UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROJETO DE GRADUAÇÃO

FELIPE ROCHA COUTINHO

ENSAIOS DE MICROABRASÃO EM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 316 SUBMETIDOS A TRATAMENTOS SUPERFICIAIS TERMOQUÍMICOS DE CEMENTAÇÃO E NITRETAÇÃO A PLASMA

VITÓRIA

2014

FELIPE ROCHA COUTINHO

ENSAIOS DE MICROABRASÃO EM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 316 SUBMETIDOS A TRATAMENTOS SUPERFICIAIS TERMOQUÍMICOS DE CEMENTAÇÃO E NITRETAÇÃO A PLASMA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção de grau de Engenheiro Mecânico.

Orientador: Antônio César Bozzi, D.Sc.

VITÓRIA

2014

FELIPE ROCHA COUTINHO

ENSAIOS DE MICROABRASÃO EM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 316 SUBMETIDOS A TRATAMENTOS SUPERFICIAIS TERMOQUÍMICOS DE CEMENTAÇÃO E NITRETAÇÃO A PLASMA

Projeto de Graduação apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do grau de Engenheiro Mecânico.

Aprovado em 04 de agosto de 2014.

COMISSÃO EXAMINADORA:

_____

Prof. Dr. Antônio César Bozzi

Universidade Federal do Espírito Santo

Orientador

_____

M.e Flávio Parreiras Marques

Instituto Federal do Espírito Santo

_____

Engenheiro Mecânico Leandro Entringer Falqueto

Universidade Federal do Espírito Santo

AGRADECIMENTOS

A Deus por me dar saúde, forças e calma para superar as dificuldades.

A meus pais Alexandre e Helena e a meu irmão Gabriel, meus maiores amigos e incentivadores, pelo amor, por apoiar, ajudar a manter o foco e incentivar a continuar minha jornada.

A meus amigos, que sempre souberam dosar irreverência e seriedade, ajudando a me distrair em momentos difíceis e a dar forças nas horas que os estudos não pareciam render.

Ao professor Dr. Antônio César Bozzi, pelas orientações e direcionamento ao longo desse projeto de graduação.

A Agência Nacional do Petróleo, pela oportunidade de participar como aluno de iniciação científica no Programa Institucional da Universidade Federal do Espírito Santo em Petróleo e Gás – PRH29.

RESUMO

Estudo tribológico de amostras de aço inoxidável austenítico AISI 316 submetidas a diferentes tratamentos termoquímicos superficiais aplicados por técnicas de deposição física por vapor auxiliada por plasma (PAPVD). As amostras apresentam tratamento superficial de cementação, nitretação e sequencial (cementação seguida de nitretação), em condições definidas, e é analisado o desgaste abrasivo que ocorre em cada superfície. As amostras foram submetidas ao ensaio de microabrasão de esfera rotativa fixa de aço AISI 52100 de diâmetro de 25,4 mm em um equipamento Plint TE66, realizado no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), utilizando mistura de carbeto de silício (SiC) em água destilada como solução abrasiva. As condições definidas para o ensaio foram a aplicação de 0,5 N de carga normal de contato, rotação da esfera de 80 rpm, concentração da solução abrasiva de 0,35 g/ml. Cada ensaio foi realizado em 15 intervalos de 500 rotações, e em cada parada realizou-se a medida do diâmetro da calota a fim de verificar a progressão do desgaste. A partir dos diâmetros medidos calculou-se a evolução do coeficiente de desgaste de cada ensaio e para cada amostra foi gerado um perfil médio, para analisar e comparar a resposta de cada sistema. Foi empregada a técnica de perfilometria tridimensional, que permitiu medir o volume desgastado em cada amostra e comparar com o volume calculado e, por fim, as calotas formadas em cada superfície foram analisadas através de técnica de microscopia eletrônica de varredura, o que permitiu identificar o mecanismo de desgaste atuante nos sistemas. Os resultados apontaram comportamentos semelhantes nos quatro sistemas, com baixa variação de desgaste entre as peças ensaiadas e eficiência igual para as quatro condições para o desgaste abrasivo. O mecanismo de desgaste atuante foi o de múltiplas indentações.

Palavras-Chave: Aço inoxidável AISI 316; Microabrasão; Cementação a plasma; Nitretação a plasma; PAPVD; Coeficiente de desgaste.

ABSTRACT

Tribological study of austenitic stainless steel AISI 136 samples subjected to different thermochemical surface treatments performed by Plasma Assisted Physical Vapor Deposition (PAPVD). Carburization, nitriding and sequential (carburization followed by nitriding) treatments were applied on the samples under defined conditions in order to analyze the abrasive wear of each surface. All samples were tested using a ball-fixed microabrasion test, AISI 52100 steel of 25,4 mm diameter as rotating ball, in a Plint TE66 machine, and solution of silicon carbide (SiC) in distillated water as abrasive solution. The test conditions were: 0,5 N as normal load, sphere velocity of 80 rpm, abrasive concentration of 0,35 g/ml. Each essay had 15 intervals of 500 rotations, and at each pause was realized the measure of the hole diameter to check the wear progress. The diameter data allowed evaluating the wear coefficient progress of each test, and to compare and analyze the response of each system was created an average profile. The tridimensional perfilometer technique was used and it allowed measuring the wear volume of each essay and comparing them to the evaluated ones. After this analysis each hole of each sample was studied by SEM wich allowed identifying the wear mechanism acting on the systems. The results showed similar behavior in the four systems, with low variation of wear between the samples tested and the same efficiency to the four conditions for the abrasive wear. The wear mechanism observed was multiple indentations.

Keywords: AISI 316 stainless steel; Microabrasion; Plasma carburization; Plasma nitriding; PAPVD; Wear coefficient.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Mecanismos de desgaste: (a) Riscamento e (b) Rolamento. Fonte: ZUM GAHR (1987).....17
Figura 2 - Relação entre a razão de durezas da partícula abrasiva e da superfície do substrato e desgaste abrasivo. Fonte: ZUM GAHR (1987) 18
Figura 3 - Apresentação dos mecanismos de indentação no desgaste abrasivo por deformação plástica. Fonte: ZUM GAHR, (1987).....20
Figura 4 –Equipamento utilizado para ensaios: a) Microabrasõmetro TE-66, e b) Arranjo esquemático do ensaio de microabrasão. Fonte: TREZONA (1998).....23
Figura 5 – Esquematização do processo abrasivo conduzido pelo experimento: a) Movimento da esfera e atuação das partículas abrasivas; b) Representação do diâmetro “b” da impressão deixada pela esfera de raio “R” na superfície da amostra. Fonte: HUTCHINGS (1992).....23
Figura 6 - Mapa dos mecanismos de desgaste abrasivo de aço ferramenta em solução de SiC. Fonte: TREZONA ET AL, (1991).....26
Figura 7 - Micrografia dos mecanismos de desgaste abrasivo: a) Riscamento, b) Indentação. Fonte: TREZONA, ALLSOPP, HUTCHINGS, (1999) 27
Figura 8 – Geometria das Amostras.....38
Figura 9 – Difratograma obtido para o abrasivo Carbeto de Silício (SiC). Fonte: LEYVA, 2011.....39
Figura 10 - Distribuição granulométrica obtida para o Carbeto de Silício (SiC). Fonte: LEYVA, 2011.....39
Figura 11 - Perfilometria de uma cratera da amostra S desgastada após 2250 revoluções.....45
Figura 12 - Seção transversal de uma cratera da amostra S desgastada após 2250 revoluções.....46
Figura 13 – Perfilometria de uma cratera da amostra C desgastada após 2250 revoluções.....49
Figura 14 - Seção transversal de uma cratera da amostra C desgastada após 2250 revoluções.....50
Figura 15 - Perfilometria de uma cratera da amostra N desgastada após 2250 revoluções.....54

Figura 16 – Seção transversal de uma cratera da amostra N desgastada após 2250 revoluções.....54
Figura 17 – Perfilometria de uma cratera da amostra CN desgastada após 2250 revoluções.....58
Figura 18 – Seção transversal de uma cratera da amostra CN desgastada após 2250 revoluções.....58
Figura 19 – Micrografia das calotas das amostras: a) Nitretada (N); b) Sequencial (CN).....59
Figura 20 - Micrografia do centro da calota das amostras: a) Substrato (S); b) Cementada (C); c) Nitretada (N); d) Sequencial (CN). 60

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química do aço AISI 316 (% em massa) 36
Tabela 2 – Configuração das Amostras 36
Tabela 3 - Condições do processo de cementação e nitretação e distribuição de amostras conforme sistemas.....37
Tabela 4 - Parâmetros utilizados nos ensaios de microabrasão 41
Tabela 5 - Diâmetro das calotas na amostra S 42
Tabela 6 - Coeficiente de desgaste médio e volume desgastado calculados da amostra S.....43
Tabela 7 - Coeficiente de desgaste calculado a partir dos volumes medidos das calotas da Amostra S. 46
Tabela 8 - Diâmetro das calotas na amostra C 46
Tabela 9 - Coeficiente de desgaste médio e volume desgastado calculados da amostra C.....47
Tabela 10 - Coeficiente de desgaste calculado a partir dos volumes medidos das calotas da Amostra C. 50
Tabela 11 - Diâmetro das calotas na amostra N 51
Tabela 12 - Coeficiente de desgaste médio e volume desgastado calculados da amostra N.....51
Tabela 13 – Coeficiente de desgaste calculado a partir dos volumes medidos das calotas da Amostra N. 54
Tabela 14 – Diâmetro das calotas da Amostra CN 55
Tabela 15 - Coeficiente de desgaste médio e volume desgastado calculados da amostra CN. 55
Tabela 16 - Coeficiente de desgaste calculado a partir dos volumes medidos das calotas da Amostra CN. 58
Tabela 17 – Comparação das médias de volume total desgastado calculado e medido para todos os sistemas. 61

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Progressão do volume médio removido no ensaio de microabrasão da amostra S 44
Gráfico 2 - Progressão do coeficiente de desgaste médio da amostra S 44
Gráfico 3 - Progressão do volume médio removido no ensaio de microabrasão da amostra C 48
Gráfico 4 - Progressão do coeficiente de desgaste médio da amostra C 48
Gráfico 5 – Progressão do volume médio removido no ensaio de microabrasão da Amostra N 52
Gráfico 6 – Progressão do coeficiente de desgaste médio da Amostra N 52
Gráfico 7 - Progressão do volume médio removido no ensaio de microabrasão da Amostra CN 56
Gráfico 8 - Progressão do coeficiente de desgaste médio da Amostra CN 57

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 12

2 OBJETIVOS 14

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 15

3.1 TRIBOLOGIA 15

3.2 DESGASTE ABRASIVO 16

3.2.1 Desgaste abrasivo por deformação plástica 19

3.3 ENSAIO DE MICROABRASÃO 21

3.3.1 Descrição do Ensaio 22

3.3.2 Condições do Ensaio 25

3.4 AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 316 27

4 TRATAMENTOS SUPERFICIAIS 30

4.1 PROCESSO DE DEPOSIÇÃO POR PAPVD – TRIODO C.C. 30

4.2 PROCESSO DE NITRETAÇÃO A PLASMA 32

4.3 PROCESSO DE CEMENTAÇÃO A PLASMA 33

4.4 PROCESSO SEQUENCIAL A PLASMA 34

5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 36

5.1 CONDIÇÕES DAS AMOSTRAS 36

5.2 SITUAÇÃO DAS AMOSTRAS 37

5.3 ABRASIVO UTILIZADO 38

5.4 ENSAIO DE MICROABRASÃO 40

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES 42

6.1 COEFICIENTE DE DESGASTE E VOLUME REMOVIDO 42

6.1.1 Substrato de aço inoxidável austenítico AISI 316 – Amostra S 42

6.1.2 Aço AISI 316 com tratamento de cementação – Amostra C 46

6.1.3 Aço AISI 316 com tratamento de nitretação – Amostra N 50

6.1.4 Aço AISI 316 com tratamento sequencial – Amostra CN 55

6.2 ANÁLISE DO MICROMECANISMOS DE DESGASTE 59

6.3 DISCUSSÕES 61

7 CONCLUSÕES 63

8 REFERÊNCIAS 64

1 INTRODUÇÃO

Campos de petróleo e gás geram diversos fluidos agressivos ao aço carbono, ocasionando como principal problema a corrosão destes metais. E mesmo com a existência de várias abordagens possíveis para controlar tal impasse, a utilização de ligas resistentes a corrosão têm se mostrado bastante confiável.

Os aços inoxidáveis austeníticos são largamente utilizados atualmente quando se busca resistência a corrosão em diversos setores das indústrias química, petroquímica, alimentícia e farmacêutica, na construção civil, na produção de utensílios domésticos e cutelarias de precisão, dentre outros, por apresentarem estabilidade química nos mais diversos meios. Contudo, em aplicações onde também se exige alta resistência ao desgaste e baixo atrito estes aços não são recomendados principalmente por apresentarem baixa dureza e sofrerem desgaste severo quando em contato com superfícies de outros materiais, devido a fortes junções produzidas na interface de contato.

Diante da vasta aplicação dos aços inoxidáveis, estudos visando conferir melhorias das propriedades mecânicas à excelente resistência à corrosão desses aços podem trazer grandes benefícios e garantir significativa melhoria quanto à resistência ao desgaste. Estudos com foco em engenharia de superfície vêm sendo desenvolvidos, dentre elas se destacam os processos de endurecimento superficial por difusão a plasma (OLIVEIRA JUNIOR, 2011).

Um dos principais desafios encarados pelos fabricantes dos sistemas com revestimento é a avaliação das propriedades mecânicas e tribológicas do mesmo em determinadas aplicações, dificultando assim a previsão de desempenho e vida útil de equipamentos e máquinas. Nesse contexto, ensaios de microabrasão por esfera rotativa têm alcançado grande aplicação em pesquisas, pela capacidade que oferecem em analisar o comportamento ao desgaste microabrasivo dos materiais e recobrimentos em diversos tribossistemas (PELUCHI, 2012)

No presente projeto foram realizados ensaios de microabrasão em condição de esfera rotativa fixa para diversos tratamentos superficiais de deposição a plasma em

amostras de aço inoxidável austenítico AISI 316, com o intuito de avaliar a relação entre o tratamento superficial e às melhorias experimentadas pelo aço quanto ao desgaste microabrasivo. Com a definição da velocidade de rotação da esfera e aplicando de forma controlada à interface esfera-amostra solução abrasiva, foi possível impor o sistema tribológico escolhido.

