

Dissertação apresentada à Pró-Reitoria de Pós-Graduação do Instituto Tecnológico de Aeronáutica, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências no Programa de Pós-graduação em Física, Área de Física de Plasmas.

Natália Ingrid da Costa D'Ávila

**TRATAMENTO POR NITRETAÇÃO A PLASMA EM
FERRAMENTAS DE CORTE DE NbC-Co**

Dissertação aprovada em sua versão final pelos abaixo assinados:



Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho
Orientador



Prof. Dr. Anderson Vicente Borille
Coorientador

Prof. Dr. Pedro Teixeira Lacava
Pró-Reitor de Pós-Graduação

Campo Montenegro
São José dos Campos, SP – Brasil
2019

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)

Divisão de Informação e Documentação

D'Ávila, Natália I. C.

Tratamento por nitretação a plasma em ferramentas de corte de NbC-Co / Natália Ingrid da Costa

D'Ávila.

São José dos Campos, 2019.114f.

Dissertação de mestrado – Curso de Física, Área de Física de Plasmas – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 2018. Orientador: Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho, Coorientador: Prof. Dr. Anderson Vicente Borille.

1. Carbetto de Nióbio 2. Nitretação a plasma. 3.Ferramentas de corte. I. Instituto Tecnológico de Aeronáutica. II. Tratamento por nitretação a plasma em ferramentas de corte de NbC-Co

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

D'ÁVILA, Natália I. C. **Tratamento por nitretação a plasma em ferramentas de corte de NbC-Co**. 2019. 114f. Dissertação de mestrado em Física de Plasmas – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

CESSÃO DE DIREITOS

NOME DO AUTOR: Natália Ingrid da Costa D'Ávila

TÍTULO DO TRABALHO: Tratamento por nitretação a plasma em ferramentas de corte de NbC-Co

TIPO DO TRABALHO/ANO: Dissertação/2019

É concedida ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica permissão para reproduzir cópias desta dissertação e para emprestar ou vender cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta dissertação ou tese pode ser reproduzida sem a sua autorização (do autor).

Natália Ingrid da Costa D'Ávila

Rua Letônia, 576 – Vila Nayr

CEP: 12231-150, São José dos Campos - SP

TRATAMENTO POR NITRETAÇÃO A PLASMA EM FERRAMENTAS DE CORTE DE NbC-Co

Natália Ingrid da Costa D'Ávila

Composição da Banca Examinadora:

Prof. Dr. Douglas Marcel Gonçalves Leite	Presidente	-	ITA
Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho	Orientador	-	ITA
Prof. Dr. Anderson Vicente Borille	Coorientador	-	ITA
Prof. Dr. Maria Margareth da Silva		-	ITA
Prof. Dr. Jan Vatauk		-	Mackenzie

ITA

Dedico este trabalho aos meu pais, irmã e meu avô Jorge D'Ávila (*In Memoriam*).

Sua memória será eternizada através deste trabalho

E de nossos corações.

Agradecimentos

Agradeço a Deus pelo cuidado nessa etapa da minha vida, por ter me amado, me sustentado e a todo momento ter colocado pessoas ao meu lado que me levantaram quando precisei. *“Combati o bom combate, acabei a carreira, guardei a fé. Desde agora, a coroa da justiça me está guardada, a qual o Senhor, justo juiz, me dará naquele dia; e não somente a mim, mas também a todos os que amarem a sua vinda”*. – A Bíblia. 2 Timóteo 4:7-8.

Agradeço aos meus pais, Andrea D’Ávila e Jairo D’Ávila, por terem me educado mesmo em meio a tantas dificuldades, pelo amor, pelo o cuidado, por terem acreditado que seria possível concluir este trabalho. Vocês são meus bens mais preciosos.

Agradeço a minha irmã, Muriel D’Ávila, meu grande amor, por sempre ter conversado e me apoiado quando tudo estava difícil, pelos sorrisos que sempre trouxe com um humor que só nós entendemos.

Ao Gabriel Goulart, meus agradecimentos, por ser a minha rocha durante essa fase, você é um ser humano incrível que tive a oportunidade de ter ao meu lado. A Luna que alegra meu coração todos os dias. Agradeço por nossa família.

Aos meus orientadores Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho e Prof. Dr. Anderson Vicente Borille, agradeço pela a orientação concedida neste trabalho, por sempre estarem abertos a me ouvir e acreditarem no meu potencial.

Agradeço em especial ao Prof. Dr. Douglas Marcel Gonçalves Leite, por sua orientação junto a essa equipe, que trouxe tantas ideias e discussões positivas para o desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço aos professores Prof. Dr. Jayr de Amorim e Prof. Dr. Ronnie Rego, pelo os conselhos e direcionamentos.

Agradeço ao Centro de Competência em Manufatura – CCM/ITA, pela oportunidade de trabalhar nesse ambiente multidisciplinar que é excelência na formação de pessoas. Agradeço aos amigos que essa fase me trouxe, por terem sido especiais durante esse período, por terem contribuído para esse trabalho de alguma forma: Lauren de Carvalho Leme, Paula Montenegro, Corina Pellizzer de Paiva, Wesley Poletto Maia, Mateus Ferreira e Janete Moreira. Pela amizade: Amanda Deus, Jessica Christina, Givan Macedo e os demais.

Pelos auxílios durante a execução do trabalho aos colegas Filipe Fagundes e Laerte Fernandes.

Agradeço aos colegas do Laboratório de Plasmas e Processos – LPP, do Departamento de Física – IEFF, em especial aos Doutores Victor e Thiago, pelos os auxílios nas discussões e análises.

A equipe de usinagem do Departamento de Física – IEFF, por sempre estarem dispostos a me auxiliar da forma mais rápida possível.

Ao Laboratório Associado de Sensores e Materiais – LABAS, do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, em especial ao Dr. João Paulo Barros Machado por todo auxílio na execução das análises necessárias.

Aos professores do ITA, pela excelente formação acadêmica e auxílio em todos os momentos.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pelo apoio financeiro concedido.

*"Porque Dele e por Ele, e para Ele, são todas as coisas; Glória pois, a Ele eternamente,
Amém".*

(A Bíblia - Romanos 11:36)

Resumo

Neste trabalho realizou-se o estudo do processo de nitretação a plasma em ferramentas de corte de Carbetto de Nióbio (NbC) tendo como ligante o Cobalto (Co). Como objetivos definidos para o desenvolvimento do trabalho tem-se a avaliação da influência dos parâmetros de processo de nitretação, como pressão, temperatura e tensão de plasma e sobre as propriedades morfológicas, estruturais e mecânicas das amostras de ferramentas de corte de NbC-Co. Os processos de nitretação foram realizados com fluxo de uma mistura gasosa composta de 70% em volume de nitrogênio, 15% de argônio e 15% de hidrogênio para as temperaturas de 480, 530, 580, 600 e 700 °C. As pressões utilizadas para as temperaturas determinadas foram de 1,5 e 3 Torr (aprox. 200 e 400 Pa), fixado em duas horas de tratamento para definição das melhores condições de tratamento. A fim de analisar a relação entre a espessura da camada nitretada e as propriedades mecânicas, após definição dos melhores parâmetros de processo, foram repetidos em tempos de 3 e 4 horas. As técnicas de caracterização utilizadas foram difração de raio X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV e MEV-FEG) e ensaios de microdureza. Os resultados das avaliações demonstraram que a temperatura e a tensão de plasma são os principais parâmetros para a formação da camada nitretada. As análises de microdureza demonstram ainda que a combinação ótima de tais parâmetros foi capaz de aumentar a dureza da camada nitretada de forma significativa (55%), atingindo valores da ordem de 1900 HV sendo que a dureza da amostra sem nitretação é da ordem de 1200 HV. Com a elevação dos tratamentos para 4 horas, chegou-se a uma camada de 3,08 μm , atingindo valores de dureza da ordem de 2400 HV, em torno de 94% de aumento em relação a amostra sem tratamento.

Abstract

In this work the study of the plasma nitriding process in Niobium Carbide cutting tools (NbC) was carried out with Cobalt (Co) as a binder. As defined objectives for the development of the work, the influence of the nitriding process parameters, such as pressure, temperature and plasma tension, and the morphological, structural and mechanical properties of NbC-Co cutting tool samples are evaluated. The nitriding processes carried out with a flow of a gas mixture composed of 70% by volume of nitrogen, 15% of argon and 15% of hydrogen for the temperatures of 480, 530, 580, 600 and 700 °C. The pressures used for the determined temperatures were 1.5 and 3 Torr (200 and 400 Pa), set in two hours of treatment to define the best treatment conditions. In order to analyze the relationship between the thickness of the nitrided layer and the mechanical properties, after defining the best process parameters, they repeated in times of 3 and 4 hours. The characterization techniques used were X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM and MEV-FEG) and micro hardness test. The results of the evaluations showed that the temperature and the plasma voltage are the main parameters for the formation of the nitrided layer. The microhardness analysis also showed that the optimum combination of these parameters was able to increase the hardness of the nitrided layer significantly (55%), reaching values of the order of 1900 HV and the hardness of the sample without nitriding is of the order of 1200 HV. With the elevation of the treatments to 4 hours, a layer of 3.08 μm was reached, reaching hardness values of the order of 2400 HV, around 94% increase in relation to the sample without treatment.

Lista de Figuras

Figura 1 – Métodos de Tratamentos superficiais. (Adaptado de BUDINSKI, 2009 e VATAVUK, 2013).	22
Figura 2 - Estrutura sequencial lógica para desenvolvimento do estudo.	25
Figura 3 - Estrutura da dissertação e divisão por capítulos.	27
Figura 4 - Estrutura cristalina do NbC em 3 dimensões.	29
Figura 5 – Representação gráfica da evolução dos materiais para ferramentas de corte de acordo com o ano aproximado de implementação comercial.	33
Figura 6 – Relação das propriedades mecânicas dureza e tenacidade para materiais utilizados em ferramentas de corte. (Adaptado de MILLS, 1996).	35
Figura 10 – Representação esquemática dos quatro estados da matéria. (Adaptado de GALVÃO, 2016)	41
Figura 11 - Curva característica da tensão x corrente entre dois cátodos numa descarga elétrica (Adaptado de ROTH, 1995).	42
Figura 12 - Diagrama das fases Nb-N (Adaptado de ASM HANDBOOK, 1990).	45
Figura 13 – Sequência Metodológica de Ensaios.	46
Figura 14 – Desenho esquemático do interior da câmara de tratamento utilizada para os processos de nitretação a plasma.	50
Figura 15 – Representação esquemática do sistema de tratamento.	51
Figura 16 – Sistema de tratamento por plasmas de parede simples, com aquecimento direto por plasma. Pertencente ao Laboratório de Plasmas e Processos (LAB-PP), laboratório vinculado ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA.	53
Figura 17 – Componentes internos da câmara de tratamento.	54

Figura 18 – Componentes de isolamento montados na câmara de tratamento com uma ferramenta de corte de NbC-Co.....	55
Figura 19 - Análise 3d da superfície da ferramenta de corte de NbC-Co sem tratamento, por meio da técnica de microscopia óptica por aberração cromática.	57
Figura 20 – Sequência metodológica de ensaios para a Fase I.....	61
Figura 21 – Sequência metodológica de ensaios para a Fase II.	63
Figura 22 – Curva da temperatura em função do tempo para o processo de aquecimento (<i>Sputtering</i>) e nitretação representado pela a amostra T01_P3_T700.	64
Figura 23 – Amostra T01_P3_T700 recebendo o tratamento por nitretação a plasma.	66
Figura 24 – Variáveis de processamento, correlação entre tensão, temperatura e pressão de 3 Torr durante as investigações de parâmetros da Fase I.....	69
Figura 25 – Variáveis de Processamento tensão, temperatura e pressão (1,5 Torr) durante as investigações de parâmetros da Fase I.	70
Figura 26 – Espectro de difração de raio-x de uma amostra comercial de carbeto de nióbio (NbC). Figura adaptada de (FONTES, 2005).....	72
Figura 27 - Difratoograma para as ferramenta de corte de NbC-Co.	73
Figura 28 – Difratoograma das amostras tratadas a 3 Torr na Fase I (T02_P3_T480; T05_P3_T600; T06_P3_T580; T03_P3_T530; T01_P3_T700).....	74
Figura 29 – Difratoograma das amostras tratadas a 1,5 Torr na Fase I (T09_P1,5_T480; T07_P1,5_T530; T04_P1,5_T600; T08_P1.5_T580).....	77
Figura 30 – Difratoograma das amostras tratadas a 1,5 Torr e 600 °C na Fase II (T11_P1,5_T600_2h; T12_P1,5_T600_3h; T13_P1,5_T600_4h).....	79
Figura 31 – Análise superficial das ferramentas de corte de NbC-Co por microscopia eletrônica por varredura com aumento de 500x e 30.000x, para amostra sem tratamento por nitretação a plasma.....	81

Figura 32 – Análise superficial das ferramentas de corte por microscopia eletrônica por varredura com aumento de 175x e 179x com tratamento por nitretação.	82
Figura 33 – Representação do efeito de borda na atmosfera de plasma e efeito de “sombra” nas ferramentas de corte de NbC-Co tratadas por nitretação.	83
Figura 34 – Análise superficial das ferramentas de corte sem tratamento (referência) e tratadas com 3 Torr de pressão (T01_P3_T700, T02_P3_T480, T03_P3_T530, T05_P3_T600, T06_P3_T580) por microscopia eletrônica por varredura, com aumento de 30.000x, correlacionadas com as colorações superficiais.	84
Figura 35 – Microscopia eletrônica de varredura nos aumentos de 30000x para a amostra T04_P1.5_T600 e 15000x para as amostras T07_P1.5_T530, T08_P1.5_T580 e T09_P1.5_T480, correlacionadas com as colorações superficiais.	86
Figura 36 – Microscopia eletrônica de varredura nos aumentos de 2000x e 60000x para a amostra T04 tratada a 1,5 Torr na temperatura de 580 °C e tensão de 600 V.	87
Figura 37 – Microscopia eletrônica de varredura, retroespalhado, no aumento de 6000x para a amostra de NbC-Co sem tratamento.	88
Figura 38 – Microscopia eletrônica de varredura, retroespalhado, aumento de 6000X. Espessura média das camadas de nitretos do NbC-Co, das amostras T11_P1.5_T600_2h, T12_P1.5_T600_3h e T13_P1.5_T600_4h.	89
Figura 39 – Média de rugosidade superficial (Ra) das amostras tratadas durante a Fase I.	91
Figura 40 – Média de rugosidade superficial (Ra) das amostras tratadas durante a Fase.	93
Figura 41 – Relação entre a dureza média superficial e as temperaturas alcançadas nas amostras tratadas durante a Fase I.	94
Figura 42 - Relação entre a dureza média superficial e as temperaturas alcançadas nas amostras tratadas durante a Fase II.	96

Lista de Tabelas

Tabela 1 - Principais fases e estruturas cristalinas para as respectivas composições em peso de nitrogênio nas ligas nióbio-nitrogênio para a liga estudada (ASM HANDBOOK, 1990).	45
Tabela 2 – Composição química (% vol.) das pastilhas de Corte de NbC-Co. (Adaptado de MONTENEGRO,2017.)	47
Tabela 3 – Condições de tratamentos adotados durante a Fase I durante 2 horas de nitretação .	59
Tabela 4 – Nomenclatura e condições de tratamento das amostras utilizadas na Fase I durante 2 horas de nitretação.	60
Tabela 5 – Nomenclatura e condições de tempo de tratamento das amostras utilizadas na Fase II.	63
Tabela 6 – Valores de tensão da fonte pulsada para as amostras produzidas na fase I com pressão de 3 e 1,5 Torr.	68
Tabela 7 – Nomenclatura para identificação das diferentes fases encontradas nos difratogramas das amostras tratadas na Fase I e suas respectivas fichas de JCPDS.	73
Tabela 8 – Identificação de fases para as amostras tratadas durante a Fase I.	78
Tabela 9 – Identificação de fases para as amostras tratadas durante a Fase II.	79
Tabela 10 – Resultados das análises de microdureza nas superfícies das amostras tratadas durante a Fase I que apresentaram aumento na dureza superficial.	95
Tabela 11 – Resultados das análises de microdureza nas superfícies das amostras e espessura da camada de tratamento variando os tempos de tratamento em 2, 3 e 4 horas durante a Fase II.	97

Lista de Abreviaturas e Siglas

A	Corrente (Ampère)
a.C.	Período que antecede a era cristã
Ap	Profundidade de Corte
Ar	Argônio
AISI 304	Aço cromo-níquel, inoxidável austenítico
Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃ Óxido de Alumínio
BSE	Elétrons Retroespalhados (<i>Backscattered Electron</i>)
C	Carbono
CBN	Nitreto de Boro Cúbico
CCM	Centro de Competência em Manufatura
CDP	Corpo de Prova
CFC	Estrutura Cúbica de Face Centrada
Co	Cobalto
Cr	Cromo
Cu	Cobre
DC	Corrente Contínua
DRX	Difratometria de Raios X
EDS	Energia Dispersiva de Raios X
Fe	Ferro
FeB	Boreto de Ferro
Fe ₂ B	Complexo de Boreto de Ferro
Fn	Movimento de avanço
GPa	Gigapascal

H	Hidrogênio
Hp	Dureza do material a ser cortado
Hr	Dureza Relativa
Ht	Dureza da Ferramenta
HV	Dureza na escala <i>Vickers</i>
Hp	Dureza do material a ser cortado
I	Corrente Elétrica
ICDD	International Centre for Diffraction Data
ISO	Organização Internacional de Normalização
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
ITA	Instituto Tecnológico de Aeronáutica
JCPS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
K	Condutividade Térmica
Kgf	Quilograma-força
LAB-PP	Laboratório de Plasmas e Processos
LabMAT	Laboratório de Materiais
LAS	Laboratório Associado de Sensores e Materiais
m	Metro
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MEV-FEG	Microscópio Eletrônico de Varredura do Tipo <i>Field Emission Gun</i>
min	Minuto
mm	Milímetro
m/min	Metro por minuto
N	Newton

N	Nitrogênio
NaCl	Cloreto de Sódio
Nb	Nióbio
NbC	Carbeto de Nióbio
NbN, Nb ₂ N, Nb ₅ N ₆	Nitretos de Nióbio
Ni	Níquel
nm	Nanômetro
Pa	Unidade de Pressão (Pascal)
PCD	Diamante Policristalino
PECVD	<i>Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition</i>
PVD	“Physical Vapour Deposition” (Deposição Física a Vapor)
Q	Energia Térmica
Ra	Rugosidade Média
RF	Rádio Frequência
SE	Elétrons Secundários
sccm	<i>Standard Cubic Centimeter per minute</i>
Si ₃ N ₄	Nitreto de Silício
T	Temperatura
TaC	Carbeto de Tântalo
TiC	Carboneto de Titânio
TiN	Nitreto de Titânio
Torr	Unidade de Pressão
V	Voltagem (Tensão)
Vc	Velocidade de Corte
Vol.	Volume
W	Tungstênio

WC	Carbeto de Tungstênio
WK2	<i>Chromel-Alumel</i>
ZrN	Nitreto de Zircônia
μm	Micrometro
μs	Microsegundo
u	Unidade de Massa Atômica
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius
θ	Medida de Ângulo

Sumário

1.	Introdução	20
1.1.	Objetivo e abordagem.....	23
1.2.	Estrutura da dissertação	25
2.	Revisão bibliográfica.....	28
2.1.	Características da liga nbc-co	28
2.1.	Materiais para ferramentas de corte	29
2.2.	O estado-da-arte do carboneto de nióbio como material de ferramenta de corte	37
2.3.	Processos térmicos e termoquímicos.....	39
2.4.	Nitretação a plasma	40
2.5.	Fatores influentes na formação de nitretos de nióbio.....	43
3.	Materiais e métodos.....	46
3.1.	Sequência lógica do método de execução de ensaios.....	46
3.1.1.	Características das ferramentas de corte.....	47
3.1.2.	Aparato experimental para nitretação a plasma	48
3.1.3.	Técnicas de caracterização para avaliação de propriedades e microestruturas.....	55
3.2.	Descrição metodológica da fase I.....	57
3.2.	Descrição metodológica da fase II	62
4.	Resultados e discussões	64
4.1.1.	Fase i e fase II – variáveis iniciais de processamento	64
4.2.	Investigação das variáveis de processamento: fase I.....	67

4.4.	Caracterização das amostras pela técnica mev-feg: fase I.....	80
4.5.	Caracterização das amostras pela técnica de mev - seção transversal: fase ii	88
4.6.	Análise de rugosidade superficial (ra): fase I e fase II	90
4.7.	Análise de micro dureza vickers	93
5.	Conclusões	100
6.	Sugestão para trabalhos futuros	101
7.	Citação e referências.....	102
Apêndice A		107
A.1	Referência fichas JCPDS	107

1. Introdução

A ideia de proteger materiais com banhos metálicos sempre foi algo almejado pela humanidade - embora os tratamentos superficiais conhecidos hoje pelo homem apresentem características modernas, nos primórdios dessa ciência os métodos eram dissemelhantes. O escritor grego Heródoto (484-420 a.C.) apresenta em seus manuscritos de 530 a.C. evidências de que diversas moedas de prata ou ouro maciço eram substituídas por cópias de chumbo banhadas com uma tênue camada de ouro. Tal feito era realizado por falsificadores existentes na época (FLORENZANO, 2004). Embora esse método não seja considerado ortodoxo, tal registro demonstra, mesmo que de forma rudimentar, que a ciência de recobrimento de superfícies apresentava seus primeiros aspectos. As primeiras datações científicas de tratamento superficial de metal foram realizadas por um médico, físico e filósofo italiano chamado Luigi Galvani (1737-1798), (PICCOLINO, 1998). Há mais de 200 anos atrás, Galvani desenvolveu estudos aprofundados sobre a eletricidade e suas peculiares propriedades, dando início ao processo de descoberta de um dos métodos de tratamentos superficiais conhecido hoje como galvanoplastia. Seus estudos proporcionaram métodos para sistematizar o depósito de materiais sobre diversas superfícies, por meio de processos eletrolíticos (BURNS, 1939; MACULA, et al 1973).

Um exponencial avanço na exploração de tecnologia de recobrimento de superfícies se deu no século XX. Após a eclosão da segunda guerra mundial (1939-1945), o mercado global sofreu uma expansão econômica denominada como a “Era de Ouro do Capitalismo”, originando um crescimento econômico elevado evidente em todo o mundo (BEHRING, 2006). As indústrias metalomecânicas e químicas foram avidamente impactadas por esse período. Com o desenvolvimento econômico, a difusão de inovações industriais ocorreu rapidamente, dando a oportunidade de criação de novos produtos e processos produtivos até então não explorados, (PASSOS, 1992). Com alto investimento em pesquisa e desenvolvimento nas indústrias os processos de tratamentos de superfícies metálicas começaram a ganhar notoriedade nos processos produtivos. Seus conceitos embasados no aperfeiçoamento do desempenho de materiais comuns, trazendo propriedades únicas se tornou atrativo para a indústria da época (KINDLIMANN; ANSELL, 1970). Gerando assim o desenvolvimento e aperfeiçoamento dos processos de recobrimento conhecidos atualmente. Com os adventos citados e a modernização dos processos de produção a ciência de

recobrimento de superfícies desenvolveu diferentes técnicas para tratamentos, utilizando como meios de modificação processos químicos, físicos, térmicos e mecânicos. Técnicas de modificação de superfícies podem utilizar como princípio de atuação diversos meios de geração de energia de modificação, como a utilização de princípios de chama, lasers, feixes de elétrons, íons e plasmas como sua fonte de energia, (LIEBERMAN, 2005). Os tratamentos superficiais são divididos em dois principais métodos conhecidos:

Método 1: Modificação da superfície e sub superfície do substrato sem alterar as dimensões iniciais da peça tratada ou alterando as dimensões iniciais;

Método 2: Intencionalmente é adicionado uma nova camada de material ao substrato. Na Figura 1 é apresentada de maneira sucinta a classificação dos principais métodos mencionados segundo aplicação industrial.

O método 1 é dividido em processos de difusão em geral, ou seja, modificação a composição química da superfície com elementos endurecedores como nitrogênio, boro ou carbonos, (PIZZOLATTI, 1988). O método 2 inclui o uso de filmes finos, camadas ou superposição soldadas (PETER J. TATSCH, 2017).

Dentre os processamentos superficiais para materiais metálicos destaca-se a nitretação a plasma. Processo onde Nitrogênio ionizado é energeticamente inserido na camada superficial do material, promovendo modificações físico-químicas em sua superfície (LIEBERMAN, 2005). Esse tratamento favorece a formação de nitretos e carbetos na superfície do material, tais compostos apresentam características de elevado interesse metalúrgico devido suas singulares propriedades, como demonstrado nos estudos realizados por WONG, 2001. Utilizando essa técnica de tratamento de superfícies é possível fornecer aos materiais propriedades específicas, dentre as quais destacam-se: elevada dureza superficial, elevada resistência ao desgaste, propriedades de adesão, a corrosão e à fadiga (KINDLIMANN, 1970). Até o momento não se tem mapeado na literatura a realização do processo de nitretação em metal duro, sendo que tal material é o mais utilizado para aplicação em ferramentas de corte.

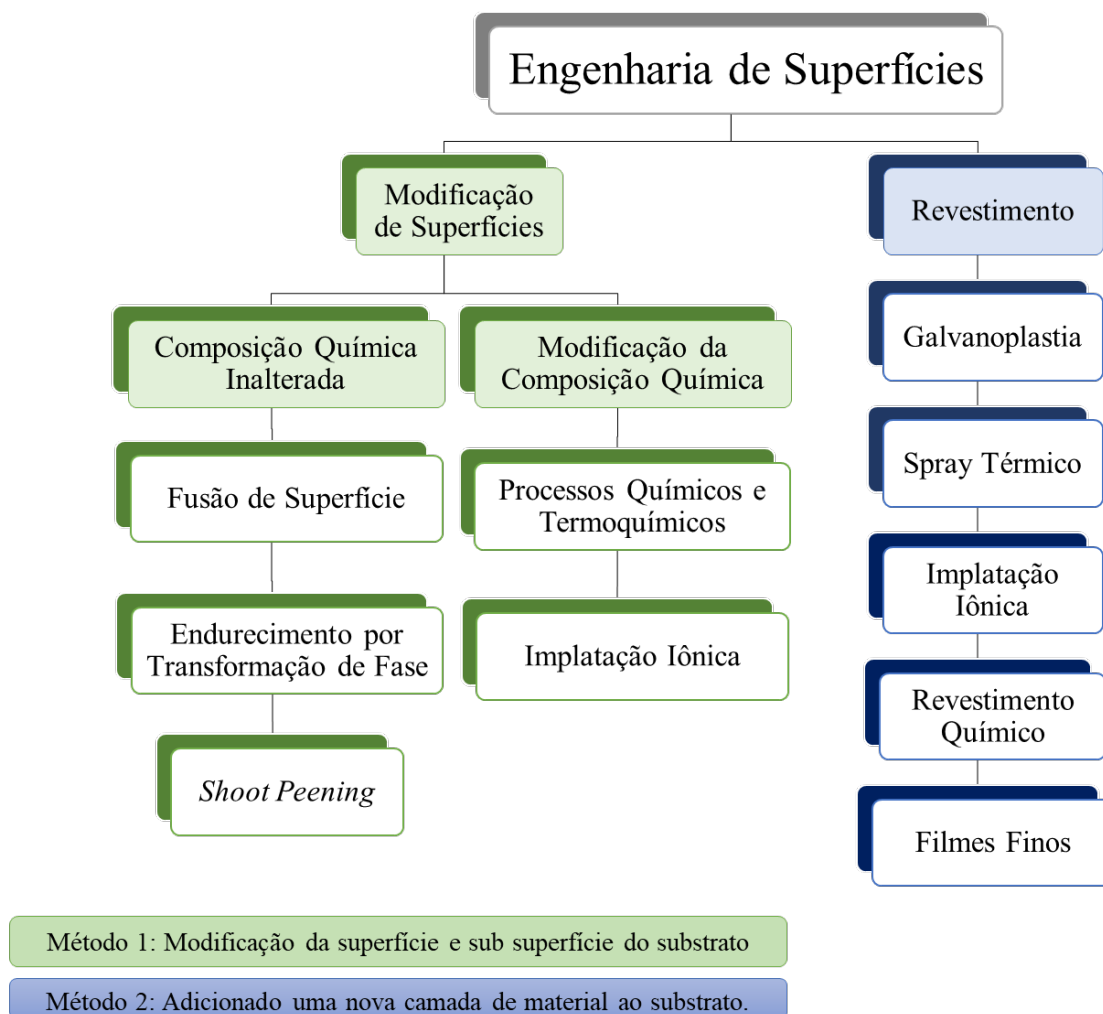


Figura 1 – Métodos de Tratamentos superficiais. (Adaptado de BUDINSKI, 2009 e VATAVUK, 2013).

Sabe-se que o Carbetto de Níóbio ligado ao Cobalto (NbC-Co) tem despertado grande interesse da indústria metalomecânica. Dentre suas aplicações destaca-se a utilização como metal base em ferramentas de corte (WOYDT, 2014; HUANG et al., 2008). As propriedades do NbC como elevada dureza (acima de 235 GPa), alto ponto de fusão (3610 °C), excelente estabilidade química e elevada condutividade térmica ($6,65 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) o tornam um excelente candidato para essa aplicação, segundo estudos desenvolvidos por WOYDT, 2015. Embora seu atrativo potencial de aplicação, estudos recentes demonstram que ferramentas de corte de NbC-Co sem revestimento não possuem desempenho equiparável com ferramentas de corte de metal duro, que já possuem seu uso consolidado industrialmente. As ferramentas de corte de NbC quando revestidas apresentam uma fraca adesão interfacial decorrente da delaminação severa do revestimento. Esse comportamento pode ser decorrente da porosidade da

microestrutura do material, onde o revestimento não é totalmente suportado pelo substrato, levando a um efeito negativo na aderência do revestimento, apresentando fraca adesão interfacial. Dentre os principais desafios encontrados para a aplicação desse material, destaca-se a presença de porosidade e deslocamento, que é o desprendimento de fragmentos ou placas do revestimento ao longo da superfície de estruturas, quando um revestimento é inserido em sua superfície (MONTENEGRO et al., 2018).

Dentre os problemas identificados na estrutura e propriedades do NbC-Co em relação a sua aplicação como ferramenta de corte, identifica-se uma oportunidade de investigação de tratamentos de superfície que melhorem suas propriedades. O tratamento por nitretação a plasma como um meio formador de uma camada de nitretos, se adequa em tal quesito, pois os nitretos de nióbio são quimicamente inertes, possuem elevada dureza e alto ponto de fusão, sendo essas características de alto interesse metalúrgico, (TONELLI, 2013). Entretanto, o desafio envolvido nessa exploração é de que até o momento não existe um método determinado para nitretação do material NbC-Co, sendo necessária compreensão da influência e efeitos da nitretação em tal liga.

1.1. Objetivo e Abordagem

O objetivo deste trabalho é a realização de tratamentos por nitretação a plasma em ferramentas de corte da liga de Carbetto de Nióbio com Cobalto (NbC-Co), almejando a formação de uma camada nitretada superficial.

Citam-se como objetivos específicos:

- A realização de tratamentos por nitretação a plasma em ferramentas de NbC-Co abrangendo diferentes combinações de parâmetros de temperatura e pressão;
- Investigação da melhor combinação de parâmetros, que proporcione os melhores resultados de caracterizações de propriedades por meio de análises de dureza, rugosidade, DRX e MEV-FEG;
- Reproduzir a melhor combinação de parâmetros variando o tempo de tratamento, a fim de investigar a relação do tempo de nitretação com a espessura da camada tratada.

Com as avaliações das propriedades estruturais, microestruturais e mecânicas, espera-se que essa camada nitretada forneça ao material propriedades mecânicas interessantes do

ponto de vista metalomecânico. Promovendo melhorias em sua performance como ferramenta de corte.

Como consequência das hipóteses e objetivo apresentados, foram elaboradas as seguintes questões de pesquisa, formulada para orientar a dissertação de mestrado aqui apresentada:

Primeira questão de pesquisa: Qual é faixa de temperatura e pressão mais adequada para formação de fases de nitretos nas ferramentas de corte de NbC-Co pelo processo de nitretação a plasma?

Segunda questão de pesquisa: Qual a espessura da camada nitretada que proporciona ao NbC-Co as melhores propriedades mecânicas para sua aplicação como ferramenta de corte?

Para quantificar as modificações nas propriedades superficiais das amostras tratadas, foram utilizadas as seguintes técnicas de caracterizações: Difração de raios-X (XRD), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), análise de dureza por microindentação e Microscópio de Aberração Cromática (Cyber - CT 100).

A Figura 2 apresenta resumidamente a sequência lógica para definição do objetivo de estudo apresentado e a abordagem determinada para sua realização.

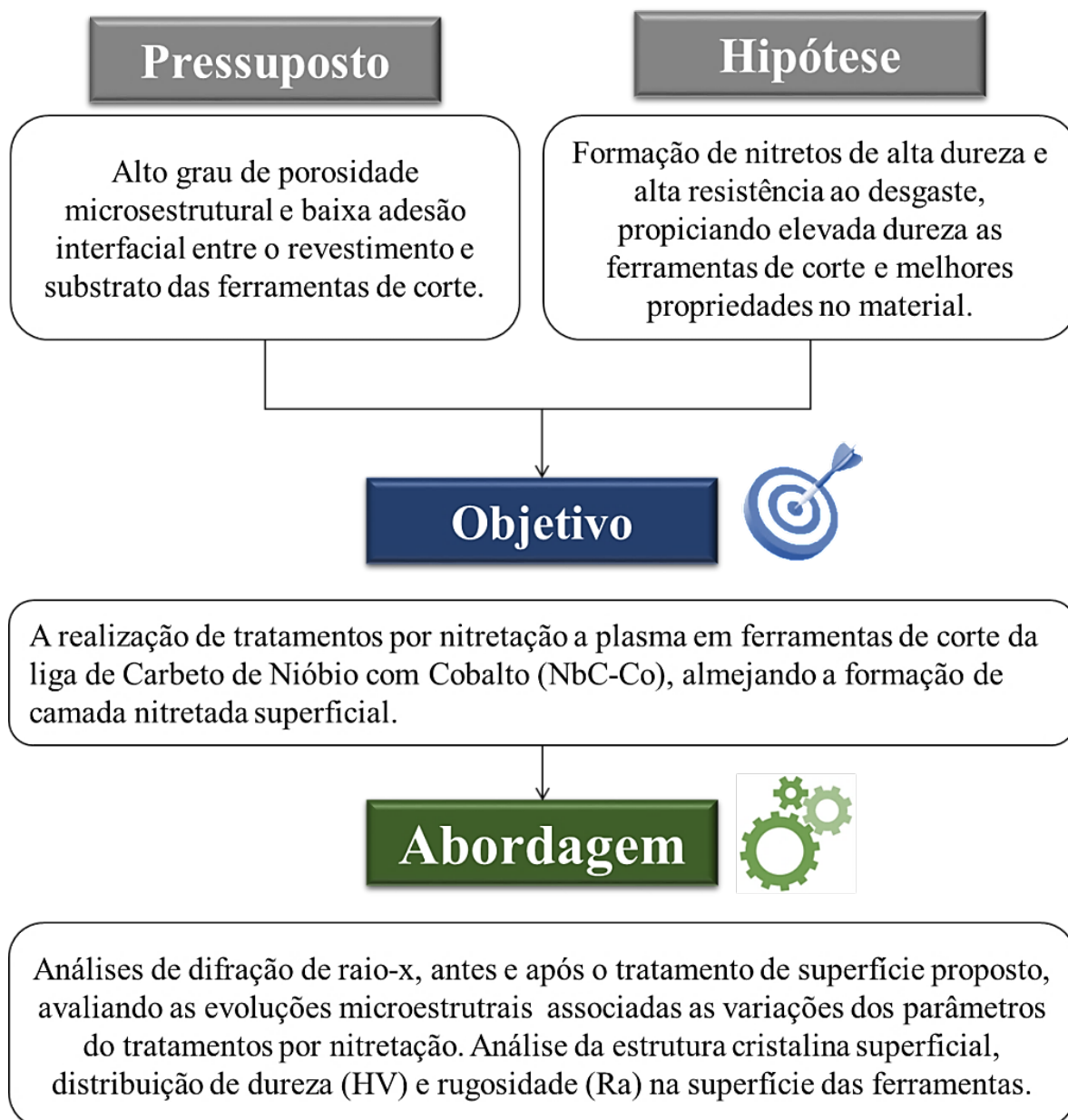


Figura 2 - Estrutura sequencial lógica para desenvolvimento do estudo.

