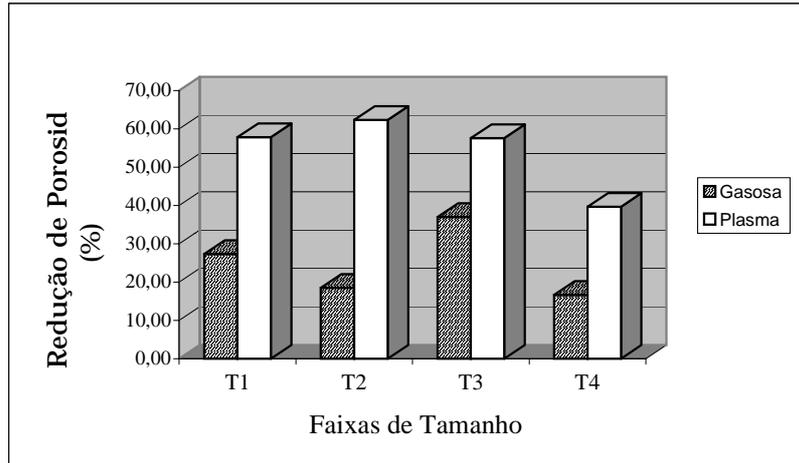
As análises da microestrutura das amostras após sinterização e após nitretação foram realizadas por microscopia ótica (Carl Zeiss - Neophot 30) e microscopia eletrônica de varredura (Philips XL30), auxiliada por microsonda de raios-X de comprimento de onda dispersivo (EDAX). A quantificação da porosidade superficial da amostra foi realizada a partir de imagens da superfície obtidas com o detector de elétrons retroespalhados (ER), no microscópio eletrônico de varredura (MEV), e com o programa de análise de imagens (AnalySIS). Foram obtidas 10 imagens da superfície em cada amostra e, posteriormente, analisadas e quantificados os poros pela fração em área. Os resultados são médias aritméticas destas imagens.

## **3. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### **3.1 Análise da Porosidade Superficial**

Em ambos os tratamentos de nitretação, por plasma e gasoso, ocorreu uma redução na porosidade superficial para todos os grupos de amostras tratadas produzidas com distinto tamanho de partícula de pó. Esta redução da porosidade superficial é resultado da formação da camada de compostos na superfície da amostra do sinterizado. Os resultados da análise quantitativa da porosidade na superfície das amostras, antes e após os tratamentos de nitretação, mostraram que o processo de nitretação por plasma é mais eficiente no selamento dos poros do que o processo gasoso, conforme pode ser visto na Fig. 1.

A maior eficiência do processo de nitretação por plasma se deve a formação da camada de compostos logo no primeiro estágio do processo e predominantemente por deposição a partir do plasma. É esperado que para longos tempos de nitretação não ocorra uma melhora no desempenho do selamento dos poros. Este fato foi explicado em termos da quantidade de átomos retro-espalhados da superfície do cátodo por Metin *et al.*(1987).



**Figura 1.** Redução efetiva da porosidade superficial nos processos de nitretação gasosa e por plasma.

Nos primeiros estágios do processo, a concentração de ferro na superfície é bastante elevada facilitando a formação de nitretos. A superfície fica então recoberta por uma camada de nitretos, diminuindo a concentração de ferro e conseqüentemente desacelerando o crescimento da camada de compostos. No caso da nitretação gasosa é esperado que se tenha um melhor desempenho no selamento dos poros para longos tempos de tratamento. Este processo é, desde o início puramente difusivo, e o aumento do tempo de tratamento causará um aumento da espessura da camada de compostos e, em decorrência, um maior selamento dos poros.