Ao final dos ensaios, foram realizadas análises quanto ao volume desgastado médio e ao coeficiente de desgaste médio apresentado por cada amostra, com o intuito de compará-los e definir qual condição de tratamento térmico apresenta maior resistência ao desgaste. Através de microscopia eletrônica de varredura, foi possível observar a micrografia resultante do experimento e avaliar o mecanismo de desgaste presente em cada sistema.

2 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo geral analisar os micromecanismos de desgaste e avaliar o volume desgastado e o coeficiente de desgaste de aço inoxidável austenítico AISI 316 para condições sem e com tratamentos termoquímicos superficiais, tratamentos esses de carbonetação, nitretação e sequencial (carbonetação seguida de nitretação) por meio de ensaios de microabrasão.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 TRIBOLOGIA

A palavra “Tribologia” tem sua raiz na palavra grega “tribos”, que significa atrito, e tem tradução literal como “a ciência que estuda o atrito”. A primeira referência a tribologia ocorreu em 1966 por Jost, definindo-a como a ciência e tecnologia que estudam as interações de superfícies em movimento relativo e as práticas referentes às mesmas (ZUM GAHR, 1987). A tribologia engloba investigações científicas sobre atrito, desgaste e lubrificação (HUTCHINGS, 1992), com o intuito de analisar os diversos mecanismos de atrito e desgaste, identificar aqueles presentes no tribossistema e, por fim, buscar técnicas e ferramentas para amenizar tais mecanismos.

Sendo o desgaste um dos maiores responsáveis por causar desperdício de materiais e por comprometer o desempenho mecânico de inúmeros equipamentos, e o atrito o principal responsável por ocorrência de desgaste e dissipação de energia, economias significativas podem ser obtidas se houver uma redução de ambos os fatores. Para essa finalidade, a lubrificação das superfícies é estudada, para exercer um controle do desgaste e reduzir o atrito presentes no tribossistema (STACHOWIAK, 2005).

Enquanto o foco científico do atrito e da lubrificação remete a mais de trezentos anos e um século de estudos, respectivamente, o desgaste tem sido estudado em torno de setenta anos somente, e mesmo tão recente, foram obtidos grandes avanços no sentido de se compreender os mecanismos de desgaste. Uma ferramenta facilitadora que permitiu esse desenvolvimento foi o uso da microscopia eletrônica e demais ferramentas de microanálise (HUTCHINGS, 1992).

Pesquisas realizadas na Alemanha, Estados Unidos e Reino Unido informam ainda que aplicando um investimento mínimo na área de tribologia de um país pode resultar em uma economia de no mínimo 1% do PIB daquela nação (HUTCHINGS, 1992), não apenas devido à economia de energia, mas principalmente em diminuições de paradas não programadas e não ocupação de máquinas,

manutenções corretivas e falhas prematuras de uma linha de produção (STACHOWIAK, 2005).

A fim de evitar ou reduzir o problema de desgaste, geralmente são tomadas medidas quanto à seleção correta do material e do processo de fabricação, à especificação dos equipamentos e suas instalações e manutenções corretas, ao armazenamento apropriado e à padronização de variáveis de produção (ZUM GAHR, 1987). Para reduzir tal problema, entretanto, o estudo tribológico se mostra bastante eficaz avaliando os mecanismos e as interações em cada caso, e definindo exatamente a natureza do contato é possível tomar medidas que irão garantir maior resistência ao desgaste do sistema ou amenizar a severidade do mesmo.

Sendo o desgaste abrasivo o mais recorrente dentre os mecanismos de desgaste, o mesmo foi reproduzido nos ensaios do presente estudo e, por isso, será apresentado a seguir.

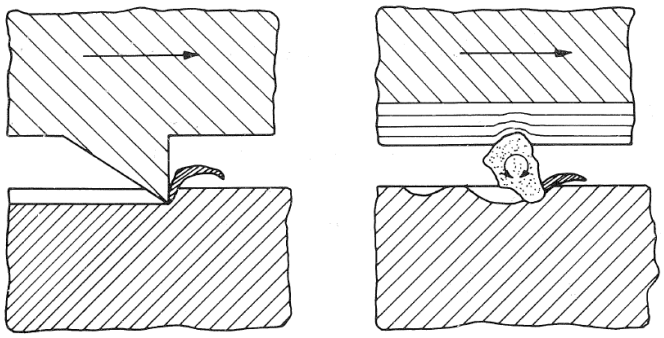
3.2 DESGASTE ABRASIVO

O desgaste abrasivo é caracterizado pela remoção de material ou deformação superficial causada pela presença de partículas duras livres ou embutidas em superfícies em contato e com movimento relativo sob determinada carga, ou na presença de asperezas de dimensões significativas em uma ou ambas as superfícies em contato (ZUM GAHR, 1987). As partículas duras podem ser produto direto de um processo, como a sílica, alumina, carbeto de silício ou tungstênio, ou mesmo fragmentos de debris formados dos materiais que compõem o tribossistema que alimentam o próprio desgaste.

Um dos maiores desafios na solução de problemas causados pelo desgaste é antecipar os mecanismos e a intensidade de uma avaria em determinado componente (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1992). Prever a intensidade do fenômeno possibilita aos engenheiros verificar se o componente pode atingir a vida útil que foi projetado para durar, e conhecendo o mecanismo de desgaste é possível

fazer uma seleção adequada dos materiais para cada sistema que o equipamento estiver sujeito.

Uma forma muito utilizada para definir os tipos de desgaste é a distinção entre abrasão a por riscamento e rolamento (HUTCHINGS, 1992). No desgaste abrasivo em riscamento, onde formam-se riscos ou sulcamento da superfície de dureza inferior (do inglês "*grooving wear*"), o material é desgastado e removido ou deslocado pelas protuberâncias de alta dureza existentes na face de uma das superfícies em movimento. Em contrapartida, no desgaste por (do inglês "*rolling wear*") estão presentes na interface partículas duras que se encontram livres para mover aleatoriamente entre as superfícies em movimento, e elas são responsáveis pelo desgaste do sistema, formando na área desgastada indentações múltiplas características do processo. O formato, tamanho e dureza das partículas abrasivas têm fundamental importância na severidade do processo.



(a) (b)

Figura 1 – Mecanismos de desgaste: (a) Riscamento e (b) Rolamento. Fonte: ZUM GAHR (1987)

Como já mencionado, a severidade do sistema está relacionada a algumas variáveis, com destaque para a dureza superficial e tenacidade à fratura do material, à carga normal, ângulo de ataque e concentração da partícula abrasiva, e condições externas que também podem influenciar no desgaste de alguma forma, como a umidade do ambiente. A relação entre esses parâmetros é o que define o mecanismo de desgaste: se ocorrerá deformação (microssulcamento, microfadiga ou microcorte) ou fratura frágil (microlascamento) da superfície.

Uma relação importante para definir a severidade do sistema é a razão entre as durezas da partícula abrasiva e da superfície desgastada. Seja:

- H_a a dureza da partícula abrasiva, e
- H_s a dureza da superfície do material;

Se a razão $^{H_a}/_{H_s} \geq 1.2$ for verdadeira, ou seja, se a dureza da partícula abrasiva for significativamente maior que a dureza da superfície da amostra, a partícula deformará a superficie do material plásticamente, e a abrasão é denominada severa. Se $^{H_a}/_{H_s} < 1.2$, o desgaste experimentado pela superfície será moderado.

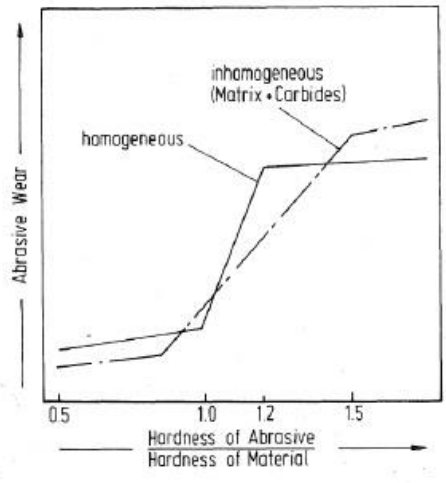


Figura 2 - Relação entre a razão de durezas da partícula abrasiva e da superfície do substrato e desgaste abrasivo. Fonte: ZUM GAHR (1987)

A forma da partícula tem papel importante no desgaste abrasivo. Partículas mais angulosas e irregulares causam taxas de desgaste mais acentuadas. Quanto ao tamanho, em geral partículas maiores tendem a aumentar o desgaste, mas há casos que tal fato não ocorre.

3.2.1 Desgaste abrasivo por deformação plástica

No desgaste de materiais dúcteis, o principal mecanismo de remoção de material que caracteriza a abrasão é o de deformação plástica. Nos casos que envolvem atrito por deslizamento, a carga normal da partícula abrasiva que desgasta a superfície pode ser calculada utilizando o equacionamento de tensões máximas e normais de cisalhamento, e para isso se faz uso das Equações (1) e (2), propostas inicialmente para caracterizar o contato esfera-plano, e que nos permite calcular a pressão normal máxima e a tensão cisalhante máxima exercidas pela esfera, respectivamente (ZUM GAHR, 1987):

$$P_{max} = 0{,}388 \left(\frac{F_n \,.\, E^2}{R^2}\right)^{1/3} \tag{1}$$

$$\tau = 0{,}31\, P_{max} \tag{2}$$

Onde F_n é a força normal, E o módulo de elasticidade e R o raio da esfera que está em contato com a superfície, e assumindo a tensão de cisalhamento diretamente proporcional à compressão da superfície.

É possível então calcular a carga normal pela qual o abrasivo é submetido:

$$W = \frac{1}{2}\, P_{max} \,.\, x^2 \,.\, tan^2\alpha \tag{3}$$

Sendo que x e α são a profundidade máxima e o ângulo de cone da partícula dura, respectivamente.

Utilizando a equação de taxa de desgaste de Holm e Archard, conhecida como Equação de Archard, e considerando $P_{max} \approx H$, onde H representa a dureza

superficial do material, calcula-se o total de volume removido por unidade de distância deslizada Q:

$$Q = \frac{K \,.\, W}{H} \tag{4}$$

Onde *W* é a carga normal aplicada no contato.

O coeficiente de desgaste K apresentado na Equação (4) é adimensional, depende da fração de material deslocado efetivamente e da geometria das partículas, e tem fundamental importância no desgaste por deformação plástica, pois pode ser utilizado como um indicador da severidade do desgaste no sistema. De maneira simplificada, é possível afirmar que, quanto maior o valor do coeficiente de desgaste, mais severo é o desgaste para um determinado sistema tribológico.

A Equação (4) indica que, para um abrasivo de geometria constante, que o volume removido por desgaste deve ser proporcional à carga normal, condição que geralmente é observada na prática, e que a taxa de desgaste deve ser inversamente proporcional à dureza da superfície do material, o que nem sempre ocorre na prática (HITCHINGS, 1992).

Dependendo da interação física entre a superfície e as partículas abrasivas, podem ocorrer diferentes mecanismos de indentação em um material dúctil: o microssulcamento, o microcorte e a microfadiga.

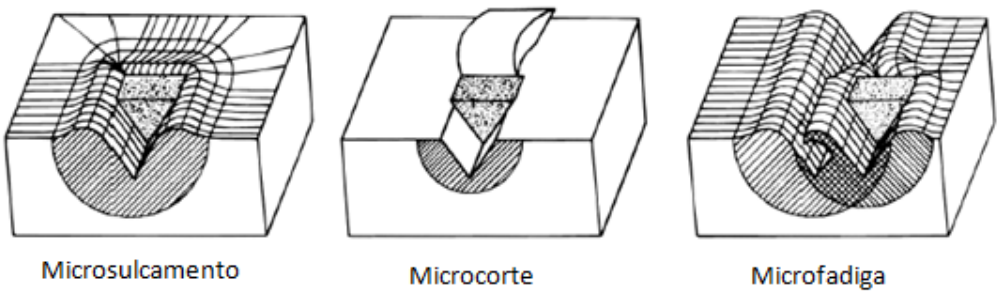


Figura 3 - Apresentação dos mecanismos de indentação no desgaste abrasivo por deformação plástica. Fonte: ZUM GAHR, (1987)

O microssulcamento é resultado de deformação plástica sem que haja remoção de material, e o volume desgastado durante o deslizamento é realocado nas regiões adjacentes ao sulco que é formado. Para partículas que proporcionam um contato à superfície com ângulo de ataque menor que um ângulo denominado “crítico”, ocorre o microcorte e a remoção do material é similar a uma operação de torneamento (ZUM GAHR, 1987).

3.3 ENSAIO DE MICROABRASÃO

A utilização de camadas de recobrimento superficial para conferir maior resistência ao desgaste de sistemas tribológicos tem se tornado cada vez mais comum em diferentes áreas de engenharia. A avaliação da resistência efetiva do revestimento, entretanto, se tornou um desafio para fabricantes e usuários de sistemas recobertos, e sem definir as propriedades tribológicas de determinados sistemas, existia grande dificuldade para prever o desempenho e vida útil dos equipamentos.

A camada de revestimento aplicada na superfície dos materiais apresenta pequena profundidade, e assim, testes de abrasão mais tradicionais como o de roda de borracha e o de pino contra o lixa não são eficientes para caracterizar a resistência ao desgaste de elementos revestidos, devido ao volume de material removido em cada ensaio. Para evitar que a camada de revestimento fosse vencida rapidamente, passou-se a utilizar métodos que removem menores quantidades de volume e que não ultrapassavam o revestimento com facilidade, como é o caso do ensaio de microabrasão.