1.2. Estrutura da dissertação

O **Capítulo 2** foi reservado para apresentar as principais características do material NbC-Co, os principais materiais utilizados como ferramentas de corte, bem como a aplicação do NbC-Co como substrato em ferramentas de corte. Esse capítulo também apresenta e conecta a compreensão da utilização das ferramentas de corte e o uso de tratamentos superficiais para melhorar as propriedades mecânicas das ferramentas. Continuado pela utilização do plasma para processamento de materiais e descrição das técnicas que circundam a execução deste estudo, processo de PVD (Physical Vapor Deposition) e nitretação a plasma

de materiais. Apresenta também o estado da arte do material em questão como substrato em ferramentas de corte, além de fundamentos teóricos necessários para compreensão da pesquisa aqui delineada. A fim de responder apropriadamente as questões de pesquisas levantadas e alcançar o objetivo proposto, é primordial ter métodos bem definidos e direcionados. Logo, o **Capítulo 3** demonstra os materiais utilizados, os experimentos realizados e os métodos de análises aplicados neste estudo, dividido pelas questões de pesquisa em duas principais Fases, denominadas Fase I e Fase II. O **Capítulo 4** é destinado a apresentação dos resultados alcançados. Na primeira seção os resultados demonstrados concentram-se nas análises de difração de raio-x, evolução das variáveis de processamento, evolução das fases de nitretos, além de apresentação de análises de topografia como microdureza e rugosidade. Na segunda seção desse capítulo, os resultados e discussões apresentados são direcionados a responder a segunda pergunta de pesquisa delineada. Esse capítulo oferece discussões correlacionadas com os resultados apresentados, onde a literatura levantada fornece embasamento para a construção das argumentações. A conclusão da dissertação se dá pelo o **Capítulo 5** onde as discussões construídas provenientes dos demais capítulos são apresentadas. Esse capítulo é destinado as dissoluções formulados para responder as perguntas de pesquisa e o objetivo principal da dissertação. O encerramento desse capítulo se dá por propostas de desenvolvimentos futuros para continuação da pesquisa realizada.

A Figura 3 transmite resumidamente a estrutura dos capítulos da dissertação.

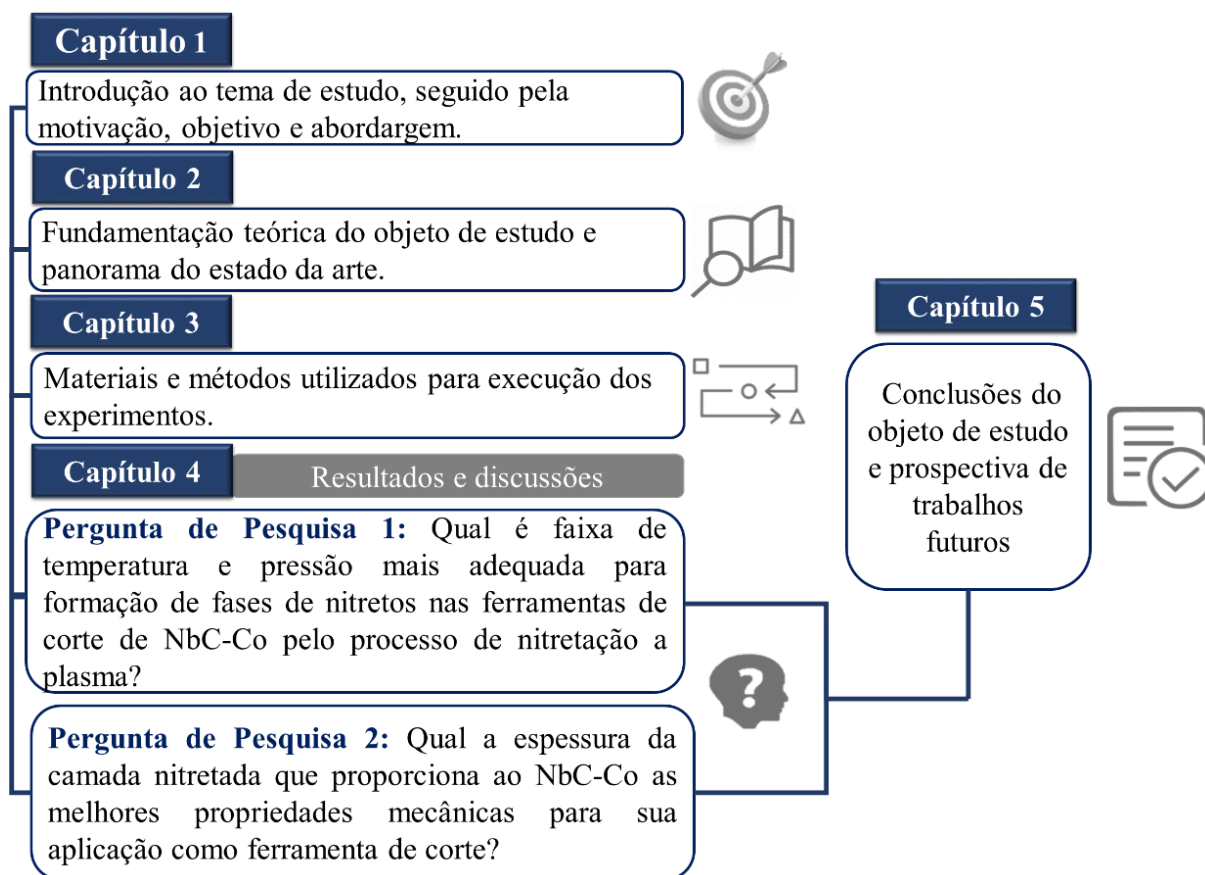


Figura 3 - Estrutura da dissertação e divisão por capítulos.

2. Revisão Bibliográfica

Esta seção destina-se a uma revisão da literatura associada aos principais tópicos abordados nesta pesquisa. Inicia-se pela compreensão das principais características da liga NbC-Co utilizada neste estudo. Seguido pelo entendimento dos materiais empregados em ferramentas de corte, bem como o potencial de aplicação da liga NbC-Co como substrato em ferramenta de corte. Em subsequência têm-se uma abordagem dos tratamentos de superfícies para materiais metálicos e refratários, delimitado para processamentos de materiais por técnica de nitretação a plasma, técnica utilizada neste trabalho. Seguido pelo o processamento de materiais metálicos por plasma dando ênfase na compreensão da nitretação a plasma em materiais metálicos e materiais refratários.

2.1. Características da liga NbC-Co

O carbetto de nióbio (NbC) tem demonstrado grande potencial para a indústria, por apresentar propriedades que se destacam dentre outros metais comumente utilizados. Em comparação com outros materiais e ligas, o carbetto de nióbio possui propriedades como elevada dureza, alto ponto de fusão (3610 °C), grande estabilidade química e elevada condutividade térmica (HUANG et al., 2008). O carbetto de nióbio é amplamente utilizado como segunda fase em compósitos de metal duro, principalmente atuando como agente adicionado para elevar propriedades mecânicas dos materiais (CUPPARI, 2016). A utilização do NbC como segunda fase em ligas metálicas promove a formação de carbonetos de alta pureza, podendo ser considerado inerte, dessa forma atua aumentando a resistência ao desgaste da liga ao qual foi adicionado. O NbC é um carbetto refratário, sendo tipicamente adicionado ao metal duro, a fim de melhorar suas propriedades, principalmente em materiais sinterizados como fase dura. Os compósitos Ni/TaC, Ni/NbC e Ni/TaC/NbC combinam a alta ductilidade do elemento níquel com a elevada dureza e alto módulo de elasticidade dos carbettos refratários, (HAYAMI, 1996).

O desenvolvimento de novos materiais de substratos para ferramentas de corte tem sido continuamente estudado. Apesar de atualmente o metal duro e suas ligas serem os mais utilizados, publicações recentes tem demonstrado o potencial do NbC para ser utilizado como material principal em ferramentas de corte (HUANG et al., 2016; MONTENEGRO et al.,

2018). Uma das principais propriedades que torna o NbC um promissor candidato para aplicação a ferramentas de corte é sua dureza a quente e alto ponto de fusão. O carbeto de nióbio apresenta grandes vantagens como compatibilidade termomecânica, módulo de elasticidade, sendo que sua dureza se apresenta entre 20-22 GPa, e a tenacidade a fratura entre 3 e 6 Mpa/m^{1/2}, (ACCHAR, 2004).

Em relação a sua estrutura atômica o carbeto de nióbio possui uma estrutura cúbica de face centrada (CFC). É importante ressaltar que, para certos tipos de aplicações, a estabilidade da fase cúbica à temperatura ambiente é um fator importante, pois proporciona à liga maior resistência ao choque térmico (ASM HANDBOOK, 1990). Sua estrutura se assemelha ao NaCl (Rock Salt), onde o Nb ocupa a posição 0,0,0 e o carbono a 0,0,1/2, possuindo um parâmetro de rede de 4.4691 nm, quando o carbono nessa estrutura ocupa os interstícios octaédricos, têm-se a formação do composto NbC, (ERNEMAN, J.2004).. A Figura 4 apresenta um esquema ilustrativo da disposição atômica do NbC, onde a sigla Nb representa o elemento nióbio e a sigla C o elemento carbono.

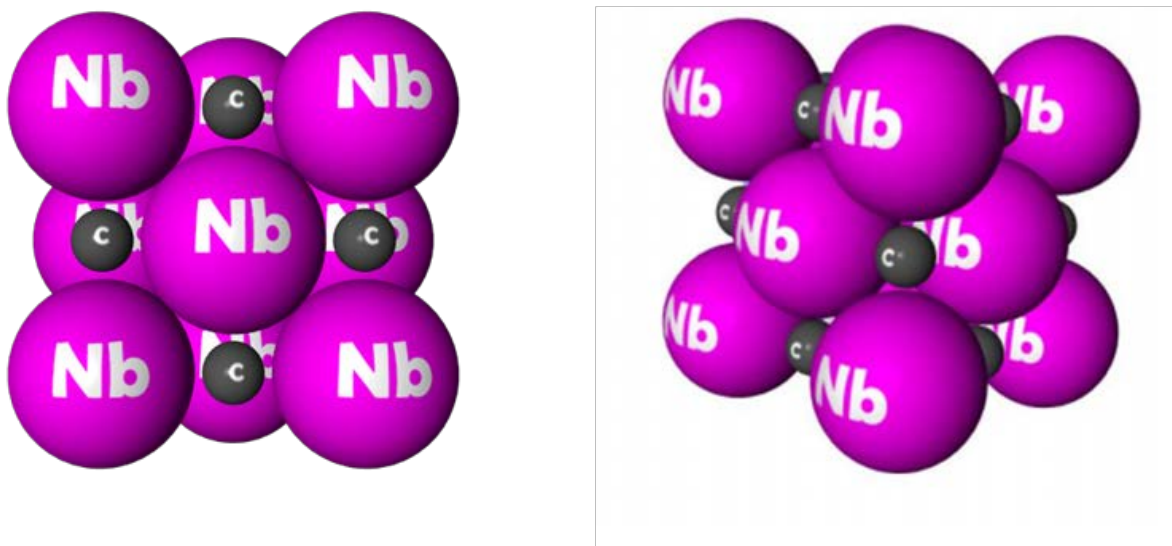


Figura 4 - Estrutura cristalina do NbC em 3 dimensões.

(University of Alberta, 2012).

2.2. Materiais para Ferramentas de Corte

Entende-se por ferramentas de corte o emprego de um dispositivo que seja capaz de propiciar o ato de corte a materiais metálicos e não metálicos, por meio do desprendimento de material, denominado como cavaco. O processo de manufatura, denominado usinagem, utiliza

tais ferramentas para obtenção de peças com dimensionamento, forma e geometria previamente definidas, para diversas aplicações do cotidiano, (MERCHANT, 1945).

A operação de corte só é possibilitada pelo o fato do material utilizado nas ferramentas possuir uma dureza maior que a peça a ser cortada, tal fenômeno é conhecido como dureza relativa (eq. 1). Determinado por H_r que é a dureza relativa, H_t representa a dureza do material da ferramenta e H_p a dureza do material a ser cortado (peça).

$$H_r \Rightarrow \frac{H_T}{H_p} \quad \text{Eq. 1}$$

A aplicação de materiais com elevada dureza para utilização como ferramentas de corte não necessariamente fornece um excelente resultado no processo de usinagem, pois outras propriedades mecânicas são de extrema importância para tal operação. Logo, desenvolver ferramentais para corte está intimamente relacionado com o desenvolvimento de materiais que tenham o perfeito equilíbrio entre as propriedades mecânicas necessárias para realizar o processo de corte. Consequente o entendimento da operação de corte inicia-se com o desenvolvimento de um material ideal para a ferramenta a ser desenvolvida, levando também em consideração o material a ser cortado e as condições de corte, (MACHADO, 2004).

Como demonstrado por MILLS, 1996, o desenvolvimento de novos materiais para corte teve forte relação com a evolução de estudos em engenharia de superfície para tratamentos e revestimentos. Seus avanços permitiram atender de modo facilitado a relação de propriedades exigidas, utilizando materiais com propriedades inferiores, como metal base, a serem submetidos a processos superficiais de aprimoramento de propriedades. Os avanços de desenvolvimento nessa área atuaram fortemente com a evolução de materiais para ferramentas e o contexto histórico da evolução dos materiais para ferramentas demonstra essa relação.

Sabe-se que até o ano de 1900 o material que era exclusivamente empregado como ferramenta de corte era o denominado aço ferramenta. Aço ferramenta se dá por definição aços que não são ligados e sua temperatura de trabalho se dá até 250 °C, sua composição pode conter de 0,8 a 1,5% de carbono. Além do uso como ferramenta de corte suas aplicações transitaram confeccionando ferramentas de forma, materiais de uso doméstico, dentre outros utensílios, (MILLS, 1996). Entretanto com os avanços tecnológicos os processos de manufatura exigiam melhores desempenhos das ferramentas de corte, logo o desenvolvimento de novos materiais tornou-se necessário.

O desenvolvimento do aço rápido por F.W. Taylor foi apresentado publicamente em 1900 na exposição mundial de Paris. Tal aço foi amplamente utilizado em diversos processos de manufatura da época, destacando sua aplicação como ferramentas de corte ao longo dos anos. Suas propriedades o tornaram vantajoso para tal aplicação, pois seu limite de temperatura atua numa faixa de 520 °C a 600 °C e possui maior resistência a abrasão que os aços ferramentas comuns utilizados na época. Uma variação do aço rápido que ganhou notoriedade em 1921, foi o aço rápido ligado ao cobalto, na época denominado como aço super-rápido, tal ligante proporciona resistência ao aço quando revenido, (SPEICH, 1972). Dentre suas características destacam-se boas propriedades tribológicas, maior dureza a trabalho a quente e menor tenacidade, (MILLS, 1996). Para proporcionar propriedades superiores as citadas, os aços rápidos podem ser submetidos a revestimentos superficiais como por exemplo e revestimentos de nitreto de titânio (TiN), aplicado pelo o processo de (PVD), que configura uma coloração dourada aos aços tratadas, (TIER, 1998; ZEILMANN et al., 2011).

Em 1922 iniciou-se a utilização comercial de ligas fundidas de Cobalto para utilização como ferramentas de corte, cujos nomes comerciais eram Stellite, Rexalloy e Chromalloy, sua elevada resistência a temperatura se apresenta entre 770 °C a 800 °C. A qualidade de tal liga apresentava propriedades superiores as ferramentas de aço rápido utilizadas na época, (SHAO et al., 2013).

Desenvolvido no fim da década de 20, o metal duro (carbetos sinterizados), proporcionou um notório avanço em tecnologias de desenvolvimento de novos aços. Seu nome comercial foi estabelecido como widia (wie diamant) por Fried Krupp e popularizado como metal duro ao longo do tempo. Sua dureza foi comparada a dureza do diamante e para a época possuía elevada resistência a compressão e ao desgaste, logo demonstrou ser ideal para utilização em ferramentas de corte. Seu processo de fabricação se dá por meio da metalurgia do pó e um fator extremamente vantajoso desse processo é a possibilidade de se obter diferentes propriedades nos metais duros decorrentes de mudanças nas proporções de ligantes e carbetos durante sua fabricação. Geralmente os metais duros apresentam sua composição em 81% de tungstênio, 6% de carbono e 13% de cobalto, entretanto com essa possibilidade tais composições podem ser alteradas em razão das propriedades desejadas, (KAGNAYA et al., 2009) . A utilização do metal duro foi altamente difundida na indústria da época por conta de suas vantajosas propriedades, sua aplicação como ferramenta de corte é expressivamente utilizada até os dias atuais, (NABHANI, 2001).

Em 1950 houve a primeira utilização de Cermet para ferramentas de corte, um material compósito composto de materiais cerâmicos e metálicos, utilizando como base o carbetto de titânio e outros elementos, (ETTMAYER et al., 1995). Na mesma época tem-se registros da implementação comercial de materiais cerâmicos para utilização em ferramentas de corte. Dentre suas características destacam-se boa resistência a corrosão e ao desgaste, alta estabilidade química e boa resistência a elevadas temperaturas de trabalho, tal material se comporta sem interrupção de corte durante o processo de usinagem. Atualmente utilizam-se dois tipos básicos de cerâmica para ferramentas de corte, utilizando base de Al_2O_3 e à base de Si_3N_4 , (LIU et al., 1997; SELINDER; KLOSTERMANN, 2004). A cerâmica foi implementada como material para ferramentas de corte no mesmo período de implementação do Cermet. Comumente encontram-se dois tipos de cerâmica, a base de óxido de alumínio e de silício, suas bases alteram suas propriedades em decorrência da aplicação desejada. Dentre as propriedades desse material destacam-se alta dureza em trabalho a quentes, próximo a $1600\text{ }^\circ\text{C}$ e a possibilidade de utilização em altas velocidades de corte, (COVENTRY, 1986; WAYNE, 1989).

A implementação comercial de diamantes sintéticos para ferramentas de corte se deu em 1954, esse material foi denominado nesse período como Diamante Policristalino (*Polycrystalline Diamond - PCD*). Sua obtenção se dá em condições extremas de pressão e temperatura e suas propriedades assemelham-se com as do diamante natural, porém com mais homogeneidade em sua estrutura cristalina, (LIU, 2002). Sua aplicação é relacionada a usinagem fina ou de acabamento e também usinagem onde há necessidade de alta dureza, (DAVIM, 2002).

Em 1956 tem-se o advento da síntese do material super-duro CBN (nitreto de boro cúbico) desenvolvido por Wentorf, seguido por sua implementação comercial em 1970. Esse material apresenta maior estabilidade em relação a corrosões e oxidações, elevada dureza e resistência ao desgaste e notório acabamento superficial nas peças usinadas, (WONG, 2019).

A indústria de ferramentas de corte ao longo dos anos se propôs a acompanhar o surgimento e desenvolvimento de novos materiais, com o intuito de atender as exigências de mercado, que se alteram com o passar dos anos. Na Figura 5 é apresentado os materiais desenvolvidos para ferramentas de corte de acordo com o ano aproximado de implementação comercial.

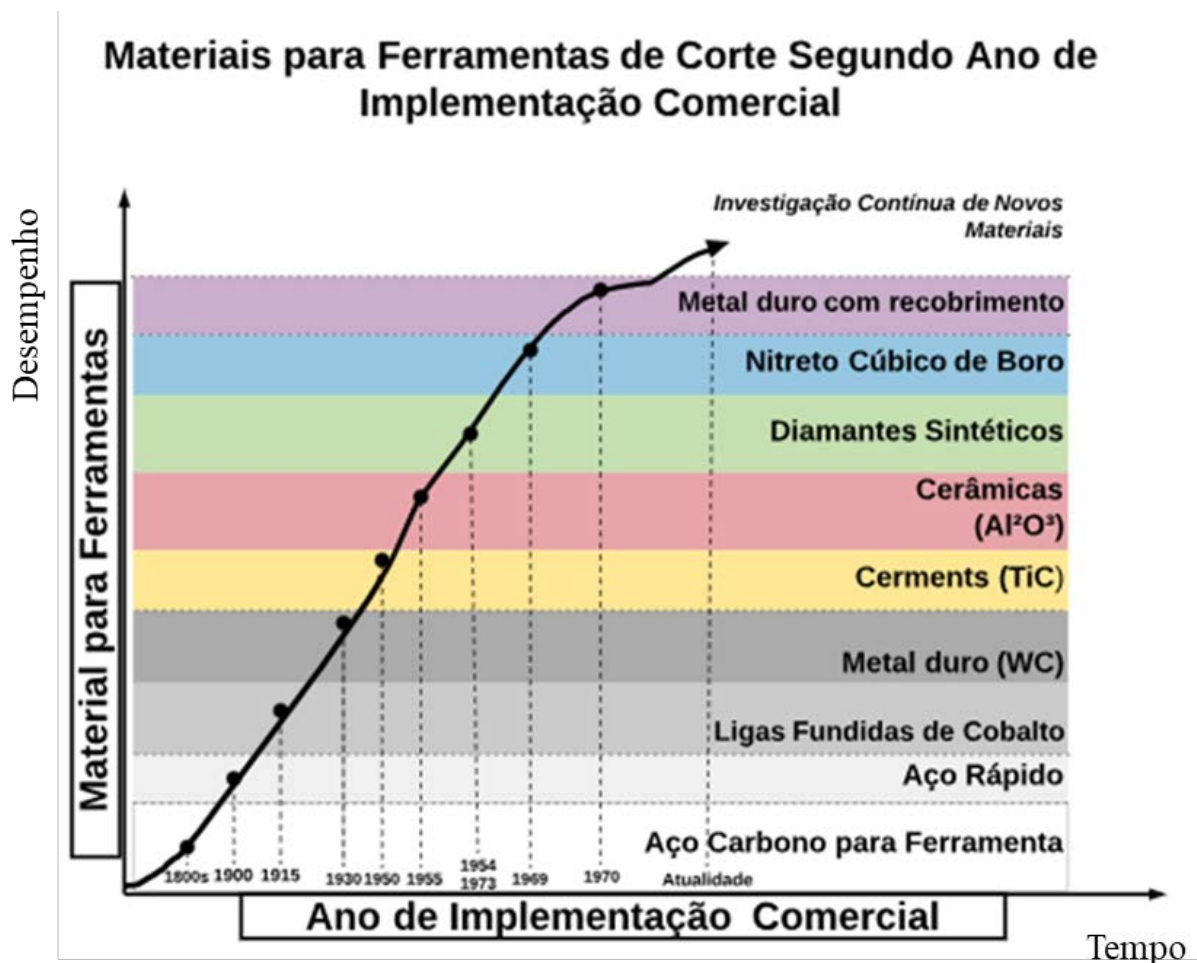


Figura 5 – Representação gráfica da evolução dos materiais para ferramentas de corte de acordo com o ano aproximado de implementação comercial.

(Adaptado de ROSENBERG, 1963; TRENT, 2000).

Os aços rápidos e compostos de metais duros, são duas categorias de materiais que se destacam dentre os metais utilizados para ferramentas de corte. Embora não possuam as melhores propriedades mecânicas e eficiência em processo, no contexto histórico de desenvolvimento, os estudos relacionados a esses dois metais apresentaram o maior salto tecnológico em desenvolvimento de ferramentas de corte. Estudos realizados por Machado e Silva, 1999, demonstram que o desenvolvimento desses aços propiciou avanços considerados em relação as velocidades de corte utilizadas, de 3m/min utilizado na época, para 35m/min para o aço rápido e para o metal duro o ganho foi de até 300m/min.

Com toda a evolução histórica dos materiais para ferramentas de corte, têm-se que o material ideal para essa aplicação seria uma perfeita junção entre a dureza do diamante natural, a inércia química da alumina e a tenacidade do aço rápido, (MILLS, 1996).

Entretanto, tais propriedades não são facilmente encontradas em perfeito equilíbrio em um único material, portanto o desenvolvimento contínuo de novos materiais torna-se necessário. Como citado, um grande aliado a tais desenvolvimentos é a utilização de revestimentos e tratamentos superficiais, que conferem aos materiais de substrato propriedades desejadas para essa aplicação, como elevada dureza, inércia química e resistência tribológicas, (VRANJICAN, 1992; MOHLFELD, 1998; FRANCO, 2003).

A combinação de propriedades mecânicas exigidas para que um material possa ser aplicado como ferramentas de corte são:

- Elevada dureza;
- Tenacidade suficiente para evitar falhas por fratura durante as operações de usinagem;
- Alta resistência ao desgaste,
- Elevada resistência a compressão;
- Alta resistência ao cisalhamento;
- Elevada resistência ao choque térmico e ao impacto;
- Quimicamente inerte e boas propriedades mecânicas e térmicas a altas temperaturas de trabalho.

A Figura 6 apresenta a relação entre as propriedades de dureza e tenacidade dentre os materiais mais utilizados em ferramentas de corte. Dentre os materiais utilizados destaca-se a importante relação entre desenvolvimento de novos materiais e recobrimentos de superfícies, largamente utilizado, principalmente em ligas de metal duro. Tais recobrimentos são capazes de fornecer uma série de propriedades aos substratos, como alta resistência ao desgaste, alta dureza e propriedades de adesão.

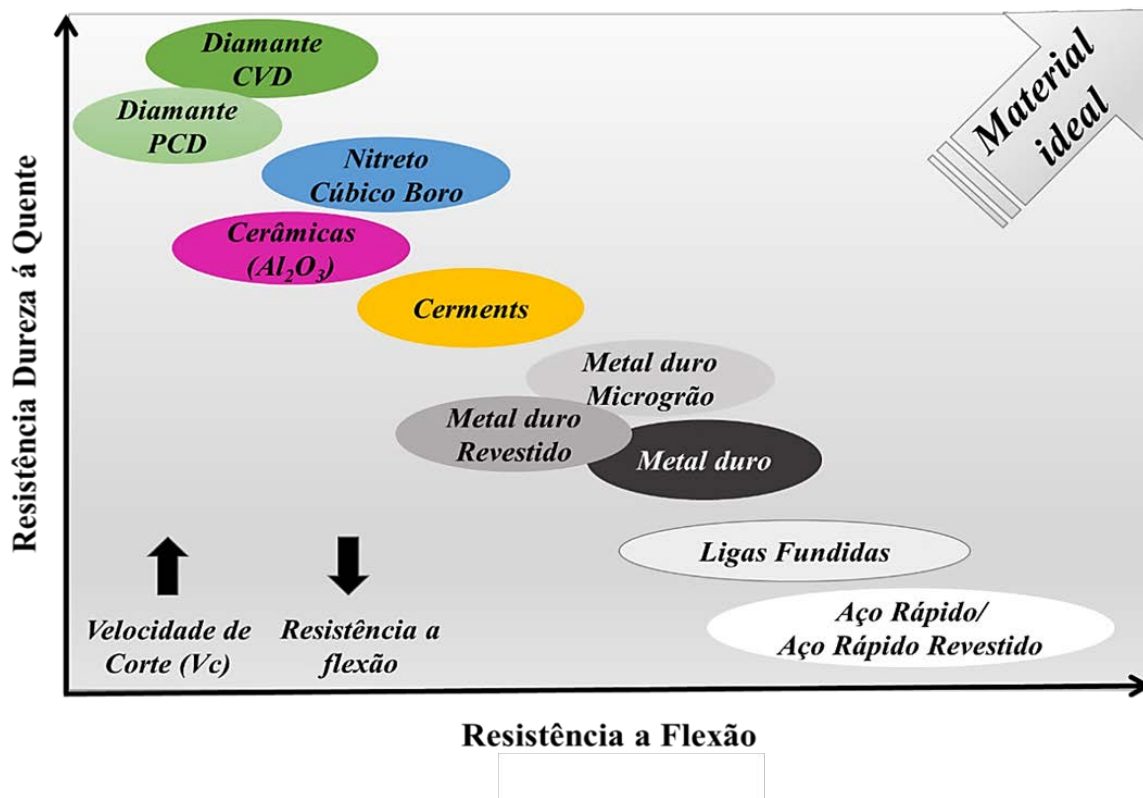


Figura 6 – Relação das propriedades mecânicas dureza e tenacidade para materiais utilizados em ferramentas de corte. (Adaptado de MILLS, 1996).

Embora essas propriedades sejam importantes para um bom desempenho das ferramentas de corte, cada operação de usinagem predita seus próprios requisitos. Dessa forma tais propriedades podem ser conciliadas de acordo com o material a ser usinado, condições de acabamento e parâmetros de corte a serem utilizados, (MACHADO, 2004). Com a evolução do desenvolvimento de novos materiais, atualmente obtém-se boas combinações de propriedades, como por exemplo dureza e tenacidade, tanto em substratos isolados como em materiais revestidos por técnicas de processamento. Entretanto, investigações para seleção de um material ideal para o processo de usinagem são continuamente conduzidas até a atualidade.

Para realizar a operação de torneamento se faz necessários três principais movimentos entre a peça e a ferramenta, que são:

- Movimento de Corte: Movimento rotativo realizado pela peça a ser cortada em torno de seu próprio eixo;
- Movimento de avanço: Movimento responsável por deslocar a ferramenta de corte ao longo da superfície da peça a ser torneada;

- Movimento de penetração (A_p): Tal movimento determina a profundidade de corte durante a usinagem, empurrando a ferramenta em direção ao centro da peça, dessa forma age regulando a profundidade do passe e a espessura do cavaco.

A Figura 7, apresenta uma imagem ilustrativa da operação de usinagem por torneamento externo com os principais movimentos realizados durante essa operação, além de uma imagem ilustrativa da ferramenta de corte utilizada neste estudo.

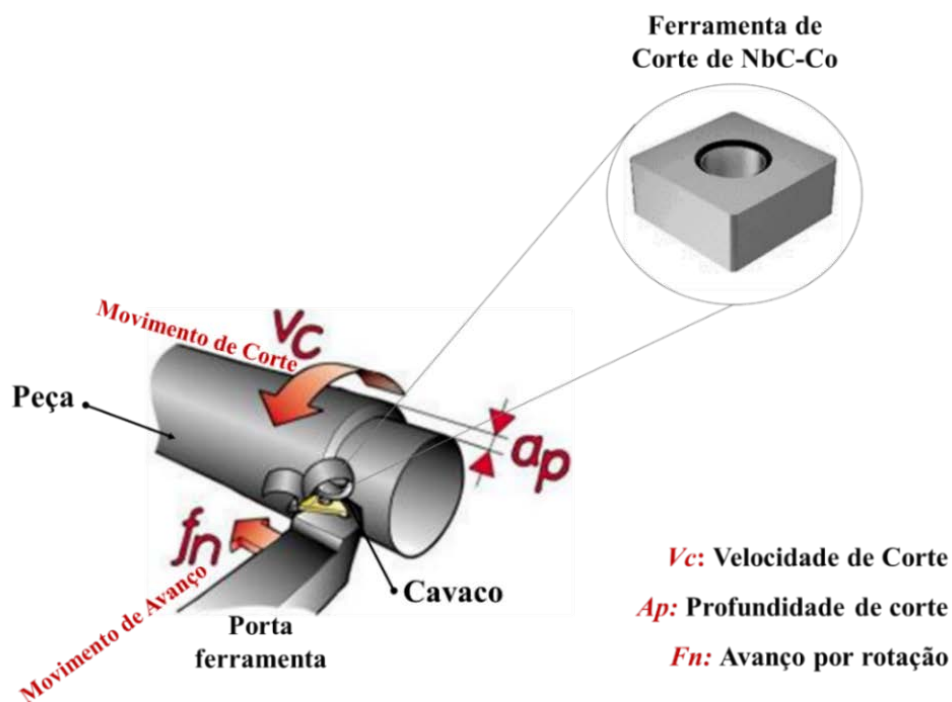


Figura 7 – Imagem ilustrativa da usinagem por torneamento externo e da ferramenta de corte de NbC-Co utilizada nesse trabalho.

(Adaptado de SANDVIK COROMANT, 2017).

No processo de usinagem, os principais agentes causadores do desgaste em ferramentas de corte são os fenômenos de: abrasão, difusão, adesão e de oxidação. Tais fenômenos acontecem em função das influências da velocidade e temperatura de corte durante a usinagem, além de outros fatores decorrentes do processo. Logo para a determinação de um material para ferramentas de corte torna-se necessário considerar tal correlação que ocorreria durante o processo de usinagem (KLOCKE, 1997).

Na Figura 8 é apresentado um diagrama onde os mecanismos de abrasão, adesão, difusão e oxidação são correlacionados em função da temperatura de corte e outros agentes influenciadores decorrentes do processo de usinagem.

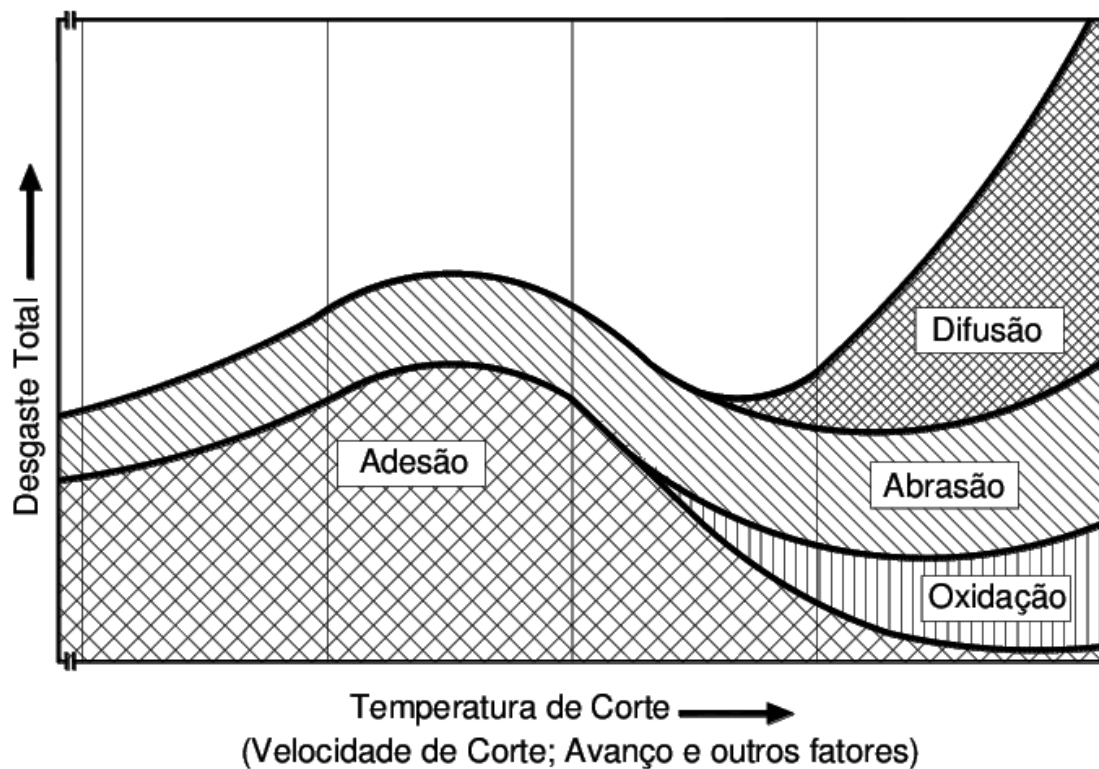


Figura 8 – Principais mecanismos de desgaste no processo de usinagem. (KÖNIG; KLOCKE, 1997).

Nota-se que a baixas temperaturas os mecanismos de adesão e abrasão estão evidentes, sendo que há predominância da adesão para temperaturas mais baixas. Com a elevação da temperatura a adesão deixa de ser predominante, onde mecanismos de difusão e oxidação começam a se tornar notórios nessas condições. Logo, pode-se predizer que com o aumento da temperatura tais mecanismos crescem gradativamente, entretanto, para a difusão o crescimento ocorre em escala exponencial.

2.3. O estado-da-arte do carboneto de nióbio como material de ferramenta de corte

As primeiras pesquisas relacionadas a utilização do carboneto do nióbio (NbC) como substrato em ferramentas de corte, foram direcionadas as caracterizações desse material

comparando suas propriedades com as do metal duro, carbeto de tungstênio (WC) (WOYDT, 2014; SANTOS, 2016). Tal enfoque deve-se ao fato do WC ser amplamente aplicado como ferramenta de corte, dessa forma suas propriedades são utilizadas como referência para definição de um material adequado para tal aplicação. A Figura 9 apresenta a distribuição dos materiais para ferramentas de corte, de acordo com a utilização no setor automobilístico, evidenciando a ampla utilização do WC como substrato em ferramentas. Para tal distribuição, o metal duro (Revestido e não revestido) representa 80% dos materiais aplicados em ferramentas de corte, seguido pelos os materiais cerâmicos com 14%, Cerments 4% e CBN + Diamante em 2%.