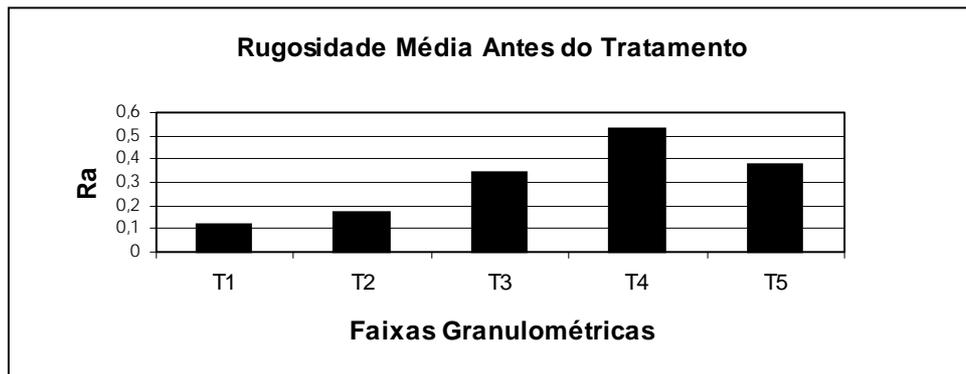
### 3.2 – Rugosidade das Amostras Sinterizadas

Apesar de Ledoux *et al.*(1988), utilizar o parâmetro  $R_t$  (profundidade máxima da rugosidade) para correlacionar a rugosidade com a porosidade e granulometria, Mesquita, (1992) salienta que esse parâmetro já foi utilizado com muitos significados e por esse motivo desaconselha sua utilização. Se levarmos em consideração que a porosidade é função da faixa granulométrica pode-se sugerir a seguinte correlação entre granulometria do pó ( $\mu$ ) e o parâmetro rugosidade média utilizando a equação de Boltzman:

$$R_a = \frac{0,33 - 0,55}{(x - 107,37) / 21,72} + 0,55. \quad (1)$$

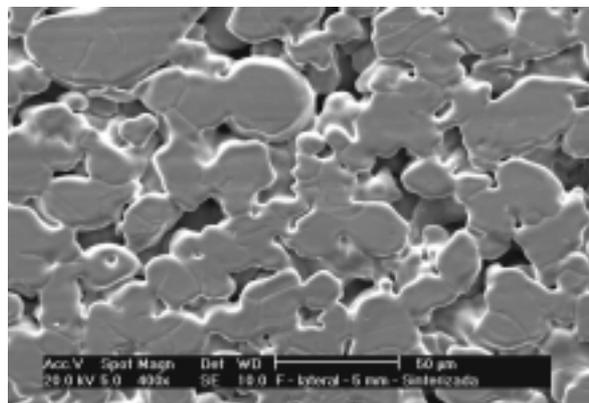
Como foram utilizadas faixas granulométricas optou-se por utilizar o valor médio da granulometria de cada faixa e correlacioná-la com o fator rugosidade média. O fator de dispersão encontrado foi  $\chi^2 = 1,28 \times 10^{-6}$ .

Na figura 2 são apresentados os valores da rugosidade média nas amostras sinterizadas. Conforme pode ser observado os valores aumentam com a faixa granulométrica. Essa tendência foi observada em trabalhos anteriores (Ledoux *et al.*1988). Como o pó foi separado em faixas granulométricas, a medida que aumenta o tamanho da partícula tem-se também um aumento no tamanho dos poros (Maliska *et al.* 1998).



**Figura 2.** Rugosidade média das amostras antes da nitretação.

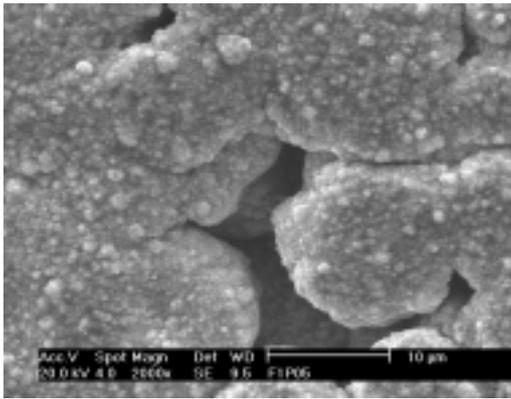
Conseqüentemente a rugosidade ( $P_T$ ), que é um fator dependente da profundidade e tamanho dos poros superficiais, irá aumentar quanto maior for o tamanho da partícula.