O ensaio de microabrasão utilizando esfera rotativa, também conhecido como *ball cratering* ou *calowear,* tem se mostrado eficiente no estudo da performance de superfícies de engenharia e revestimentos finos, possibilitando até mesmo determinar a espessura da camada destes revestimentos. É um método simples, que se permite utilizar diversos tipos de abrasivos, com possibilidade de fácil alteração de parâmetros de contato, utiliza amostras consideradas pequenas e por apresentar resultados e análises puramente geométricas (VAN ACKER, 2000), e

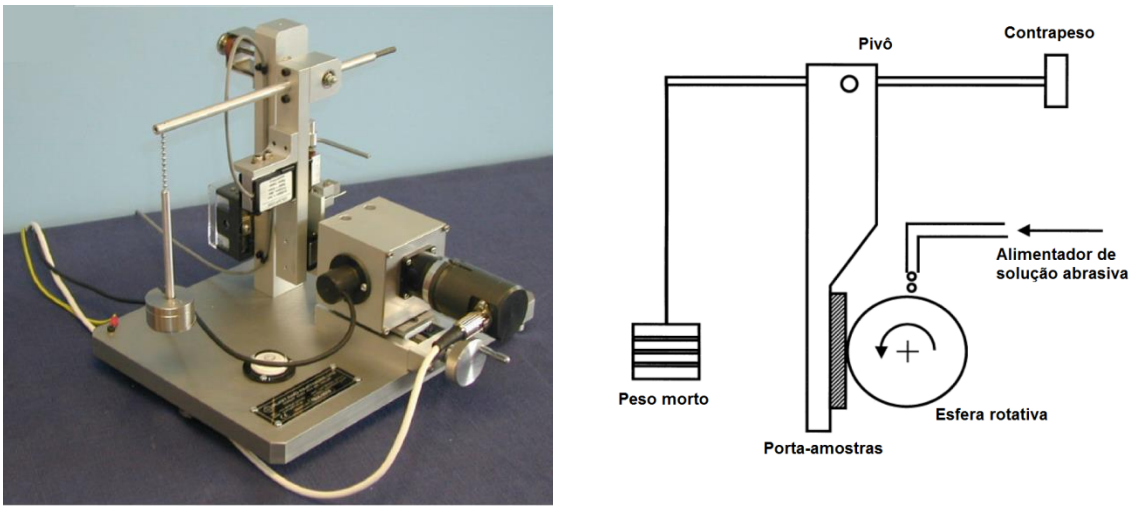
devido a sua baixa taxa de remoção de material é possível exercer controle dos parâmetros dos testes e aplicar condições de desgaste controladas e pré-estabelecidas. Utilizando esse método, é possível ainda definir a resistência de diferentes camadas de materiais conjugados em uma só amostra.

Existem três variantes do teste apresentado: o sistema de roda rotativa (*dimpler*), o sistema de esfera livre e o sistema de esfera fixa. O princípio das três variações é o mesmo, reproduzir o desgaste utilizando uma esfera ou roda em rotação pressionada o contra o corpo de prova, e introduzindo uma solução abrasiva na interface de contato (NPL – GOOD PRACTICE OF BALL CRATERING, 2002). O ensaio realizado para a conclusão do presente trabalho foi o sistema de microabrasão de esfera rotativa fixa, disponível no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) na Universidade Federal do Espírito Santo.

Embora este ensaio apresente notória qualidade e importância para definição do desgaste microabrasivo para diversos sistemas, ainda não uma padronização ou normas para a realização do mesmo, e como referências para um desenvolvimento correto do experimento, atualmente são utilizados artigos publicados sobre o tema e o manual do equipamento - NPL – Good Practice of Ball Cratering.

3.3.1 Descrição do Ensaio

O ensaio de esfera rotativa fixa consiste na rotação de uma esfera de aço fixa em um eixo e pressionada contra a amostra, com carga normal de contato e velocidade de rotação da esfera definidas e controladas, enquanto uma solução abrasiva de concentração desejada é gotejada na interface de contato. A Figura 4 a seguir expõe um equipamento utilizado para a realização dos testes, juntamente com um arranjo esquemático do teste em questão.



a) b)

Figura 4 –Equipamento utilizado para ensaios: a) Microabrasõmetro TE-66, e b) Arranjo esquemático do ensaio de microabrasão. Fonte: TREZONA (1998)

Conforme observado na Figura 4, a amostra é posicionada verticalmente e a força de contato entre a esfera e a superfície é proveniente de um sistema de peso morto e alavanca giratória. O gotejamento da solução abrasiva é realizado por um sistema de bombeamento independente, controlado pelo operador.

Ao longo do ensaio é gerada na superfície da amostra uma impressão de uma cratera esférica devido ao aprisionamento ou rolamento de partículas duras e angulosas de abrasivo na interface desgastada.

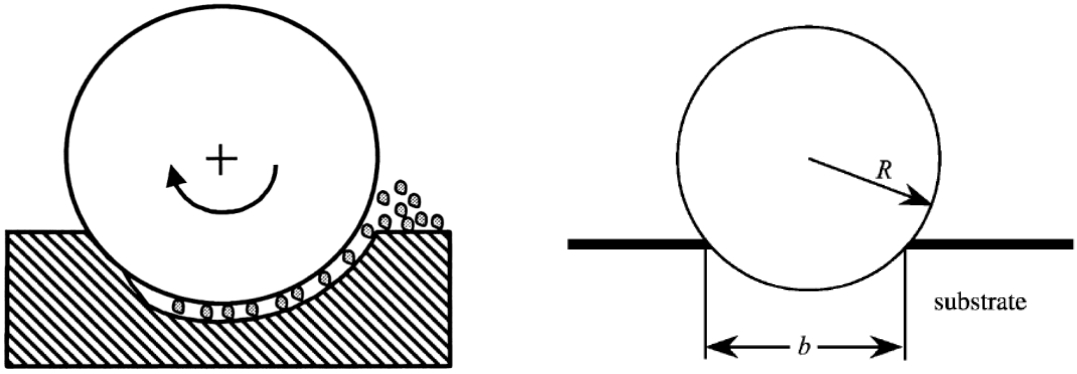


Figura 5 – Esquematização do processo abrasivo conduzido pelo experimento: a) Movimento da esfera e atuação das partículas abrasivas; b) Representação do diâmetro “b” da impressão deixada pela esfera de raio “R” na superfície da amostra. Fonte: HUTCHINGS (1992)

Depois de analisadas, a medição do diâmetro das calotas geradas possibilita determinar os coeficientes de desgaste do recobrimento e do substrato e em alguns casos a espessura do recobrimento (LEYVA, 2011).

Ao final do ensaio, é possível medir o volume desgastado pela cratera gerada com o auxílio da perfilometria tridimensional, ou calcular este volume com base no diâmetro externo da cratera gerada, considerando correta a hipótese de que estas produzem uma região esférica.

Para ensaios realizados em que não ocorre a perfuração do revestimento, o cálculo do volume V (m³) desgastado é realizado utilizando a Equação 7:

$$V = \frac{\pi\, b^4}{64\, R^2}\left(R - \frac{b^2}{8R}\right) \tag{7}$$

Para b << R :

$$V = \frac{\pi\, b^4}{64\, R} \tag{8}$$

Sendo R (m) o raio da esfera rotativa do equipamento e b (m) o diâmetro externo da cratera gerada na superfície da amostra.

Para materiais recobertos, é possível calcular a espessura da camada de revestimento t (m) depositada na superfície do substrato a partir da Equação 9:

$$t = \left(R^2 - \left(\frac{a}{2}\right)^2\right)^{1/2} - \left(R^2 - \left(\frac{b}{2}\right)^2\right)^{1/2} \tag{9}$$

Sendo a (m) o raio interno da cratera e b (m) o raio externo. Essa equação pode também ser adaptada para realizar o cálculo da profundidade máxima da cratera h (m), como apresentado a seguir:

$$h = R - \left(R^2 - \left(\frac{b}{2} \right)^2 \right)^{1/2}$$

(10)

O coeficiente de desgaste k é calculado a partir da Lei de desgaste de Archard, que nos diz que:

$$V = k \, . S \, . N$$

(11)

Sendo S (m) a distância deslizada pela esfera rotativa e N (N) a carga normal aplicada. Assim, substituindo a Equação (8) na Equação (11), podemos isolar k e obtemos:

$$k = \frac{\pi \, b^4}{64 \, R} \, . \frac{1}{S \, N}$$

(12)

3.3.2 Condições do Ensaio

O manual “NPL – Good Practice of Ball Cratering” aponta certos parâmetros que influenciam diretamente nos resultados. Dentre eles, destacam-se a carga aplicada no contato, a distância total deslizada pela esfera de rotação, a velocidade de rotação da esfera, além das propriedades do elemento abrasivo e do material objeto de estudo.

É ideal que os parâmetros dos ensaios permaneçam inalterados e constantes para uma série de ensaios, que serão analisados e comparados entre si. Com isso, é possível reproduzir e repetir o mesmo mecanismo de desgaste em todas as repetições do ensaio, podendo comparar diferentes sistemas sem maiores problemas.

Usualmente, busca-se estudar o processo de desgaste que ocorre em mecanismos durante seu funcionamento, como na operação de um equipamento ou nos demais processos industriais. Como a análise em campo do desgaste é extremamente

difícil, muitos estudos buscam reproduzir em laboratório o mecanismo de desgaste característico de uma situação prática (STACK, 2003). Para que o ensaio de microabrasão seja utilizado para avaliar a resistência ao desgaste de um sistema, é necessário garantir que um único mecanismo de desgaste atue durante os experimentos (PELUCHI, 2012).

Atualmente tem sido interesse de vários pesquisadores a busca de um mapa que apresente campo definido que relacione a carga normal aplicada no sistema e a concentração de um determinado abrasivo com os mecanismos de desgaste abrasivos. A Figura 6 exemplifica tal mapa para o desgaste abrasivo de aço ferramenta em solução de carbeto de silício (SiC), e dela é possível notar que para cargas mais elevadas e menores concentrações de abrasivo, o mecanismo que se manifesta é o de riscamento, enquanto que para sistemas com alta concentração de abrasivo e cargas inferiores, o mecanismo observado é o de indentação. Existe ainda uma faixa de transição entre esses mecanismos, em que ocorre um sistema misto de riscamento e indentação, não muito bem definido.

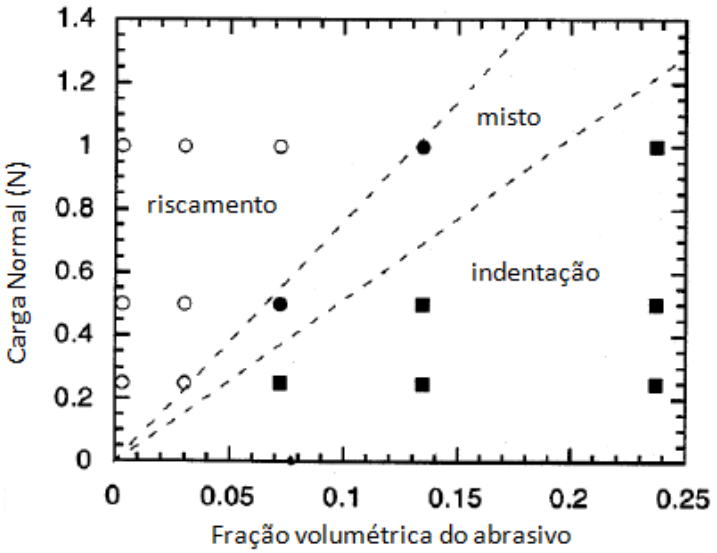


Figura 6 - Mapa dos mecanismos de desgaste abrasivo de aço ferramenta em solução de SiC. Fonte: TREZONA ET AL, (1991).

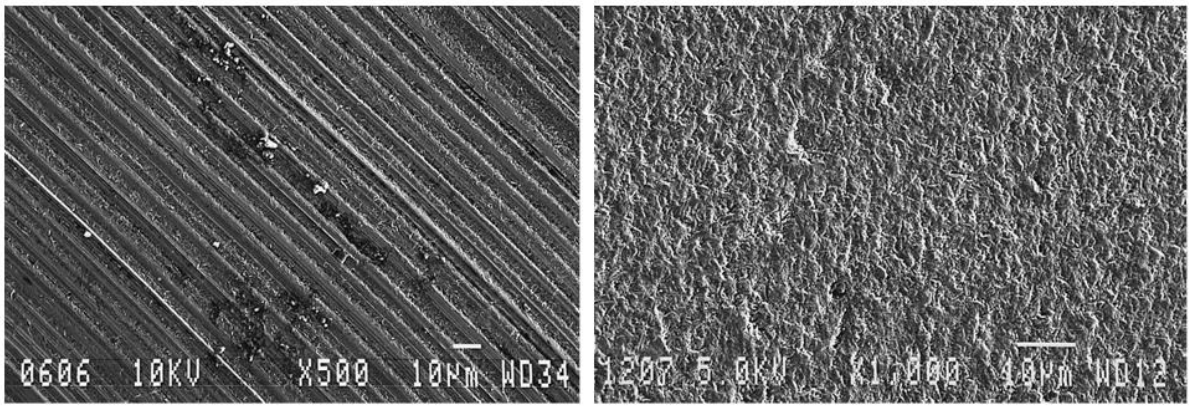


Figura 7 - Micrografia dos mecanismos de desgaste abrasivo: a) Riscamento, b) Indentação.
Fonte: TREZONA, ALLSOPP, HUTCHINGS, (1999)

Há dois fatos que devem ser destacados dos ensaios de microabrasão. O primeiro é que o volume desgastado na calota é aumentado linearmente para cada progressão a medida que são dadas as rotações da esfera. O segundo fato que devemos nos atentar é que o coeficiente de desgaste alcança a estabilidade após certa distância de deslizamento da esfera, não definida, e assim, para assegurar testes com resultados confiáveis, são considerados para cálculos somente a região onde o regime de desgaste apresenta regularidade.

Com o intuito de dar continuidade ao trabalho iniciado por Peluchi (2012), que realizou o mesmo ensaio para amostras de mesmo substrato com tratamentos superficiais diferenciados, a escolha dos parâmetros do presente trabalho se deu com base em seu trabalho, e serão expostos em uma seção futura.

3.4 AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 316

Os aços inoxidáveis são ligas ferrosas que apresentam elevada resistência a oxidação nos mais diversos meios, em especial na atmosfera. Esta resistência se dá devido à camada passivadora muito fina e aderente, formada na superfície do aço devido à presença do elemento cromo em teor de 12% em peso ou superior na composição do aço que, na presença de oxigênio se oxida e forma a camada protetora de óxido de cromo (Cr_2O_3). A resistência à corrosão e a faixa de

passividade dessas ligas podem ser ampliadas se adicionados elementos de liga como molibdênio, níquel e nitrogênio à estrutura.

A classificação dos aços inoxidáveis é realizada tendo como base as fases que constituem predominantemente a microestrutura dos mesmos. Assim, são separados em aços austeníticos, ferríticos e martensíticos. Os aços inoxidáveis austeníticos apresentam elementos de liga que estendem o campo da fase austenita (CFC) até a temperatura ambiente; os ferríticos são compostos pela fase ferrita-α (CCC) e apresentam propriedades eletromagnéticas; os martensíticos podem ser tratados termicamente, e com isso a martensita se torna a estrutura principal.