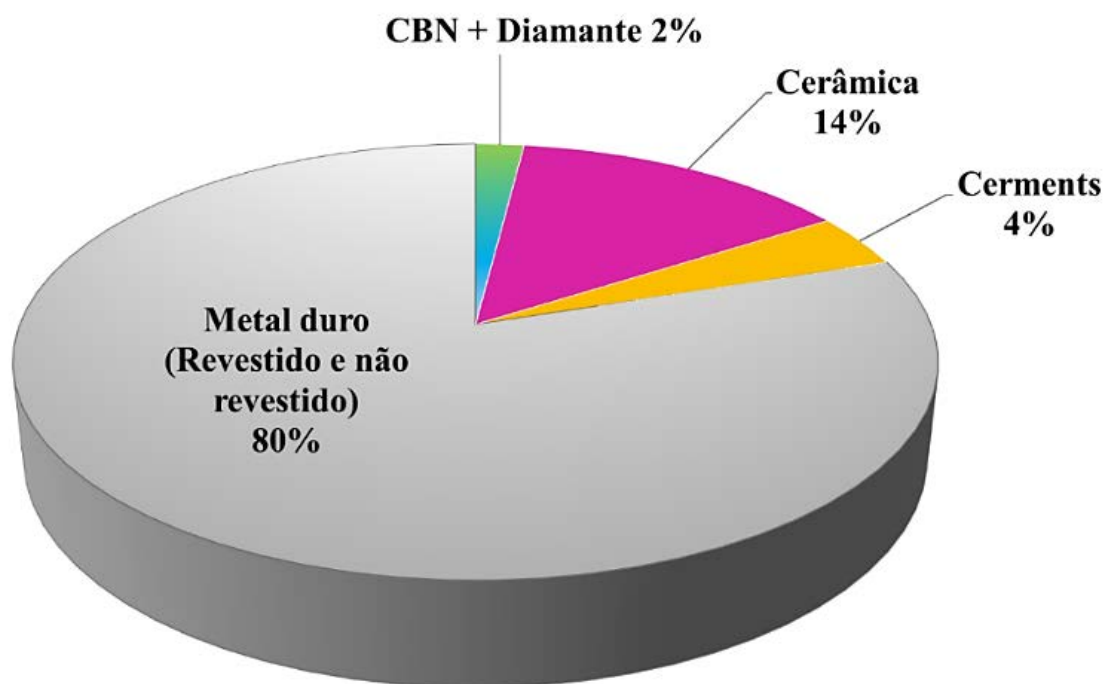


Figura 9 – Distribuição de mercado 2013, de acordo com “Ferramentas de corte 2014”
(DEDALUS CONSULTING, 2014 *apud* BOBZIN, 2016)

Com a predominância do metal duro na distribuição de mercado das ferramentas de corte, Figura 9, o potencial de aplicação de outro material como substrato, apresentando propriedades equivalentes, tem despertado o interesse da indústria. Um candidato para tal aplicação é o carbeto de nióbio. As comparações das principais propriedades do carbeto de Nióbio em relação ao WC foram observadas por WOYDT; 2015, onde destaca-se o elevado ponto de fusão do NbC (3520 °C) se comparado ao WC (2870 °C). Outra característica do

NbC que o torna atrativo para ser utilizado como ferramenta de corte é sua dureza a quente. Para o WC os perfis de microdureza tendem a cair em temperaturas em torno de 500-700 °C, sendo que para o NbC tal comportamento ocorre em temperaturas entre 900-1000 °C. Tal propriedade se torna importante, pois está relacionada a estabilidade das propriedades e a resistência ao desgaste e no processo de corte (WOYDT et al., 2016). No processo de corte as temperaturas de trabalho podem chegar até 1000 °C no contato entre peça e ferramenta, logo diversos tipos de desgastes são desencadeados. Embora o NbC tenha sido testado como substrato em ferramentas de corte numa ampla quantidade de peças (Uhlmann et al., 2016), os efeitos de deslocamento de revestimentos utilizados, mecanismos de desgastes encontrados e efeitos de defeitos micro estruturais tem se mostrado desafiador para sua imediata aplicação como ferramenta de corte. No contexto de tratamentos termoquímicos, o carbeto de nióbio se apresenta como ávido candidato a ser submetido a nitretação a plasma a fim de aumentar a dureza e consequentemente a resistência ao desgaste para sua aplicação como ferramenta de corte. Até o momento não se tem registros do processo de nitretação a plasma em ferramentas de corte de NbC-Co.

2.4. Processos térmicos e termoquímicos

Tratamentos de superfície para modificação de propriedades de materiais tem sido amplamente utilizado ao longo do tempo. Dentre os tratamentos conhecidos existem os tratamentos térmicos e termoquímicos, tais tratamentos podem ser utilizados para aumentar a dureza dos materiais, bem como a resistência ao desgaste. Nesses processos a difusividade da espécie atômica é extremamente importante quando inserida na matriz a ser tratada (solvente). Dentre os tratamentos conhecidos destacam-se: cementação, boretção, têmpera, carbonitretação e nitretação.

Tratamentos térmicos são definidos por operações de aquecimento e resfriamento controlados, que influenciam as características e propriedades de aços e ligas tratados por essa técnica, como por exemplo o processo de têmpera. Tal processo consiste no tratamento térmico para a produção de aços com estrutura martensítica, formado pelo rápido ou contínuo resfriamento em água, óleo ou ar, de uma mostra austenizada.

Tratamentos termoquímico visam a adição, por meio do fenômeno de difusão, de boro, carbono ou nitrogênio na superfície do material tratado. Seu objetivo principal é a formação de uma camada na superfície do material que promova características como aumento de dureza e resistência ao desgaste.

A cementação é um tratamento termoquímico, que consiste na introdução de carbono na superfície do aço. Tal processo ocorre a temperaturas acima de 900 °C, com o processo de mudança de fase e brusco resfriamento, podendo gerar grandes deformações.

Boretção consiste na adição de boro na superfície do aço por meio da difusão química, gerando assim a formação de boretos de ferro (Fe₂B e FeB), gerando assim uma liga composta por ferro e boro.

A nitretação é um processo termoquímico que proporciona um enriquecimento de nitrogênio na superfície dos materiais, (VATAVUK, 2008). Nesse processo ocorre o processo de difusão e precipitação de fases de forma simultânea, diferente dos processos de cementação e carbonitretação, onde apenas a difusão acontece. Atualmente existem diferentes modos de realizar esse processo, que são eles: Nitretação gasosa, nitretação em banho de sais e a modalidade mais recente desse tratamento, a nitretação a plasma (ALVES, 2001).

Tratamentos termoquímicos são diretamente influenciados pela solubilidade e difusão do elemento químico adicionado no aço e o potencial presente no meio, seja ele sólido, líquido ou gasoso.

2.5. Nitretação a plasma

Dentre as diferentes tecnologias de processamento de superfície, a nitretação a plasma, tem sido amplamente utilizada para a modificação de superfícies metálicas ao longo do tempo, (BELL, 1982; KORHONEN, 1983; PIZZOLATTI, 1988; GUERRA et al., 1998; EUGENIO; BERMUDEZ, 1999).

A nitretação destaca-se dentre os tratamentos termoquímicos conhecidos, pois proporciona sobre a superfície do material uma camada composta por duas regiões, denominada de camada nitretada. Tal processo acontece no campo onde não se tem variação volumétrica ocorrendo de forma significativa no material. A camada externa, próxima a superfície, é determinada como camada branca ou camada de nitretos. Abaixo dessa camada encontram-se a camada de difusão. Nessa camada encontram-se o nitrogênio na forma intersticial ou como precipitados de nitretos, (PINEDO, 2004).

O tratamento superficial por nitretação a plasma é uma técnica importante dentre os tratamentos superficiais utilizados para materiais como aço e suas ligas. O processo de nitretação a plasma ocorre quando se é imposta uma diferença de potencial elétrico entre a parede do reator (anodo) e a peça (catodo) que em condições controladas de temperatura, pressão e mistura gasosa, cobrindo completamente a superfície das peças (BITTENCOURT,

2004). Para gerar tal processo, se faz necessário gerar artificialmente uma atmosfera de plasma.

São considerados quatro estados físicos comumente conhecidos: sólido, líquido, gasoso e plasma. Os três primeiros estados físicos são encontrados com facilidade da natureza, entretanto o estado de plasma constitui 99% de tudo que existe no universo, a maior parte do que se encontra no rarefeito é plasma intergaláctico. Os raios e auroras boreais polares são outros exemplos naturais do estado de plasma. Os estados de plasma e gasoso apresentam algumas similaridades, como a capacidade de fluir no ambiente e a baixa densidade, (BITTENCOURT, 2004). O termo “plasma” também é referido como descarga elétrica, descarga gasosa ou descarga luminescente aplica-se a um gás contendo espécies eletricamente neutras ou carregadas. A Figura 10 apresenta os quatro estados físicos da matéria comumente considerados.

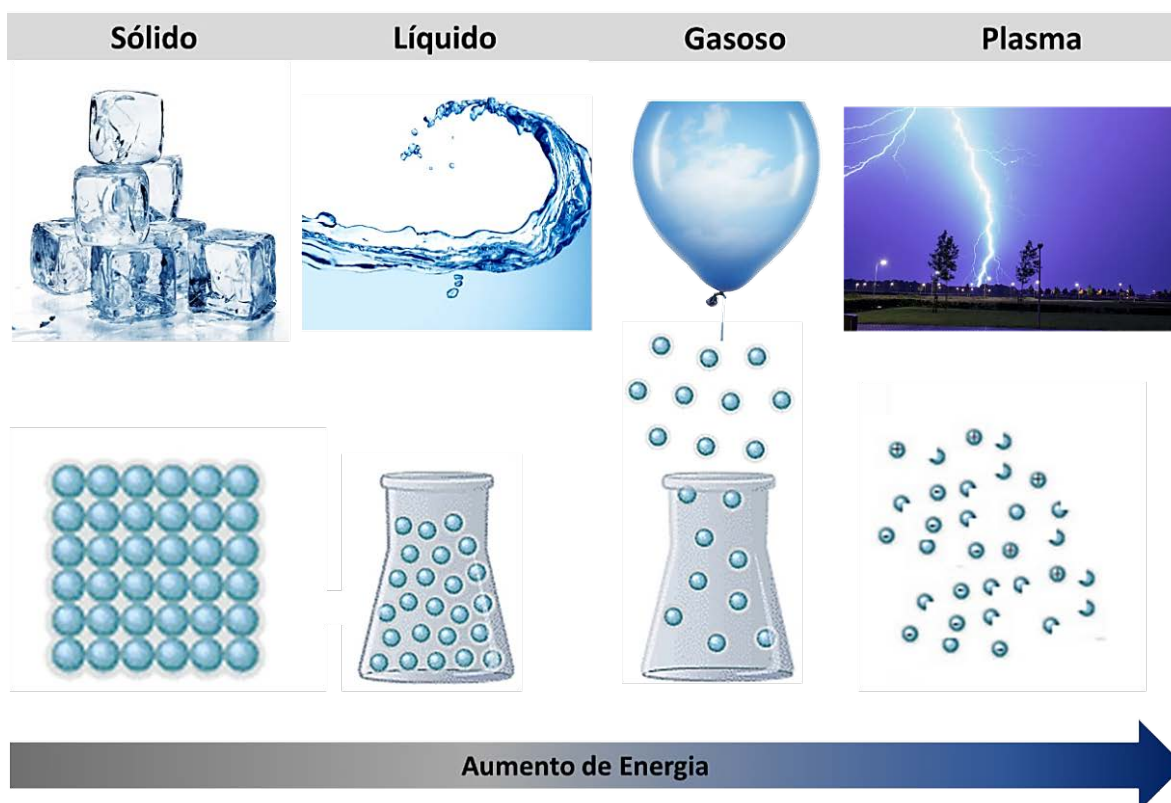


Figura 7 – Representação esquemática dos quatro estados da matéria. (Adaptado de GALVÃO, 2016)

As descargas elétricas são provocadas pela diferença de potencial entre duas porções de matérias, originando o processo de ionização, gerando um plasma que emite uma radiação eletromagnética. Essa diferença de potencial aplicada entre os dois eletrodos em uma

atmosfera de baixa pressão proporciona um campo elétrico que viabiliza a aceleração dos íons e elétrons do gás. Essas partículas pré-existentes são denominadas como elétrons primários (BITTENCOURT, 2004). As descargas elétricas são classificadas como: descargas elétricas do tipo escuras e descargas elétricas do tipo luminescentes. Para as descargas luminescentes uma parte da ionização é emitida em forma de luz, caracterizado pelo o espectro de cores que vão do roxo ao azul, a depender dos gases presentes em sua atmosfera. Dentro de uma descarga elétrica, diferentes regimes são identificados, são eles: Corona, de Townsend, Subnormal, Normal, Anormal e Regime de Arco. Na Figura 11 são apresentados de modo esquemático os principais regimes de descarga para uma curva característica da tensão x corrente entre dois eletrodos.

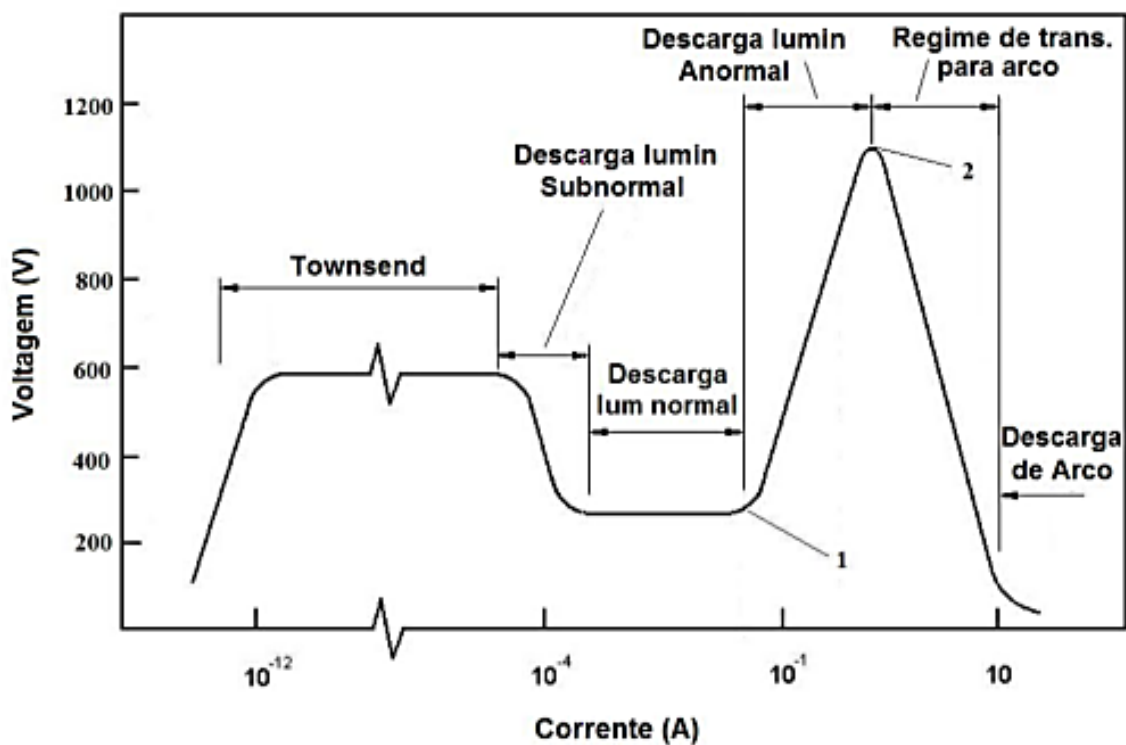


Figura 8 - Curva característica da tensão x corrente entre dois cátodos numa descarga elétrica (Adaptado de ROTH, 1995).

Os plasmas gerados artificialmente utilizados para processamentos de materiais, são identificados pelo o seu baixo grau de ionização e recebem a denominação de plasmas frios. Essa denominação se dá pela temperatura presente na atmosfera de plasma, variando entre 100°C e 1000°C e também está relacionado à diferença entre as energias dos elétrons em relação às energias das espécies neutras da atmosfera.

O processo de nitretação é um tratamento superficial termoquímico, que ocorre através do fenômeno de difusão. A difusão pode ser descrita como matéria sendo transportada através da matéria. A difusão termoquímica recebe este nome, pois a energia de ativação “Q” é a energia térmica ($Q_{\text{volume (grão)}} > Q_{\text{contorno de grão}} > Q_{\text{superfície}}$), (F. HOFFMANN AND P. MAYR, 1984). Os gradientes energéticos facilitam a movimentação de átomos através da estrutura sólida. A facilidade de difusão é diretamente proporcional a maior quantidade de energia de ativação (coeficiente de difusão).

Dentro dos grãos a movimentação dos átomos se dá:

- Através dos defeitos na rede cristalina;
- Através dos interstícios;
- Forçosamente substituindo átomos.

No caso das ligas a difusão é realizada concomitantemente pela:

- Na Superfície;
- Contorno de Grão;
- Através do volume sólido (Grão).

Seu objetivo é promover melhorias nas propriedades mecânicas, químicas e tribológicas dos materiais metálicos, por meio da incorporação de átomos de nitrogênio em sua superfície (ALVES, 2001). Esse incremento de átomos de nitrogênio na rede cristalina das superfícies metálicas, modifica as propriedades físicas e químicas nas camadas superficiais e sub superficiais dos materiais tratados. Com a nitretação, estruturas como nitretos podem ser gerados durante o processo de tratamento dos aços, do ponto de vista metalúrgico essas estruturas possuem características de extrema relevância, como elevada dureza, excelente estabilidade térmica, resistência à corrosão e boa resistência ao desgaste (PINEDO, 2004). Dentre as melhorias do processo de nitretação a plasma e as propriedades adquiridas destacam-se: aumento da dureza superficial, diminuição do coeficiente de atrito, resistência ao desgaste, melhorias em relação as propriedades de adesão e corrosão (RIZK e MCCULLOCH, 1979; PIZZOLATTI e ELBERN, 1988).

2.6. Fatores Influentes na Formação de Nitretos de Nióbio

Diversos parâmetros influenciam os tratamentos de superfícies dos materiais, como temperatura, tempo, dentre outros. Para os tratamentos térmicos e termoquímicos de materiais o parâmetro temperatura apresenta-se como o principal agente responsável pelas

transformações metalúrgicas. Processos onde o processo de difusão ocorre, a elevação desse parâmetro atua no aumento do processo de difusividade de elementos no material a ser tratado.

Como demonstrado por Borcz, 2010, a medida que se eleva a temperatura nos processos de nitretação a plasma de nióbio, existe uma maior tendência na formação de fases de nitretos de alta complexidade, como Nb_4N_3 , $\epsilon-NbN$ e Nb_5N_6 .

Na Figura 12 é apresentado o diagrama de fases nióbio-nitrogênio, onde é possível verificar as fases que podem ser formadas ao longo da variação de nitrogênio em uma liga Nb-N. Permitindo assim identificar as temperaturas de dissociação e fusão das ligas, concentrações de nitrogênio e mudanças de fases. A temperatura de fusão do nióbio metálico se apresenta em $2469^\circ C$.

Verifica-se que se alterar a concentração química do nitrogênio no tratamento de uma liga Nb-N é possível obter diferentes fases de nitretos, ou uma mescla de diferentes fases, alterando a composição final da liga. De tal modo, dentro do processo de nitretação a alteração da pressão do tratamento também pode influenciar na formação de fases de nitretos nas ligas tratadas, (SOUSA, 2008;VRANJICAN, 1992). Nota-se a influência da pressão de nitrogênio a na formação das fases de NbN, como quantidade de fases identificadas e microdureza. Em menores pressões, para o nióbio o surgimento de fases como $\beta-Nb_2N$ é favorecido, (Zhitomirsky,1998).

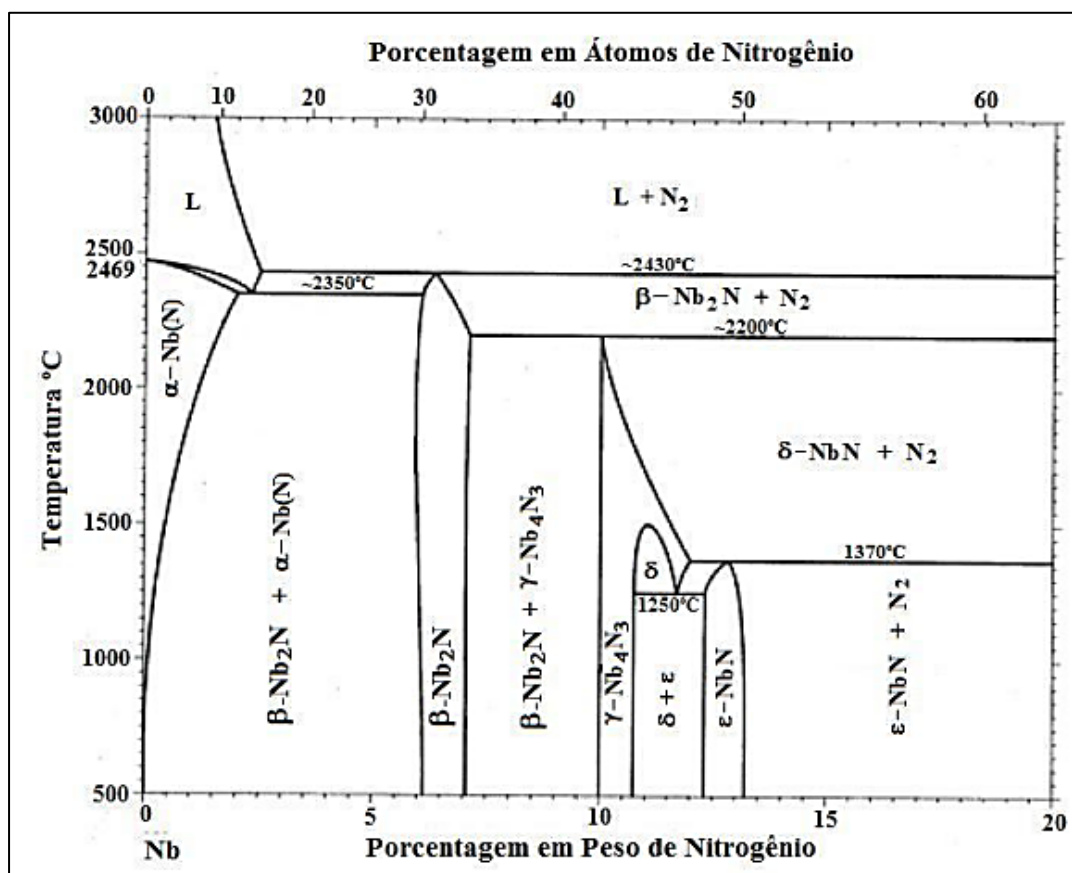


Figura 9 - Diagrama das fases Nb-N (Adaptado de ASM HANDBOOK, 1990)

A tabela 1 apresenta os nitretos de nióbio formados pelo o processo de nitretação a plasma para as ferramentas de corte de NbC-Co, em relação com as definições da literatura.

Tabela 1 - Principais fases e estruturas cristalinas para as respectivas composições em peso de nitrogênio nas ligas nióbio-nitrogênio para a liga estudada (ASM HANDBOOK, 1990).

Estado	Fase	Composição de Formação (% p N)	Estrutura Cristalina
Estável	ϵ -NbN	~13,1 a 20	Hexagonal simples
Estável	β -Nb ₂ N	~5,9 a 7	Hexagonal simples
Metaestável	Nb ₅ N ₆	~15,3	Hexagonal simples

3. Materiais e Métodos

Neste capítulo são descritas as características do aparato experimental, das ferramentas de corte e a metodologia de ensaios utilizada divididas entre a divisão de Fases denominadas como Fase I e Fase II.

3.1. Sequência lógica do método de execução de ensaios.

A sequência lógica da metodologia de ensaios foi dividida em duas fases, nomeadas como: Fase I e Fase II, demonstrada na Figura 13.

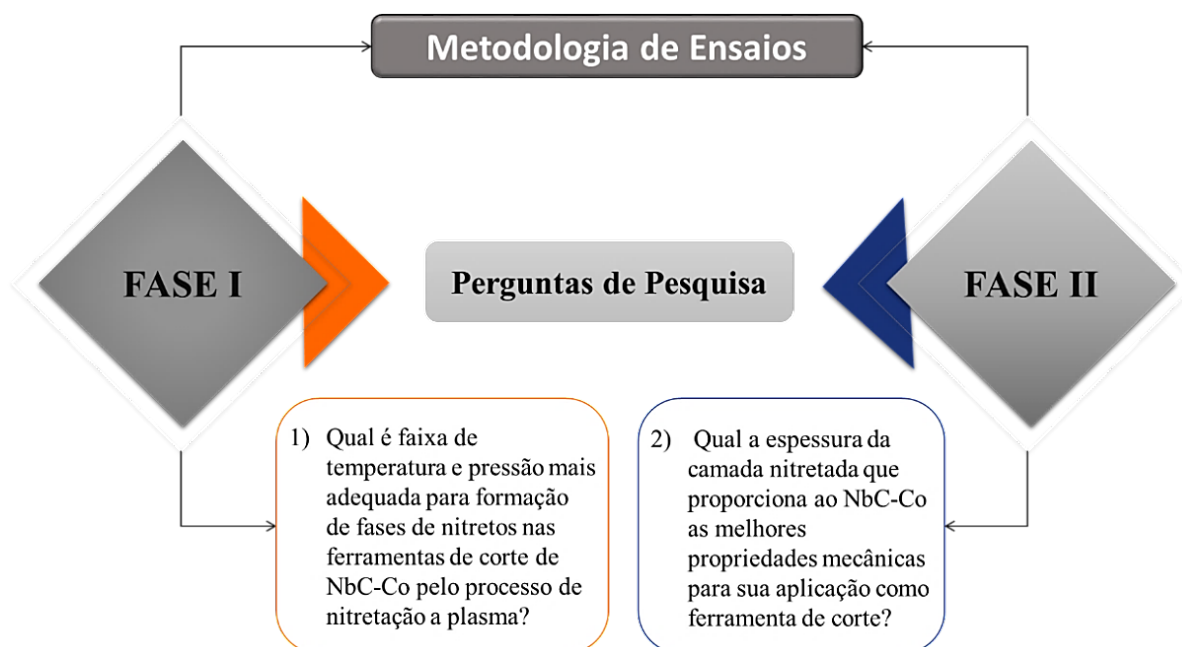


Figura 10 – Sequência Metodológica de Ensaios.

Cada uma dessas fases representa etapas interdependentes da execução dos ensaios, estruturadas de forma a responder as perguntas de pesquisas formuladas que direcionam o desenvolvimento deste estudo.

A Fase I foi desenvolvida para responder a primeira pergunta de pesquisa formulada, direcionada a compreender qual faixa de temperatura do processo de nitretação a plasma que fornece as melhores condições para a formação de fases de nitretos nas ferramentas de corte de NbC-Co. A Fase II foi desenvolvida para responder a segunda pergunta de pesquisa, direcionada para avaliar qual espessura da camada de tratamento que propicia ao material das

ferramentas de corte as melhores propriedades mecânicas. Para entendimento do desenvolvimento das duas fases propostas, as próximas subseções detalharão os equipamentos e materiais utilizados durante os tratamentos propostos.

3.1.1. Características das ferramentas de corte

Essa subseção trata do detalhamento das ferramentas utilizadas, durante as Fases I e II.

As ferramentas de corte utilizadas neste estudo foram projetadas para serem utilizadas em usinagem por torneamento externo e foram fabricadas conforme a designação ISO SNMA 190608 (inserto quadrado), sem quebra-cavacos. Para este objeto de estudo a geometria da ferramenta não se tornou um fator categórico, dessa forma uma geometria simplificada foi selecionada para os insertos.

As ferramentas foram adquiridas comercialmente e fabricadas por meio do processo de sinterização e submetidas ao processo de retificação para acabamento.

As ferramentas são compostas de uma liga, cujo elemento principal é o Carbetto de Nióbio (NbC), tendo como ligante o Cobalto (Co), Tungstênio (W) e Ferro (Fe). A faixa de composição química da estrutura presente nas ferramentas de corte estudadas é apresentada na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição química (% vol.) das pastilhas de Corte de NbC-Co.

(Adaptado de MONTENEGRO,2017.)

Composição química (% vol.)	NbC	Co	W	Fe
Ferramentas de corte de NbC	85.1	13.4	1.2	0.3

Nota-se que o elemento predominante nas ferramentas é o composto de NbC, tendo seu percentual em volume de 85,1%, seguido pelo o elemento Cobalto que apresenta o valor de 13,4%.

Os insertos após adquiridos foram limpos por solução de álcool isopropílico e algodão antes de serem colocados na câmara de tratamento, a fim de evitar qualquer tipo de contaminação com a atmosfera gerada durante o tratamento por nitretação a plasma.

Após o recebimento e limpeza das ferramentas de corte as mesmas foram submetidas ao processo de nitretação a plasma, no sistema de tratamento utilizado para esse estudo, detalhado na subseção 3.1.2.

3.1.2. Aparato experimental para nitretação a plasma

Essa subseção trata do detalhamento do aparato experimental de nitretação a plasma utilizado nos experimentos durante as Fases I e II. O aparato experimental consiste em um sistema para tratamento por plasma, que permite a realização de tratamento por nitretação e por PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition). Possui sistemas de vácuo, de alimentação de gases para o reator, de medição de pressão e uma fonte de alimentação elétrica.

O reator possui uma câmara de aço inoxidável com volume de 15,8 Litros, utilizado como meio de geração da atmosfera de tratamento. Os aços inoxidáveis austeníticos, como o AISI 304, apresentam as propriedades mais adequadas para a construção de câmaras de vácuo soldadas, entretanto encontram-se sua construção proveniente de outros materiais com propriedades inferiores para o uso, como o bronze e cobre, (CARPENTER, 1970). O reator possui duas janelas de observação de quartzo nas partes centrais da câmara que viabiliza a visualização e controle da atmosfera de tratamento.

O sistema de vedação da câmara entre a tampa e o costado externo é obtida através de anéis de silicone, tal tipo de vedação estende-se aos demais pontos de conexão do sistema, o nome utilizado para esse exemplo de vedação se dá por “O’rings”.

Para gerar a atmosfera de plasma utilizou-se uma fonte de tensão/corrente DC-pulsada, marca Advanced Energy, modelo Pinnacle Plus+, que recebe a tensão alternada de 220 V da rede elétrica. Utilizou-se tal sistema pela condição de operar “pulsando” a tensão (V), que atua garantindo a uniformidade da atmosfera de plasma e a compensação de carga durante o pulso reverso, impedindo que arcos se desenvolvam durante o processo de geração da atmosfera de tratamento (ALVES, 2001). Tal condição evita que durante o tratamento um aquecimento excessivo ocorra em regiões específicas do material, como por exemplo regiões com finas espessuras ou com pequenos diâmetros. A alimentação catódica do sistema é obtida através da fonte pulsada citada, que possui range de tensão entre 325 a 800 V, potência máxima de saída de 5 kW, corrente máxima de 35 A e período máximo de pulso igual a 2 μ s. Tal fonte foi projetada para atender as necessidades de pesquisa experimental para o tratamento proposto.

O sistema de tratamento conta com um medidor de temperatura (termopar), marca ECIL, do tipo WK2 (chromel-alumel), com diâmetro de 1,60 mm, revestido com tubos cerâmicos que o isolam eletricamente da atmosfera de tratamento. Sua faixa de operação é de 0 a 1200 °C e está alocado na parte inferior do reator, em contato direto com o “porta amostra” utilizado, o qual atende como suporte mecânico e como contato da fonte para o catodo durante o tratamento. Para verificação da temperatura captada pelo termopar durante os experimentos utilizou-se um multímetro digital, da marca Minipa, modelo ET-2082C, que está conectado ao termopar.

Os sistemas de tubulações dos gases utilizados foram confeccionados em cobre de pureza comercial e vedados por conexões de latão em formato de anel. A alimentação de gases fornecida ao sistema foi feita através de cilindros comerciais de nitrogênio, hidrogênio e argônio de ultra pureza.

O sistema de vácuo do sistema é realizado por intermédio de uma bomba mecânica da marca Edwards, modelo E2M18, de duplo estágio que possui uma válvula mecânica para acionamento. Nesse sistema o gás é confinado, comprimido e direcionado da baixa pressão da câmara, de 10^{-3} Torr, para a alta pressão na lateral da bomba, onde é direcionado e expelido para a atmosfera, proporcionando a condição de vácuo dentro da câmara de tratamento. Tal sistema também é responsável pela manutenção da atmosfera de plasma durante o tratamento por nitretação.

A pressão de trabalho foi verificada através de um medidor de pressão absoluta da marca Edwards, modelo TIC Inst Cont 40W, tipo Pirani, para faixa de trabalho de 10^{-3} Torr a 102 Torr. O ponto calibrado no equipamento como sendo a pressão de fundo de escala utilizada no equipamento foi de 10^{-3} Torr.

Na Figura 14 é apresentado o esquema interno do sistema de tratamento, onde são indicados os principais componentes como sistema de entrada de gases, sistema para quebra de vácuo, fonte de alimentação, aterramento, localização da amostra a ser tratada e porta amostra utilizado.

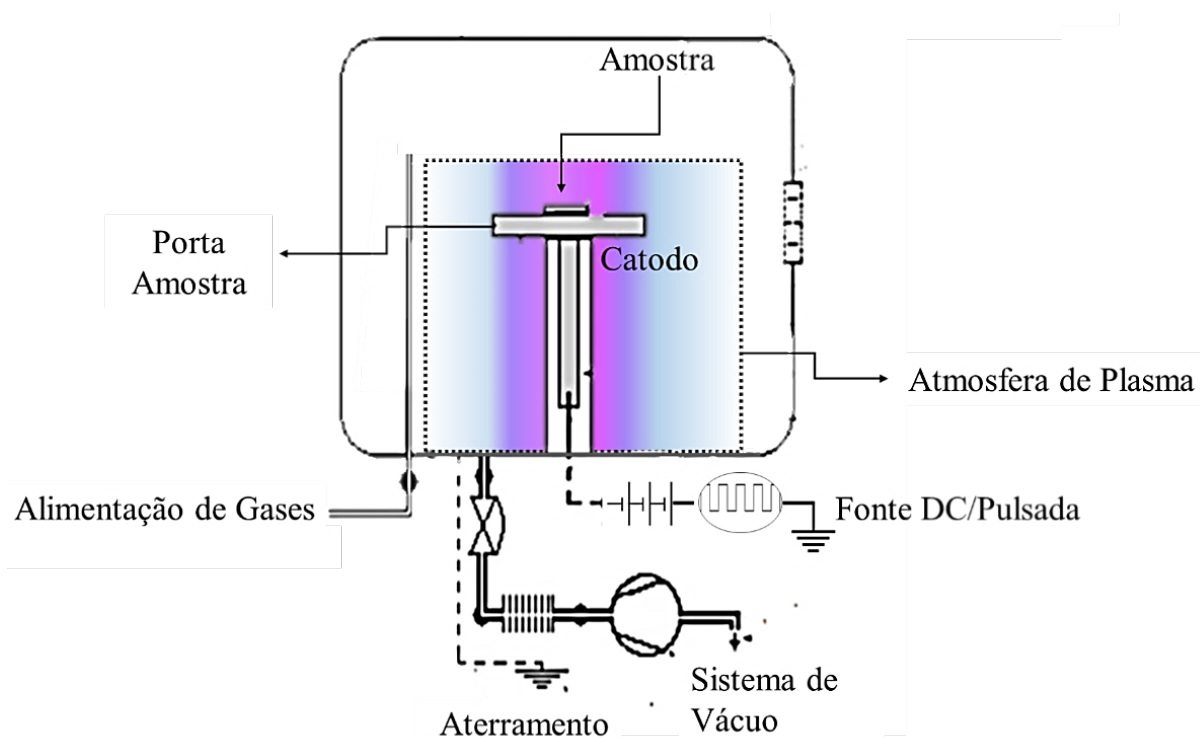
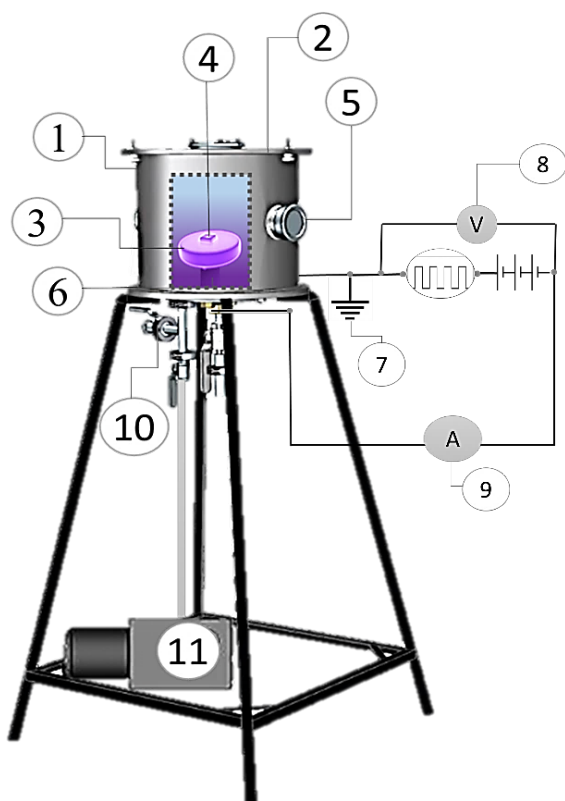


Figura 11 – Desenho esquemático do interior da câmara de tratamento utilizada para os processos de nitretação a plasma.