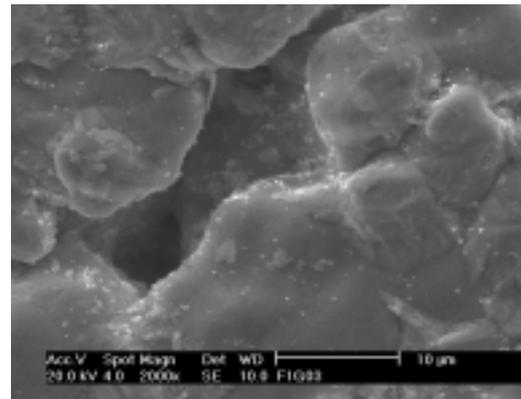
**Figura 3.** Superfície da amostra antes da nitretação.

Na fig. 3 pode ser observado o aspecto da superfície da amostra sinterizada de pó não peneirado obtida por microscopia eletrônica de varredura usando o detector de elétrons secundários. Observa-se que existe uma grande variação no tamanho dos poros como resultado do empacotamento das partículas, onde as menores se acomodam nos interstícios das partículas maiores.

A formação da camada de compostos é responsável pela topografia da superfície. Analisando a superfície das amostras nitretadas por microscopia eletrônica de varredura observa-se que o aspecto superficial reflete o mecanismo de formação da camada nitretada. Comparando as superfícies tratadas (Fig. 4), observa-se que, no caso da nitretação por plasma (Fig. 4.a), tem-se a deposição de nitretos na superfície, evidenciada pela granulação presente. No caso das amostras submetidas ao tratamento de nitretação gasosa a superfície é bem mais lisa,(fig. 4b) uma vez que o processo de formação da camada de compostos é difusivo e não por deposição, conforme discutido anteriormente por Maliska *et al.*(1998) e Metin *et al.*(1987) .



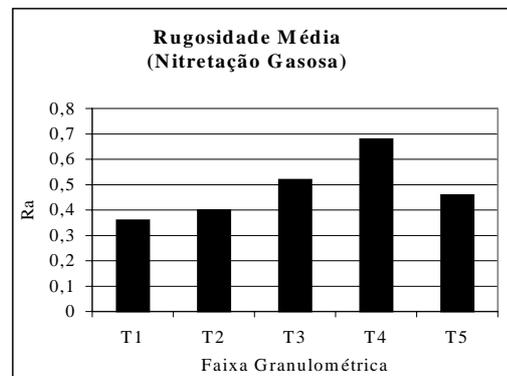
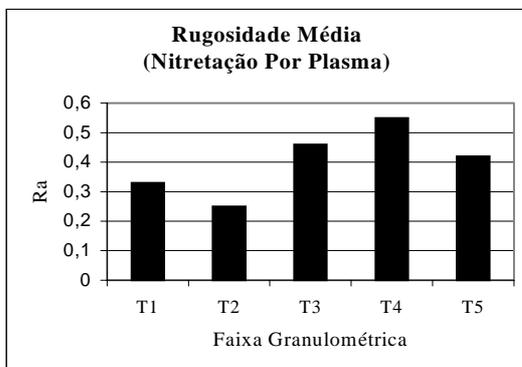
(a)



(b)

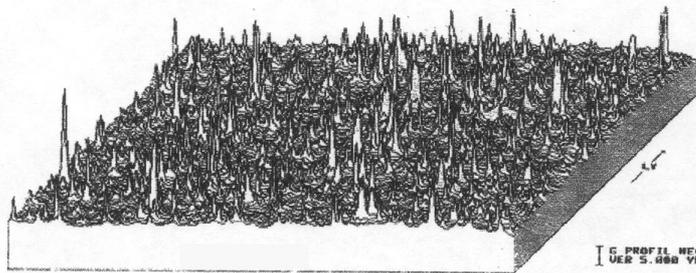
**Figura 4.** Superfície da amostra após a nitretação: a) plasma; b) gasosa.