Dos aços inoxidáveis apresentados, o austenítico é aquele que se sobressai quando analisada a resistência à corrosão deles, devido aos altos teores de cromo e também das adições de níquel (CALLISTER, 2007), 16 a 25% e no mínimo de 8%, respectivamente (LESLIE, 1981).

O aço AISI 316 é um tipo de aço inoxidável austenítico cuja principal peculiaridade é a adição de molibdênio em concentrações entre 2 e 3%, o que confere a esses aços maior resistência a corrosão por pites (OLIVEIRA JÚNIOR, 2011).

Os aços austeníticos apresentam estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) à temperatura ambiente, o que os proporciona ductilidade e tenacidade relativamente elevadas quando comparadas aos demais aços, além de um baixo limite de escoamento, boa estampabilidade, alta soldabilidade e, como já citada, elevada resistência a corrosão. Segundo Oliveira Júnior (2011), entretanto, sua baixa resistência ao desgaste é notória, e quando em contato ainda com outros materiais ou consigo mesmo, apresentam desgaste severo ocasionado pelas fortes junções produzidas entre as superfícies de contato, além de severa deformação plástica. Estes aços ainda apresentam baixa dureza e, devido a elevada capacidade de formação e crescimento de junções na superfície, não são indicados para aplicações onde seja necessária alta resistência ao desgaste e à fricção por deslizamento.

Os aços inoxidáveis austeníticos têm aplicações diversas, tais como no ramo biomédico, aeronáutico, químico, petróleo e gás e alimentício, e devido a isso é de grande interesse o aumento da resistência ao desgaste desses materiais, para que

sejam evitadas falhas de equipamentos e componentes. Entretanto, esses aços não podem ser endurecidos por tratamento térmico, sendo os únicos mecanismos disponíveis para isso são o encruamento e o endurecimento por solução sólida.

Existem diversas técnicas utilizadas para reduzir o efeito do desgaste e que mantêm inalteradas a resistência à corrosão e as propriedades mecânicas. Dentre estas técnicas, estão os tratamentos superficiais, tais como: eletrodeposição, metalização, tratamentos termoquímicos (nitretação), tratamentos de implantação iônica e deposição física ou química a partir de fase de vapor.

4 TRATAMENTOS SUPERFICIAIS

Um dos principais objetivos das técnicas de engenharia de superfície é conferir maior resistência ao desgaste para um sistema tribológico e durabilidade dos componentes e produtos sujeitos a condições agressivas. Os revestimentos superficiais são utilizados então para cobrir essa função: conferir melhorias de certas propriedades do material com a deposição de elementos distintos na superfície da amostra.

Entretanto, para se aplicar um tratamento térmico em equipamentos e amostras de aço inoxidável austenítico, é de extrema importância controlar os processos para que esses não atinjam temperaturas superiores a 550°C, devido à precipitação de carbonetos de cromo na superfície do substrato que compromete suas propriedades de resistência a corrosão significativamente (LARISCH; BRUSKY; SPIES, 1999; LIANG, W. et al., 2000).

As amostras utilizadas nos ensaios do presente trabalho apresentam quatro condições superficiais diferentes: substrato, cementada, nitretada e processo sequencial. A seguir, serão apresentados os processos termoquímicos realizados em cada amostra utilizada nos ensaios.

4.1 PROCESSO DE DEPOSIÇÃO POR PAPVD – TRIODO C.C.

O processo PVD (Physical Vapor Deposition – Deposição Física de Vapor) é utilizado de maneira genérica para caracterizar tecnologias de deposição de camadas superficiais realizando a atomização ou vaporização de um material sólido e depositando seus elementos na superfície de um substrato, obtendo assim um revestimento. Para obter tal processo e realizar a deposição eficiente da camada, é necessário aumentar a energia do material que será depositado, o que pode ocorrer através da ionização e aceleração dos íons em direção ao substrato (OLIVEIRA JUNIOR, 2011). Inicialmente ocorre a vaporização do material que constituirá o

filme de revestimento, seguido do transporte dos elementos vaporizados até encontrarem a superfície do substrato para, por fim, ocorrer o crescimento da camada depositada na superfície do substrato.

O crescimento da camada, suas propriedades e a funcionalidade de filmes depositados utilizando o processo PVD dependem do material a ser depositado, bem como de propriedades químicas, mecânicas e físicas da superfície do substrato. Dentre as tecnologias PVD, são destacados os processos PVD por evaporação, PVD por *sputtering* e o PVD assistido a plasma (SILVA, 2004).

Nas últimas décadas o processo de depoisição física de vapor auxiliada por plasma (*Plasma Assisted Physical Vapor Deposition - PAPVD*) tem se mostrado muito interessante para obtenção de camadas de revestimento tribológico. Com tal processo, é possível realizar a deposição de materiais cerâmicos a baixas temperaturas e deposição de ligas e fases metaestáveis que dificilmente são obtidas em outros processos. O domínio total desta tecnologia atualmente permite controlar a morfologia do filme e sua orientação cristalográfica preferencial (PELUCHI, 2012).

Para conferir a energia necessária para vaporizar o material a ser depositado, pode ser utilizada a configuração triodo C. C. para gerar a descarga luminescente através de um filamento de tungstênio, no qual é aplicada uma tensão para emitir elétrons com alta energia e aumenta o grau de ionização. Esse fato possibilita abaixar a tensão aplicada no substrato, o que minimiza o aumento da rugosidade. Outras vantagens apresentadas por esse método são a utilização de baixas vazões de gás, melhor controle das camadas, menores custos de energia, melhor controle da adesão do revestimento no substrato, e menor tempo de processo (LEYVA, 2011). Além disso, o desenvolvimento de processos seqüenciais e híbridos por PAPVD torna-se importante para otimizar o processamento, além de minimizar as limitações das técnicas individuais (SILVA, 2004).

4.2 PROCESSO DE NITRETAÇÃO A PLASMA

A nitretação a plasma é um processo de endurecimento superficial relativamente novo para aplicações industriais, mas que vem apresentando grande aceitação, e tem se mostrado eficiente quando se busca melhorias em dureza superficial, resistência ao desgaste e manutenção da resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos.

O processo consiste em depositar na superfície do substrato átomos de nitrogênio de forma dispersa na matriz. Devido a seu tamanho dos íons, os átomos de nitrogênio geram distorções na matriz e, com isso, aumentam a dureza superficial.

A nitretação a plasma (ou iônica) é um processo termoquímico ativado por plasma, e tem como princípio a natureza energética de uma descarga de plasma de baixa pressão para se adquirir uma camada superficial de elevada dureza (LARISCH; BRUSKY; SPIES, 1999; LIANG, W. et al., 2000). A definição da camada formada depende de uma série de parâmetros, como a temperatura de tratamento, a duração do processo, a geometria e tratamento prévio da amostra, a composição da mistura dos gases, e parâmetros relacionados ao plasma, como tensão, corrente aplicada e densidade da potência do plasma (BORGIOLI *et al.,* 2005; ATAÍDE *et al.*, 2003; FOSSATI *et al*., 2006).

A principal vantagem desse processo é a capacidade de controlar a metalurgia da camada nitretada. Um sistema computadorizado permite a introdução individual e prevista dos gases de processo (H_2, N_2, ar, amônia, etc.) em concentrações diversas, de modo a compor a atmosfera gasosa específica para cada tipo de aço e aplicação. No caso específico dos aços inoxidáveis austeníticos, também é vantagem a temperatura de operação deste processo, que segundo Oliveira Júnior (2011) permite a introdução de nitrogênio no aço a temperaturas abaixo de 450°C.

Um sistema típico responsável por realizar a nitretação a plasma é composto normalmente de um forno reator, uma fonte de potência e um sistema de vácuo. É na câmara onde o ar é retirado por meio de uma bomba de vácuo e substituído pela atmosfera nitretante a baixa pressão, controlada e constante, que pode variar de 1 a 10 mbar durante o processo. Uma mistura de N_2 e H_2 é ionizada por meio da

aplicação de uma diferença de potencial elétrico (400-1200V) entre eletrodos imersos no reator. O componente a ser nitretado fica ligado ao catodo e a câmara do reator é usada como anodo. Enquanto os íons bombardeiam a superfície da amostra, a sua temperatura é elevada, quando estabilizada é controlada para se manter na temperatura desejada no processo e a partir deste momento é cronometrado o tempo para nitretação previsto.

A utilização de baixas temperaturas de processos de nitretação de aços inoxidáveis austeníticos, com valores entre 400 e 450°C, produzem uma fase de melhores propriedades quando comparadas às do mesmo material sem nenhum trabalho termoquímico. A fase S, fase γ_N, fase ε', ou fase *m*, consiste em uma dispersão de nitrogênio supersaturado em solução sólida, deixando a estrutura original de austenita distorcida, e apresenta superiores resistência à corrosão e ao desgaste.

Foi aplicado a uma amostra das amostras ensaiadas o tratamento superficial de nitretação a plasma a 450°C por 5 horas para compor a bateria de testes.

4.3 PROCESSO DE CEMENTAÇÃO A PLASMA

Semelhante ao descrito para o tratamento de nitretação, o processo de cementação a plasma consiste na difusão de átomos de carbono na superfície do aço por meio de plasma produzido por condições controladas. Assim como na nitretação, o processo não atua em temperaturas elevadas para que não comprometa as propriedades de resistência a corrosão do aço inoxidável austenítico.

Os átomos de carbono são muito menos solúveis na austenita quando comparados aos do nitrogênio, mas se difundem com maior facilidade. Isso resulta em camadas mais espessas em processos de cementação do que de nitretação para processos utilizando os mesmos parâmetros empregados.

A cementação eleva a dureza superficial do material tratado, e a região enriquecida apresenta um teor de carbono ligeiramente acima do eutetóide. Para se obter a dureza e manter as propriedades de resistência à corrosão, o processo deve ser

seguido de têmpera superficial e posterior revenimento, para formar martensita na superfície, que conferirá dureza, mas evitando que a região se torne frágil.

Assim como na nitretação, deve-se atentar aos parâmetros que influenciam na qualidade e espessura da camada cementada, que são basicamente os mesmos apresentados anteriormente para o primeiro processo.

O processo de cementação a plasma foi aplicado a uma das amostras de aço inoxidável AISI 316 na configuração de 475°C e por 3 horas.

4.4 PROCESSO SEQUENCIAL A PLASMA

Mesmo o processo de nitretação a plasma elevando as propriedades mecânicas e tribológicas as superfícies dos aços, as camadas endurecidas formadas a baixas temperaturas são muito finas e apresentam uma diminuição acelerada e significativa da dureza entre a região nitretada e o substrato. Nos processos de cementação a plasma, entretanto, essa queda da dureza, que também está presente, ocorre de forma mais amena.

Tornou-se então objeto de alguns estudos investigar a possibilidade de aplicar o plasma de nitrogênio juntamente com o de carbono. TSUJIKAWA *et. al., (*2005*)* compararam quatro processos a plasma: nitretação, cementação, simultâneo (ou carbonitretação, com plasma composto de N e C, chamado de *híbrido*) e sequencial (deposição a plasma de N e em seguida deposição de C, ou vice-versa), sobre o aço inoxidável austenítico AISI 316. Após esses estudos, os autores concluiram:

- O processo simultâneo apresentou performance inferior à do processo a plasma sequencial;
- Houve formação de precipitados (carbonetos) de Cr no processo simultâneo, o que compromete a resistência à corrosão;
- Queda de dureza das amostras que experimentaram o processo sequencial foi mais suave do que àquela apresentada por amostras carbonitretadas;

- As amostras que passaram pelo processo sequencial e as carbonetadas perderam um menor volume de material em ensaio de desgaste do que as amostras carbonitretadas.

Outros estudos de TSUJIKAWA *et al.*. (2005) apontam ainda que há diferenças significativas das propriedades quanto a ordem dos tratamentos. As amostras apresentam diferentes comportamentos tribológicos se em um processo sequencial o primeiro tratamento for a cementação seguido de nitretação, ou se ocorre o contrário. Constatou-se empiricamente que o processo cementação mais nitretação não houve a formação de carbetos e/ou nitretos de cromo, enquanto que no processo de nitretação mais cementação nas mesmas condições foi possível observar a aparição desses precipitados.

Nos processos simultâneos e sequencial, é possível notar o posicionamento nítido das camadas modificadas. Independente da ordem dos processos ou se são realizados simultaneamente, as duas camadas estão nitidamente separadas, não havendo uma região onde se encontre a mistura de C e N.

Na amostra com tratamento termoquímico sequencial em que foram desenvolvidos os testes, foram realizados primeiramente o processo de cementação a plasma a 475°C e por 3 horas, seguido de um processo de nitretação a plasma a 450°C por 5 horas.

5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

5.1 CONDIÇÕES DAS AMOSTRAS

Para a realização do presente trabalho, foram desenvolvidos ensaios de microabrasão buscando estudar a performance de quatro amostras de aço inoxidável austenítico AISI 316 com diferentes configurações das condições superficiais. A Tabela 1 apresenta a composição química do aço substrato, enquanto que a Tabela 2 expõe os tratamentos termoquímicos realizados em cada amostra.

Tabela 1 - Composição química do aço AISI 316 (% em massa). Fonte:

Elemento	**C Máx.**	**Mn Máx.**	**P Máx.**	**S Máx.**	**Si Máx.**	**Cr**	**Ni**	**Mo**
Teor (%)	0,03	2,0	0,045	0,030	0,87	16,0-18,5	11,5 – 14,5	2,0 – 2,5

Tabela 2 – Configuração das Amostras

Identificação	**Descrição**	**Tratamento Superficial**
S	Aço inoxidável austenítico AISI 316	Sem tratamento
C	Aço AISI 316 carbonetado a plasma	Carbonetação a plasma a 475°C por 3 horas
N	Aço AISI 316 nitretado a plasma	Nitretação a plasma a 450°C por 5 horas
CN	Aço AISI 316 com tratamento sequencial a plasma	Carbonetação a plasma a 475°C por 3 horas seguida por nitretação a plasma a 450°C por 5 horas

O tempo de duração de cada processo termoquímico combinado com a temperatura foi escolhido de modo que as diferentes camadas apresentem a mesma espessura em cada amostra. A Tabela 3 mostra as condições esperadas de cada amostra.