Na Figura 15 é apresentado o esquema integrado do sistema de tratamento, onde são indicados os principais componentes e as configurações utilizadas para o trabalho apresentado. Esse detalhamento fornece as informações necessárias para entendimento do sistema, além do detalhamento ilustrado de cada componente.



Detalhamento componentes

1. Câmara de Descargas
2. Tampa de acesso
3. Porta amostra em atmosfera de plasma
4. Amostra em atmosfera de plasma
5. Janela de observação com visor de quartzo
6. Termopar
7. Aterramento
8. Fonte de alta tensão DC/Pulsada - Controle de tensão do plasma
9. Controle de corrente do plasma
10. Válvula de evacuação da câmara de gases
11. Bomba de Vácuo

Figura 12 – Representação esquemática do sistema de tratamento.

(Adaptado de LEME, 2016).

O tratamento por nitretação a plasma requer uma sequência de operações definidas e minuciosas, a fim de garantir consistência nos resultados dos experimentos e boas condições de tratamento.

Logo as sequências de operações para correta realização dos experimentos e manuseio de forma segura seguem descritas, tal método foi aplicado nos experimentos das Fases I e II:

1. Introdução das ferramentas de corte no suporte para amostras (cátodo) dentro da câmara de tratamento;
2. Fechamento da câmara de tratamento com a tampa de acesso superior;
3. Acionamento da bomba de vácuo em botão on/off. Abertura da válvula mecânica de acionamento do sistema para posição aberta;
4. Início da evacuação primária na câmara de tratamento e nas linhas de gases a serem utilizadas, até a pressão atingir a marca de $7,5 \times 10^{-3}$ Torr em todo o sistema de tratamento;

5. Atingido a pressão estabelecida inicia-se a introdução dos gases a serem utilizados na atmosfera de vácuo, introduzindo a mistura de gases (30% H₂ + 70% Ar₂), através dos fluxímetros de pressão;
6. Após a estabilização da pressão liga-se a fonte e colocam-se os parâmetros a serem utilizados no tratamento, como potência, corrente e tensão;
7. Com a definição dos parâmetros aciona-se o plasma para início do tratamento;
8. Manipula-se lentamente os parâmetros de tensão para chegar a marca de 400 V, para obtenção de um plasma estável de baixa intensidade. Todos os experimentos foram iniciados com a tensão de 400 V, para as Fases I e II;
9. Regulando-se lentamente a pressão dos gases para aproximadamente 10⁻¹ Torr, inicia-se a etapa de limpeza superficial das amostras por bombardeamento iônico (sputtering). Essa etapa também é responsável por fornecer a rampa de temperatura e pressão do tratamento até os parâmetros desejados;
10. Após o alcance dos parâmetros estabelecidos inicia-se a etapa de nitretação, onde nitrogênio é inserido na mistura de gases (70% N₂ + 15% H₂ + 15% Ar) com os parâmetros de tratamentos definidos, pelo o tempo determinado para cada Fase;
11. Após o ciclo de nitretação completar-se, desliga-se a fonte de potência;
12. Inicia-se o resfriamento do sistema de tratamento e amostras na câmara de tratamento em atmosfera de 100% em volume de argônio. Após aproximadamente 160 minutos de resfriamento desliga-se o sistema de vácuo;
13. Abre-se a câmara de tratamento e retira-se as amostras para as caracterizações necessárias com auxílio de uma pinça.

O arranjo físico do sistema de tratamento utilizado está instalado no Laboratório de Plasmas e Processos (LAB – LPP), pertencente ao Departamento de Física de Plasmas do Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA. A Figura 16 demonstra uma imagem da instalação laboratorial utilizada para o processo de nitretação.



Figura 13 – Sistema de tratamento por plasmas de parede simples, com aquecimento direto por plasma. Pertencente ao Laboratório de Plasmas e Processos (LAB-PP), laboratório vinculado ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA.

Com a intenção de garantir a qualidade da atmosfera de tratamento do reator, executou-se limpeza de seus componentes a cada tratamento realizado. O processo de limpeza é destinado as partes metálicas, vidro e cerâmicas expostas à atmosfera de tratamento. Esse procedimento foi realizado através do processo de lixamento manual, com lixas de 400 e 600 μm , além de tripla limpeza de cada componente com álcool hidratado, seguido de processo de secagem em ambiente natural.

A limpeza de cada componente é necessária por conta do bombardeamento iônico decorrente do processo de nitretação. Esse processo gera a aderência de material metálico aos componentes de isolamento da câmara, podendo interferir no processo de nitretação.

Na Figura 17, é demonstrado cada componente interno da câmara de tratamento e suas descrições.

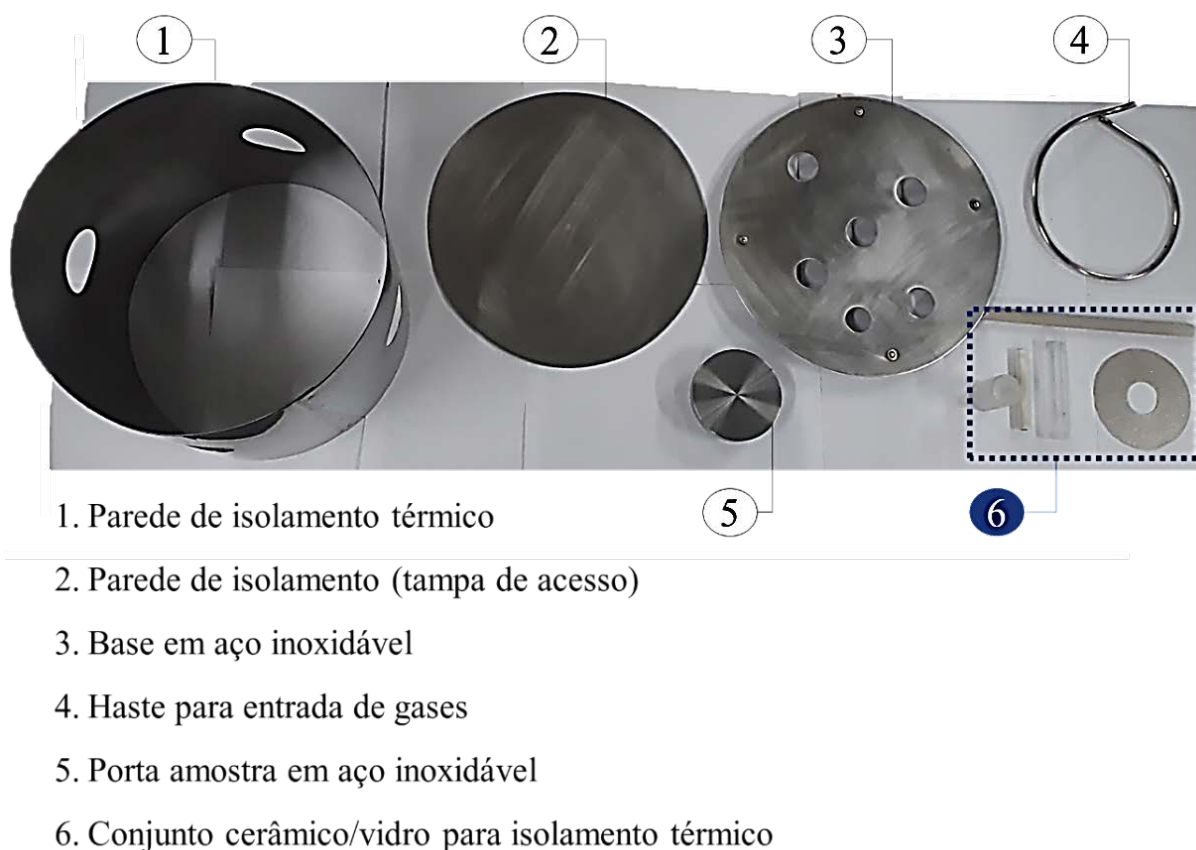


Figura 14 – Componentes internos da câmara de tratamento.

Na Figura 18, são demonstrados os componentes internos montados na câmara de tratamento após a limpeza, com uma ferramenta de corte de NbC-Co prestes a receber o tratamento por nitretação a plasma.



Figura 15 – Componentes de isolamento montados na câmara de tratamento com uma ferramenta de corte de NbC-Co.

3.1.3. Técnicas de caracterização para avaliação de propriedades e microestruturas

As caracterizações das amostras antes e após os tratamentos por nitretação foram realizadas a fim de analisar as alterações associadas ao tratamento realizado, como as fases formadas, a morfologia da superfície das ferramentas, as evoluções microestruturais e dureza do material. Para realizar essas caracterizações, foram utilizadas as seguintes técnicas:

- **Identificação e caracterização de precipitação de fases:** Para determinação das fases presentes na superfície das amostras analisadas, utilizou-se a técnica de Difração de Raios-X (DRX). As avaliações foram realizadas no Laboratório

de Materiais (LabMAT), do Departamento de Física do Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA. Utilizou-se o equipamento modelo PANalytical Empyrean, tubo (ânodo) de cobre (Cu) entre 20° e 90°, com passo de 0,02°.

- **Análise da estrutura cristalina superficial:** Com objetivo de analisar a estrutura superficial das amostras, análises por microscópio eletrônico de varredura do tipo Field Emission Gun (FEG), marca Vega3, (baixo vácuo) foram realizadas. O equipamento é pertencente ao Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS), localizado no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE). As ampliações foram de 500x a 30.000x.
- As técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e análise em Microsonda de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS), foram realizadas no Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA. O equipamento MEV utilizado é do modelo Vega3 meXMU (TESCAN) baixo vácuo, nos modos de imagem por elétrons secundários – SE (Secondary Electron) e retroespalhados – BSE (Backscattered Electron), equipado com um sistema para espectroscopia de energia dispersiva x-act SDD 10 mm² (OXFORD Instruments).
- **Análise de dureza superficial:** As avaliações de microdureza foram realizados no Laboratório de Materiais, do Departamento de Materiais do Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA. O equipamento utilizado foi um DuraScan 50 DS-50 (EMCOTEST), as durezas em escala Vickers com microindentador, utilizando a escala HV 0.2 (1,1961 N). Para manter a integridade das medições, as distâncias da borda da amostra e entre uma indentação seguiram a recomendação da Norma Vickers EN ISO 6507m.
- **Análise da rugosidade superficial:** Para avaliação da morfologia superficial das amostras, foi utilizado análises topográficas cujo princípio baseia-se na refração do comprimento de onda da luz conforme diferentes ângulos ao atravessar uma lente, denominado Microscópio Confocal de Aberração Cromática, modelo Cyber – CT100. Pertencente ao Centro de Competência em Manufatura – CCM, laboratório vinculado ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA. Com essa técnica foram realizadas as análises de rugosidade Ra em uma área de 0,8 por 0,8 mm na superfície das ferramentas de corte, segundo norma ISO. O passo de medição foi definido como sendo 10 µm para todas as amostras. Com a técnica utilizada tornou-se possível

determinar a rugosidade superficial da amostra antes e depois do tratamento por nitretação a plasma. A Figura 18 demonstra esquematicamente a região analisada na superfície das amostras de NbC-Co em visualização 3d, por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura. Na região selecionada de cada ferramenta analisada foi retirada a média de 5 perfis de rugosidade Ra e o desvio padrão dos valores avaliados, tantos para as ferramentas tratadas quanto para as sem tratamento. A Figura 19 apresenta a região analisada nas ferramentas de corte, para as Fases I e II.

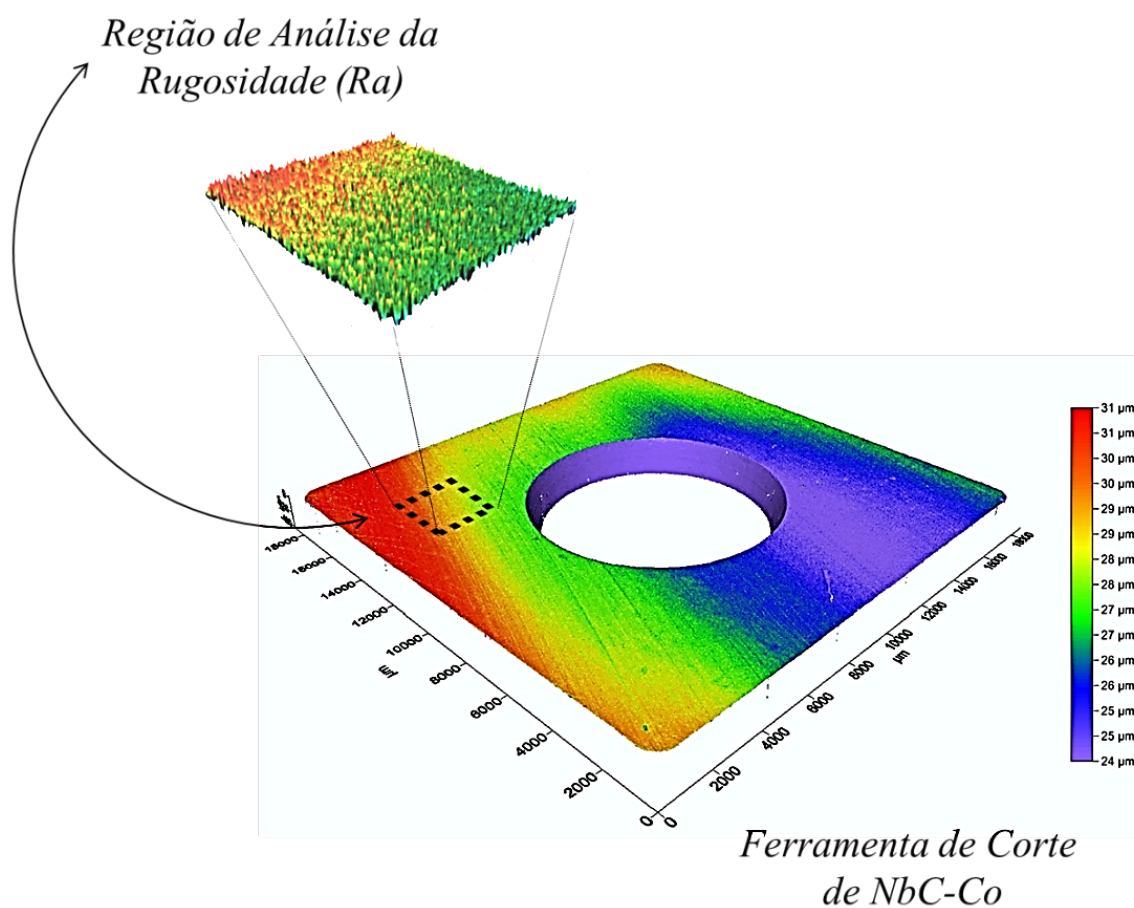


Figura 16 - Análise 3d da superfície da ferramenta de corte de NbC-Co sem tratamento, por meio da técnica de microscopia óptica por aberração cromática.

3.2. Descrição metodológica da Fase I

A sequência metodológica da Fase I, visa investigar os parâmetros de nitretação a plasma que influenciam o processo de formação de nitretos nas ferramentas de corte de NbC-

Co. Assim como as caracterizações necessárias para avaliação das propriedades mecânicas e microestruturais que o tratamento propiciou às ferramentas.

Inicia-se com o processo de aquecimento das amostras na câmara de tratamento, por meio de uma pré limpeza do sistema e das amostras denominado na literatura como processo de sputtering (LIEBERMAN; LICHTENBERG, 2005; HOMERO SANTIAGO MACIEL; ALVES, 2001). Esse processo foi realizado por intermédio de bombardeamento iônico em atmosfera controlada, utilizando fluxômetros que medem fluxo em sccm dos gases utilizados no processo. Para esse processo foi utilizado em 100 sccm (Standard Cubic Centimeter per minute) com 70% em volume de argônio e 30% de hidrogênio. O tempo desse processo fornece a rampa de aquecimento até a temperatura e pressão desejada para o tratamento, o processo de sputtering ocorreu em aproximadamente 60 minutos. Para as Fases I e II o processo de sputtering foi realizado nas mesmas condições para todas as amostras.

Ao atingir a temperatura e pressão estabelecida é iniciado o tratamento por nitretação, onde Nitrogênio é inserido na atmosfera de tratamento. Nessa etapa a atmosfera é composta por uma mistura de Nitrogênio, Hidrogênio e Argônio, nas proporções de (70% N₂, 15% Ar e 15% H₂). Na Fase I o tempo de tratamento da etapa de nitretação teve duração de 2 horas, na Fase II os experimentos foram realizados nos tempos de 2,3 e 4 horas. Sabe-se que o tempo de 2 horas de nitretação propicia uma boa formação de camadas de nitretos (NbN) em tratamentos realizados em aço Nióbio (BORCZ, 2010). Dessa forma na Fase I foi determinado, para todos os experimentos, o tempo de 2 horas de tratamento nas condições propostas. Após o tratamento as amostras foram resfriadas no próprio sistema sob a manutenção do fluxo gasoso de argônio por aproximadamente 160 minutos.

As nitretações a plasma foram conduzidas de modo a avaliar principalmente a influência da temperatura e da pressão no tratamento de NbC-Co. Para isso foram utilizadas as temperaturas e pressões apresentadas na Tabela 3. Objetivando-se analisar a influência das variações desses parâmetros em relação ao: surgimento de novas fases no material, espessura da camada tratada, aumento da dureza superficial, rugosidades apresentadas e evoluções microestruturais.

Tabela 3 – Condições de tratamentos adotados durante a Fase I durante 2 horas de nitretação .

Pressão (Torr)	Temperatura (°C)				
	480	530	580	600	700*
1,5	480	530	580	600	700*
3	480	530	580	600	700

** A configuração do sistema de tratamento não permitiu a realização do experimento nessa condição.*

As temperaturas para os tratamentos foram adotadas de forma gradativa de 480°C para temperatura de 700°C. A temperatura de 700°C foi adotada como sendo a máxima temperatura que se pôde alcançar, com as configurações do sistema de tratamento utilizado, certificando um processo seguro de manuseio. O período máximo de pulso utilizado foi de 2 μ s durante os experimentos, segundo ensaios realizados previamente esse período se mostrou eficiente para manter o plasma estável durante o tratamento. As pressões utilizadas nos tratamentos foram de 1,5 e 3 Torr (aproximadamente 200 e 400 Pa), para um fluxo de mistura gasosa de 100 sccm controlado por meio de medidores eletrônicos de vazão. As amostras receberam as nomenclaturas de acordo com os parâmetros de tratamentos determinados, demonstrados na Tabela 3. Na Fase I foram realizados os tratamentos de 10 ferramentas de corte sob diferentes condições de tratamento, nomeadas de T01 a T10 progressivamente.

Tabela 4 – Nomenclatura e condições de tratamento das amostras utilizadas na Fase I durante 2 horas de nitretação.

Nomenclatura	Pressão (Torr)	Temperatura (°C)
T01_P3_T700	3	700
T02_P3_T480	3	480
T03_P3_T530	3	530
T04_P1.5_T600	1,5	600
T05_P3_T600	3	600
T06_P3_T580	3	580
T07_P1.5_T530	1,5	530
T08_P1.5_T580	1,5	580
T09_P1.5_T480	1,5	480
T10_P1.5_T700 *	1,5	700

** A configuração do sistema de tratamento não permitiu a finalização do experimento nessa condição de ensaio.*

Na realização dos experimentos foi utilizada uma fonte de tensão pulsada, onde a tensão variou de 430 Volts a 630 Volts durante os experimentos, sendo que o limite de tensão da fonte é de 800 Volts. Após o término da etapa de tratamento por nitretação, pelo tempo estipulado, as amostras foram resfriadas no próprio sistema de tratamento sob uma atmosfera de 100% em volume de argônio.

A sequência metodológica adotada para a Fase I é direcionada a responder a primeira pergunta de pesquisa proposta. A sequência possibilita a compreensão dos parâmetros adotados para o processamento das ferramentas de corte e as análises referentes as avaliações das propriedades mecânicas e microestruturais alcançadas.

Para a Fase I os seguintes parâmetros se tornaram fixos na câmara de tratamento:

- Material tratado (ferramentas de corte de NbC-Co);
- Fluxo de gases para a etapa de sputtering (70% Ar e 30% H₂);
- Fluxo de gases para a etapa de nitretação (70% N₂, 15% Ar e 15% H₂);
- Tempo de tratamento para a etapa de nitretação (2 horas).
- Os parâmetros interdependentes para essa fase foram:
 - Temperatura (°C);
 - Pressão (Torr);
 - Tensão (Volts).

Na Figura 20 é demonstrada a sequência teórica experimental utilizada na Fase I.

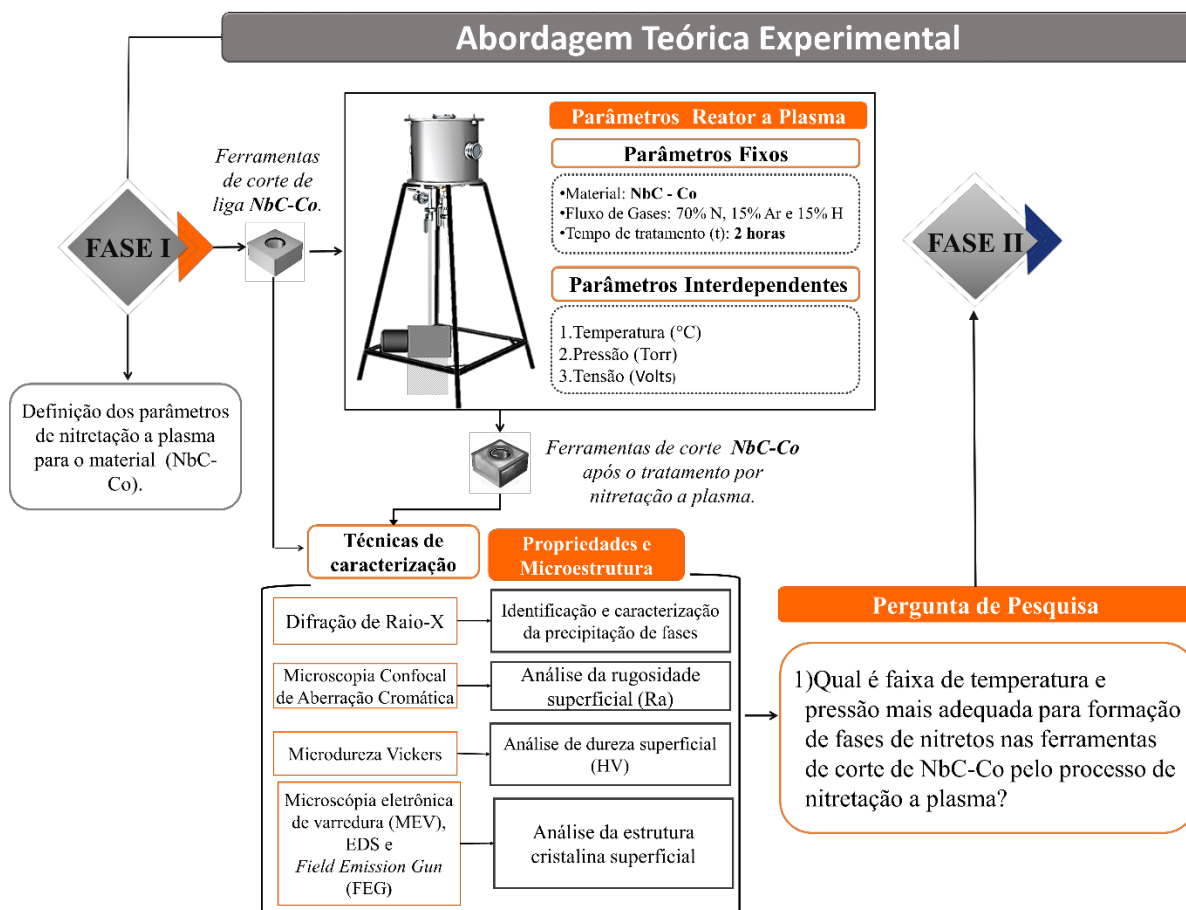


Figura 17 – Sequência metodológica de ensaios para a Fase I.

3.2. Descrição metodológica da Fase II

A Fase II é destinada a responder a segunda pergunta de pesquisa elaborada a direcionar o desenvolvimento desse estudo. A sequência metodológica dessa Fase, visa investigar a relação do tempo de tratamento com a espessura da camada de nitretos e as propriedades alcançadas com a variação desse parâmetro.

Com a seleção da melhor condição de tratamento por nitretação, resultante da abordagem teórica experimental da Fase I, na Fase II as ferramentas de corte foram conduzidas novamente ao sistema de tratamento para investigações de diferentes tempos de tratamento por nitretação

Para a Fase II os demais parâmetros do reator, já selecionados na Fase I como sendo os parâmetros interdependentes mais adequados para a nitretação das ferramentas de corte de NbC-Co, tornaram-se parâmetros fixos. Dessa forma o parâmetro tempo de tratamento na etapa de nitretação foi a única variável investigada. O tempo de sputtering do processo continuou o mesmo para todas as amostras.

Parâmetros que se tornaram **fixos** na câmara de tratamento durante a Fase II:

- Material tratado (ferramentas de corte de NbC-Co);
- Fluxo de gases para a etapa de sputtering (70% Ar e 30% H₂);
- Fluxo de gases para a etapa de nitretação (70% N₂, 15% Ar e 15% H₂);
- Temperatura (°C);
- Pressão (Torr);
- Tensão (Volts).

Segundo evidenciado no Capítulo 4 os parâmetros de temperatura e pressão identificados durante a Fase I, como sendo os melhores parâmetros para nitretação a plasma das ferramentas de corte de NbC-Co, são os parâmetros utilizados na amostra T04_P1.5_T600. Dessa forma, tais parâmetros foram reproduzidos na Fase II tendo a dissensão de que o tempo de tratamento se tornou o único parâmetro variável, investigado nas condições de 2, 3 e 4 horas de tratamento durante a etapa de nitretação.

Tabela 5 demonstra os parâmetros utilizadas na Fase II nos tempos determinados com as nomenclaturas determinadas.

Tabela 5 – Nomenclatura e condições de tempo de tratamento das amostras utilizadas na Fase II.

Nomenclatura	Tempo (Horas)	Pressão (Torr)	Temperatura (°C)
T11_P1.5_T600_2h	2 horas	1,5	600
T12_P1.5_T600_3h	3 horas	1,5	600
T13_P1.5_T600_4h	4 horas	1,5	600

Após os experimentos as amostras foram direcionadas as técnicas de caracterização para análise de propriedades mecânicas e microestruturais provenientes dos tratamentos. Na Figura 21 a abordagem teórica experimental utilizada nessa Fase é ilustrada.

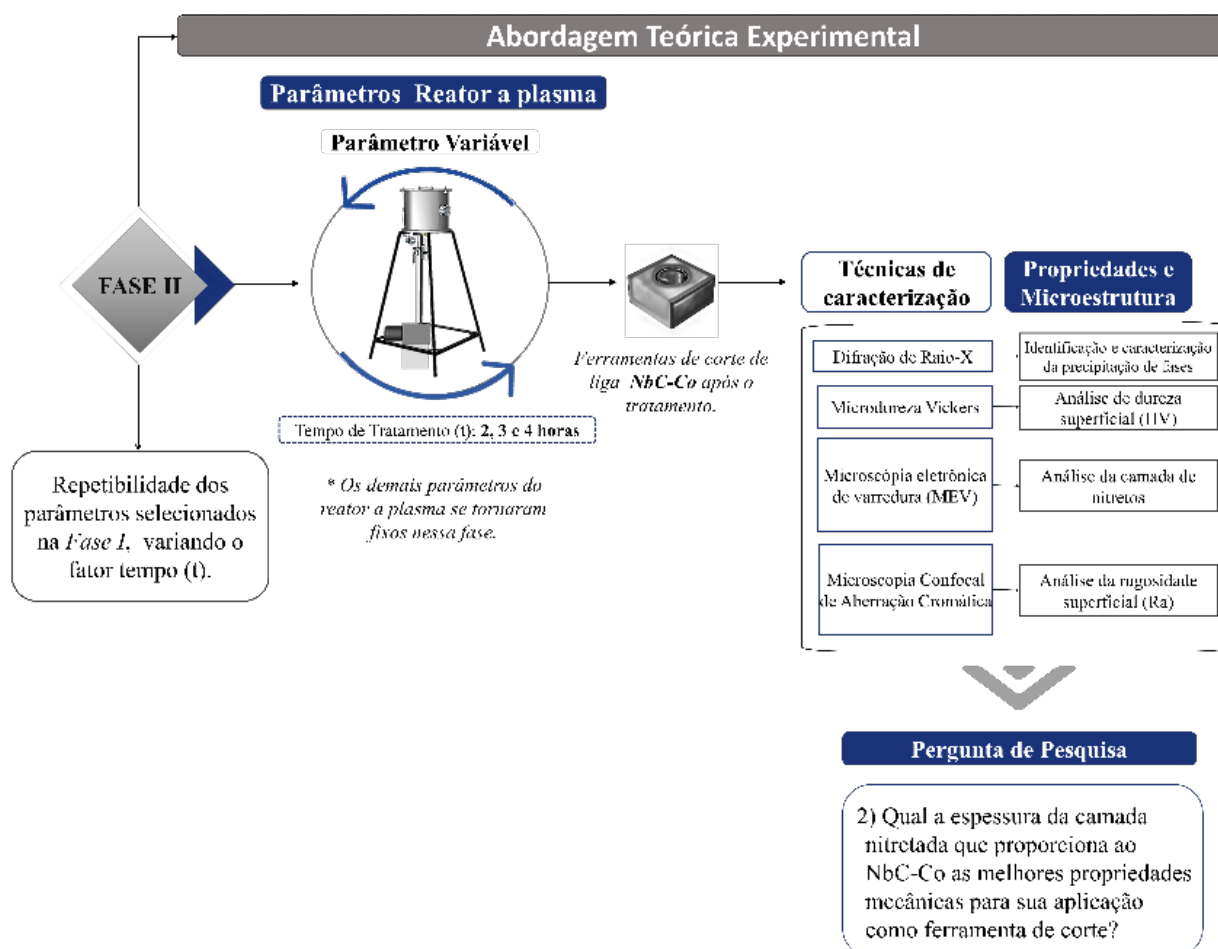


Figura 18 – Sequência metodológica de ensaios para a Fase II.

4. Resultados e discussões

4.1.1. Fase I e Fase II – Variáveis iniciais de processamento

Os resultados da curva de temperatura em função do tempo do processo de nitretação a plasma para a amostra T01_P3_T700 podem ser observados na Figura 22. Indicando as etapas de aquecimento (Sputtering) e nitretação que o tratamento transita e também quais gases e em qual percentual foram utilizados durante as etapas de processamento durante a realização do experimento.

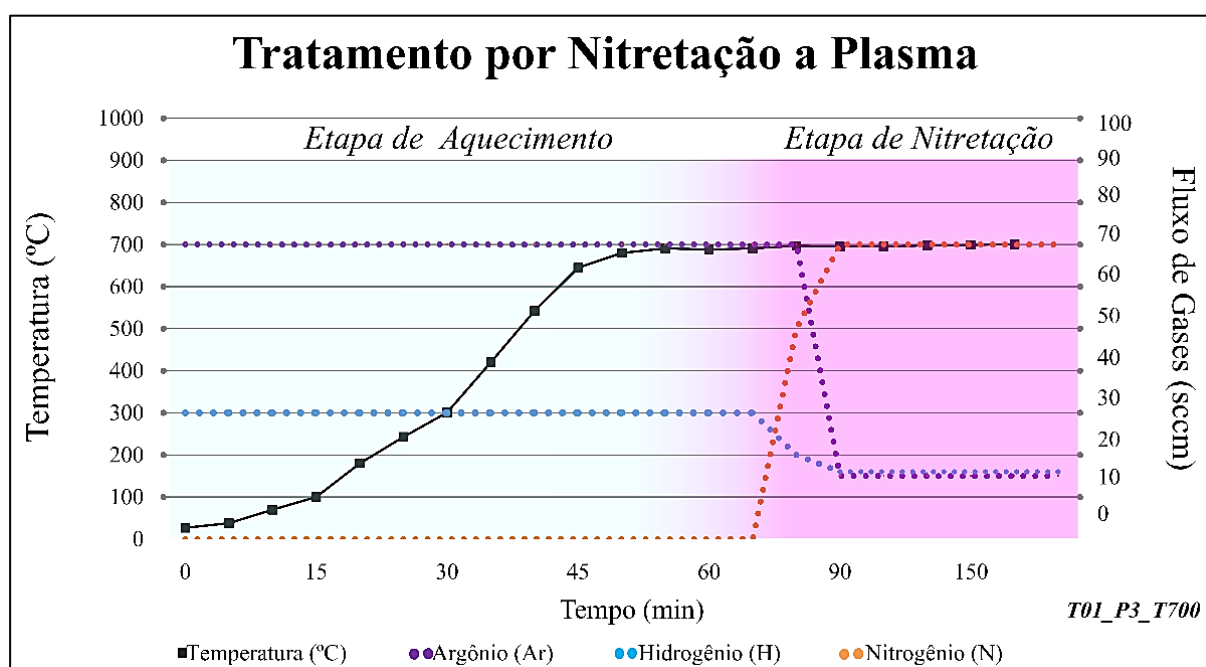


Figura 19 – Curva da temperatura em função do tempo para o processo de aquecimento (*Sputtering*) e nitretação representado pela amostra T01_P3_T700.

Todos os experimentos foram submetidos ao processo de aquecimento (sputtering) nas mesmas condições de tratamento, descritos no capítulo 3. Devido ao sistema de tratamento utilizado, esse processo também é responsável por fornecer a curva de temperatura até a estabilização do processo para o tratamento de nitretação a ser realizado. Para todas as amostras utilizadas neste trabalho, durante as duas Fases propostas, o processo de aquecimento se manteve pariforme. A curva da variável temperatura aumentou

gradativamente em aproximadamente 50 °C a cada 10 minutos. Durante esse processo foi utilizada atmosfera composta por 70% em volume de argônio e 30% em volume de hidrogênio, correspondente a 70 sccm e 30 sccm de fluxo respectivamente. O fluxo de nitrogênio se manteve desligado nessa etapa.

A utilização do argônio nessa etapa de processamento está relacionada com sua maior efetividade como agente de sputtering. O argônio tem massa atômica maior que outros gases utilizados no processo, (Argônio: 39,948 u; Hidrogênio: 1,00794 u) dessa forma as colisões geradas resultam numa maior propagação de defeitos na estrutura cristalina superficial. Esse fator propicia a retirada de possíveis óxidos presentes na superfície que podem impedir a entrada do nitrogênio para a realização do processo de difusão, proporcionando assim uma camada nitretada mais espessa (DOS REIS, 2011). Os processos de sputtering duraram cerca de 60 minutos e foram repetidos, nessas condições, para todas as amostras utilizadas nesse estudo, tanto na Fase I quanto na Fase II.

Após a estabilização da temperatura imediatamente foi iniciado o processo de nitretação, onde foi adicionado a atmosfera de plasma 70% em volume de nitrogênio e 15% em volume de argônio e 15% em volume de hidrogênio. Ao todo o tratamento para a etapa de nitretação foi de 120 minutos para todas as amostras utilizadas durante a Fase I.

A utilização do hidrogênio com porcentagem maior que 5% na mistura de gases tanto no processo de aquecimento como no de nitretação diminui a incidência da formação da camada escura na camada de nitretos, proporcionando melhores resultados em relação a espessura e micro dureza da camada, como também a estabilização da atmosfera de plasma (FONTANA, 1991).

Nota-se que a temperatura durante a etapa de nitretação se manteve estável durante todo o tratamento e o fluxo de gases também se manteve com a proporção determinada, tornando o processo controlado e condizentes com os parâmetros propostos.

Todas as amostras durante a Fase I e Fase II obtiveram a mesma estabilidade para os parâmetros selecionados durante os experimentos, para as duas etapas de tratamento: aquecimento (sputtering) e nitretação.

As amostras da Fase I (T01_P3_T700 a T09_P1.5_T480) e Fase II (T11_P1.5_T600_2h; T12_P1.5_T600_3h; T13_P1.5_T600_4h), apresentaram o mesmo comportamento em relação as etapas de tratamento (aquecimento e nitretação), ou seja, foram alcançadas condições estáveis durante essas etapas. Entretanto para o experimento da Fase I, para a amostra T10_P1.5_T700, nessa condição o tratamento não foi suportado pelo sistema

de nitretação, gerando instabilidade durante o processo e abertura de arcos constantes. Dessa forma, o tratamento foi interrompido e seus resultados não foram considerados nas discussões apresentadas no Capítulo 4.

A Figura 23 apresenta a foto da amostra T01_P3_T700 recebendo o tratamento por nitretação em atmosfera de plasma.