Na nitretação por plasma ocorre um “bombardeamento” iônico, nitretos são depositados no interior dos poros podendo ser essa a causa da maior eficiência no selamento dos poros (fig. 1) e menor rugosidade nessas do que nas amostras nitretadas pelo processo gasoso (fig. 4). Na nitretação por plasma, devido a formação de nitretos (FeN) no espaço catódico e deposição na superfície e interior dos poros, tem-se um maior selamento superficial. Como consequência deste selamento, apesar da maior quantidade de precipitados presentes na superfície das amostras nitretadas por plasma (fig. 4a), tem-se uma menor rugosidade média quando comparado com as amostras nitretadas pelo processo gasoso.



**Figura 5.** Rugosidade média após a nitretação. a) plasma; b) gasosa.

Se observados os gráficos da figura 5 pode-se verificar que na nitretação gasosa esse aumento da rugosidade ocorre em todas as faixas de distribuição granulométrica com relação ao tratamento realizado por plasma.



**Figura 6.** Perfil negativo da rugosidade.

Na figura 6 pode-se observar o aspecto do perfil negativo da rugosidade medida na faixa T5 da amostra nitretada por plasma. Outros parâmetros verticais RZ (profundidade média de rugosidade) e PT (Profundidade da rugosidade) também se comportaram de maneira semelhante com valores mais elevados na nitretação gasosa do que na nitretação por plasma.

#### 4. CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos na nitretação gasosa e por plasma de amostras sinterizadas de Fe puro, produzidas com distintos tamanhos de partícula, conclui-se que:

- A medida que se aumenta a granulometria das amostras sinterizadas, ocorre um aumento da rugosidade média, em consequência do aumento do tamanho dos poros.
- O tratamento superficial de nitretação causa um aumento na rugosidade média das amostras de Fe puro sinterizado, como resultado da formação de nitretos de Fe na superfície das amostras.
- Apesar do grande depósito de nitretos de Fe presente na superfície das amostras nitretadas por plasma, estas apresentam uma menor rugosidade quando comparadas com as amostras submetidas ao tratamento de nitretação gasosa. Este resultado é decorrente do maior selamento dos poros superficiais obtido na nitretação por plasma.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Angioletto, E., 1998, Nitretação Gasosa Potenciostaticamente Auxiliada, Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, S.C., Brasil.
- Ledoux, L., Prioul, C., 1988, The Influence of Pore Morphology on the Monotonic and Cyclic Properties of Sintered Iron, *Modern Developments in Powder Metallurgy*, Princeton, V. 21.
- Maliska, A.M., Klein, A.N., Souza, A. R., 1995, *Surface & Coating Technology*, Editora: Elsevier Science, V.70, p. 175-179.
- Maliska, A.M., Egert, P., Speller, C.V., Klein, A.N., Souza, A R., , 1997, *Journal of Materials Science*, v.32, p.6375-6382.
- Maliska, A.M., Oliveira, A.M., Angioletto, E., Pavanati, H.C., Drago, V., Muzart, J. L., Klein, A. N., 1998, Caracterização da Camada Superficial Obtida por Nitretação Gasosa e

Por Plasma Em Fe Puro Sinterizado, 1998, 13° CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Curitiba, p. 1646 – 1655.

- Oliveira, A.M., 1998, Estudo da Influência da Nitretação e Nitrocementação por Plasma Sobre a Redução de Porosidade Superficial em Amostras de Ferro Puro Sinterizado, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, S.C., Brasil.
- Mesquita, N. G. M., 1992, .Avaliação e Escolha de Uma Superfície Segundo Sua Função e Fabricação, Tese de Doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, S.C., Brasil.
- Metin, E., Inal, O.T., 1987, Journal of Materials Science, N.22, p.2783-2788.