Tabela 3 - Condições do processo de cementação e nitretação e distribuição de amostras conforme sistemas

Sistemas	**Temperatura (°C)**	**Tempo (h)**	**Profundidade (µm)**
Substrato	-	-	-
Cementado	475	3	20
Nitretado	450	5	20
Hibridos	**-**	**-**	**-**
Cementado +	475	3	20
Nitretado	450	5	20

Ambos os processos de nitretação e cementação a plasma foram realizadas pela empresa TECVAT Ltd, Inglaterra, utilizando-se a técnica de PAPVD e a configuração triodo C.C. em condições comerciais de processo.

A partir dos resultados obtidos nos ensaios de cada amostra, foi possível averiguar e comparar a relação de aumento das propriedades tribológicas dos processos entre si, constatando se houve melhorias quando comparado ao substrato sem tratamento e qual dos revestimentos se mostrou mais eficaz em reduzir o desgaste abrasivo.

5.2 SITUAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras recebidas se apresentavam inicialmente em formato de disco de diâmetro de 38 mm e espessura de 10 mm. Com essas dimensões, entretanto, as amostras não couberam no porta-amostra, e foi necessário realizar um processo de aplainamento nas amostras de 5 mm, e com esse corte as amostras puderam ser alocadas no porta-amostra sem problemas, facilitando ainda sua fixação no mesmo.

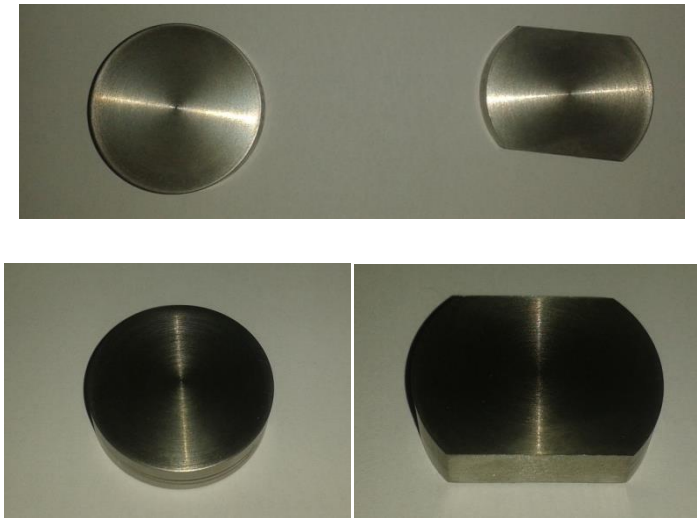


Figura 8 – Geometria das Amostras

Ao receber as amostras, foi possível notar marcas do processo de produção das mesmas, com acabamento superficial contendo riscos circulares regulares com forma de vórtice, conferindo elevada rugosidade às amostras. Cogitou-se a hipótese de aplicar um polimento para manter a superfície lisa e sem rugosidades, mas com isso havia o risco de remover por completo a camada de revestimento aplicada em cada disco, comprometendo integralmente o projeto. Pelos motivos apresentados, as superfícies das peças permaneceram inalteradas.

5.3 ABRASIVO UTILIZADO

As Figuras a seguir apresentam o difratograma e a distribuição granulométrica obtidos na análise das partículas abrasivas de carbeto de silício (SiC) empregadas no ensaio de microabrasão, utilizando um analisador CILAS 1064 com dupla difração a laser (LEYVA, 2011).

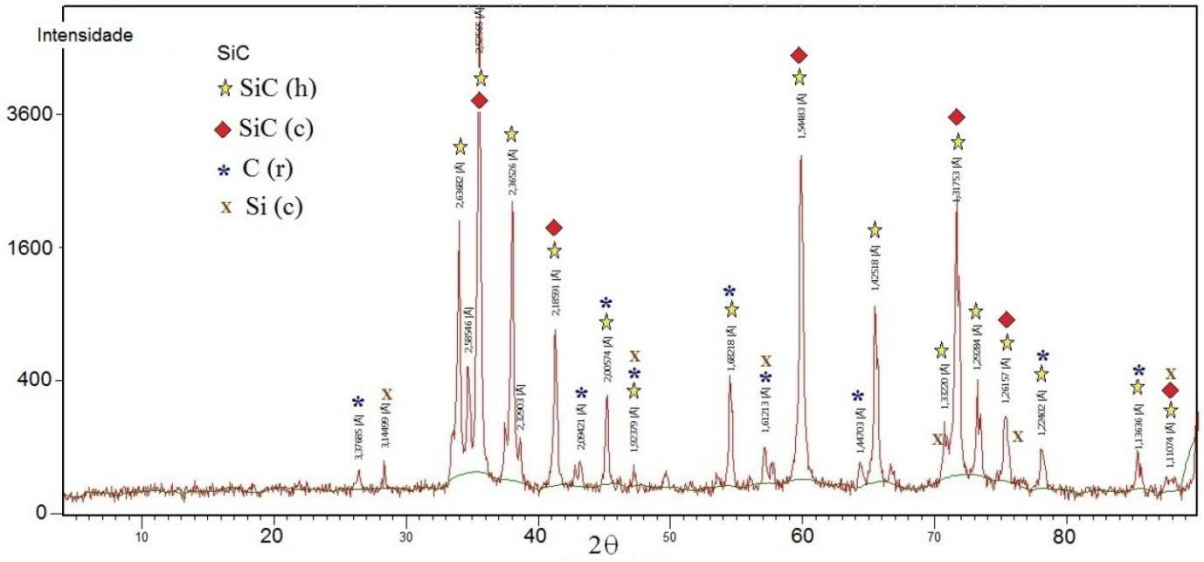


Figura 9 – Difratograma obtido para o abrasivo Carbeto de Silício (SiC). Fonte: LEYVA, 2011.

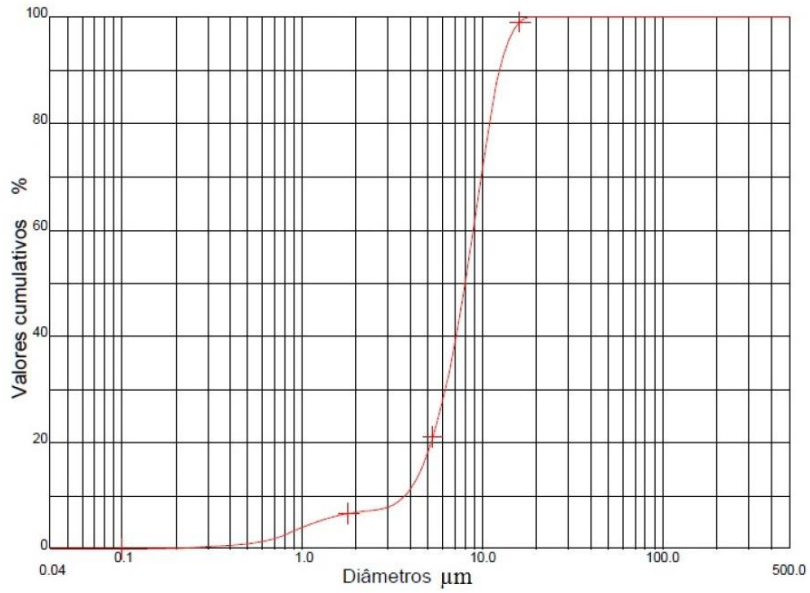


Figura 10 - Distribuição granulométrica obtida para o Carbeto de Silício (SiC). Fonte: LEYVA, 2011.

O abrasivo é constituído de fases SiC cúbica e hexagonal, com traços identificáveis de silício (fase cúbica) e grafite (romboédrico), e apresenta diâmetro médio de D50 = 7.99µm, 90% inferior a 12.4µm, e tamanho máximo 18µm.

5.4 ENSAIO DE MICROABRASÃO

Os ensaios de microabrasão por esfera rotativa fixa ao eixo foram realizados no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais – TRICORRMAT, localizado no espaço físico da Universidade. Para isso, utilizou-se o microabrasômetro Plint TE 66 Micro-Scale Abrasion Tester (Plint and Partners, Wokingham, UK), uma esfera de aço AISI 52100 de 25,4 mm de diâmetro como contra-corpo e uma carga normal aplicada ao sistema de 0,5 N. As amostras são posicionadas no porta-amostra da máquina, e em seguida aplica-se o gotejamento de solução abrasiva na interface onde ocorre o desgaste.

Antecedendo a operação de cada ensaio, foi realizada a limpeza da esfera rotativa e das amostras. A esfera foi agitada em solução com areia por 5 minutos para garantir que fossem completamente removidas impurezas mais volumosas da superfície da esfera, provenientes de ensaios anteriores com o equipamento. Em seguida as amostras e a esfera são levadas a um agitador ultrassônico durante 10 minutos, mergulhadas em recipiente contendo acetona, e sendo em seguida secadas por uma corrente de ar quente forçada. O mesmo procedimento é aplicado ao sistema após o último ensaio realizado no dia, para acondicionar as peças na estufa em segurança e sem impurezas.

Antes ainda de realizar o teste, é necessário preparar a solução abrasiva que atuará no sistema. Para os ensaios realizados, utilizou-se carbeto de silício (SiC) como abrasivo e água destilada como solvente, tendo a mistura final concentração de 0,35g/ml. Para manter a lama abrasiva com homogênea e com concentração constante (evitando a decantação de SiC), fez-se uso de um agitador eletromagnético, que manteve a solução em vórtice constante e garantiu, assim, a homogeneidade da solução.

Na máquina, aloca-se a esfera nos semi-eixos responsáveis pela rotação, programados para manter uma velocidade constante definidos pelo controle. A amostra é posicionada no porta-amostra e o peso morto responsável pela carga normal de contato também é montado. A lama abrasiva agora é despejada no topo da esfera durante os testes através de uma mangueira por uma bomba peristáltica,

com gotejamento controlado de 1 a 2 gotas por segundo, concluindo a caracterização do tribossistema.

O controle e o sistema de coleta de dados estão dispostos em um computador ao lado da máquina. A partir do próprio software do equipamento, controla-se a velocidade de rotação da esfera, no caso estudado de 80 rpm, e os intervalos de rotação para a análise progressiva do diâmetro da cratera gerada na superfície da amostra. No presente estudo, foram 15 intervalos de 150 rotações, e a cada intervalo, utilizou-se o microscópio INFINITY1 acoplado à máquina para registrar as imagens de topo. Após a captura das imagens, utilizou-se o software CAPTURE para mensurar o diâmetro da cratera ao longo do ensaio. Utilizou-se também o analisador tridimensional de superfície Talyor-Hobson Talysurf CLI 1000, que gerou uma imagem tridimensional das calotas, e o software Moutains Map para comparar dados como volume desgastado e diâmetro final da calota que foram calculados com os registrados pelo equipamento.

Ao todo foram ensaiadas 4 amostras, cada uma delas correspondente a um sistema exposto na Tabela 2 na Seção 4.1. Em cada uma delas, realizou-se 3 séries de ensaios (calotas) na superfície.

Para os 4 sistemas apresentados, calculou-se o coeficiente de desgaste *k* com base na Equação 12 apresentada, com base no modelo determinado por Archard, e em todos os sistemas foram observados os micromecanismos de desgaste atuantes com auxílio de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Os parâmetros dos ensaios estão explicitados na Tabela 4 a seguir.

Tabela 4 - Parâmetros utilizados nos ensaios de microabrasão

Carga	Velocidade de Rotação	Abrasivo	Concentração do Abrasivo	Frequência de Gotejamento
0,5 N	80 rpm	SiC	0,35g/ml	1 gota / 2 segundos

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 COEFICIENTE DE DESGASTE E VOLUME REMOVIDO

Ao decorrer de cada teste, em cada um dos 15 intervalos realizados por ensaio foi registrado o diâmetro da impressão da esfera causada pelo desgaste abrasivo. Com esses valores, é possível analisar a tendência do coeficiente de desgaste e a progressão do volume desgastado durante o teste.

6.1.1 Substrato de aço inoxidável austenítico AISI 316 – Amostra S

A Tabela 5 a seguir apresenta os valores dos diâmetros medidos das crateras por microscopia ótica, utilizando o microscópio INFINITY1 durante o ensaio de microabrasão. É apresentada a progressão do diâmetro para cada intervalo do ensaio.

Tabela 5 - Diâmetro das calotas na amostra S

Revoluções completas	Distância deslizada (m)	Diâmetro médio da Cratera 01 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 02 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 03 (µm)
150	11,97	1415,25	1459,94	1488,80
300	23,94	1632,74	1612,30	1713,50
450	35,91	1791,19	1709,86	1857,96
600	47,88	1935,87	1907,00	2013,02
750	59,85	2011,65	1991,54	2078,50
900	71,82	2101,21	2098,48	2141,22
1050	83,79	2183,88	2190,42	2238,92
1200	95,76	2245,88	2254,24	2261,90
1350	107,73	2287,21	2335,34	2336,06
1500	119,69	2390,55	2362,46	2414,60
1650	131,66	2429,96	2427,42	2444,42
1800	143,63	2491,96	2481,88	2487,84
1950	155,60	2515,38	2545,64	2547,56
2100	167,57	2580,28	2581,73	2590,44
2250	179,54	2619,55	2605,20	2622,78

A Tabela seguinte apresenta os valores médios do coeficiente de desgaste *k* e do volume removido *V* calculados nos três ensaios da amostra utilizando as Equações (8) e (12), bem como o desvio padrão referente a cada valor.

Tabela 6 - Coeficiente de desgaste médio e volume desgastado calculados da amostra S

Revoluções completas	Distância deslizada - S (m)	Coeficiente de desgaste médio - k (m^3/N.m)	Desvio padrão do coeficiente de desgaste (m^3/N.m)	Volume médio removido - V (m^3)	Desvio padrão do volume removido (m^3)
150	11,97	2,90E-12	2,93E-13	1,74E-11	1,75E-12
300	23,94	2,42E-12	3,20E-13	2,90E-11	3,83E-12
450	35,91	2,21E-12	3,63E-13	3,96E-11	6,51E-12
600	47,88	2,35E-12	2,68E-13	5,63E-11	6,42E-12
750	59,85	2,19E-12	1,99E-13	6,54E-11	5,96E-12
900	71,82	2,15E-12	9,82E-14	7,72E-11	3,53E-12
1050	83,79	2,18E-12	1,20E-13	9,13E-11	5,04E-12
1200	95,76	2,08E-12	2,96E-14	9,98E-11	1,42E-12
1350	107,73	2,08E-12	9,93E-14	1,12E-10	5,35E-12
1500	119,69	2,11E-12	9,18E-14	1,26E-10	5,50E-12
1650	131,66	2,06E-12	3,11E-14	1,36E-10	2,05E-12
1800	143,63	2,06E-12	1,68E-14	1,48E-10	1,21E-12
1950	155,60	2,06E-12	5,82E-14	1,60E-10	4,52E-12
2100	167,57	2,06E-12	1,75E-14	1,72E-10	1,47E-12
2250	179,54	2,02E-12	2,88E-14	1,81E-10	2,58E-12

Com os valores apresentados, é possível agora visualizar a progressão do volume médio das calotas desgastado pelo processo abrasivo em relação ao produto da carga normal aplicada e a distância deslizada e do coeficiente de desgaste médio em relação ao número de rotações realizadas pela esfera através dos Gráficos 1 e 2 apresentados a seguir.