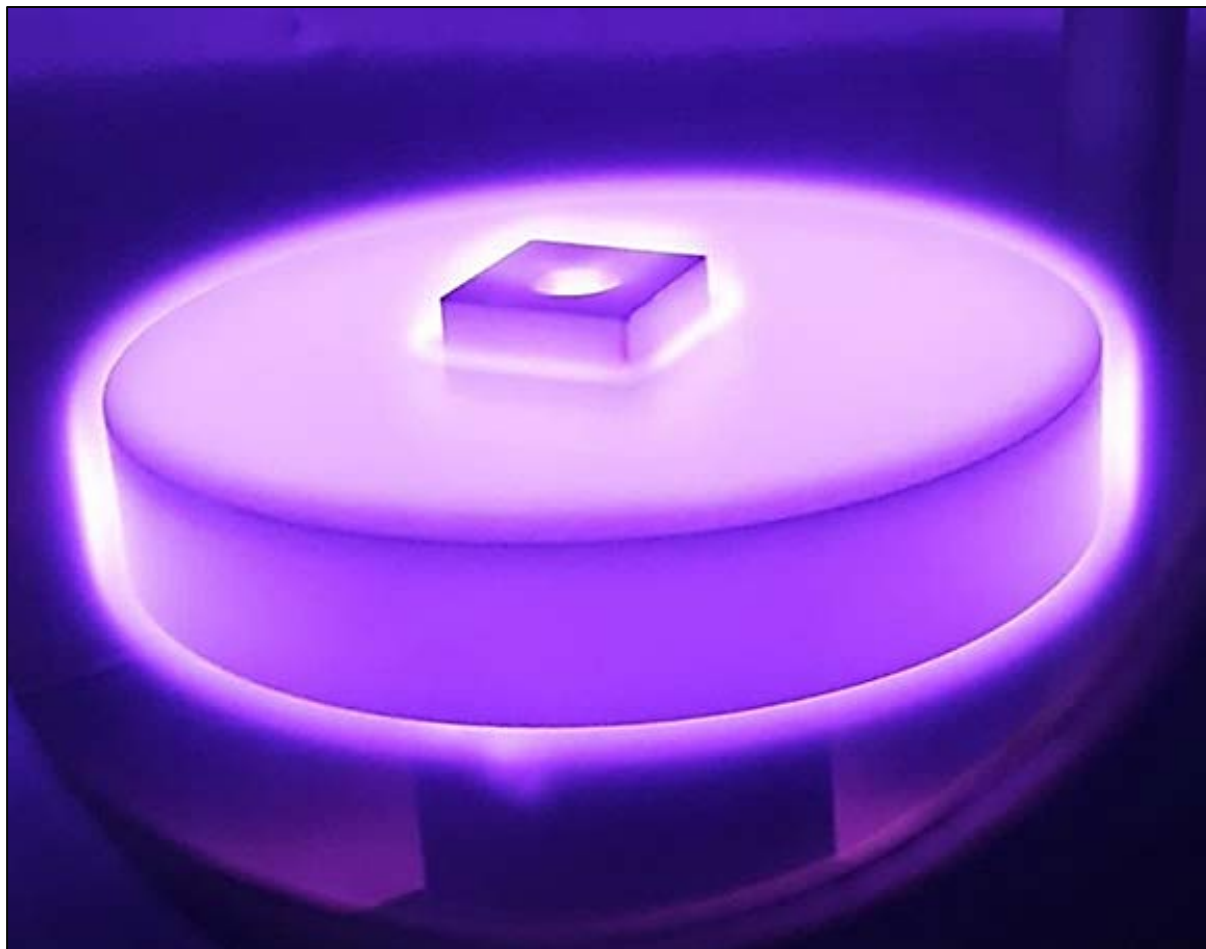


Figura 20 – Amostra T01_P3_T700 recebendo o tratamento por nitretação a plasma.

4.2. Investigação das variáveis de processamento: Fase I

As ferramentas de corte de NbC-Co possuem uma coloração característica de materiais metálicos (transições de cor em cinza metálico brilhante). Durante as investigações dos parâmetros de nitretação da Fase I, as amostras de NbC-Co apresentaram colorações superficiais diferentes de acordo com os parâmetros de nitretação utilizados, apresentando variações de coloração que transitaram entre os tons de cinza fosco e preto.

Sabe-se que as fases de nitretos podem apresentar colorações distintas na superfície metálicas tratadas de acordo com as formações cristalinas encontradas, (R.C. ADAMS, 2001). Como demonstrado por DINIZ, 2015 e INDIANA FACCHIN, 2010, alguns revestimentos, como o nitreto de titânio (TiN) e o nitreto de zircônia (ZrN), apresentam alteração de cor após o tratamento por nitretação. Para esses tratamentos a coloração do substrato torna-se dourada. Tal fenômeno é considerado um indicativo da formação de TiN e ZrN nas superfícies metálicas tratadas, tendo relação direta com os parâmetros selecionados para a formação dos compostos.

Como evidenciado por BERMUDEZ, 1999 a diferença de potencial aplicada ao catodo (tensão) influencia o surgimento de fases de nitretos no material a ser tratado. Tal reação ocorre devido a maior energia empregada nos mecanismos de bombardeamento iônico durante a nitretação. Unindo as variáveis de tratamento do processo, a relação temperatura, tensão e pressão do tratamento pode favorecer ou não o aumento do processo de difusão durante a nitretação, aumentando ou diminuindo a camada nitretada. Diante de tal hipótese, correlacionaram-se os parâmetros de nitretação empregadas durante a Fase I para as pressões de 3 e 1,5 Torr, as tensões utilizadas com as colorações resultantes nos substratos de NbC-Co. A tabela 6 identifica as amostras utilizadas durante essa Fase e os respectivos parâmetros de temperatura, pressão e tensão.

Tabela 6 – Valores de tensão da fonte pulsada para as amostras produzidas na fase I com pressão de 3 e 1,5 Torr.

Nomenclatura	Tensão (V)
T01_P3_T700	600
T02_P3_T480	450
T03_P3_T530	580
T05_P3_T600	470
T06_P3_T580	480
T04_P1.5_T600	600
T07_P1.5_T530	530
T08_P1.5_T580	630
T09_P1.5_T480	450

A Figura 24 confronta as variáveis de processamento (temperaturas e tensões utilizadas), com a coloração superficial resultante para cada amostra. Para essas correlações os tratamentos foram realizados utilizando 3 Torr de pressão (aproximadamente 400 Pa), temperaturas de 480 °C a 700 °C e tensões entre 430 V a 600 V.

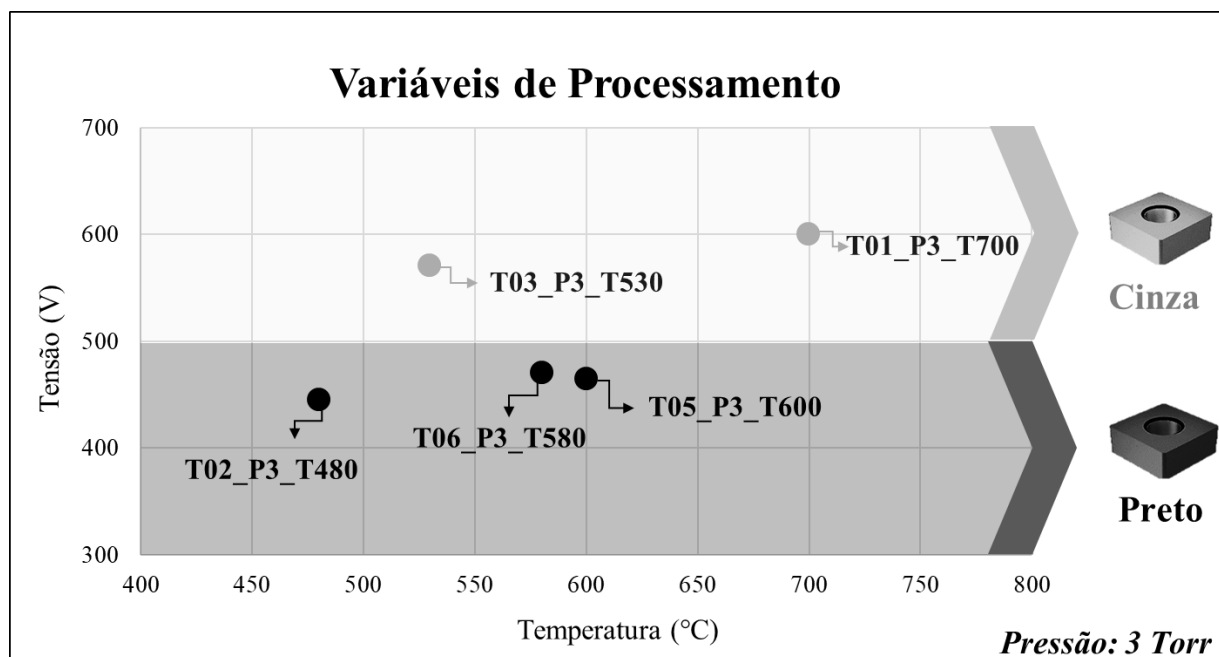


Figura 21 – Variáveis de processamento, correlação entre tensão, temperatura e pressão de 3 Torr durante as investigações de parâmetros da Fase I.

Nota-se que as amostras tratadas com tensões abaixo de 500 V para 3 Torr de pressão apresentaram uma coloração escura próxima a cor preta (amostras T02_P3_T480, T06_P3_T580 e T05_P3_T600). As amostras T01_P3_T700 e T03_P3_T530 apresentaram uma coloração cinza fosco após os tratamentos, para essas amostras as tensões utilizadas foram de 600 e 580 V, respectivamente.

A Figura 25 confronta as variáveis de processamento com a coloração resultante para as amostras tratadas com pressão de 1,5 Torr. Para essa correlação foram utilizadas temperaturas de 480 °C a 600 °C e tensões entre 430 V a 650 V. Essas combinações de parâmetros são identificadas pelas amostras T04_P1.5_T600, T07_P1.5_T530, T08_P1.5_T580 e T09_P1.5_T480.

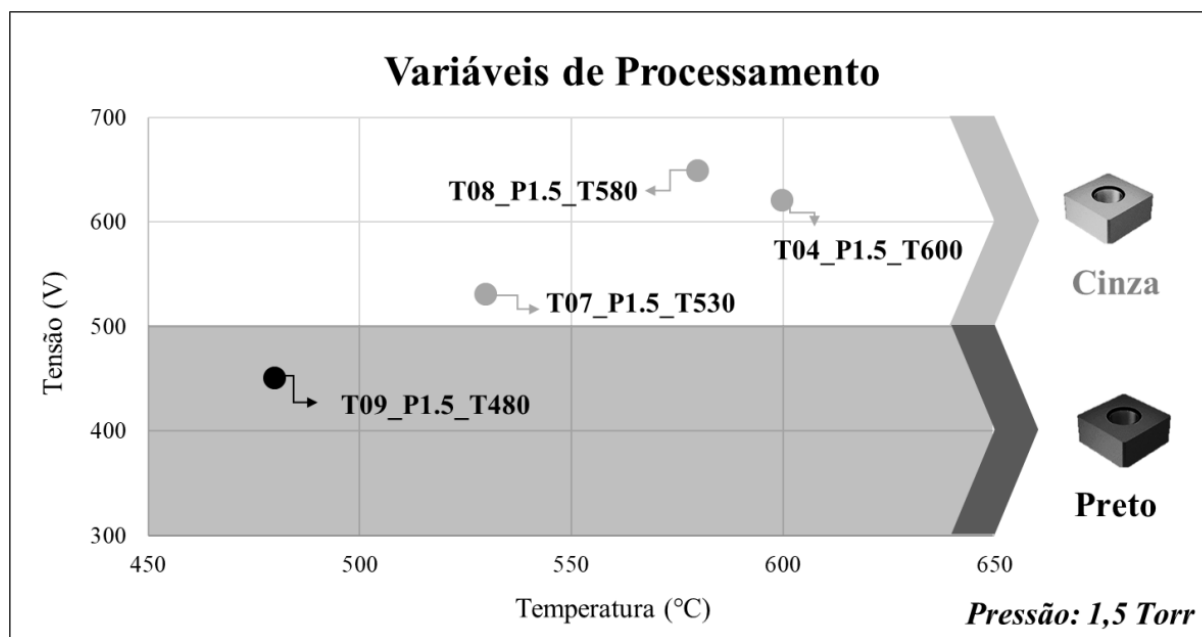


Figura 22 – Variáveis de Processamento tensão, temperatura e pressão (1,5 Torr) durante as investigações de parâmetros da Fase I.

Nota-se que apenas uma amostra apresentou a coloração preta (amostra T09_P1.5_T480), tratada com 480 °C e 450 V. As demais amostras foram tratadas com tensões de 520 V a 650 V e temperaturas de 530 °C a 600 °C.

Pode-se observar nas duas investigações de parâmetros, que a diminuição da pressão altera significativamente a tensão utilizada no tratamento, demonstrando sua interdependência. Quanto maior a pressão utilizada, menor a necessidade de aplicação de tensão no tratamento para alcançar a temperatura desejada. Entretanto a utilização de tensões mais altas propicia uma maior energia do bombardeamento iônico na superfície do substrato, influenciando diretamente o processo de formação de nitretos por meio do processo de difusão (LIEBERMAN; LICHTENBERG, 2005).

Todas as amostras tratadas com tensões abaixo de 500 V apresentaram a coloração preta na superfície das amostras. Todavia, todas as amostras tratadas com tensão maior do que 500 V propiciaram a formação de uma superfície de coloração cinza fosco. A combinação de parâmetros utilizando uma pressão mais baixa (1,5 Torr), exigiu um aumento de potência aplicada aos catodos em relação aos experimentos tratados com 3 Torr de pressão. Dessa forma, para essas combinações apenas uma amostra (T09_P1.5_T480) utilizou uma tensão menos do que 500 V, apresentando uma coloração escura em sua superfície.

Sabe-se que os nitretos estáveis de Nióbio apresentam, dentre as suas singulares características, a coloração como um indicativo de sua presença. Suas variações de cores transitam entre as colorações de cristais em tons de negros - acinzentados ou cinzentos. As fases conhecidas de nitretos que apresentam tais características são: β -Nb₂N (estrutura do tipo hexagonal simples), γ -Nb₄N₃ (tetragonal de corpo centrado) e ϵ -NbN (hexagonal simples) (ASM HANBOOK, 1990). Logo, as correlações das variáveis de processamento demonstram a possibilidade da formação de diferentes fases de nitretos para as colorações encontradas.

Para sustentar essa teoria, a caracterização por difração de raio-x foi realizada a fim de identificar as fases presentes nas estruturas cristalinas formadas de forma a introduzir uma classificação correlacionada com as variações de parâmetros.

4.3. Caracterização das amostras por Difração de Raios-X: Fase I e Fase II.

Na Figura 26 é apresentado um difratograma de raios-x de uma amostra comercial de Carbetto de Nióbio – no inset há também uma representação da estrutura cristalina cúbica do NbC na fase rock salt. Através desse difratograma verifica-se a presença de nove picos que caracterizam a fase rock salt do Carbetto de Nióbio para as posições 2 θ (2 θ de “34,05” “40,39” “58,23” “69,85” “73,99” “87,32” “97,59”. Esse difratograma não faz parte das amostras analisadas nesse trabalho e é apresentado como uma referência.

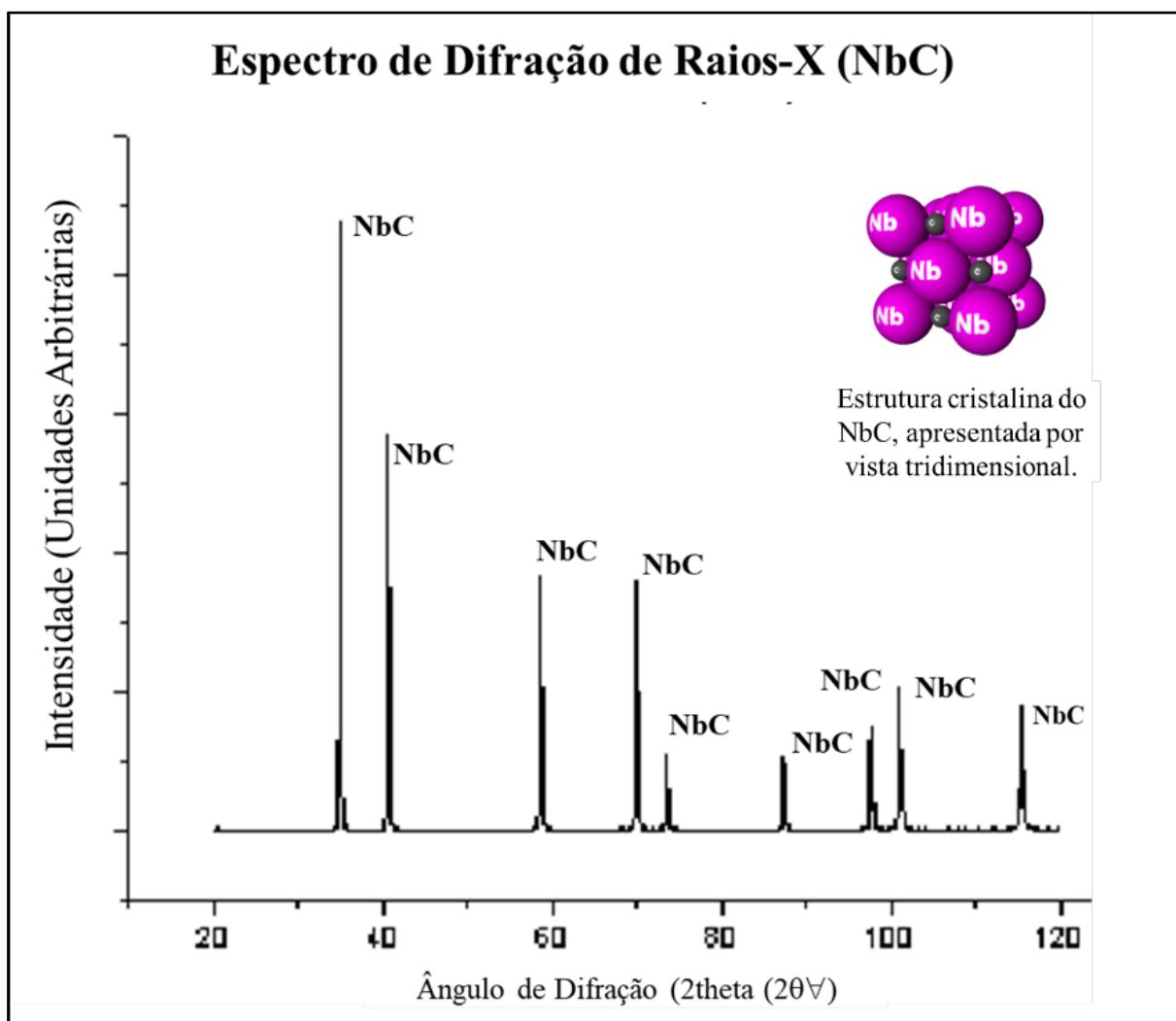


Figura 23 – Espectro de difração de raio-x de uma amostra comercial de carbeto de nióbio (NbC). Figura adaptada de (FONTES, 2005).

Na Figura 27 é apresentado o resultado do difratograma de raios-x em incidência rasante, realizado em uma ferramenta de corte de NbC-Co sem tratamento por nitretação a plasma. Verifica-se que os picos presentes no difratograma das ferramentas de corte de NbC-Co coincidem com os picos encontrados nas amostras comerciais de NbC (Figura 26), para o carbeto de nióbio metálico presente nas fichas JCPDS (“Joint Committee on Powder Diffraction Stands”) 01-089-3830, 03-065-7964 e 01-089-5126 da ICDD (“International Centre for Diffraction Data”). No difratograma, apenas os picos de NbC na fase rocksalt são identificados. Picos referentes a fases puras de cobalto não foram detectados na análise. Tal comportamento pode ser justificado pela baixa quantidade de cobalto presente na amostra (13.4% vol.), apresentado no Capítulo 3.1.1.

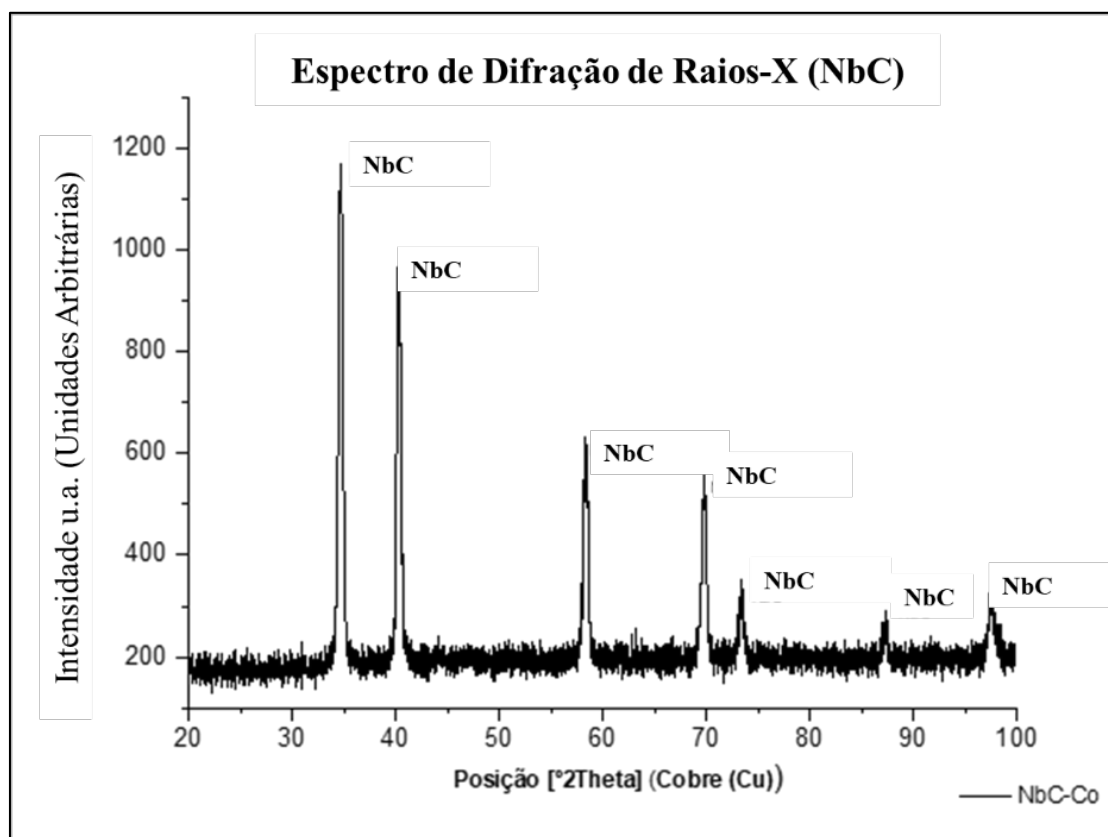


Figura 24 - Difratoograma para as ferramenta de corte de NbC-Co.

A fim de verificar as possíveis precipitações de fases de nitretos, óxidos e hidretos de nióbio que podem ter surgido com os tratamentos por nitretação a plasma, foram utilizados como referência as fichas de difração identificadas na Tabela 7. Cada fase identificada foi relacionada a um número de 1 a 5, com o intuito de facilitar as identificações de fases nos difratogramas obtidos durante a Fase I. As fichas listadas encontram-se no anexo 1.

Tabela 7 – Nomenclatura para identificação das diferentes fases encontradas nos difratogramas das amostras tratadas na Fase I e suas respectivas fichas de JCPDS.

Numeração de identificação	Identificação de Fase	Numeração JCPDS
1	NbC	01-089-3830, 03-065-7964
2	Co	01-089-4307 e 01-089-7093
3	ϵ -NbN	01-089-5127, 01-089-5126, 01-089-5126
4	Nb ₂ N	01-089-5129 e 01-075-1616
5	Nb ₅ N ₆	01-074-0607

Na Figura 28 são apresentados os difratogramas das amostras nitretadas durante a Fase I com pressão de 3 Torr, identificadas pelas tensões utilizadas e colorações de superfície encontradas

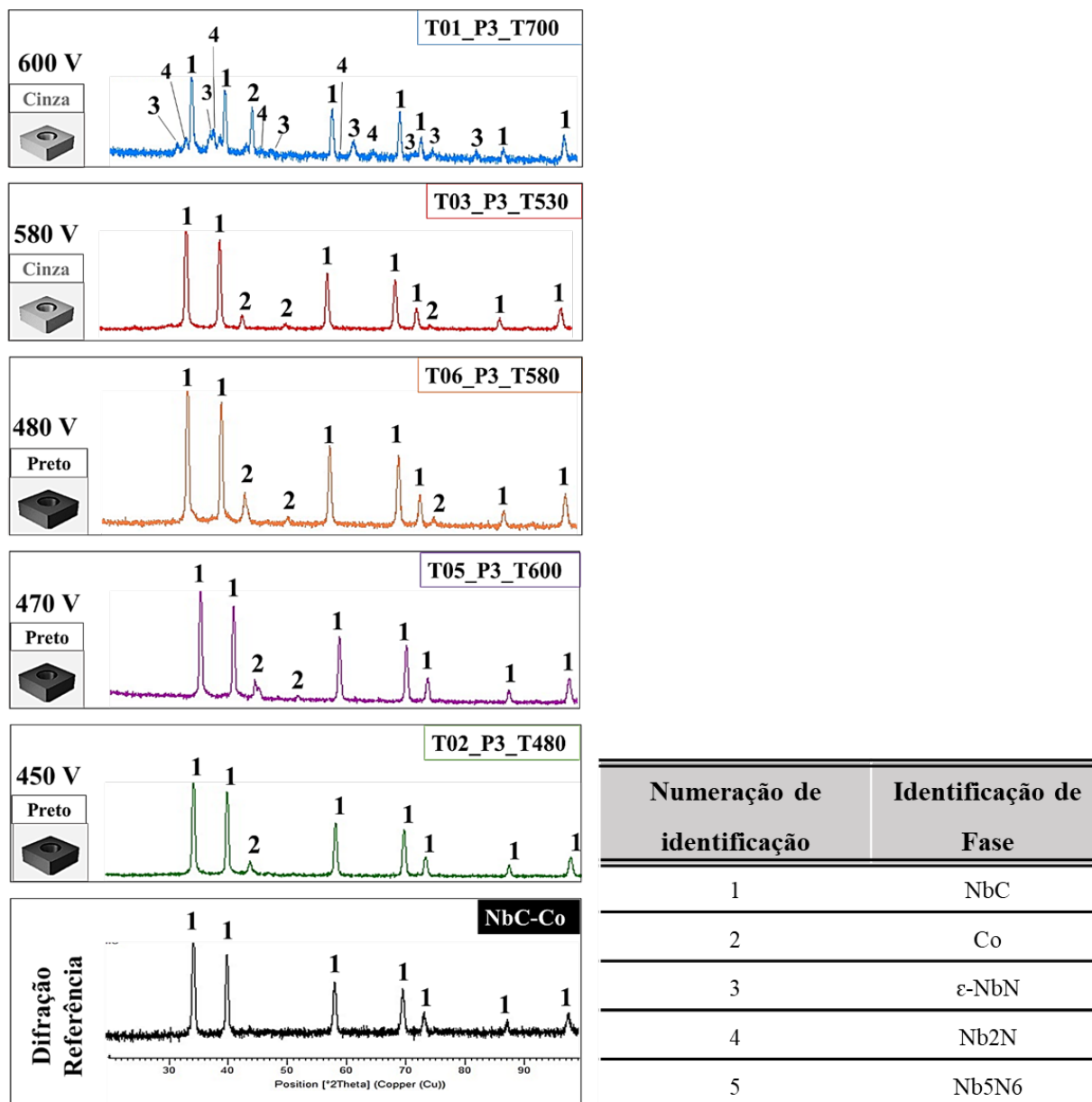


Figura 25 – Difratograma das amostras tratadas a 3 Torr na Fase I (T02_P3_T480; T05_P3_T600; T06_P3_T580; T03_P3_T530; T01_P3_T700).

Através dos difratogramas (Figura 28) é possível verificar a influência das evoluções de tensão e temperatura de tratamento no surgimento de novas fases para as amostras tratadas com 3 Torr de pressão, em relação a amostra de NbC-Co sem tratamento.

Para as amostras T02_P3_T480, T05_P3_T600, T03_P3_T530, verificou-se o surgimento de novos picos referentes a fase de cobalto (2) nos difratogramas. A intensidade dos picos aumenta gradativamente com os aumentos dos parâmetros temperatura e tensão durante as nitretação. Uma hipótese para tal comportamento é a condição de segregação do cobalto com o aumento da temperatura. Como observado por GONÇALVES, 2016, durante o processo de solidificação de elementos em super ligas de nióbio, o fenômeno de segregação de elementos pode ser acentuado. Tal comportamento ocorre devido a extensa faixa de solidificação do nióbio em relação a outros elementos, gerando uma diferença de difusividade dos elementos sólidos e líquidos durante a solidificação. O fenômeno de segregação do elemento cobalto em ferramentas de corte de NbC-Co, também foi observado por MONTENEGRO et al., 2018, tal comportamento pode comprometer o desempenho material, levando a graves problemas microestruturais. Logo, considerando que o aumento de temperatura pode evidenciar tais condições, uma hipótese para o surgimento da fase de cobalto nas difrações pode ser associado ao fenômeno de segregação.

Com o aumento da temperatura para 700 °C e tensão para 600 V, amostra T07_P3_T700, verifica-se o surgimento de fases de nitretos de estrutura hexagonal, fases ϵ -NbN (3), Nb₂N (4). Todavia, a fase de cobalto (2), torna-se evidente nessa condição de tratamento, com uma maior intensificação dos picos. Tal fenômeno pode ser mais um indicativo da correlação do aumento da temperatura de tratamento com o surgimento dessa fase.

Para todas as condições de tratamento com 3 e 1,5 Torr de pressão não foram identificados a presença de óxidos ou outros elementos que poderiam contaminar ou comprometer a superfície das amostras tratadas.

As amostras tratadas a 3 Torr de pressão que apresentaram as colorações de superfície acinzentadas, não necessariamente evidenciaram precipitações de fase de nitreto. Entretanto a amostra T01_P3_T700, que apresentou a coloração acinzentada em sua superfície, evidenciou a presença de picos das fases β -Nb₂N (4) (estrutura do tipo hexagonal simples), e eis um indicativo da correlação que possuem como características colorações de cristais em tons cinzentos, (ASM HANBOOK, 1990). Em comparação ao presente trabalho, BORCZ, 2010, obteve os mesmos resultados em amostras de nióbio tratadas com temperaturas acima de 500 °C e 3 Torr de pressão, durante o tempo de 2 horas de tratamento. Logo, tais parâmetros também propiciaram a formação de tais fases de nitretos nas ferramentas de corte de NbC-Co.

Na Figura 29 são apresentados os difratogramas das amostras nitretadas durante a Fase I com pressão de 1,5 Torr, identificadas pelas tensões utilizadas e colorações de superfície encontradas.

Para as amostras tratadas com 1,5 Torr de pressão, para as amostras T09_P1.5_T480, T07_P1.5_T530 e T08_P1.5_T580, verificou-se o surgimento de novos picos referentes a fase de cobalto (2) nos difratogramas. Da mesma forma que para as amostras tratadas a 3 Torr de pressão. Uma hipótese para tal comportamento é a condição de segregação do cobalto com a elevação da temperatura durante os tratamentos.

A amostra T04_P1.5_T600, que apresentou a coloração acinzentada em sua superfície, evidenciou a presença de picos das fases Co (2), γ -Ni₃N, verificou-se o surgimento de novos picos referentes a fase de cobalto (2) no 2N (4) e 5 (Nb₅N₆). Os parâmetros utilizados favoreceram o surgimento de novas fases para a amostra citada. Assim como para as amostras tratadas a 3 Torr de pressão, os experimentos realizados a 1,5 Torr que apresentaram as colorações de superfície acinzentadas, não necessariamente evidenciaram precipitações de fase de nitreto.

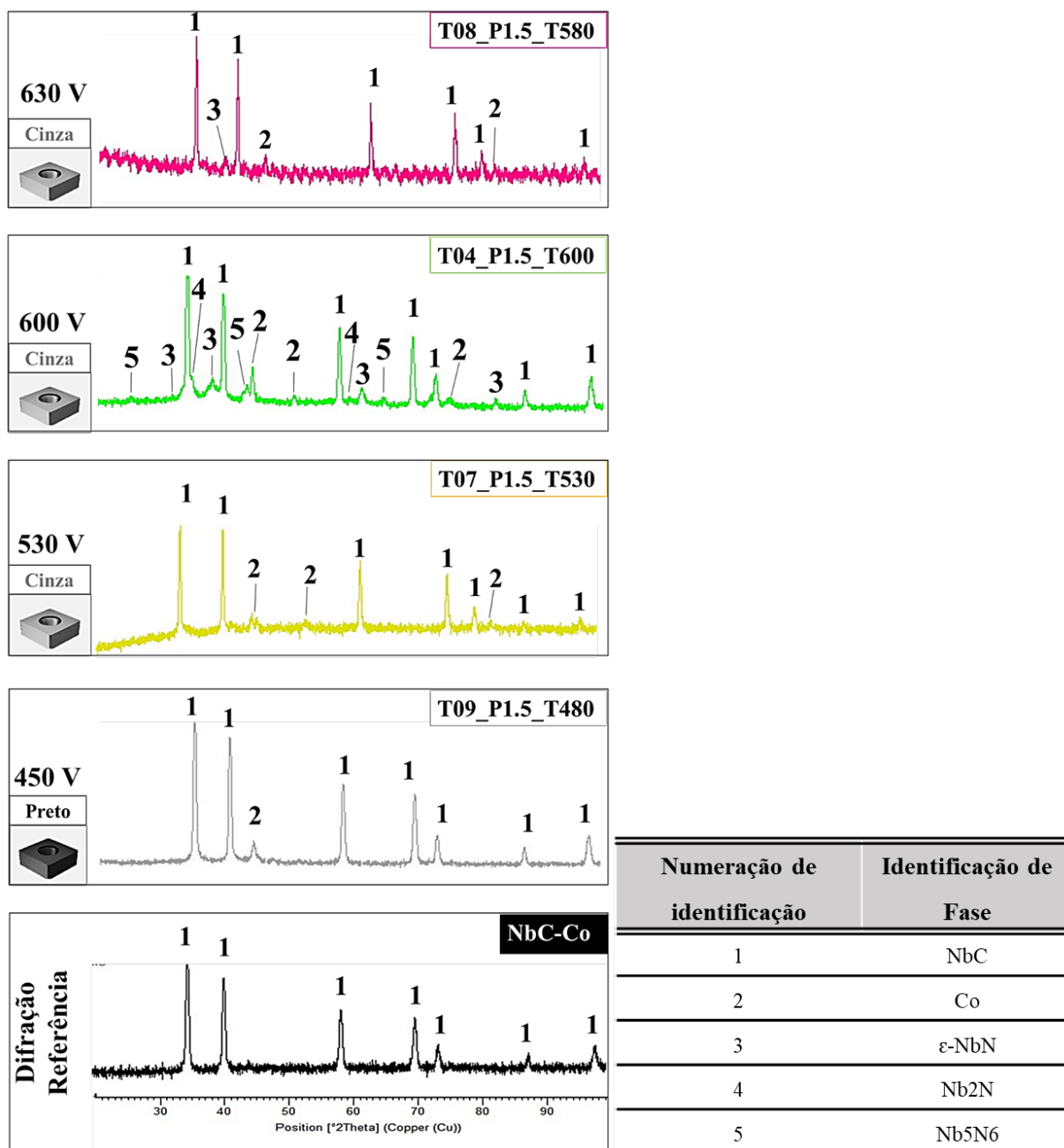


Figura 26 – Difratoograma das amostras tratadas a 1,5 Torr na Fase I (T09_P1,5_T480; T07_P1,5_T530; T04_P1,5_T600; T08_P1.5_T580).

Na Tabela 8 são apresentadas todas as precipitações de fases identificadas para as amostras tratadas durante a Fase I. Em resumo, com o aumento da tensão e temperatura, nota-se que a quantidade de fases encontradas nas difrações também aumenta. Tal comportamento é evidenciado nas amostras tratadas a 1,5 e 3 Torr, tais influências serão detalhadas a seguir.

Tabela 8 – Identificação de fases para as amostras tratadas durante a Fase I.

Amostras	Tensão	Fases Identificadas
T02_P3_T480	450	1 (NbC), 2 (Co)
T05_P3_T600	470	1 (NbC), 2 (Co)
T06_P3_T580	480	1 (NbC), 2 (Co)
T03_P3_T530	580	1 (NbC), 2 (Co)
T01_P3_T700	600	1 (NbC), 2 (Co), 3 (ϵ -NbN), 4 Nb ₂ N
T09_P1.5_T480	450	1 (NbC), 2 (Co)
T07_P1.5_T530	530	1 (NbC), 2 (Co)
T04_P1.5_T600	600	1 (NbC), 2 (Co), 3 (ϵ -NbN), 4 Nb ₂ N e 5 (Nb ₅ N ₆)
T08_P1.5_T580	630	1 (NbC), 2 (Co)

Na Figura 30 são apresentados os difratogramas das amostras nitretadas durante a Fase II com pressão de 1,5 Torr e temperatura de 600 °C e tempos de 2, 3 e 4 horas de tratamentos, identificadas pelas tensões utilizadas e colorações de superfície.