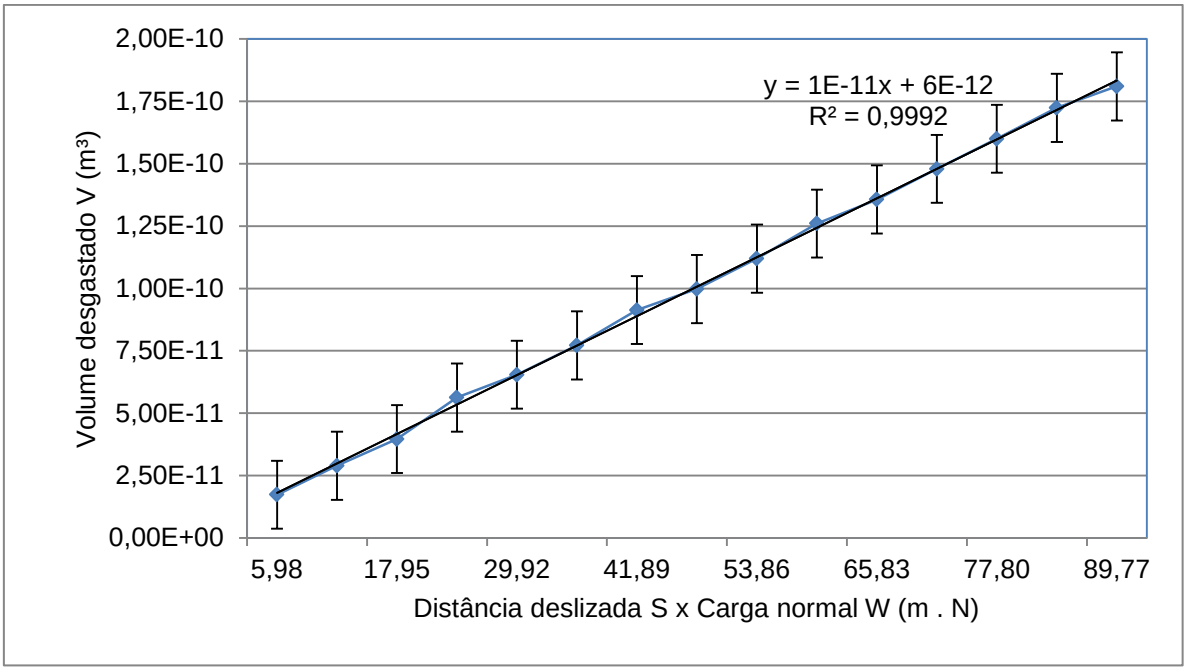


Gráfico 1 - Progressão do volume médio removido no ensaio de microabrasão da amostra S

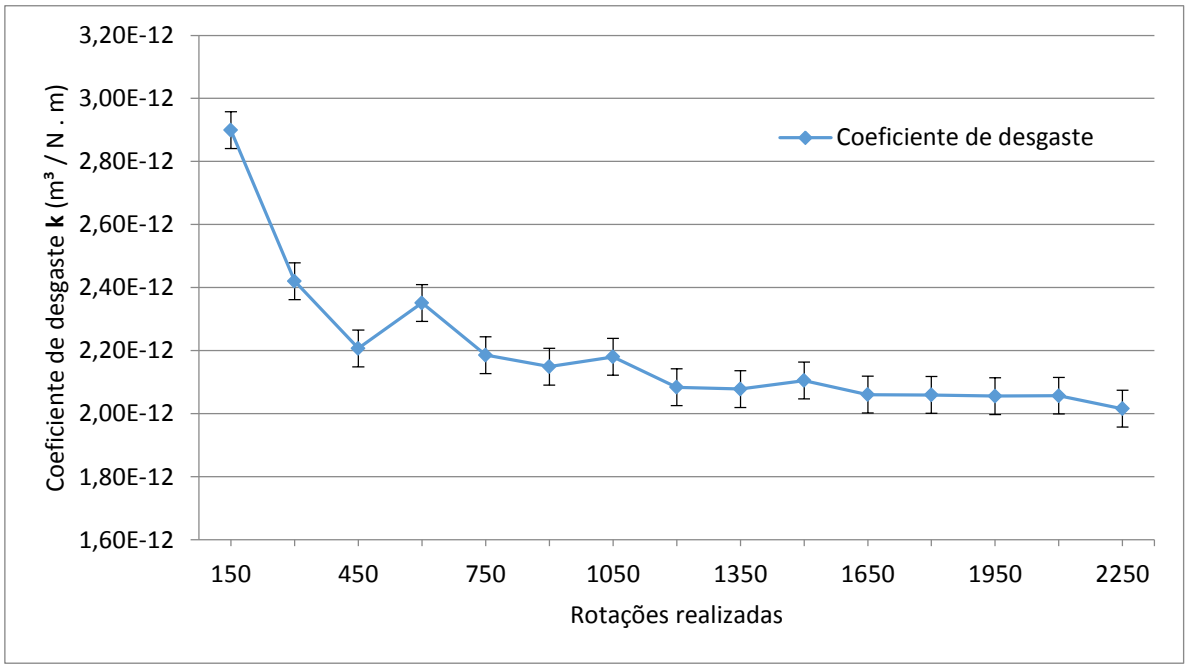


Gráfico 2 - Progressão do coeficiente de desgaste médio da amostra S

Analisando o Gráfico 1, vemos um crescimento linear do volume desgastado pela esfera em relação ao produto da carga normal aplicada pela distância deslizada. Isso significa dizer que as considerações feitas para aplicar a Lei do Desgaste de

Archard são verdadeiras e podem ser aplicadas no cálculo do coeficiente de desgaste. Esta linearidade também pode ser observada pelo coeficiente de determinação R^2 = 0,9992, que está muito próximo da unidade e indica quão semelhante à uma reta a distribuição está. O valor do volume removido médio calculado ao final das 2250 revoluções é de 0,181 mm³.

O Gráfico 2, que mostra a relação do desenvolvimento do coeficiente de desgaste com as rotações aplicadas ao ensaio, apresenta uma curva que tende a um valor constante ao final do experimento, aproximando-se de um regime estacionário. Considerando esse fato e que para os últimos sete valores calculados o coeficiente de variação é de 1,3%, esses mesmos sete pontos do gráfico foram tomados como referência para calcular o coeficiente de desgaste médio para esse tribossistema, apresentando valor de $k = 2{,}06 \,.\, 10^{-12}$ m³/N.m.

Prosseguindo a investigação sobre o desgaste microabrasivo nas amostras, foi realizada no Laboratório de Caracterização de Superfícies e Materiais (LCSM) da UFES a análise tridimensional de cada calota, a fim de calcular os coeficientes de desgaste com base no volume medido nas mesmas. As Figuras 11 e 12 exemplificam a análise realizada nas três calotas formadas, com dados de uma delas.

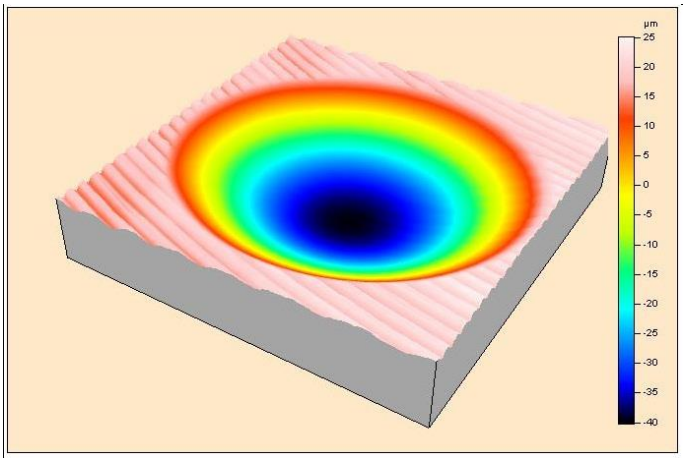


Figura 11 - Perfilometria de uma cratera da amostra S desgastada após 2250 revoluções

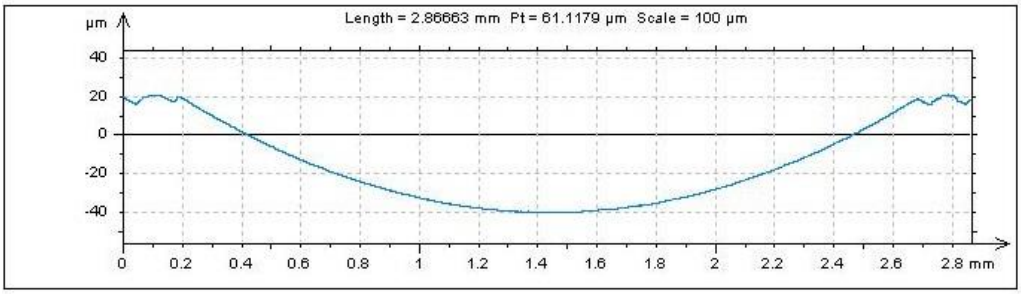


Figura 12 - Seção transversal de uma cratera da amostra S desgastada após 2250 revoluções

Utilizando o software Moutain Maps, mediu-se o volume da calota formada ao fim das 2250 revoluções e, sendo assim possível calcular o coeficiente de desgaste utilizando a Equação 11, como apresentado na Tabela 7 a seguir.

Tabela 7 - Coeficiente de desgaste calculado a partir dos volumes medidos das calotas da Amostra S.

Calota	Volume total removido (mm^3)	Coeficiente de desgaste k ($m^3/N.m$)
1	0,1185	1,32003E-12
2	0,1174	1,30777E-12
3	0,1380	1,53724E-12
Média	0,124633333	1,38835E-12
Desvio Padrão	0,011588932	1,29094E-13

6.1.2 Aço AISI 316 com tratamento de cementação – Amostra C

A Tabela 8 a seguir apresenta os valores dos diâmetros medidos das crateras por microscopia ótica, utilizando o microscópio INFINITY1 durante o ensaio de microabrasão. É apresentada a progressão do diâmetro para cada intervalo do ensaio na amostra cementada.

Tabela 8 - Diâmetro das calotas na amostra C

(continua)

Revoluções completas	Distância deslizada - S (m)	Diâmetro médio da Cratera 01 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 02 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 03 (µm)
150	11,97	1404,76	1353,04	1398,51
300	23,94	1576,22	1595,50	1609,56

Tabela 8 - Diâmetro das calotas na amostra C

(conclusão)

Revoluções completas	Distância deslizada - S (m)	Diâmetro médio da Cratera 01 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 02 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 03 (µm)
450	35,91	1756,10	1762,50	1776,16
600	47,88	1854,68	1895,70	1903,78
750	59,85	2015,76	2047,88	2001,78
900	71,82	2105,00	2089,22	2103,06
1050	83,79	2186,36	2213,02	2171,02
1200	95,76	2283,62	2253,14	2242,62
1350	107,73	2372,57	2304,42	2299,28
1500	119,69	2388,20	2361,90	2376,72
1650	131,66	2470,44	2413,84	2407,78
1800	143,63	2493,28	2469,23	2495,08
1950	155,60	2529,82	2525,03	2541,54
2100	167,57	2575,30	2549,90	2591,06
2250	179,54	2576,06	2649,86	2663,42

A seguir a Tabela 9 apresenta os valores médios do coeficiente de desgaste *k* e do volume removido *V* calculados nos três ensaios da amostra cementada utilizando as Equações (8) e (12), bem como o desvio padrão referente a cada valor.

Tabela 9 - Coeficiente de desgaste médio e volume desgastado calculados da amostra C

Revoluções completas	Distância deslizada - S (m)	Coeficiente de desgaste médio - *k* (m^3/N.m)	Desvio padrão do coeficiente de desgaste (m^3/N.m)	Volume médio removido - V (m^3)	Desvio padrão do volume removido (m^3)
150	11,97	2,38E-12	1,91E-13	1,43E-11	1,14E-12
300	23,94	2,08E-12	8,73E-14	2,49E-11	1,05E-12
450	35,91	2,09E-12	4,87E-14	3,75E-11	8,74E-13
600	47,88	2,04E-12	1,13E-13	4,88E-11	2,70E-12
750	59,85	2,16E-12	1,02E-13	6,46E-11	3,04E-12
900	71,82	2,09E-12	3,42E-14	7,50E-11	1,23E-12
1050	83,79	2,12E-12	8,27E-14	8,90E-11	3,47E-12
1200	95,76	2,11E-12	7,98E-14	1,01E-10	3,82E-12
1350	107,73	2,10E-12	1,50E-13	1,13E-10	8,08E-12
1500	119,69	2,06E-12	4,56E-14	1,23E-10	2,73E-12
1650	131,66	2,05E-12	1,18E-13	1,35E-10	7,77E-12
1800	143,63	2,06E-12	4,75E-14	1,48E-10	3,41E-12
1950	155,60	2,04E-12	2,75E-14	1,59E-10	2,14E-12
2100	167,57	2,02E-12	6,50E-14	1,69E-10	5,45E-12
2250	179,54	2,06E-12	1,45E-13	1,85E-10	1,30E-11

Com os valores apresentados, é possível agora visualizar a progressão do volume médio das calotas desgastado pelo processo abrasivo em relação ao produto da carga normal aplicada e a distância deslizada e do coeficiente de desgaste médio em relação ao número de rotações realizadas pela esfera através dos Gráficos 3 e 4 apresentados a seguir.