Na Tabela 9 são apresentadas todas as precipitações de fases identificadas para as amostras tratadas durante a Fase II.

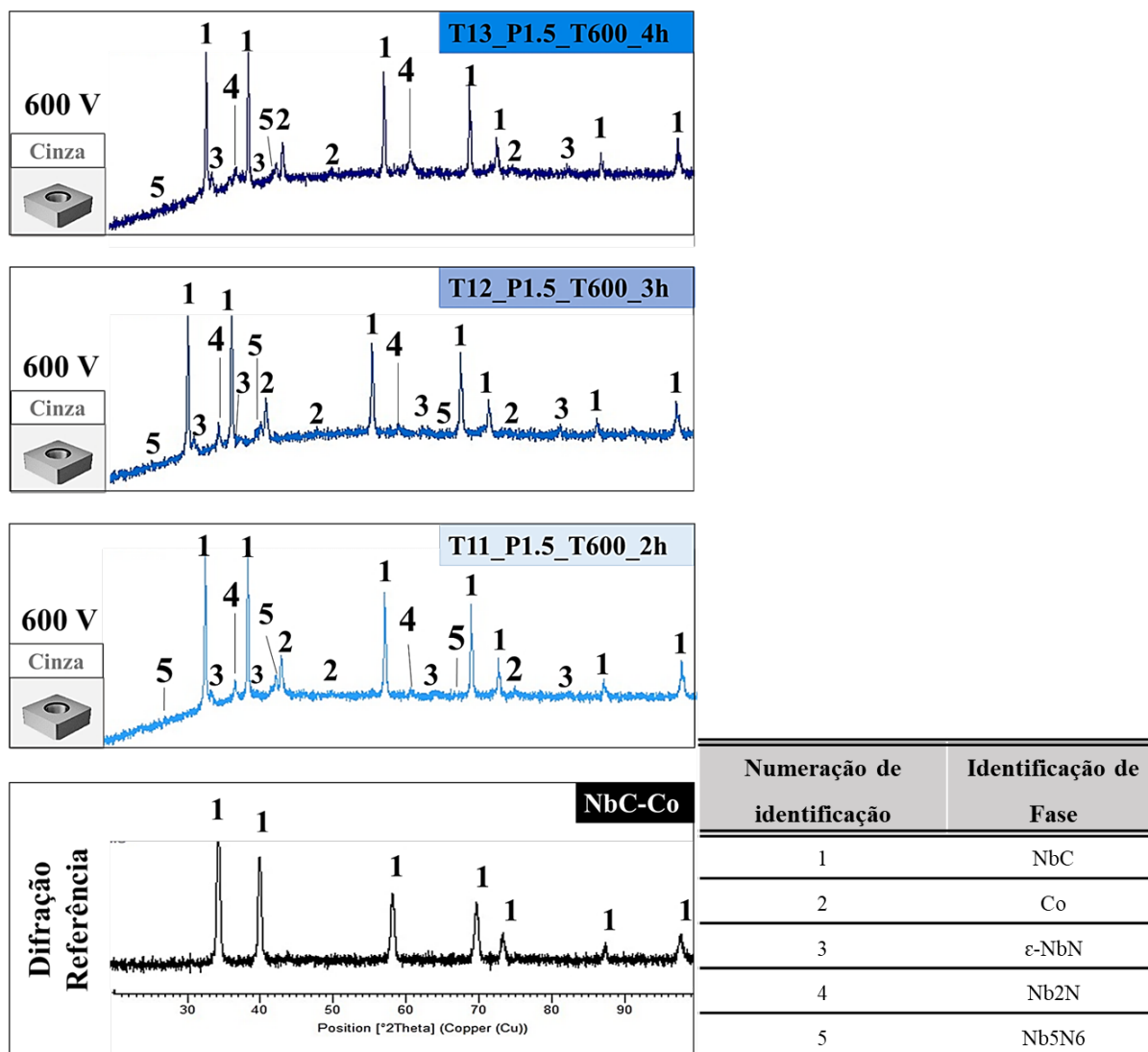


Figura 27 – Difratoograma das amostras tratadas a 1,5 Torr e 600 °C na Fase II (T11_P1,5_T600_2h; T12_P1,5_T600_3h; T13_P1,5_T600_4h).

Tabela 9 – Identificação de fases para as amostras tratadas durante a Fase II.

Amostras	Tensão	Fases Identificadas
T11_P1.5_T600_2h	600	1 (NbC), 2 (Co), 3 (ϵ -NbN), 4 Nb ₂ N e 5 (Nb ₅ N ₆)
T12_P1.5_T600_3h	600	
T13_P1.5_T600_4h	600	

As amostras tratadas durante a Fase II (T11_P1.5_T600_2h, T12_P1.5_T600_3h, T13_P1.5_T600_4h), foram reproduções do melhor parâmetro encontrado durante a Fase I (T04_P1.5_T600), com diferentes tempos de tratamento. Tais amostras apresentaram a coloração acinzentada em sua superfície, além de evidenciarem a presença de picos das fases Co (2), encontrado durante a Fase I (T04_P1.5_T600), com diferentes tempos de tratamento. T2N (4) e 5 (Nb5N6).

Com o aumento dos tempos de tratamento, não foram identificados o surgimento de novas fases nas amostras tratadas durante a Fase II, das fases já mapeadas durante a Fase I. Entretanto nota-se um aumento da intensidade dos picos existentes com o decorrer do aumento do tempo de tratamento realizado.

Para essa Fase também não foi identificada a presença de óxidos ou outros elementos que poderiam contaminar ou comprometer a superfície das amostras tratadas. Tal fator sugere que as precipitações de fases dos tratamentos realizados durante a Fase II não foram influenciadas pelo o aumento do tempo de tratamento condicionado de 2, 3 e 4 horas.

4.4. Caracterização das amostras pela técnica MEV-FEG: Fase I

As ferramentas de corte de NbC-Co foram analisadas em sua superfície por meio das técnicas MEV-FEG, sem tratamento por nitretação a plasma, com ampliações de 500x e 30.000x (Figura 31).

Defeitos Superficiais

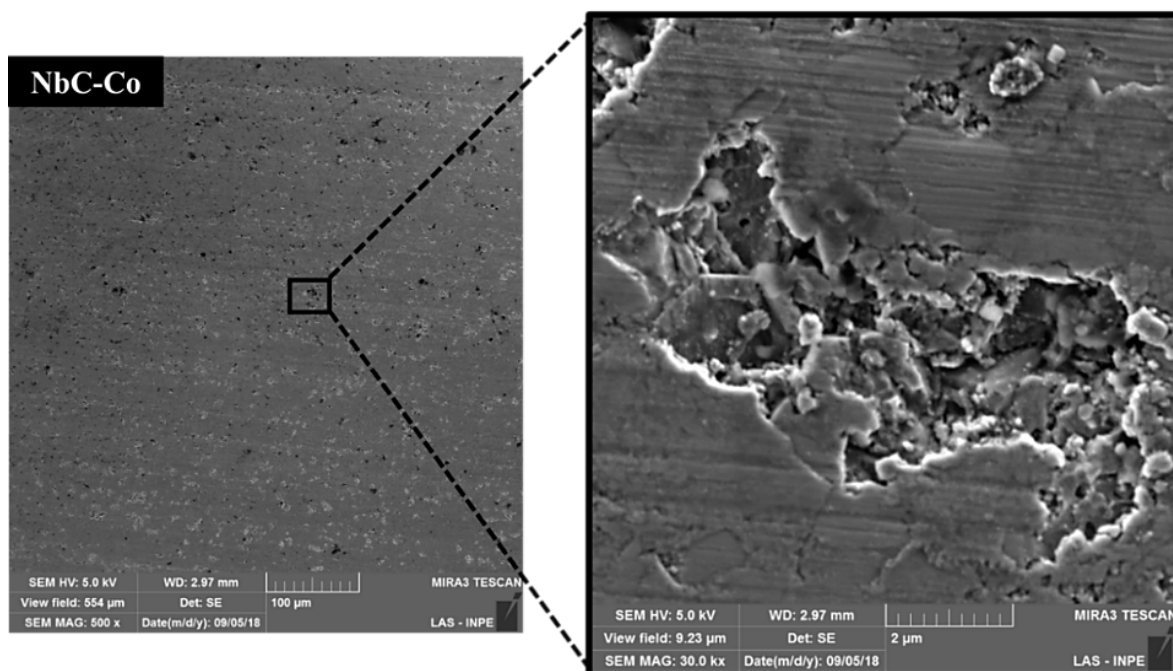


Figura 28 – Análise superficial das ferramentas de corte de NbC-Co por microscopia eletrônica por varredura com aumento de 500x e 30.000x, para amostra sem tratamento por nitretação a plasma.

As análises evidenciaram a presença de poros que se prologam por toda a superfície da ferramenta, das bordas às regiões centrais. Esse comportamento pode estar associado ao processo de fabricação das ferramentas de corte, a sinterização. Tal processo consiste na aglutinação de partículas sólidas (pó metálico referente ao material da liga - NbC-Co) por aquecimento, em temperaturas abaixo da temperatura de fusão. Onde os fatores tempo, temperatura e condições do pó utilizado podem corroborar para a formação de defeitos e integridade do material sinterizado, (BOICKO, 2011). As análises MEV-FEG das ferramentas sem tratamento demonstraram alta concentração de poros na superfície, em todas as amostras utilizadas nesse estudo, confirmando a hipótese que esse fenômeno pode ter sido provocado pelo o processo de fabricação utilizado.

As ferramentas de corte, após os tratamentos por nitretação a plasma, foram analisadas com ampliações de 175 e 179x, para selecionar as regiões de interesse a serem exploradas pela técnica escolhida (Figura 32).

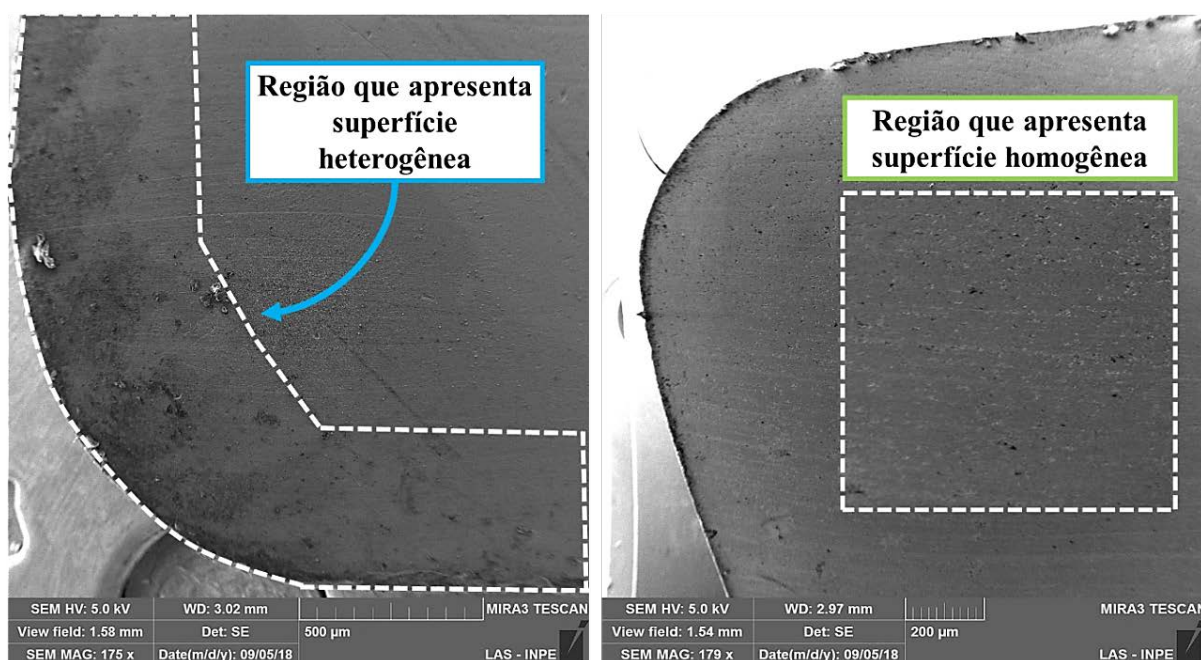
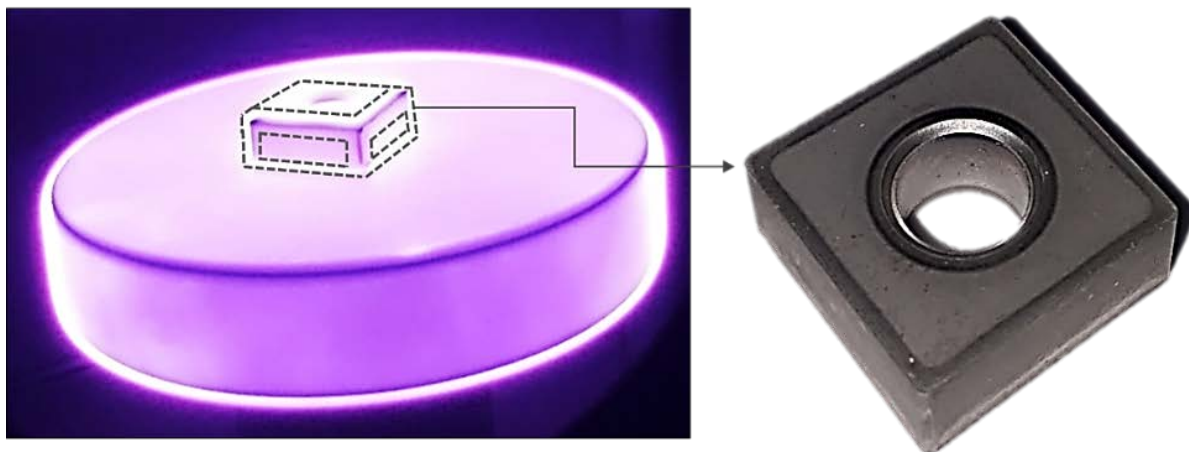


Figura 29 – Análise superficial das ferramentas de corte por microscopia eletrônica por varredura com aumento de 175x e 179x com tratamento por nitretação.

As análises por MEV-FEG evidenciam que as regiões centrais das ferramentas de corte apresentam uma superfície mais homogênea em relação as regiões próximas as bordas, após os tratamentos realizados. Uma hipótese levantada para tal fenômeno é a influência da geometria das ferramentas de corte durante o processo de nitretação. Sabe-se que a bainha do plasma envolve o catodo (peça) durante a nitretação e direciona os íons para a superfície a ser tratada, (ALVES, 2001). Caso a superfície da peça apresente regiões com quinas ou cantos vivos, o bombardeamento iônico será mais concentrado nessas regiões e apresentara no plasma um brilho mais enfraquecido se comparado com o restante da atmosfera de tratamento. Tal fenômeno é denominado como “efeito de borda” e provoca uma coloração não uniforme nas quinas e cantos vivos da peça tratada, denominado como efeito de “sombra”, (LIEBERMAN, 2005). Como demonstrado por RIBEIRO, 2007 e SOUSA, 2008, tais regiões podem apresentar falhas na camada de tratamento, como uma redução acentuada na dureza de superfície e na espessura da camada tratada. Logo, os mecanismos de bombardeamento iônico em processos de tratamento a plasma podem ser diretamente influenciados pela geometria das peças a serem tratadas, como também pelo o sistema de tratamento utilizado, (FERNANDES, 2018). A Figura 33 representa o efeito de tal fenômeno na atmosfera de plasma das amostras tratadas nesse estudo e o efeito de “sombra” nas ferramentas de corte de NbC-Co.

Representação do efeito de borda na atmosfera de plasma



Efeito de “sombra” nas ferramentas de corte de NbC-Co

Figura 30 – Representação do efeito de borda na atmosfera de plasma e efeito de “sombra” nas ferramentas de corte de NbC-Co tratadas por nitretação.

Como demonstrado na literatura, tal fenômeno proporcionou uma coloração não uniforme nas bordas das ferramentas de NbC-Co, em relação a superfície tratada. Considerando que as ferramentas de corte apresentaram o efeito de “sombra” em todos os tratamentos realizados nas Fases I e II, as caracterizações foram evitadas nas regiões de quinas das ferramentas, dessa forma a região central das ferramentas foi selecionada para ser analisada após as nitretações. Tal procedimento foi realizado de forma a garantir que os mecanismos de “efeito de borda” do plasma não influenciem nas análises realizadas pela a técnica MEV-FEG, rugosidade e microdureza, apresentadas nos Capítulos 4.4 e 4.6, respectivamente.

Na Figura 34 são apresentadas as micrografias comparativas para as amostras tratadas durante a Fase I a pressão de 3 Torr (amostras T01_P3_T700, T02_P3_T450, T03_P3_T580, T05_P3_T470 e T06_P3_T480) e uma micrografia de uma amostra de NbC-Co sem tratamento, presente como referência da superfície inicial das ferramentas antes do tratamento, todas com aumento de 30.000x.

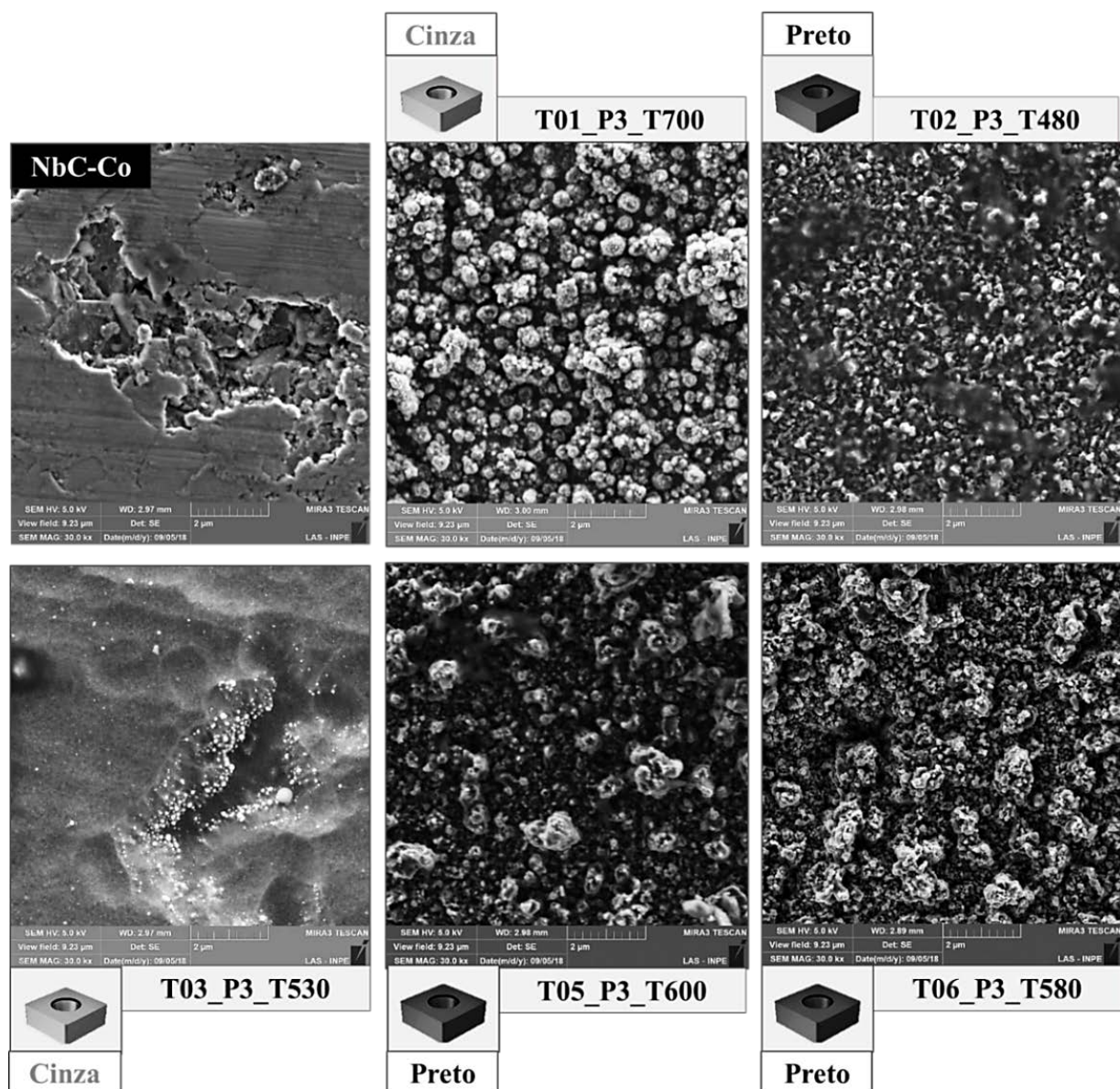


Figura 31 – Análise superficial das ferramentas de corte sem tratamento (referência) e tratadas com 3 Torr de pressão (T01_P3_T700, T02_P3_T480, T03_P3_T530, T05_P3_T600, T06_P3_T580) por microscopia eletrônica por varredura, com aumento de 30.000x, correlacionadas com as colorações superficiais.

As amostras T01_P3_T700 e T03_P3_T530 desenvolveram uma coloração cinza fosco em sua superfície. Entretanto a amostra T01_P3_T700 apresenta formações cristalinas com aglomerados de formato arredondado com maior intensidade do que a amostra T03_P3_T530. Nota-se que para a amostra T03 tais formações iniciam-se na região de defeito superficial, com morfologia similares a estruturas arredondadas. Tais morfologias podem surgir devido ao fenômeno de redeposição na superfície nitretada, onde os átomos que foram

arrancados no processo de nitretação, formando o fenômeno denominado de “clustters” de átomos metálicos, (MEDEIROS, 2011). Esse fenômeno é relacionado com a formação de nitretos decorrentes do processo de difusão que podem se formar nas superfícies do corpo de prova, produzindo assim regiões de maior dureza em relação ao substrato original da amostra.

As amostras T02_P3_T450, T05_P3_T470 e T06_P3_T480, não apresentaram morfologia superficial com arranjos regulares e arredondados como a amostra T01_P3_T700. Segundo as discussões, Capítulo 4.2, essas amostras apresentaram a coloração preta após os tratamentos realizados com tensões abaixo de 500 V. A influência da pressão, temperatura, tensão e concentração de nitrogênio na formação de nitretos de nióbio tem alta associação com as morfologias resultantes na superfície tratadas decorrente do processo de nitretação. Sabe-se também que o processo de “sputtering” tende a alterar a morfologia superficial das amostras de forma efetiva para temperaturas acima de 450 °C, (FONTANA, 1997). Esse aumento da temperatura tende a aumentar o efeito “sputtering” nas amostras. Uma hipótese que pode explicar tal morfologia encontrada é que uma maior taxa de ativação térmica da rede cristalina do nióbio pode influenciar diretamente um arracamento intenso de átomos metálicos, provocando caracterizações disformes. Esse arracamento está associado a utilização de pressões elevadas durante os tratamentos. Nota-se que esse comportamento morfológico ocorre nas amostras tratadas com temperaturas inferiores a 600 °C e tensões inferiores a 500 V, no entanto utilizando uma pressão de 3 Torr.

Na Figura 35 são apresentadas as micrografias no aumento de 30.000x para as amostras tratadas a pressão de 1,5 Torr (amostras T04_P1.5_T580, T07_P1.5_T530, T08_P1.5_T580 e T09_P1.5_T480).

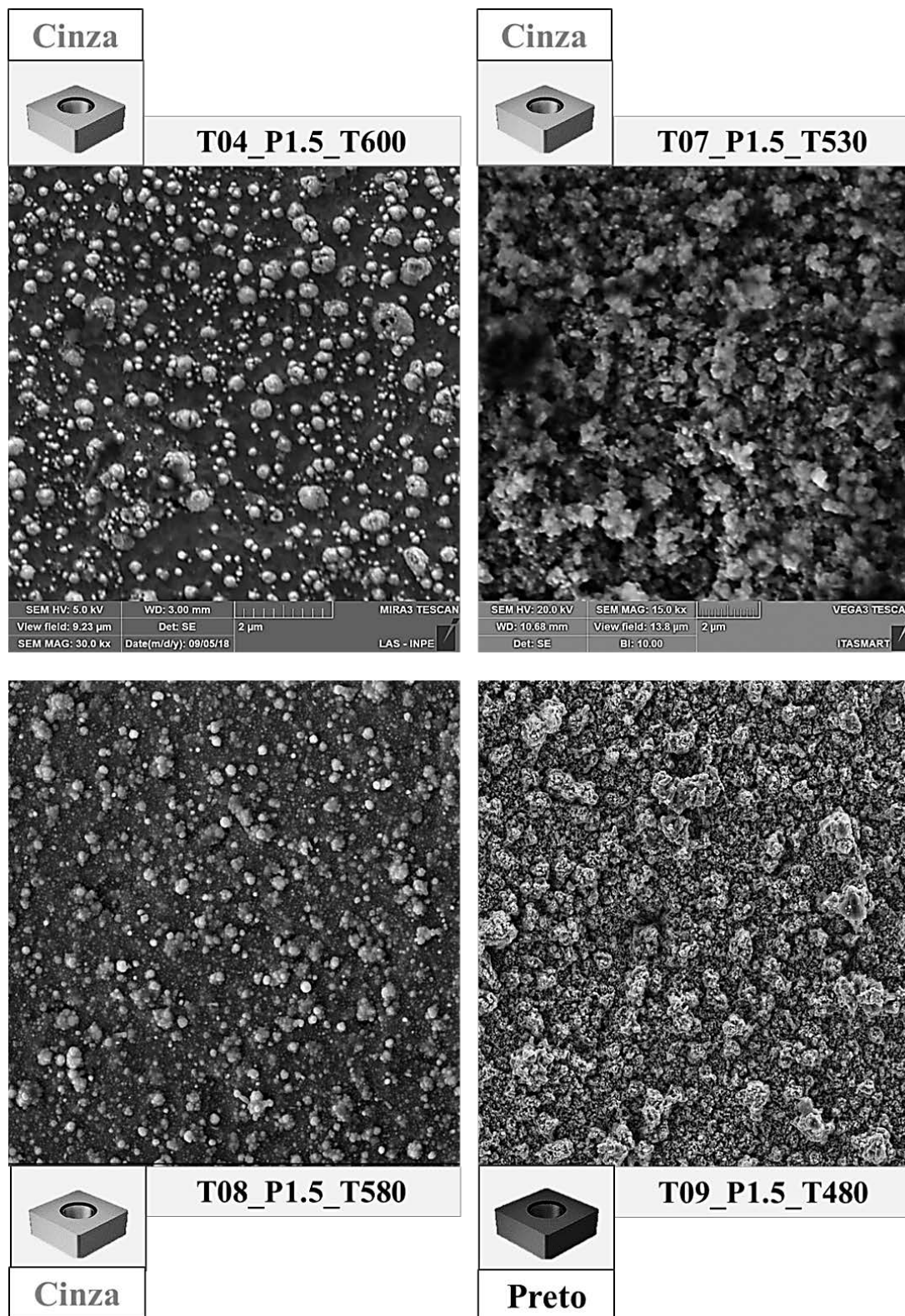


Figura 32 – Microscopia eletrônica de varredura nos aumentos de 30000x para a amostra T04_P1.5_T600 e 15000x para as amostras T07_P1.5_T530, T08_P1.5_T580 e T09_P1.5_T480, correlacionadas com as colorações superficiais.

Pela análise das imagens das Figuras 35 e 36 é possível observar a formação de duas morfologias superficiais distintas:

- i) A primeira com a presença bem marcada de estruturas arredondadas dispersas em relevo presentes na amostra T04_P1.5_T600 e T08_P1.5_T580;
- ii) A segunda com estruturas foliares com arestas irregulares no caso das amostras T07_P1.5_T530 e T09_P1.5_T480, sendo que estas últimas foram tratadas com temperaturas abaixo de 530 °C e tensão de abaixo de 530 V.

Uma hipótese para o desenvolvimento da primeira microestrutura (grãos arredondados mais dispersos) consiste na própria formação de nitretos na superfície da amostra por meio da reação entre o nitrogênio do plasma com os átomos superficiais de nióbio, (BORCZ, 2010). Segundo análises realizadas de difração de raio-x e microdureza (Capítulos 4.2 e 4.6, respectivamente), os parâmetros utilizados na amostra T04_P1.5_T600 apresentaram os melhores resultados de microdureza e formação de fases de nitretos NbN. Logo as formações morfológicas superficiais dessa amostra apresentam padrões regulares na superficiais, característicos da formação de fases de nitreto de nióbio, como observado por BORCZ, 2010. Na Figura 36 são apresentadas as micrografias da amostra T04_P1.5_T600, com uma aproximação de 60000x, evidenciando a estrutura formada.

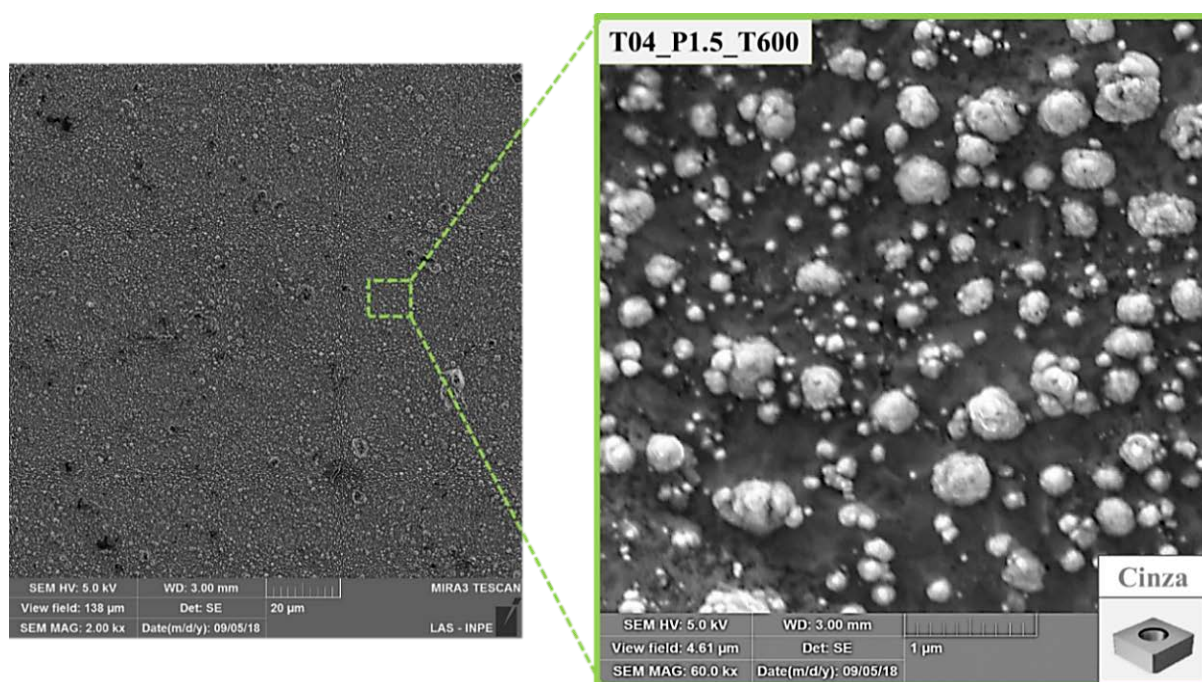


Figura 33 – Microscopia eletrônica de varredura nos aumentos de 2000x e 60000x para a amostra T04 tratada a 1,5 Torr na temperatura de 580 °C e tensão de 600 V.

4.5. Caracterização das amostras pela técnica de MEV - seção transversal: Fase II

As ferramentas de corte de NbC-Co, foram submetidas a corte na seção transversal a fim de evidenciar a microestrutura do material sem tratamento, Figura 37. A microestrutura do material apresenta aglomeração de grãos de diferentes tamanhos, característicos do processo de sinterização, como também a presença de porosidade. A presença de porosidade também foi observada por MONTENEGRO et al., 2018, tal característica pode afetar a integridade da microestrutura das ferramentas de corte durante o processo de usinagem.

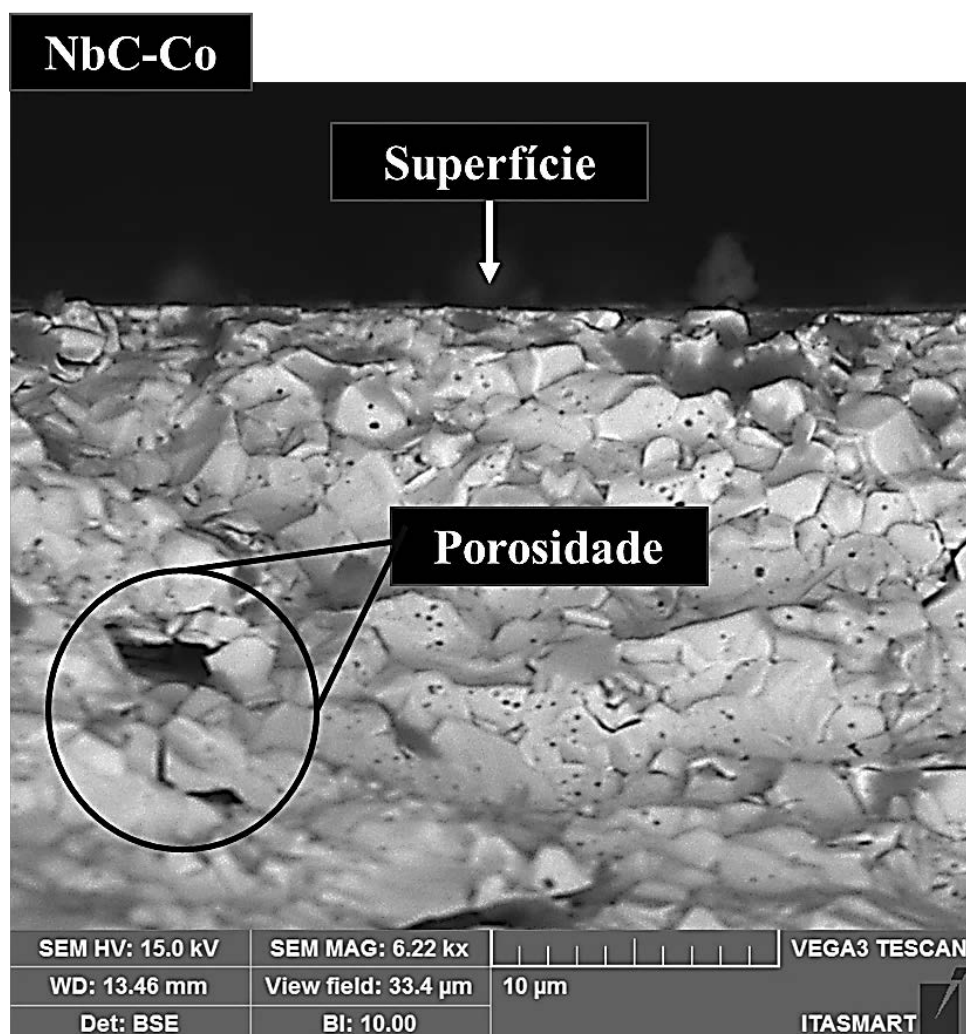


Figura 34 – Microscopia eletrônica de varredura, retroespalhado, no aumento de 6000x para a amostra de NbC-Co sem tratamento.

Com a seleção do melhor parâmetro durante as investigações da Fase I (amostra T04_P1.5_T600), para a Fase II os parâmetros foram repetidos para novas amostras durante o tempo de 2, 3 e 4 horas, a fim de determinar se o tempo de tratamento auxilia o processo de difusão de nitrogênio e aumenta a espessura da camada de nitretos. Segundo observado por REIS,2008, uma correlação direta do tempo de tratamento por profundidade da camada de tratamento pode ser considerada.

Os resultados relacionados as análises de microestrutura na seção transversal das amostras para os tempos de 2,3 e 4 horas são apresentados na Figura 38.

A nitretação ocorre em função do processo de difusão, tal processo é dependente do tempo de tratamento estipulado para cada material determinado, (PIZZOLATTI, 1988). Como evidenciado, quanto maior a duração do tempo de tratamento, maior será a espessura da camada tratada, (RIBEIRO, 2007).

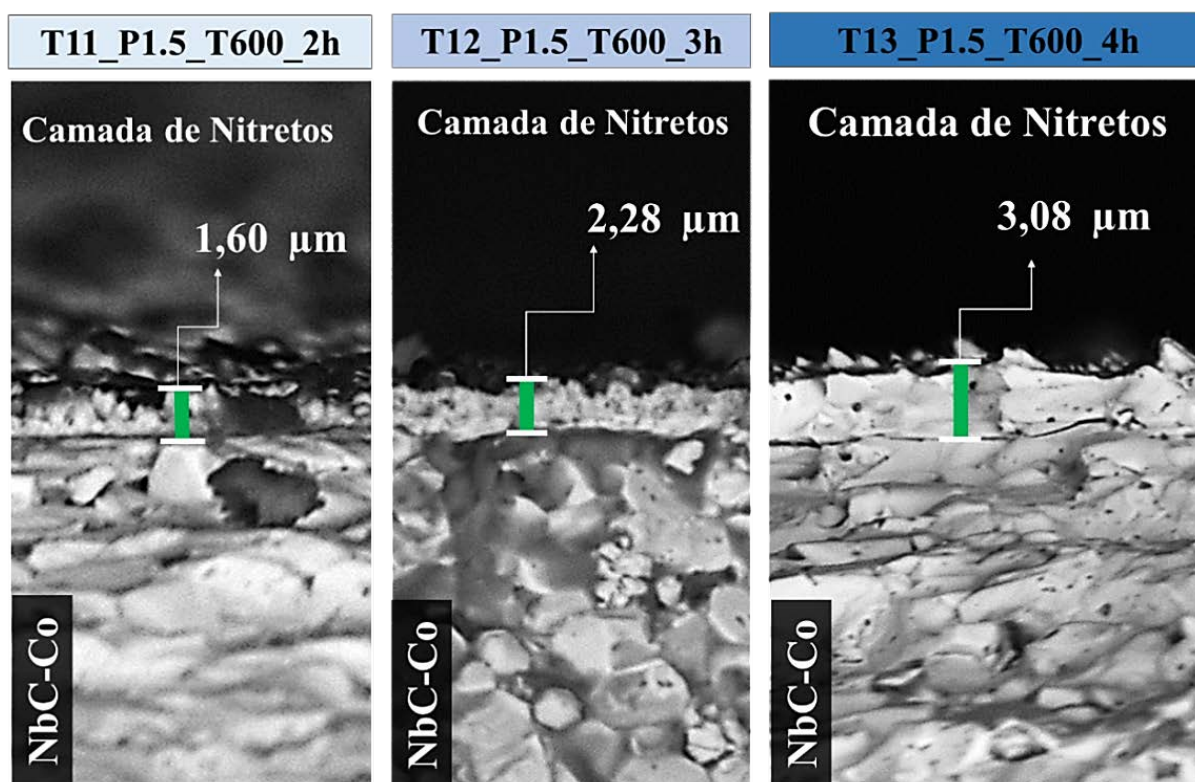


Figura 35 – Microscopia eletrônica de varredura, retroespalhado, aumento de 6000X. Espessura média das camadas de nitretos do NbC-Co, das amostras T11_P1.5_T600_2h, T12_P1.5_T600_3h e T13_P1.5_T600_4h.

As micrografias apresentadas evidenciaram a camada de nitretos formada para todas as amostras tratadas durante a Fase II. A ferramenta T11_P1.5_T600_2hrs apresentou uma espessura média de 1,60 μm em relação a camada de nitretos formada. As ferramentas T12_P1.5_T600_3hrs e T13_P1.5_T600_4hrs, evidenciaram uma espessura média da camada de nitretos de 2,28 μm e 3,8 μm , respectivamente. O aumento gradativo da espessura da camada pode ser atribuído a uma maior penetração de nitrogênio na liga NbC-Co durante os tratamentos, (ALVES, 2001). A taxa de aumento da camada de nitretos para as ferramentas de corte apresentou-se de forma gradativa, onde sua elevação aproximada se deu em 0,7 μm por hora de tratamento. Portanto, pode-se afirmar que o tempo de tratamento teve influência na espessura da camada de nitretos, onde quanto maior o tempo de tratamento maior será a espessura alcançada, em detrimento das condições propostas para as ferramentas de NbC-Co estudadas nesse trabalho. Com a presença de uma camada mais espessa de nitretos, pode-se supor a dureza superficial será afetado por tal comportamento, como observado por MCCULLOCH, 1979. Tal suposição será discutida em sequência no Capítulo 4.7.

4.6. Análise de Rugosidade Superficial (Ra): Fase I e Fase II

Na Figura 40 são demonstradas as evoluções dos perfis de rugosidade para as amostras tratadas com 3 Torr e 1,5 Torr Figura 39 (A) e (B), respectivamente, tratados pelo o tempo de 2 horas.

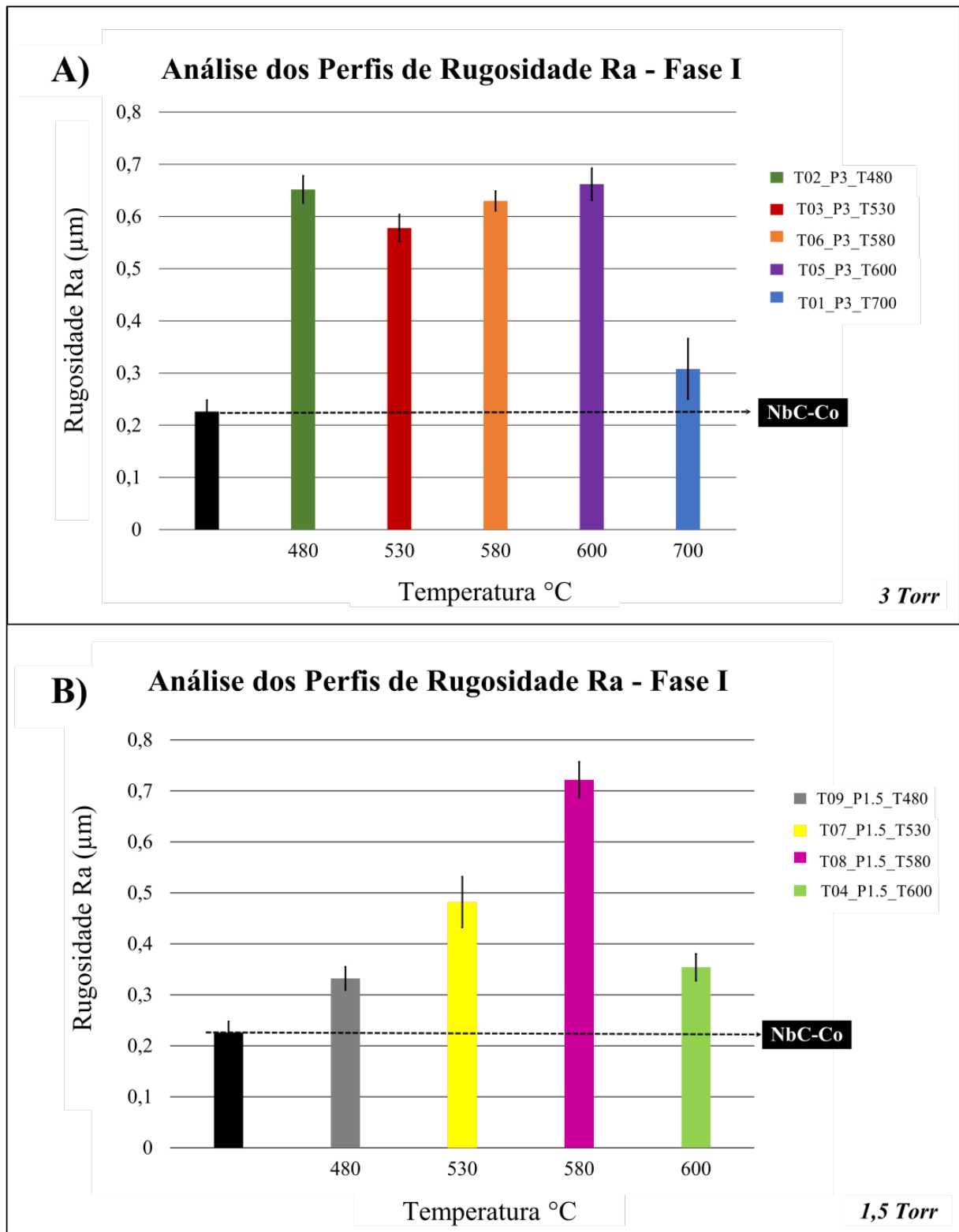


Figura 36 – Média de rugosidade superficial (Ra) das amostras tratadas durante a Fase I.

A ferramentas de NbC-Co apresentam a relação média da rugosidade Ra mais alta em relação as ferramentas de corte de NbC-Co sem tratamento.

Conforme citado no Capítulo 4.1, sobre a evolução das variáveis de processamento, para a condição de tratamento de 3 Torr evidenciada na figura 39 (a) pode-se constatar uma alteração da morfologia superficial em relação à amostra tratada a 1,5 Torr mostrada na figura 39 (b). Essa alteração pode ser associada ao aumento da rugosidade, para a amostra tratada a 3 Torr, o que acarreta em um maior bombardeamento iônico.

Sabe-se que a elevação da temperatura atua conduzindo uma elevação na rugosidade superficial devido ao processo de nitretação (BORCZ, 2010), tal comportamento pode ser atribuído a intensificação do mecanismo de “Sputtering” e redistribuição dos átomos metálicos nas superfícies das amostras tratadas

A camada formada pela nitretação a plasma pelos compostos de NbN, amostras T01_P3_T700 e T04_P1.5_T600, apresentaram uma diminuição da rugosidade em escala micrométrica (μm), verificado por meio do resultado de Ra. Tal comportamento pode estar associado as morfologias regulares com estruturas arredondadas formadas nessas amostras, discutidas no Capítulo 4.4.

Para a Fase II as ferramentas de NbC-Co apresentam a relação média da rugosidade Ra mais alta em relação as ferramentas de corte sem tratamento. Observa-se que quanto maior o tempo de tratamento, amostra T13_P1.5_T600_4hrs, maior a média da rugosidade Ra obtida, Figura 40, tal comportamento se aplica também ao desvio padrão dos resultados. Essa evolução, pode ser provocada pelo bombardeamento iônico na superfície tratada, demonstrando que quanto maior o tempo das amostras na atmosfera de plasma, maior será incidência do bombardeamento na superfície do material.

A nitretação a plasma modificou a topografia superficial das ferramentas de corte de NbC-Co conforme evidenciados nos resultados alcançados na Fase I e Fase II, apresentando uma superfície rugosa formada pela presença de picos e vales distribuídos na superfície. Ao se diminuir ou aumentar a pressão durante o tratamento, aumenta-se ou diminui-se as colisões dos átomos ejetados, logo gera-se um maior ou menor caminho médio da trajetória dos mesmos (SCIENCE et al., 1995). Dessa forma a proposta de operar em diferentes pressões durante os tratamentos pode contribuir para o controle da formação de compostos durante os experimentos, mapeando quais melhores condições de formação de nitretos nas ferramentas de corte de NbC-Co.

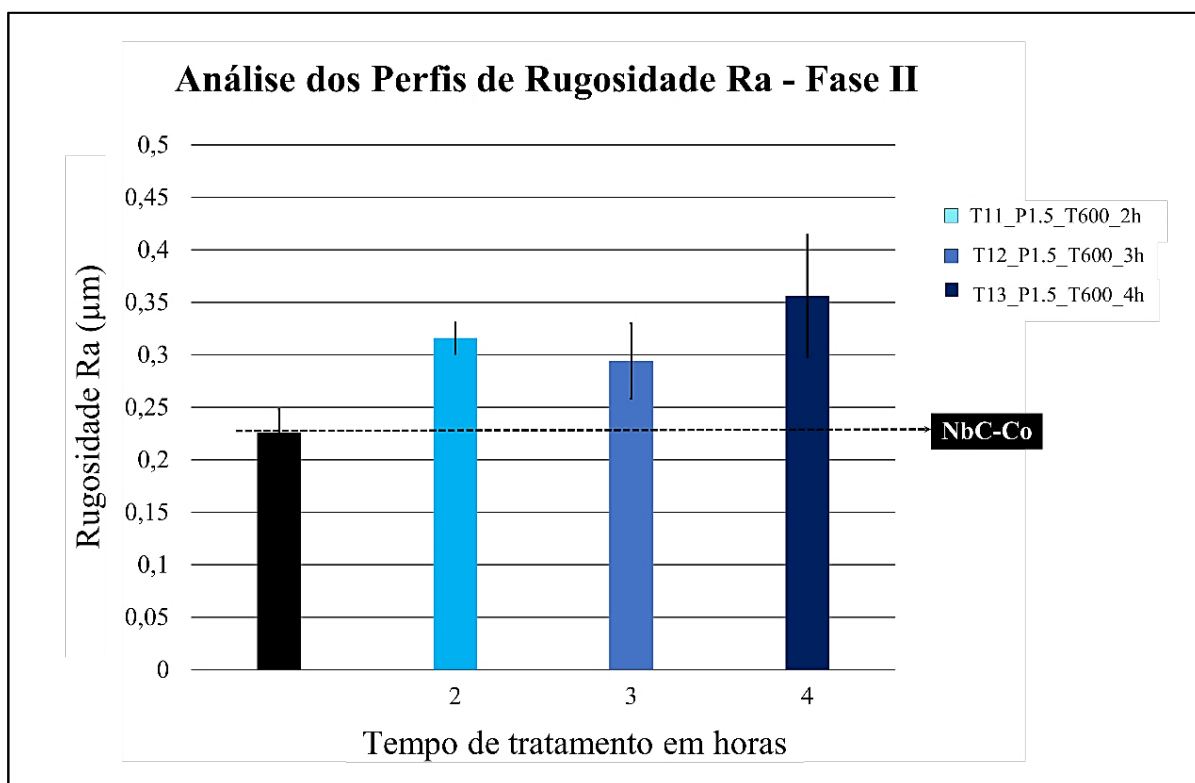


Figura 37 – Média de rugosidade superficial (Ra) das amostras tratadas durante a Fase II.

4.7. Análise de micro dureza Vickers

Na Figura 41 são apresentados os valores medidos de microdureza na superfície das ferramentas tratadas com 3 Torr e 1,5 Torr na Fase I, identificados por (A) e (B) respectivamente. Os perfis de microdureza foram realizados na superfície das amostras com uma média de 50 pontos na região central das ferramentas de corte, conforme norma Norma Vickers EN ISO 6507m, com carga de 0,2 Kgf.

A média de dureza para as ferramentas de corte de NbC-Co sem tratamento apresentam uma média de dureza de 1200 HV.

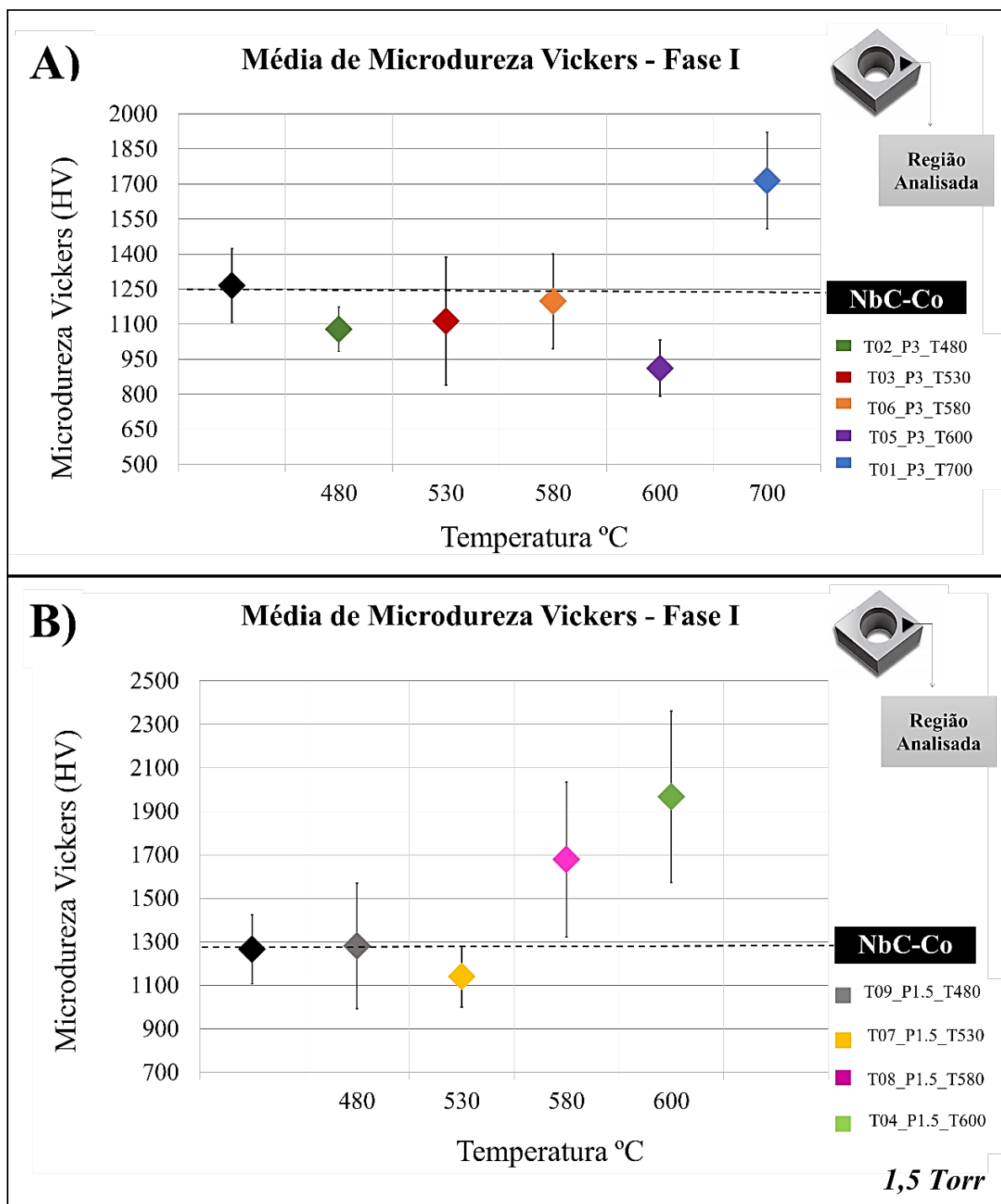


Figura 38 – Relação entre a dureza média superficial e as temperaturas alcançadas nas amostras tratadas durante a Fase I.

A amostra T04_P1.5_T600, Figura 42 (B), apresentou dureza com a maior média de dureza superficial alcançada em relação as amostras sem tratamento. As análises de microdureza demonstram ainda que a combinação ótima de tais parâmetros foi capaz de

aumentar a dureza da camada nitretada de forma significativa, atingindo valores da ordem de 1900 HV sendo que a dureza da amostra sem nitretação é da ordem de 1200 HV. As amostras T08_P1.5_T580 e T01_P3_T700, obtiveram elevações da dureza da superfície das amostras em 32% e 35%. Segundo as discussões dos Capítulos 4.2 e 4.4, tais amostras apresentaram a coloração cinza e suas morfologias superficiais evidenciaram a presença de estruturas arredondadas dispersas em relevo. A Tabela 10 apresenta os resultados das análises de microdurezas das amostras que obtiveram elevações em relação a amostra de NbC-Co sem tratamento durante a Fase I.

Tabela 10 – Resultados das análises de microdureza nas superfícies das amostras tratadas durante a Fase I que apresentaram aumento na dureza superficial.

Amostras	Valores de dureza (HV)	Desvios Padrão (HV)	Variação da dureza (%)
<i>NbC-Co</i>	1265	158	-
T08_P1.5_T580	1679	356	32
T01_P3_T700	1714	207	35
T04_P1.5_T600	1967	394	55

As demais amostras tratadas durante a Fase I não apresentaram elevações de dureza nas superfícies tratadas, tais amostras também não evidenciaram a presença de fases de nitretos de nióbio, discutidos no Capítulo 4.3.

Na Figura 42 são apresentadas as evoluções de microdureza para as amostras tratadas com diferentes tempos de tratamento de 2, 3 e 4 horas, durante os experimentos da Fase II.

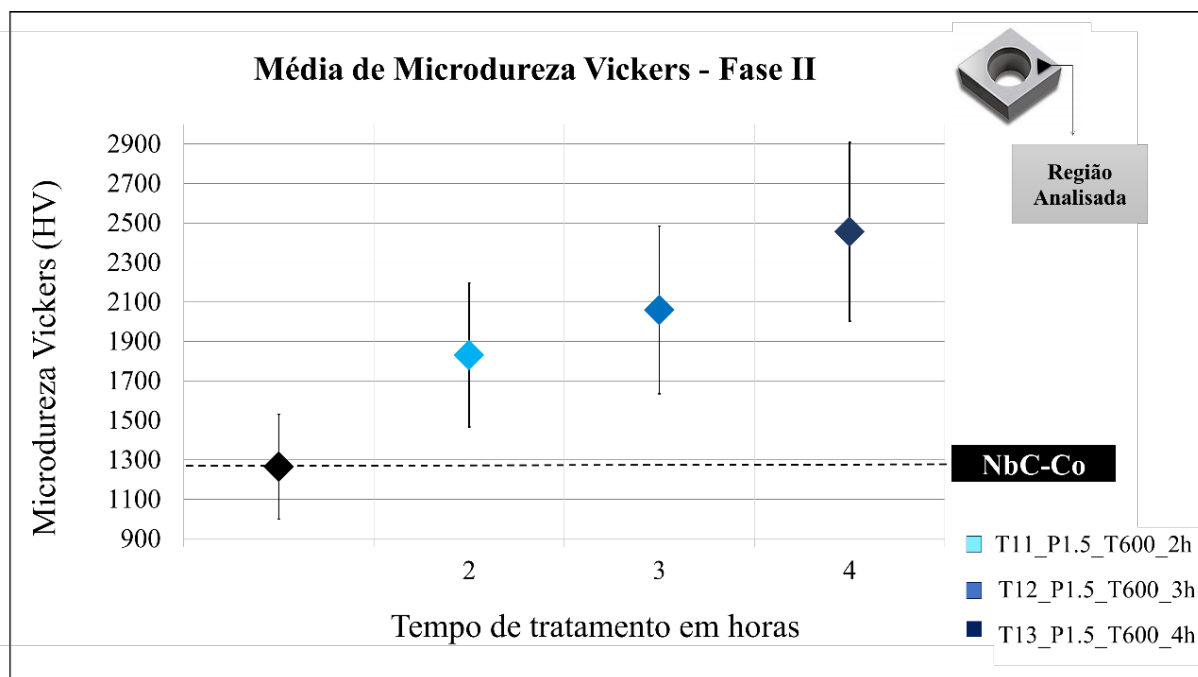


Figura 39 - Relação entre a dureza média superficial e as temperaturas alcançadas nas amostras tratadas durante a Fase II.

Os resultados de microdureza foram influenciados pelos os diferentes tempos de tratamento, com o aumento do tempo as médias dos perfis de dureza aumentaram progressivamente. Para todas as análises observou-se alto desvio padrão nas médias de dureza (400 HV aproximadamente), tal comportamento pode ser atribuído a alta heterogeneidade da superfície das amostras tratadas.

Como discutido no Capítulo 4,5, o aumento na espessura pode influenciar a dureza alcançada nos diferentes tempos de tratamento, (MCCULLOCH, 1979). Como demonstrado na tabela 11, essa relação é evidenciada, quanto maior o tempo de tratamento maior é a dureza alcançada durante os tratamentos. A amostra tratada com 2 horas apresentou um aumento de dureza em cerca 44% em relação as ferramentas de corte não tratadas, para os tempos de 3 e 4 horas, os aumentos se deram em 62% e 94%.

Tabela 11 – Resultados das análises de microdureza nas superfícies das amostras e espessura da camada de tratamento variando os tempos de tratamento em 2, 3 e 4 horas durante a Fase II.

Amostras	Tempo de Tratamento (horas)	Espessura da camada (μm)	Valores de dureza (HV)	Varição da dureza (%)
<i>NbC-Co</i>	-	-	1265	-
T11_P1.5_T600	2	1,60	1830	44
T12_P1.5_T600	3	2,28	2059	62
T13_P1.5_T600	4	3,08	2454	94

O melhor resultado de dureza obtido na Fase II se dá para a amostra T13_P1.5_T600_4h, com elevação da dureza em 94% em relação ao material não tratado. Para essa amostra também se tem a maior espessura da camada de nitretos alcançada de 3,08 μm .

Conforme os resultados dos difratogramas discutidos no Capítulo 4.3, tanto para a Fase I como para a Fase II a presença de elementos formadores de nitretos de nióbio, influenciam diretamente nas propriedades mecânicas superficiais da liga NbC-Co. Os significativos aumentos de dureza para a condição de tratamento da amostra T04_P1.5_T3, é atribuído à formação de precipitados dispersos de nitretos na rede cristalina do material. A reprodução desses parâmetros para diferentes tempos de tratamento, propiciou aumentos progressivos na espessura formada e nas durezas atingidas. Para tais tempos a amostra tratada com 4 horas (T13_P1.5_T600_4h) destacou-se perante as outras, sendo a que obteve os melhores resultados.

4.8. Discussões gerais

De acordo com a temática acerca da nitretação a plasma das ferramentas de corte de NbC-Co, os resultados e as discussões fundamentadas nas metodologias adotadas durante as Fases I e II nessa dissertação permitem chegar às conclusões que seguem:

- **Características superficiais:**

As amostras apresentaram diferentes colorações superficiais de acordo com os parâmetros investigados de temperatura, pressão e tensão. Todas as amostras tratadas com tensões abaixo de 500 V, para as pressões investigadas de 1,5 e 3 Torr, apresentaram a coloração preta em sua superfície. Para tensões acima de 500 V, todas as amostras apresentaram a coloração acinzentada na superfície. Tal comportamento evidenciou que a tensão aplicada ao catodo exerce influência na coloração resultante nas amostras tratadas. A alteração de coloração pode estar relacionada com as precipitações de fases no material, tal fato corrobora com a revisão da literatura.

Os parâmetros temperatura e tensão influenciaram a formação de novas fases nas amostras tratadas. Correlacionando os resultados de coloração, nem todas as amostras que apresentaram mudança de coloração superficial para cinza, apresentaram a identificação da precipitação de fases de nitretos. Entretanto, as amostras tratadas com as temperaturas e tensões mais elevadas (acima de 600 V) nas duas condições de pressões determinadas, obtiveram precipitações de fases de nitretos de nióbio. Para a amostra T01_P3_T700 uma mescla das fases de Nb metálico, ϵ -NbN e β -Nb₂N, para a amostra T04_P1.5_T600 houveram precipitações dos nitretos estáveis e metaestáveis ϵ -NbN, β -Nb₂N e Nb₅N₆. Ressalta-se que a diminuição da pressão, incidiu na diminuição da temperatura para a formação de novas fases de nitretos, evidenciado nos resultados da amostra tratada a 1.5 Torr, T04_P1.5_T600.

Os perfis de rugosidade superficial das amostras nitretadas aumentaram em função do aumento da temperatura. Entretanto, com temperaturas acima de 600 °C e tensões acima de 600V, a rugosidade tende a decair, tal fator pode ser atribuído ao fenômeno de sputtering pela qual as amostras são submetidas em tensões mais elevadas.

- **Características morfológicas:**

Nas amostras foram identificadas duas morfologias distintas segundo os tratamentos propostos e colorações atingidas. Para as amostras que apresentaram a coloração superficial preta, as micrografias de superfície apresentaram estruturas foliares com arestas irregulares. Tais amostras foram tratadas com temperaturas abaixo de 530°C e tensões abaixo de 530V. Para as amostras que apresentaram a coloração cinza em sua superfície, as análises evidenciaram a presença de estruturas arredondadas dispersas em relevo.

A partir das imagens do MEV foi possível verificar o aumento da espessura da camada de tratamento para os tempos de 2, 3 e 4 horas. A amostra T13_P1.5_T600_4h, apresentou a maior espessura alcançada de 3,08 μm . Tal fato corrobora com a revisão da literatura, na qual um maior tempo de tratamento, tende a levar a espessuras de camadas maiores. Entretanto, tal comportamento pode chegar num ponto de saturação, onde a espessura do material não será mais influenciada pelo o tempo de tratamento.

- **Características mecânicas:**

Quanto à influência da temperatura do processo em relação a dureza superficiais identificada na Fase I, verificou-se que as amostras que apresentaram as precipitações de fases de nitreto de nióbio, T01_P3_T01 e T04_P1.5_T600, obtiveram uma acentuada elevação da dureza superficial. Entretanto, o melhor resultado se deu para a amostra T04_P1.5_T600, que apresentou dureza 55% maior em relação as amostras sem tratamento.

Para a Fase II o tempo de tratamento das amostras influenciou de maneira diretamente proporcional a elevação da dureza superficial. Para as amostras tratadas T11_P1.5_T600_2h, T12_P1.5_T600_3h e T13_P1.5_T600_4h, os aumentos foram de 44%, 62% e 94% em relação a amostra de NbC-Co sem tratamento, respectivamente. Logo, associa-se que o aumento da espessura da camada de nitretos em função do aumento do tempo de tratamento, influenciou diretamente a elevação da dureza da superfície para tais amostras. Para essa Fase, a amostra T13_P1.5_T600_4h, apresentou o melhor resultado em relação a todas as amostras tratadas nesse estudo.

5. Conclusões

-

-

-

A partir do estudo proposto, conclui-se que a nitretação a plasma é uma técnica capaz de melhorar as propriedades mecânicas das ferramentas de corte de NbC-Co. Além disso, mostrou-se como as combinações dos parâmetros temperatura, pressão e tensão aplicada ao plasma durante o processo de nitretação influenciaram o surgimento das fases de nitretos e as propriedades das camadas nitretadas.

Guiados pela pergunta de pesquisa da Fase I, “Qual é faixa de temperatura e pressão mais adequada para formação de fases de nitretos nas ferramentas de corte de NbC-Co pelo processo de nitretação a plasma? ”, foi demonstrado que a melhor combinação de parâmetros para a nitretação a plasma das ferramentas de corte de NbC-Co, foram: pressão de 1,5 Torr e temperatura de 600°C. Nesta condição, foram identificadas as fases ϵ -NbN e β -Nb₂N na camada nitretada, as quais foram responsáveis pelo aumento da dureza do material de 1200 HV (NbC-Co sem tratamento) para aumento da dureza em 55% após a nitretação a plasma.

Através da segunda questão de pesquisa (Fase II), “Qual a espessura da camada nitretada que proporciona ao NbC-Co as melhores propriedades mecânicas para sua aplicação como ferramenta de corte?”, foi possível determinar que, dentre os tempos de tratamento

investigados (2, 3 e 4 horas), aquele que resultou em melhores propriedades mecânicas foi o de 4 horas de nitretação. Neste caso, obteve-se uma camada nitretada de aproximadamente 3,1 μm de espessura, a qual foi responsável pelo aumento da dureza superficial em 94% em relação ao NbC-Co sem tratamento superficial.

6. Sugestão para trabalhos futuros

Baseado nos resultados obtidos e das conclusões formadas, os seguintes tópicos são propostos para o prosseguimento dessa pesquisa:

- Realizar tratamentos com diferentes proporções de gases na atmosfera de tratamento para determinar sua influência no processo de nitretação a plasma na liga NbC-Co;
- Analisar a relação dureza e tenacidade da liga NbC-Co tratada por nitretação na melhor condição encontrada;
- Realizar análises tribológicas na superfície do material utilizando o melhor resultado obtido durante as investigações, identificando os mecanismos de desgastes formados e o coeficiente de atrito atingido;
- Realizar tratamentos por nitretação a plasma nas ferramentas de corte de NbC-Co, fazendo uso de gaiola catódica, investigando a influência de tal instrumentação no efeito de borda proveniente do sistema utilizado no tratamento;

- Realizar ensaios de usinagem por torneamento externo para explorar o potencial de aplicação das ferramentas de corte tratadas por nitretação a plasma na melhor condição de tratamento.

7. Citação e Referências

ACCHAR, W.; SEGADÃES, A.M. **Properties of sintered alumina reinforced with niobium carbide**. Int. J. of Refract. Met. Hard Mat., v. 22, p. 17-20, 2004.

ÁLISSON, Prof; MACHADO, Rocha; MARCIO. **Usinagem dos metais**. 2004.

ALYSSON, Luís Boicko. **Estudo da união de componentes de ligas ferrosas por sinterização**. 2011.

ANDREW J. MACULA, JOHN T. MACULA, BENNO A. SCHWARTZ.; BEHRING, Elaine **Fundamentos de Política Social**. Revista Serviço Social e Saúde: Formação e Trabalho Profissional., v. Rio de Jan, p. 1–27, 2006.

BELL, T.; LOH, N. L. The fatigue characteristics of Plasma Nitrided three Pct Cr-Mo steel. *Journal of Heat Treating*, v. 2, n. 3, p. 232–237, 1982.

BORCZ, Cláudio; CASSUS, Eduardo Pires; MEDEIROS, Marta Eloisa.. **Estudo Do Processo De Nitretação Por Plasma De Nióbio**. CASSUS, Eduardo Pires; MEDEIROS, Marta Eloisa. Artigo. n. Setembro, 2011.

CUPPARI, Marcio; SANTOS, Sydney. **Physical Properties of the NbC Carbide**. Metals, v. 6, n. 10, p. 250, 2016. Disponível em: <<http://www.mdpi.com/2075-4701/6/10/250>>. Acesso em: 05 de Maio de 2018.

DAVIM, J Paulo. **Diamond tool performance in machining metal – matrix composites.** v. 128, p. 100–105, 2002.

DINIZ, Carlos Eduardo. **Estudo de revestimentos de tin em substratos de aço 15-5 ph com interfaces diluídas para aplicações aeroespaciais.** 2015. Dissertação (Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais / Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Engenharia de Aeronáutica e Mecânica, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

DOS REIS, R. F.; NEIDERT, R. **Influence of pre-cleaning by sputtering in plasma nitriding of stainless steel.** Revista Materia, v. 16, p. 683–689, 2011.

EM TRENT, PK Wright. **Metal cutting.** Butterworth-Heinemann, 2000.

ETTMAYER, P *et al.* **Ti (C , N) Cermets - Metallurgy and Properties.** v. 13, p. 343–351, 1995.

EUGENIO, Nerv; BERMUDEZ, Chavez. **Pulsado dos aços din x50 crvmo 51.** 1999.

FERNANDES, Fernanda De Melo. **Deposição de filmes finos de cobre por gaiola catódica : análise do confinamento do plasma em função do aumento deposition of copper thin films by cathodic cage : analysis of the plasma confinement as a function of the increase of.** Tecnologia em Metalurgia e Materiais, v. 15, n. 3, p. 296–302, 2018.

FLORENZANO, Maria Beatriz Borba. **Moeda Na Grécia Arcaica E Clássica – Séculos Vii a Iv a. C.: Arqueologia E Mudança Cultural.** Revista do Museu de Arqueologia e Etnologia. 2004.

FONTANA, luís César. **Estudo da deposição de filmes de ti e tin e santa catarina para a obtenção do grau.** 1997.

FONTES, F A O; GOMES, Kanishk. **Synthesis of Niobium Carbide from Ammonium Niobium (V) Oxalate Precursor at Low Temperature in Rotating Cylinder Reactor.** January, 2005.

FRANCO JÚNIOR, A R. **Obtenção de revestimentos dúplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AIDI D2 e AISI H13.** p. 196, 2003.

GALVÃO, R. M. O. **Introdução à física de plasmas e suas aplicações Tecnológicas.** p. 1–8, 2016.

GONÇALVES, Rodrigo Pereira. **Análise da Evolução de Fases da Superliga de Níquel 718 em Altas Temperaturas.** 2016.

GUERRA, C F *et al.* **Towards an order-N DFT method.** Theor. Chem. Acc., v. 99, p. 391, 1998.

HAYAMI, W., SOUDA, R., AIZAWA, T., OTAN, S., ISHIZAWA, Y. **Structural analysis of NbC (111)-O and NbC (111)-D surfaces.** Surface science, v.346, p.158- 164, 1996.

HARD, Sandvik; COVENTRY, Torrington Avenue. **Ceramic Cutting Tool Materials**. v. 7, n. 5, p. 267–273, 1986.

HOMERO SANTIAGO MACIEL, Julio César Sagás; ALVES, C. **Nitretação a plasma: Fundamentos e Aplicações**. Natal: EDUFRN, p. 1–108, 2001. Disponível em: <<http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:Nitrete??o+a+Plasma:+Fundamentos+e+Aplica??es#0>>. Acesso em: 3 de Setembro de 2017.

HUANG, S. G. *et al.* **Microstructure and mechanical properties of NbC matrix cermets using Ni containing metal binder**. Metal Powder Report, 2016.

HUANG, S G *et al.* **VC- and Cr₃C₂-doped WC – NbC – Co hardmetals**. v. 464, p. 205–211, 2008.

INDIANA FACCHIN, Israel J. R. Baumvol RESULT. **Caracterização e avaliação de parâmetros de nitretação a plasma em zircônia**. v. 56, 2010.

J. A. BITTENCOURT. **Fundamentals of Plasma Physics**. [S.l: s.n.], 2004.

K. G. BUDINSKI; M. K. BUDINSKI. **Engineering Materials Properties and selection**. [S.l.]: Nature. , 2009

KAGNAYA, T *et al.* **Wear mechanisms of WC – Co cutting tools from high-speed tribological tests**. v. 267, p. 890–897, 2009.

KINDLIMANN, L. E.; ANSELL, G. S. **Dispersion strengthening austenitic stainless steels by nitriding**. Metallurgical and Materials Transactions B, v. 1, n. 2, p. 507–515, 1970.