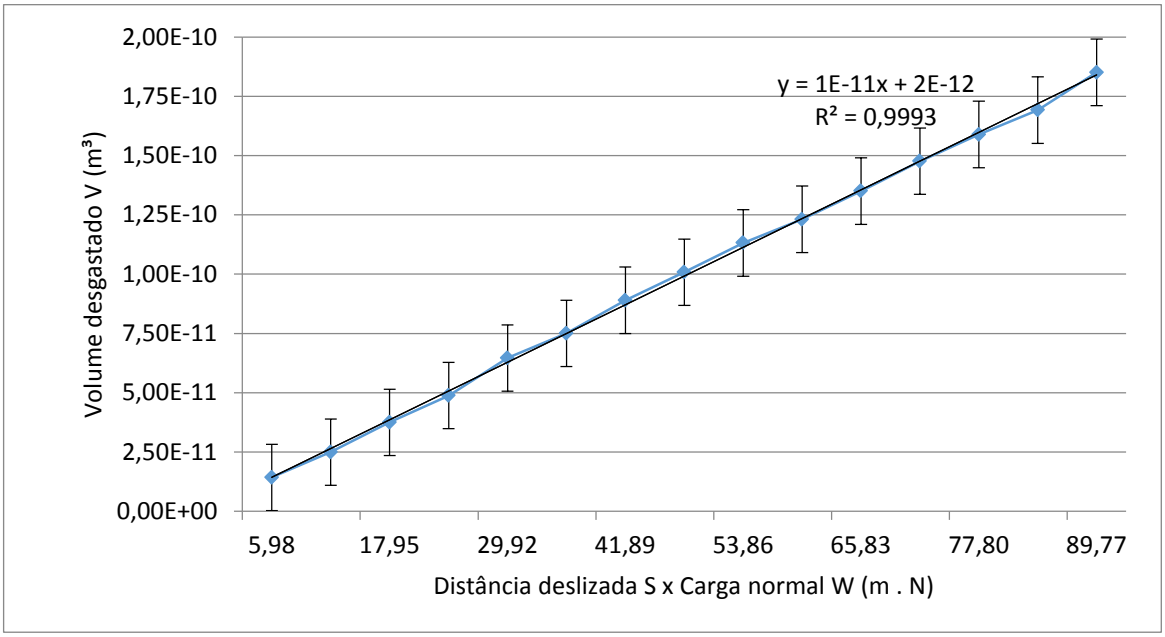


Gráfico 3 - Progressão do volume médio removido no ensaio de microabrasão da amostra C

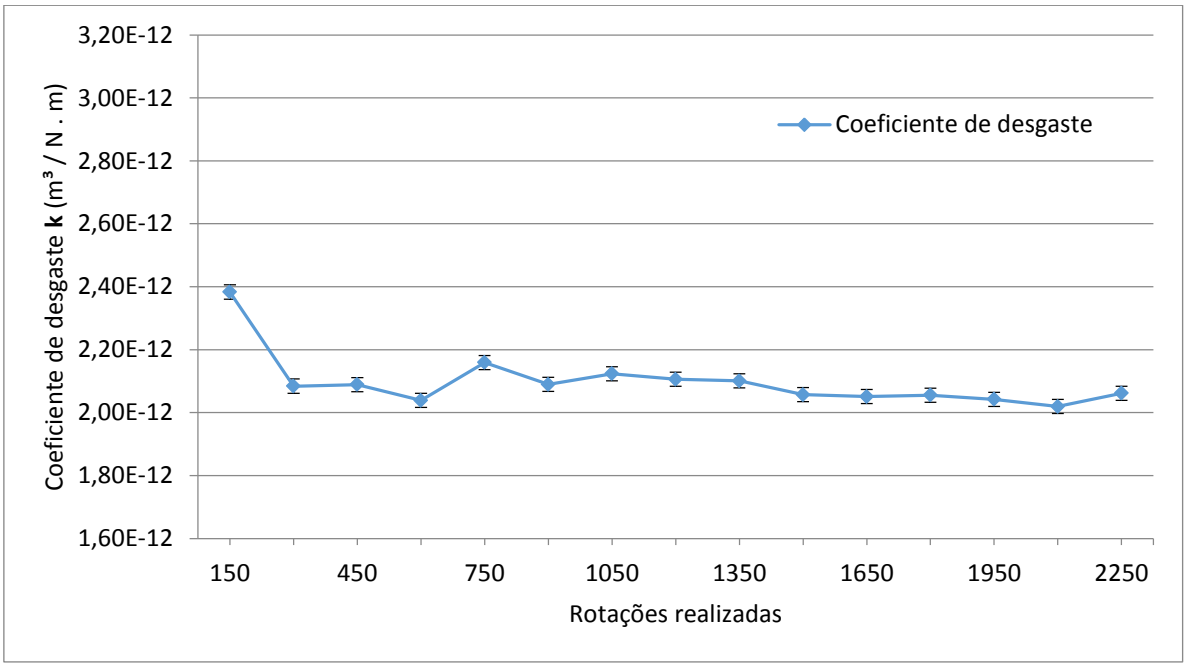


Gráfico 4 - Progressão do coeficiente de desgaste médio da amostra C

Analisando o Gráfico 3, vemos um crescimento linear do volume desgastado pela esfera em relação ao produto da carga normal aplicada pela distância deslizada. Isso significa dizer que as considerações feitas para aplicar a Lei do Desgaste de Archard são verdadeiras e podem ser aplicadas no cálculo do coeficiente de desgaste. Esta linearidade também pode ser observada pelo coeficiente de determinação R^2 = 0,9993, que está muito próximo da unidade e indica quão semelhante à uma reta a distribuição está. O valor do volume removido médio calculado ao final das 2250 revoluções é de 0,185 mm³.

O Gráfico 4, que mostra a relação do desenvolvimento do coeficiente de desgaste com as rotações aplicadas ao ensaio, apresenta uma curva que tende a um valor constante ao final do experimento, aproximando-se de um regime estacionário. Considerando esse fato e que para os últimos sete valores calculados o coeficiente de variação é de 1,19%, esses mesmos sete pontos do gráfico foram tomados como referência para calcular o coeficiente de desgaste médio para esse tribossistema, apresentando valor de $k = 2{,}06 \,.\, 10^{-12}$ m³/N.m.

É possível notar que o valor médio calculado para o coeficiente de desgaste da amostra cementada é o mesmo que o coeficiente calculado para a amostra sem tratamento (Amostra S), que também apresentou $k = 2{,}06 \,.\, 10^{-12}$ m³/N.m.

Prosseguindo a investigação sobre o desgaste microabrasivo nas amostras, foi realizada em laboratório a análise tridimensional de cada calota do sistema cementado, a fim de calcular os coeficientes de desgaste com base no volume medido nas mesmas.

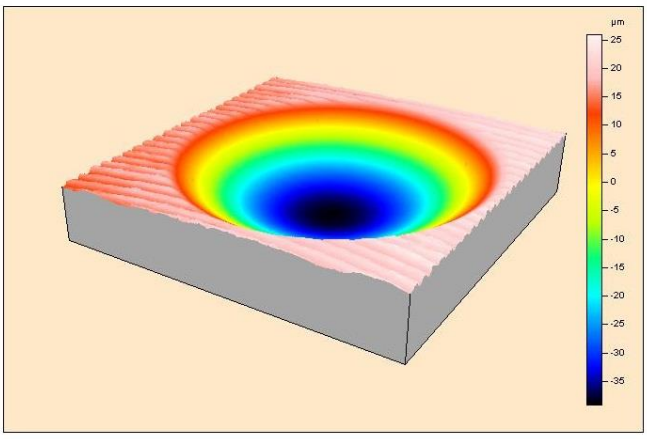


Figura 13 – Perfilometria de uma cratera da amostra C desgastada após 2250 revoluções

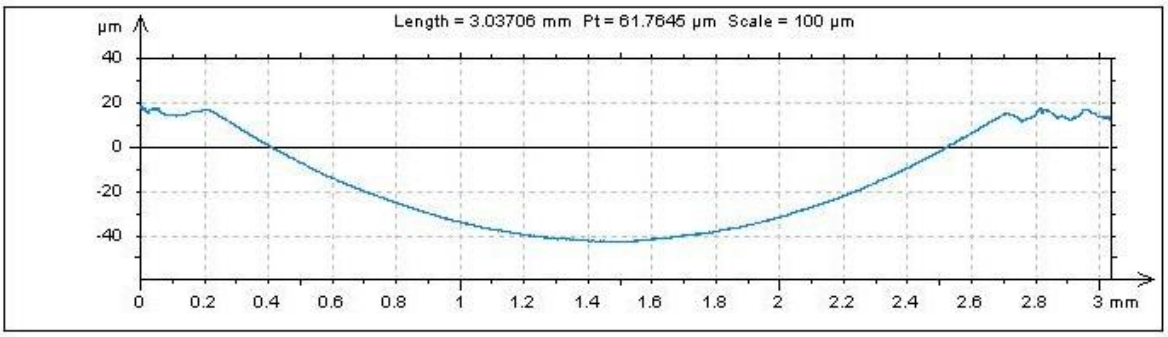


Figura 14 - Seção transversal de uma cratera da amostra C desgastada após 2250 revoluções

Utilizando o software apropriado, mediu-se o volume da calota formada ao fim das 2250 revoluções e, sendo assim possível calcular o coeficiente de desgaste utilizando a Equação 11, como apresentado na Tabela 10 a seguir.

Tabela 10 - Coeficiente de desgaste calculado a partir dos volumes medidos das calotas da Amostra C.

Calota	Volume total removido (mm^3)	Coeficiente de desgaste k ($m^3/N.m$)
1	0,123	1,37015E-12
2	0,1264	1,40803E-12
3	0,1546	1,72216E-12
Média	0,134666667	1,50011E-12
Desvio Padrão	0,017346277	1,93228E-13

6.1.3 Aço AISI 316 com tratamento de nitretação – Amostra N

A Tabela 11 a seguir apresenta os valores dos diâmetros medidos das crateras por microscopia ótica, utilizando o microscópio INFINITY1 durante o ensaio de microabrasão. É apresentada a progressão do diâmetro para cada intervalo do ensaio na amostra nitretada.

Tabela 11 - Diâmetro das calotas na amostra N

Revoluções completas	Distância deslizada - S (m)	Diâmetro médio da Cratera 01 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 02 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 03 (µm)
150	11,97	1327,76	1451,36	1202,34
300	23,94	1604,36	1631,90	1581,64
450	35,91	1842,45	1824,40	1775,12
600	47,88	1911,89	1949,50	1904,12
750	59,85	2071,24	2078,30	2002,54
900	71,82	2128,34	2150,12	2156,48
1050	83,79	2199,86	2224,88	2206,84
1200	95,76	2246,08	2288,24	2279,56
1350	107,73	2281,06	2382,42	2367,92
1500	119,69	2359,68	2403,70	2424,64
1650	131,66	2427,50	2462,04	2497,20
1800	143,63	2451,22	2481,98	2505,46
1950	155,60	2496,42	2540,74	2556,51
2100	167,57	2590,75	2586,18	2602,67
2250	179,54	2624,10	2649,18	2683,76

A seguir a Tabela 12 apresenta os valores médios do coeficiente de desgaste *k* e do volume removido *V* calculados nos três ensaios da amostra nitretada utilizando as Equações 8 e 12, bem como o desvio padrão referente a cada valor.

Tabela 12 - Coeficiente de desgaste médio e volume desgastado calculados da amostra N

Revoluções completas	Distância deslizada - S (m)	Coeficiente de desgaste médio - *k* (m^3/N.m)	Desvio padrão do coeficiente de desgaste (m^3/N.m)	Volume médio removido - V (m^3)	Desvio padrão do volume removido (m^3)
150	11,97	2,07E-12	7,60E-13	1,24E-11	4,55E-12
300	23,94	2,15E-12	1,35E-13	2,57E-11	1,62E-12
450	35,91	2,33E-12	1,77E-13	4,19E-11	3,18E-12
600	47,88	2,20E-12	1,12E-13	5,28E-11	2,69E-12
750	59,85	2,29E-12	1,83E-13	6,85E-11	5,49E-12
900	71,82	2,28E-12	6,24E-14	8,18E-11	2,24E-12
1050	83,79	2,20E-12	5,16E-14	9,23E-11	2,16E-12
1200	95,76	2,15E-12	8,36E-14	1,03E-10	4,00E-12
1350	107,73	2,17E-12	1,99E-13	1,17E-10	1,07E-11
1500	119,69	2,13E-12	1,17E-13	1,27E-10	7,00E-12
1650	131,66	2,16E-12	1,22E-13	1,42E-10	8,05E-12
1800	143,63	2,04E-12	8,91E-14	1,46E-10	6,40E-12
1950	155,60	2,04E-12	9,97E-14	1,59E-10	7,75E-12
2100	167,57	2,09E-12	2,74E-14	1,75E-10	2,30E-12
2250	179,54	2,13E-12	9,65E-14	1,91E-10	8,67E-12

Com os valores apresentados, é possível agora visualizar a progressão do volume médio das calotas desgastado pelo processo abrasivo em relação ao produto da carga normal aplicada e a distância deslizada e do coeficiente de desgaste médio em relação ao número de rotações realizadas pela esfera através dos Gráficos 5 e 6 apresentados a seguir.