KLEBER JOSÉ BARROS RIBEIRO. **Nitretação em plasma com gaiola catódica: Caracterização e avaliação do desempenho**. 2007.

KÖNIG, W.; KLOCKE, F. **Tecnologia da Usinagem com Ferramentas de Corte de Geometria Definida–parte 1**. Fertigungsverfahren: Drehen, Bohren, Fräsen, 1997.

KORHONEN, A. S. **Plasma Nitriding and Ionplating Withan Intensified**. Thin Solid Films, v. 107, p. 387–394, 1983.

LIEBERMAN, Michael A.; LICHTENBERG, Allan J. **Principles of Plasma Discharges and Materials Processing: Second Edition**. [S.l: s.n.], 2005.

LIU, Jiajun *et al.* **Wear Simulation of SiAlN₄ Cutting Tool Material on a Pin-On-Disc Tester**. v. 8842, n. 96, p. 2–7, 1997.

FONTANA, luís César. **Estudo da deposição de filmes de ti e tin e santa catarina para a obtenção do grau**. 1997.

MERCHANT, Eugene. **Mechanics of the Metal Cutting Process. I**. Orthogonal Cutting and a Type 2 Chip. v. 267, n. November 1944, 1945.

MANNARINO, Marco; TONELLI, Marcello; ALLAN, G. Michael. **Screening and**

diagnosis of type 2 diabetes with HbA1c. Canadian Family Physician, v. 59, n. 1, p. 42, 2013.

MILLS, B. **Processing Technology.** v. 136, n. 95, 1996.

MONTENEGRO, Paula *et al.* **Potential of niobium carbide application as the hard phase in cutting tool substrate.** International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, v. 70, n. October 2017, p. 116–123, 2018.

NABHANI, Farhad. **Wear mechanisms of ultra-hard cutting tools materials.** v. 115, n. June, p. 402–412, 2001.

PASSOS, Maria Cristina. **A reestruturação da indústria introdução 1 - as mudanças tecnológicas e a reestruturação industrial dos países desenvolvidos.** 1992.

PETER J. TATSCH. **Deposição de Filmes Finos.** Proceedings of the 6th International Conference on Smart Cities and Green ICT Systems, p. 180–187, 2017. Disponível em: <<http://www.scitepress.org/DigitalLibrary/Link.aspx?doi=10.5220/0006301901800187>>. Acesso em: 2 de Janeiro de 2018.

PICCOLINO, Marco. **Animal electricity and the birth of electrophysiology: The legacy of Luigi Galvani.** Brain Research Bulletin, v. 46, n. 5, p. 381–407, 1998.

PINEDO, C E. **Nitreção por plasma para endurecimento superficial de aços ferramenta.** 2004.

PIZZOLATTI, J.; ELBERN, A.W. **Nitreção de aços em plasma.** 1988.

R. M. BURNS, A. E. SCHUH. **Protective coatings.** Innovations. [S.l: s.n.], 1939.

R.C. ADAMS. **The Materials Information Company.** Technology, v. 2, p. 3470, 2001. Disponível em: <<http://books.google.com.hk/books?id=eC-Zt1J4oCgC>>. Acesso em: 5 de Abril de 2018.

RAHMAN, M; WONG, Y S. **Binderless CBN Tools , a Breakthrough for Machining.** v. 127, n. May 2005, p. 277–279, 2019.

RIZK, A. S.; MCCULLOCH, D. J. **Plasma nitriding of Inconel 625.** Surface Technology, v. 9, n. 5, p. 303–315, 1979.

ROSENBERG, N. **Technological Change in the Machine Tool Industry, 1840–1910.** The Journal of Economic History, v. 23(4), 4, 1963.

ROTH, J. Reece. **Industrial Plasma Engineering, Volume 1: Principles.** [S.l: s.n.], 1995. v. 1. Disponível em: <http://www.journals.cambridge.org/abstract_S0022377803222170>. Acesso em: 20 de Agosto de 2018.

SANDVIK COROMANT. **DSSNL 3232P 19: product details.** São Paulo, 2017. Disponível em:<http://www.sandvik.coromant.com/ptpt/products/pages/productdetails.aspx?c=DSSNL%203232P%2019>>. Acesso em: 30 de Setembro de 2017

SCIENCE, August. **Plasma et al.** Plasma Science. [S.l: s.n.], 1995. Disponível em: <<http://www.nap.edu/catalog/4936>>. Acesso em: 2 de Maio de 2017.

SELINDER, T I; FIETZKE, F; KLOSTERMANN, H. **PVD-Al₂O₃-coated cemented carbide cutting tools**. v. 189, p. 186–192, 2004.

SHAO, H *et al.* **Study on machinability of a stellite alloy with uncoated and coated carbide tools in turning**. v. 15, p. 673–681, 2013.

SOUSA, D E. **Nitreção iônica em gaiola catódica do aço inoxidável martensítico AISI 420**. p. 104–109, 2008.

SPEICH, G. R.; LESLIE, W. C. **Tempering of steel**. *Metallurgical Transactions*, v. 3, n. 5, p. 1043-1054, 1972.

TIER, Marco. **Os mecanismos de desgaste do aço rápido aisi m2 nitretado a plasma**. n. Julho, 1998.

TONSHOFF, H K; MOHLFELD, A. **Surface treatment of cutting tool substrates**. v. 38, p. 469–476, 1998.

TSO, Pei-lum; LIU, Yan-gang. **Study on PCD machining**. v. 42, n. September 2001, p. 331–334, 2002.

VATAVUK, Jan et al. **The effect of nitriding on the toughness and bending resistance of tool steels**. *International Journal of Microstructure and Materials Properties*, v. 3, n. 4, p. 563, 2008.

VATAVUK, Jan; FERRARESE, André. **Design of Wear-Resistant Coatings for Engine Components**. *Encyclopedia of Tribology*, p. 711-719, 2013.

VRANJICAN, N. **On the life of an ion-nitrided HSS cutting tool**. v. 35, p. 113–119, 1992.

WAYNE, S F. **Where Rmech**. v. 133, p. 309–321, 1989.

WONG, Eric T.; LOUIS, David N. **Case Records of the Massachusetts General Hospital Case 8-2001**. [S.l: s.n.], 2001. v. 344. Disponível em: <<http://www.nejm.org/doi/abs/10.1056/NEJM200103153441109>>. Acesso em: 3 de Outubro de 2017.

WOYDT, Mathias; MOHRBACHER, Hardy. **The tribological and mechanical properties of niobium carbides (NbC) bonded with cobalt or Fe₃Al**. *Wear*, v. 321, p. 1–7, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2014.09.007>>. Acesso em: 27 de Setembro de 2017.

WOYDT, Mathias; MOHRBACHER, Hardy. **The use of niobium carbide (NbC) as cutting tools and for wear resistant tribosystems**. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. [S.l: s.n.], , 2015.

ZEILMANN, Rodrigo P *et al.* **Análise de alterações metalúrgicas no fresamento de topo reto de um aço endurecido.** 2011.

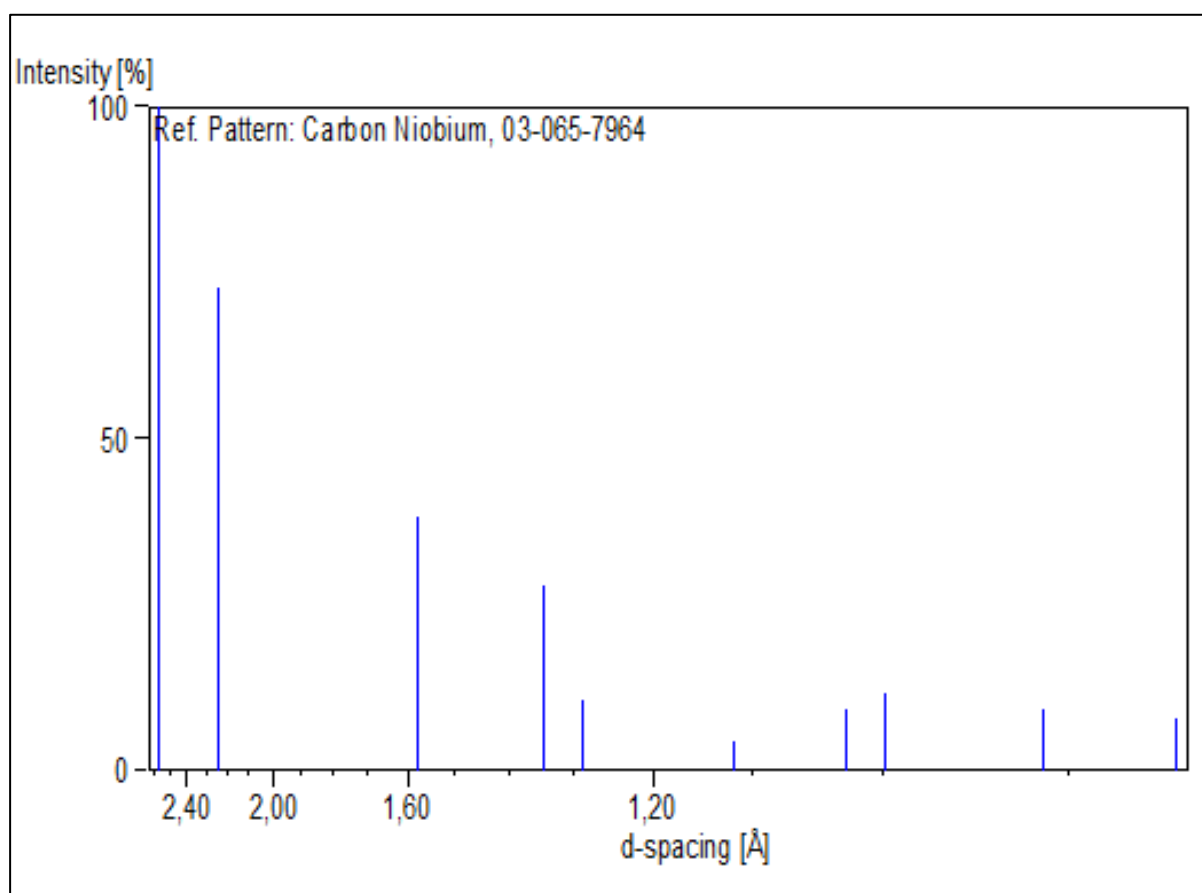
Apêndice A

A.1 Referência fichas JCPDS

Reference code: **03-065-7964**

Compound name: Carbon Niobium – NbC

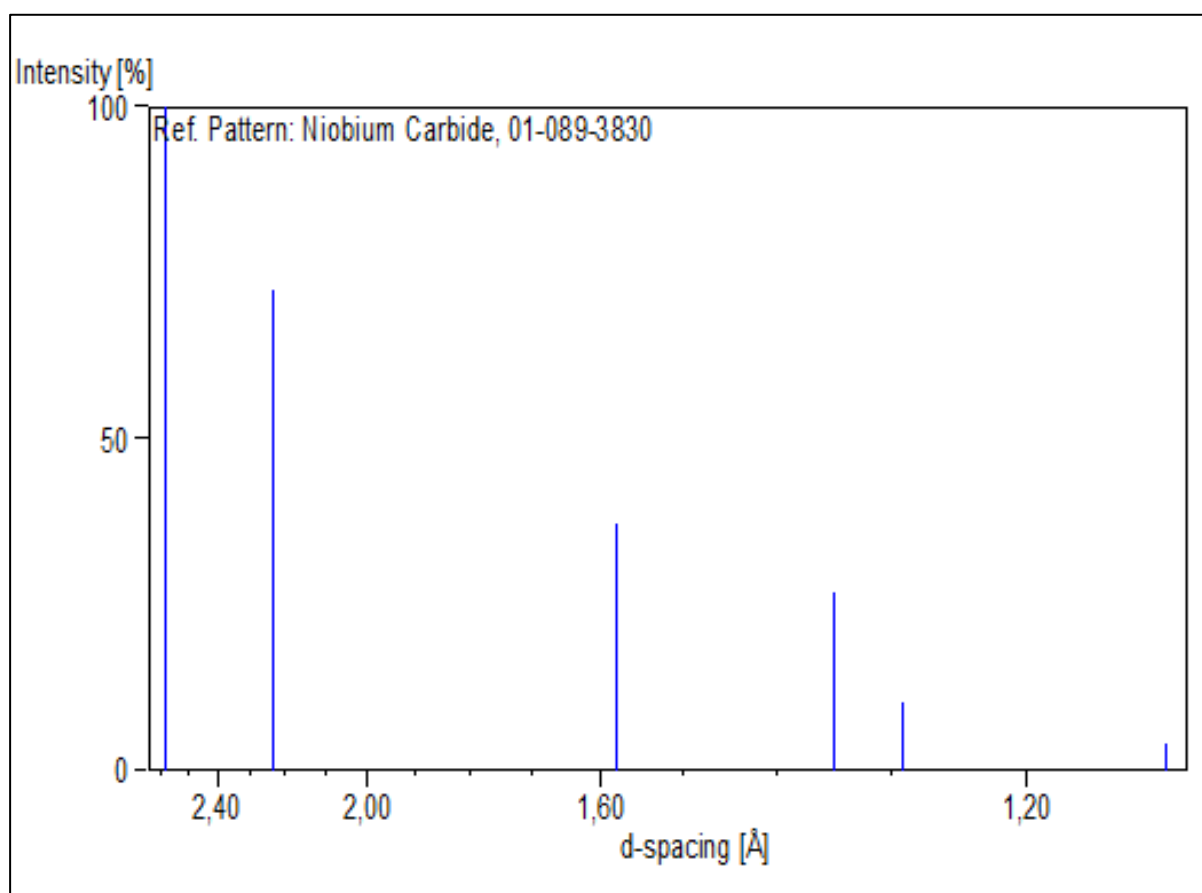
Crystal system: Cubic



Reference code: **01-089-3830**

Compound name: Niobium Carbide – NbC

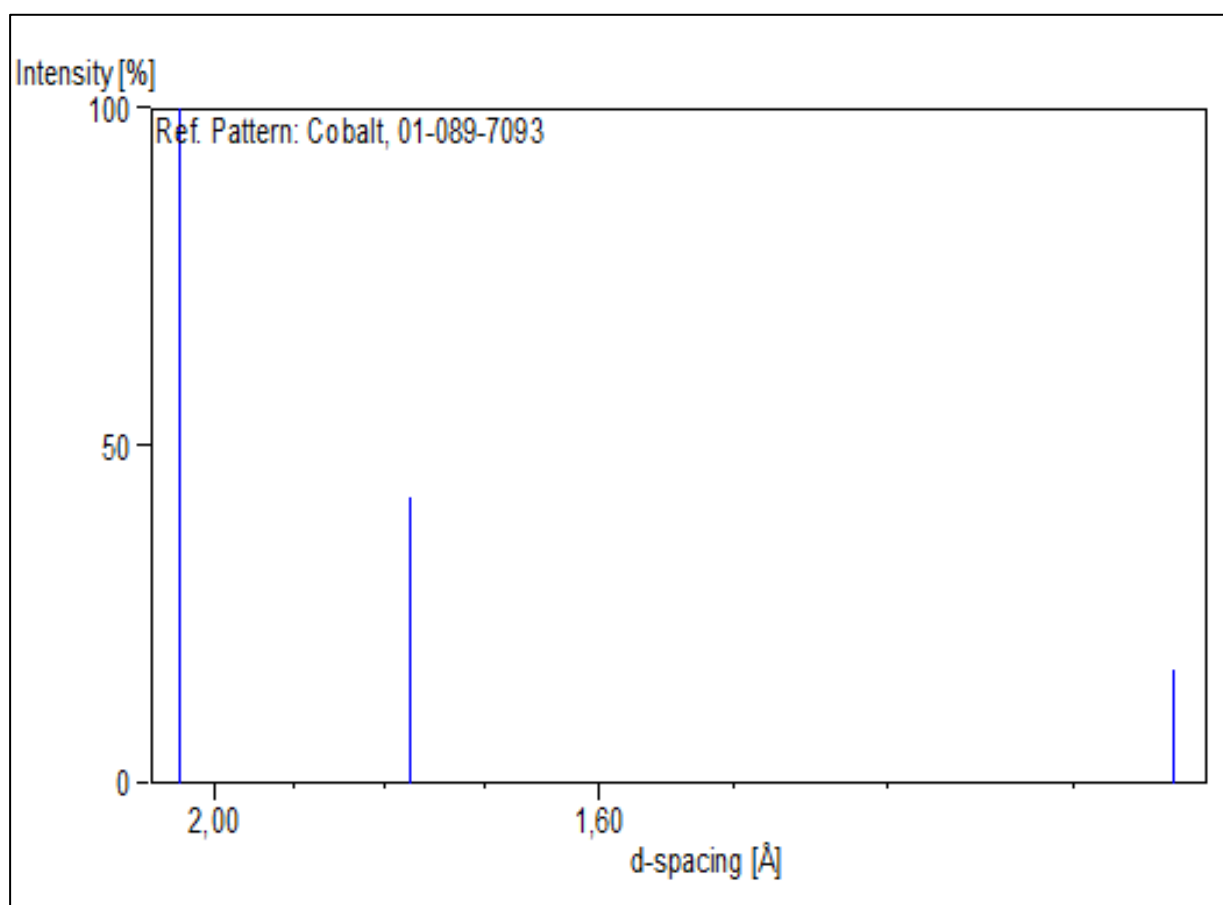
Crystal system: Cubic



Reference code: **01-089-7093**

Compound name: Cobalt – Co

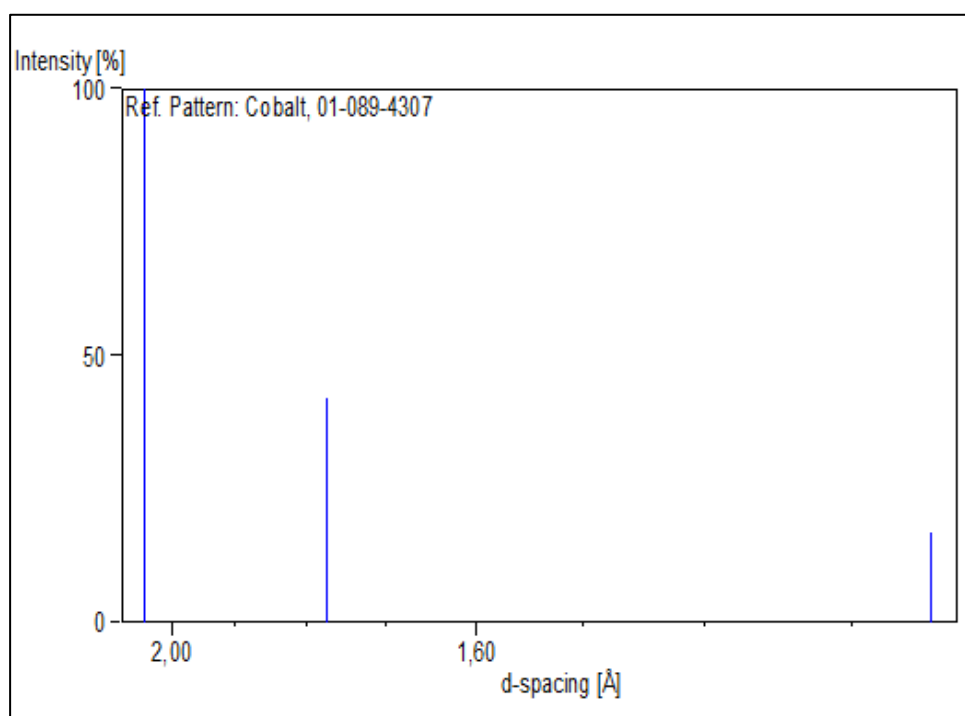
Crystal system: Cubic



Reference code: **01-089-4307**

Compound name: Cobalt – Co

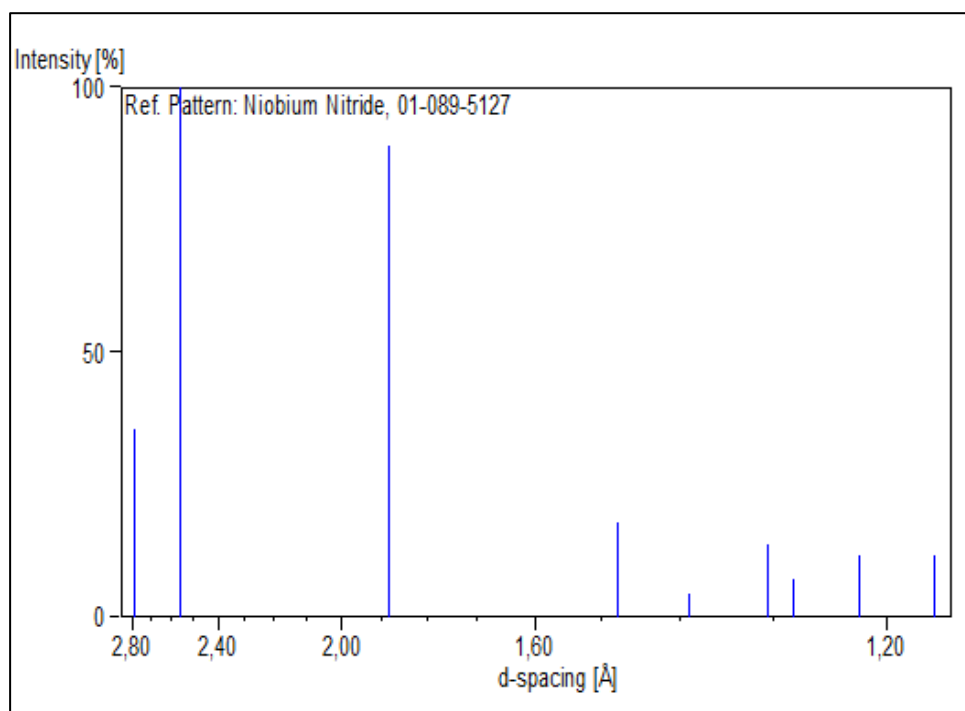
Crystal system: Cubic



Reference code: **01-089-5127**

Compound name: Niobium Nitride – NbN

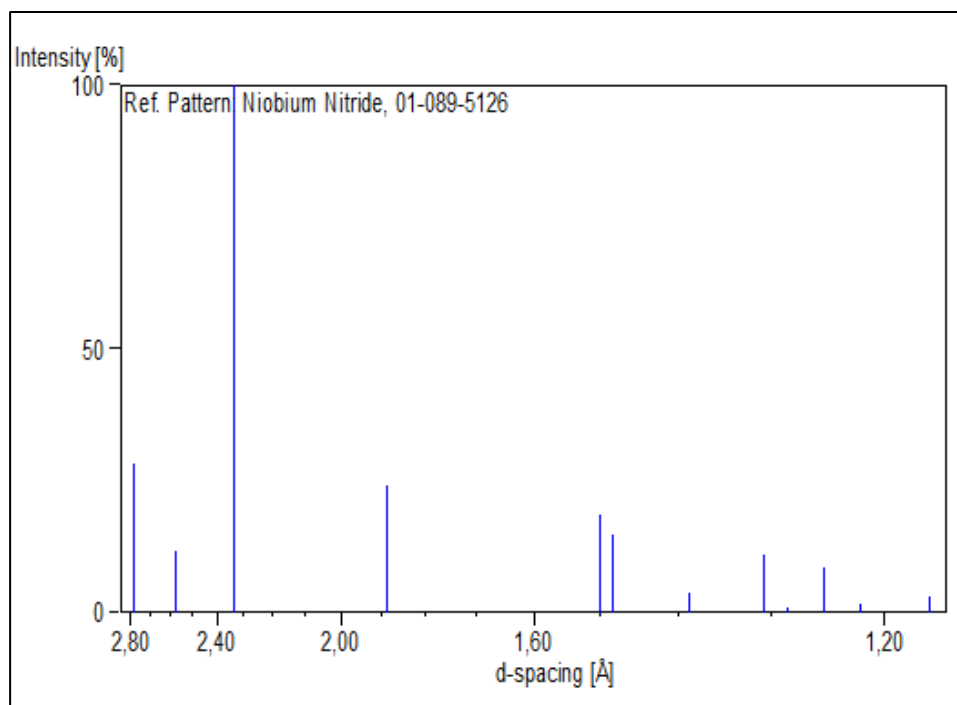
Crystal system: Hexagonal



Reference code: **01-089-5126**

Compound name: Niobium Nitride – NbN

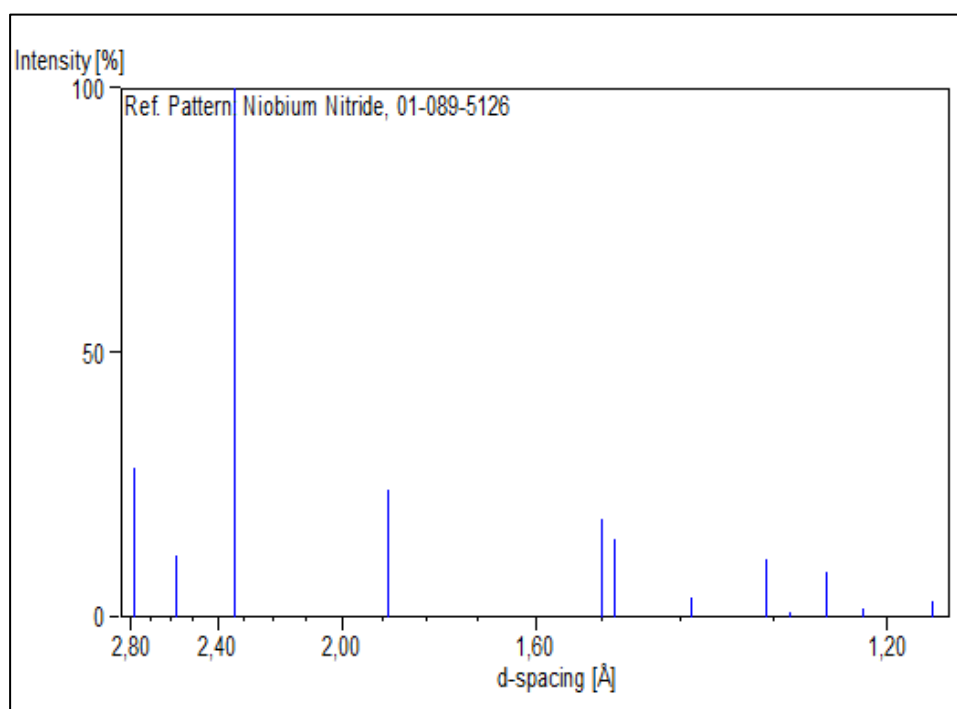
Crystal system: Hexagonal



Reference code: **01-089-5126**

Compound name: Niobium Nitride – NbN

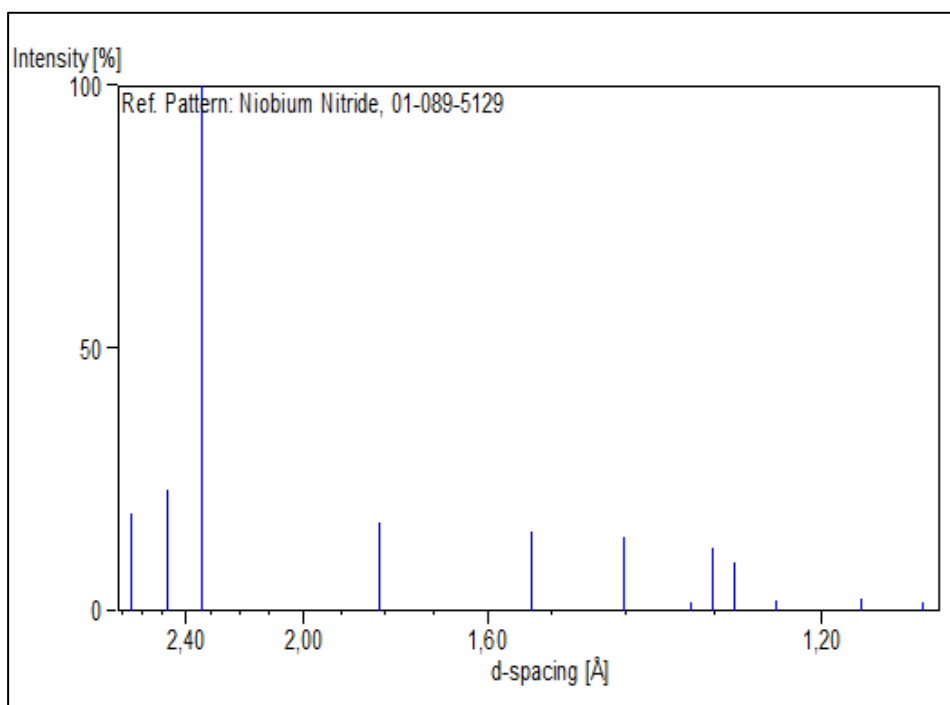
Crystal system: Hexagonal



Reference code: **01-089-5129**

Compound name: Niobium Nitride – Nb₂N

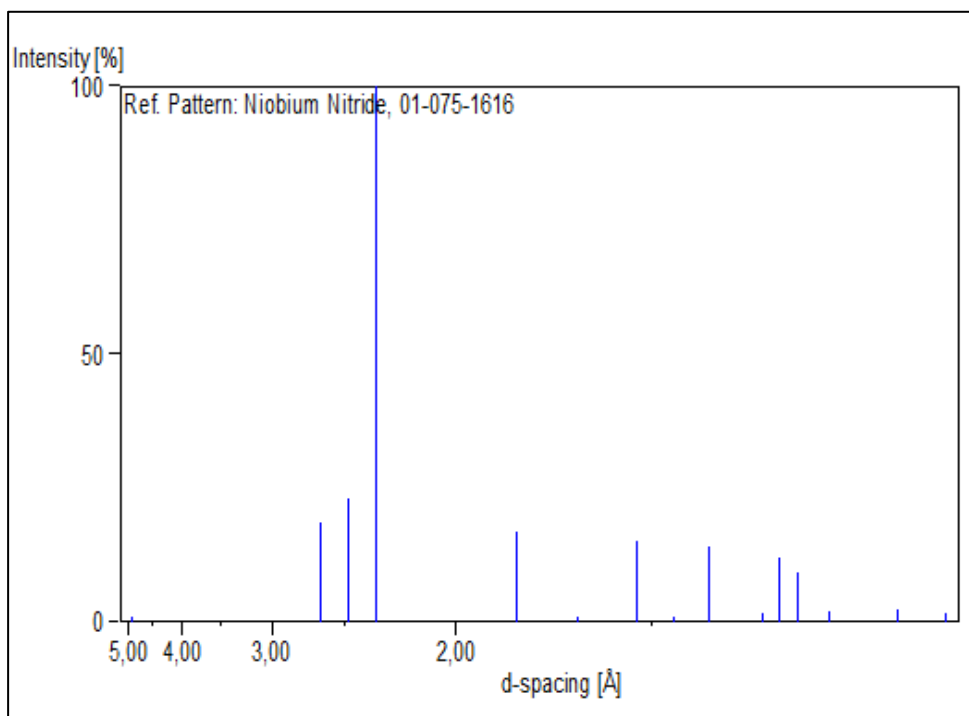
Crystal system: Hexagonal



Reference code: **01-075-1616**

Compound name: Niobium Nitride – Nb₂N

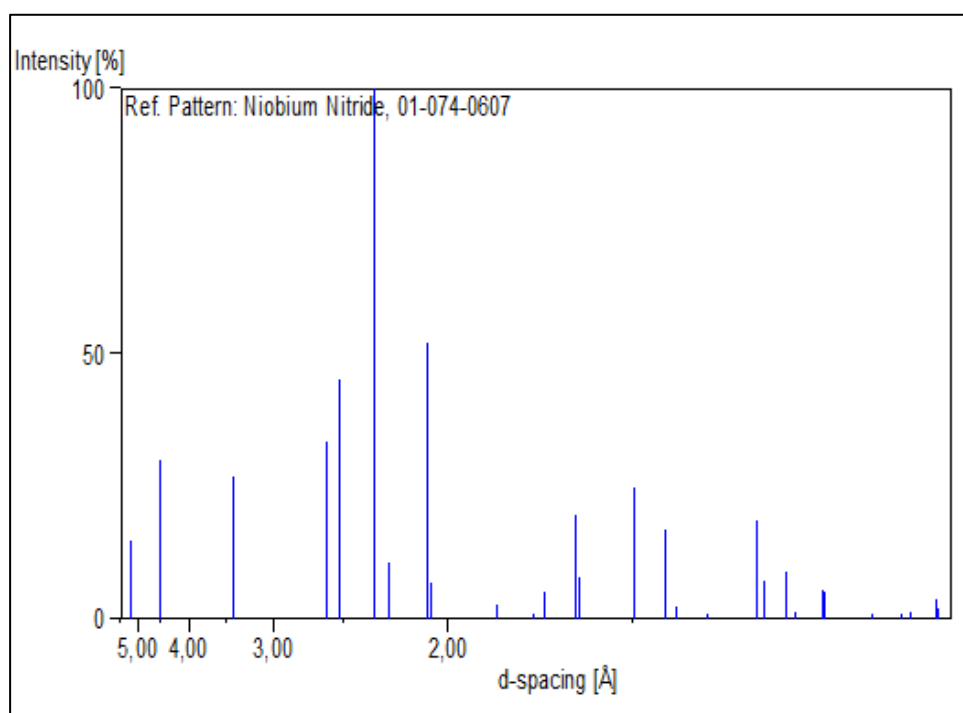
Crystal system: Hexagonal



Reference code: **01-074-0607**

Compound name: Niobium Nitride – Nb₅N₆

Crystal system: Hexagonal



FOLHA DE REGISTRO DO DOCUMENTO

1. CLASSIFICAÇÃO/TIPO <p style="text-align: center;">DM</p>	2. DATA <p style="text-align: center;">07 de março de 2019</p>	3. REGISTRO N° <p style="text-align: center;">DCTA/ITA/DM-013/2019</p>	4. N° DE PÁGINAS <p style="text-align: center;">114</p>
5. TÍTULO E SUBTÍTULO: <p>Tratamento por nitretação a plasma em ferramentas de corte de NbC-Co.</p>			
6. AUTOR(ES): <p>Natália Ingrid da Costa D'Ávila</p>			
7. INSTITUIÇÃO(ÕES)/ÓRGÃO(S) INTERNO(S)/DIVISÃO(ÕES): <p>Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA</p>			
8. PALAVRAS-CHAVE SUGERIDAS PELO AUTOR: <p>Carbeto de Nióbio; Nitretação a plasma; Ferramentas de corte</p>			
9. PALAVRAS-CHAVE RESULTANTES DE INDEXAÇÃO: <p>Processamento de materiais a plasma; Compostos de nióbio; Ferramentas de corte; Propriedades mecânicas; Engenharia de materiais.</p>			
10. APRESENTAÇÃO: <p style="text-align: right;">X Nacional Internacional</p> <p>ITA, São José dos Campos. Curso de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Física. Área de Física de Plasmas. Orientador: Prof. Argemiro Soares da Silva Sobrinho; coorientador: Prof. Anderson Vicente Borille. Defesa em 25/02/2019. Publicada em 2019.</p>			
11. RESUMO: <p>Neste trabalho realizou-se o estudo do processo de nitretação a plasma em ferramentas de corte de Carbeto de Nióbio (NbC) tendo como ligante o Cobalto (Co). Como objetivos definidos para o desenvolvimento do trabalho tem-se a avaliação da influência dos parâmetros de processo de nitretação, como pressão, temperatura e tensão de plasma e sobre as propriedades morfológicas, estruturais e mecânicas das amostras de ferramentas de corte de NbC-Co. Os processos de nitretação foram realizados com fluxo de uma mistura gasosa composta de 70% em volume de nitrogênio, 15% de argônio e 15% de hidrogênio para as temperaturas de 480, 530, 580, 600 e 700 °C. As pressões utilizadas para as temperaturas determinadas foram de 1,5 e 3 Torr (aprox. 200 e 400 Pa), fixado em duas horas de tratamento para definição das melhores condições de tratamento. A fim de analisar a relação entre a espessura da camada nitretada e as propriedades mecânicas, após definição dos melhores parâmetros de processo, foram repetidos em tempos de 3 e 4 horas. As técnicas de caracterização utilizadas foram difração de raio X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV e MEV-FEG) e ensaios de microdureza. Os resultados das avaliações demonstraram que a temperatura e a tensão de plasma são os principais parâmetros para a formação da camada nitretada. As análises de microdureza demonstram ainda que a combinação ótima de tais parâmetros foi capaz de aumentar a dureza da camada nitretada de forma significativa (55%), atingindo valores da ordem de 1900 HV sendo que a dureza da amostra sem nitretação é da ordem de 1200 HV. Com a elevação dos tratamentos para 4 horas, chegou-se a uma camada de 3,08 µm, atingindo valores de dureza da ordem de 2400 HV, em torno de 94% de aumento em relação a amostra sem tratamento.</p>			
12. GRAU DE SIGILO: <p style="text-align: center;">(X) OSTENSIVO () RESERVADO () SECRETO</p>			