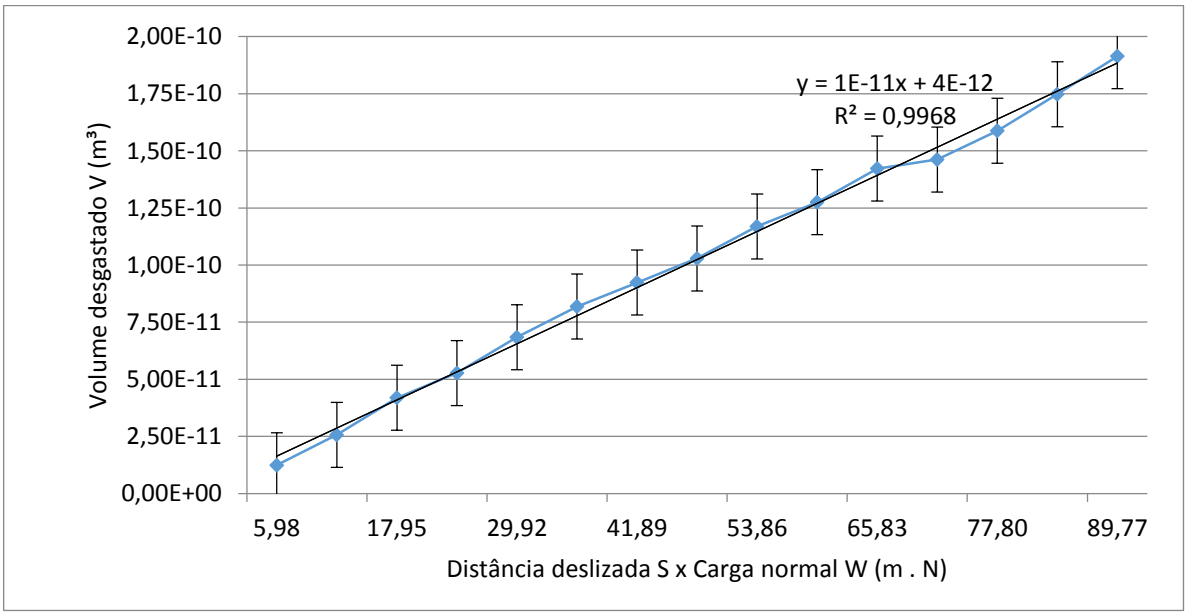


Gráfico 5 – Progressão do volume médio removido no ensaio de microabrasão da Amostra N

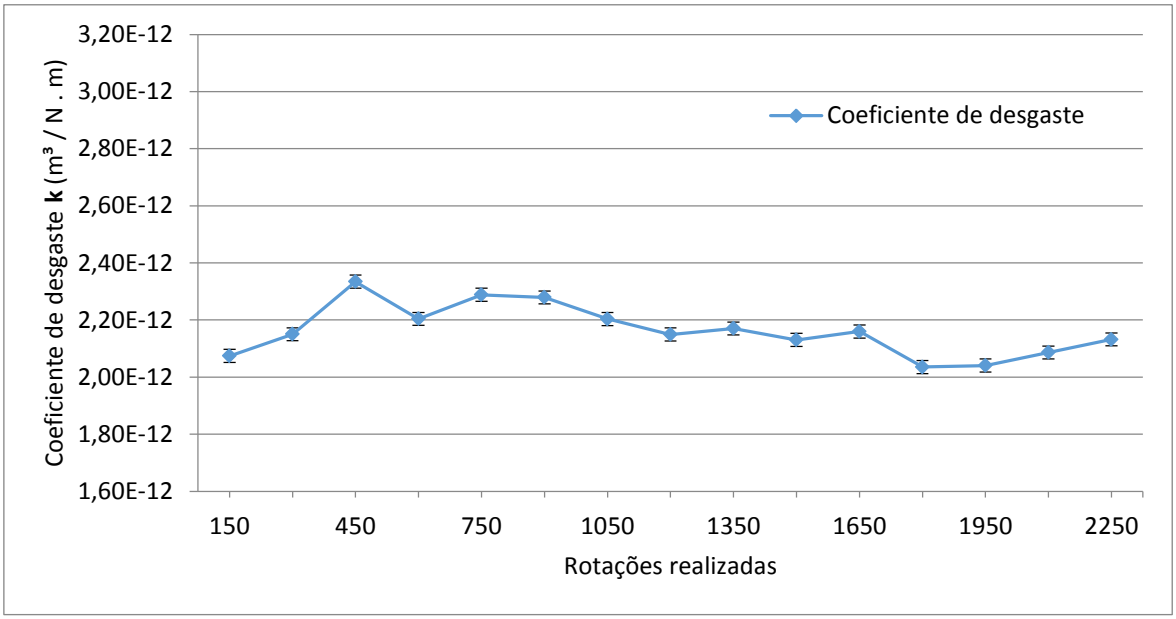


Gráfico 6 – Progressão do coeficiente de desgaste médio da Amostra N

Analisando o Gráfico 5, vemos um crescimento linear do volume desgastado pela esfera em relação ao produto da carga normal aplicada pela distância deslizada. Isso significa dizer que as considerações feitas para aplicar a Lei do Desgaste de Archard são verdadeiras e podem ser aplicadas no cálculo do coeficiente de desgaste. Esta linearidade também pode ser observada pelo coeficiente de determinação R^2 = 0,9968, que está muito próximo da unidade e indica quão semelhante à uma reta a distribuição está. O valor do volume removido médio calculado ao final das 2250 revoluções é de 0,1914 mm^3.

O Gráfico 6, que mostra a relação da evolução do coeficiente de desgaste com as rotações aplicadas ao ensaio, apresenta uma curva incomum, com variações mais significativas quando comparados aos gráficos equivalentes das demais amostras. Ao invés de apresentar um decréscimo do coeficiente de desgaste no início do ensaio como apresentado nas curvas dos demais sistemas, é notável a resposta contrária: o valor do coeficiente *k* aumenta para depois diminuir e tem comportamento próximo do regime estacionário. Considerando os últimos sete valores de coeficiente de desgaste calculados, o coeficiente de variação é de 2,6%, e esses mesmos sete pontos do gráfico podem ser tomados como referência pois estão dentro da tolerância de 7% exigida pelo teste, sem haver a necessidade de descartar os ensaios. Assim, calculando o coeficiente de desgaste médio para esse tribossistema, obteve-se valor de $k = 2{,}10 \,.\, 10^{-12}$ $m^3/N.m$.

Prosseguindo a investigação sobre o desgaste microabrasivo nas amostras, foi realizada em laboratório a análise tridimensional de cada calota do sistema nitretado, a fim de calcular os coeficientes de desgaste com base no volume medido nas mesmas.

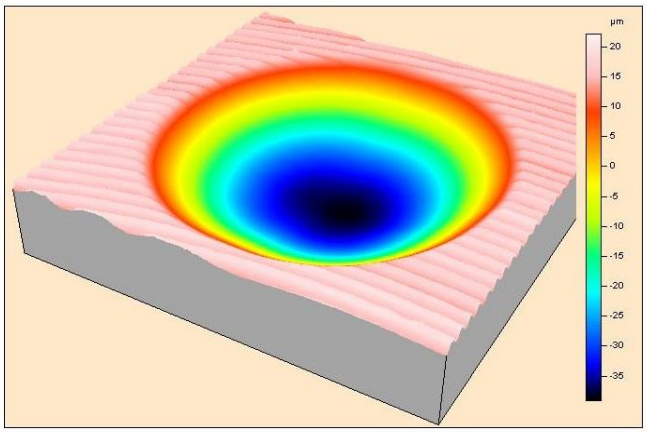


Figura 15 - Perfilometria de uma cratera da amostra N desgastada após 2250 revoluções

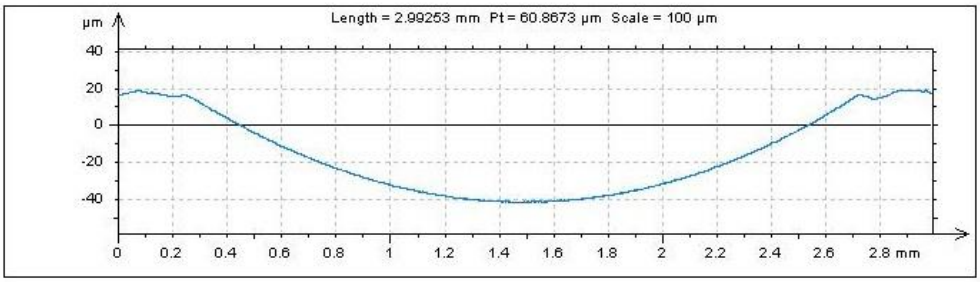


Figura 16 – Seção transversal de uma cratera da amostra N desgastada após 2250 revoluções

Utilizando o software apropriado, mediu-se o volume da calota formada ao fim das 2250 revoluções e, sendo assim possível calcular o coeficiente de desgaste utilizando a Equação 11, como apresentado na Tabela 13 a seguir.

Tabela 13 – Coeficiente de desgaste calculado a partir dos volumes medidos das calotas da Amostra N.

Calota	Volume total removido (mm^3)	Coeficiente de desgaste k ($m^3/N.m$)
1	0,117	1,30332E-12
2	0,122	1,35901E-12
3	0,133	1,48155E-12
Média	0,124	1,38129E-12
Desvio Padrão	0,008185353	9,11804E-14

6.1.4 Aço AISI 316 com tratamento sequencial – Amostra CN

A Tabela 14 a seguir apresenta os valores dos diâmetros medidos das crateras por microscopia ótica, utilizando o microscópio INFINITY1 durante o ensaio de microabrasão. É apresentada a progressão do diâmetro para cada intervalo do ensaio na amostra com tratamento sequencial de cementação seguida de nitretação.

Tabela 14 – Diâmetro das calotas da Amostra CN

Revoluções completas	Distância deslizada - S (m)	Diâmetro médio da Cratera 01 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 02 (µm)	Diâmetro médio da Cratera 03 (µm)
150	11,97	1429,51	1515,48	1488,00
300	23,94	1631,91	1756,00	1699,84
450	35,91	1765,77	1863,92	1818,54
600	47,88	1910,72	1980,60	1979,61
750	59,85	1994,97	2063,88	2097,00
900	71,82	2063,18	2172,02	2129,38
1050	83,79	2139,23	2237,64	2205,85
1200	95,76	2232,03	2290,80	2288,94
1350	107,73	2261,86	2330,18	2368,99
1500	119,69	2312,64	2426,42	2431,68
1650	131,66	2393,31	2505,06	2536,47
1800	143,63	2445,67	2542,70	2558,79
1950	155,60	2481,21	2589,54	2598,06
2100	167,57	2544,32	2642,36	2604,46
2250	179,54	2557,75	2645,06	2644,14

A Tabela seguinte apresenta os valores médios do coeficiente de desgaste *k* e do volume removido *V* calculados nos três ensaios da amostra com processo sequencial utilizando as Equações 8 e 12, bem como o desvio padrão referente a cada valor.

Tabela 15 - Coeficiente de desgaste médio e volume desgastado calculados da amostra CN.

(continua)

Revoluções completas	Distância deslizada - S (m)	Coeficiente de desgaste médio - *k* (m^3/N.m)	Desvio padrão do coeficiente de desgaste (m^3/N.m)	Volume médio removido - V (m^3)	Desvio padrão do volume removido (m^3)
150	11,97	3,09E-12	3,61E-13	1,85E-11	2,16E-12
300	23,94	2,69E-12	3,90E-13	3,21E-11	4,67E-12

Tabela 15 - Coeficiente de desgaste médio e volume desgastado calculados da amostra CN.

(conclusão)

Revoluções completas	Distância deslizada - S (m)	Coeficiente de desgaste médio - *k* (m^3/N.m)	Desvio padrão do coeficiente de desgaste (m^3/N.m)	Volume médio removido - V (m^3)	Desvio padrão do volume removido (m^3)
450	35,91	2,35E-12	2,53E-13	4,22E-11	4,54E-12
600	47,88	2,37E-12	1,91E-13	5,68E-11	4,56E-12
750	59,85	2,30E-12	2,30E-13	6,87E-11	6,87E-12
900	71,82	2,19E-12	2,24E-13	7,85E-11	8,04E-12
1050	83,79	2,14E-12	1,94E-13	8,98E-11	8,12E-12
1200	95,76	2,15E-12	1,25E-13	1,03E-10	5,97E-12
1350	107,73	2,08E-12	1,93E-13	1,12E-10	1,04E-11
1500	119,69	2,11E-12	2,32E-13	1,27E-10	1,39E-11
1650	131,66	2,22E-12	2,64E-13	1,46E-10	1,73E-11
1800	143,63	2,16E-12	2,06E-13	1,55E-10	1,48E-11
1950	155,60	2,13E-12	2,12E-13	1,65E-10	1,65E-11
2100	167,57	2,10E-12	1,59E-13	1,76E-10	1,33E-11
2250	179,54	2,02E-12	1,52E-13	1,81E-10	1,36E-11

Com os valores apresentados, é possível agora visualizar a progressão do volume médio das calotas desgastado pelo processo abrasivo em relação ao produto da carga normal aplicada e a distância deslizada e do coeficiente de desgaste médio em relação ao número de rotações realizadas pela esfera através dos Gráficos 7 e 8 apresentados a seguir.

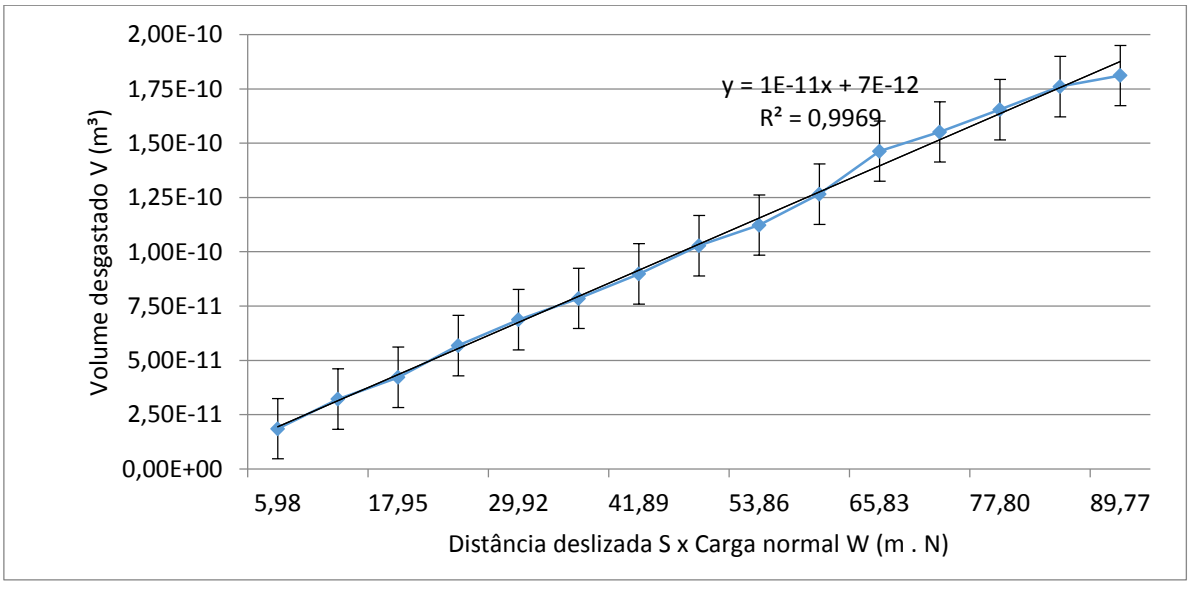


Gráfico 7 - Progressão do volume médio removido no ensaio de microabrasão da Amostra CN

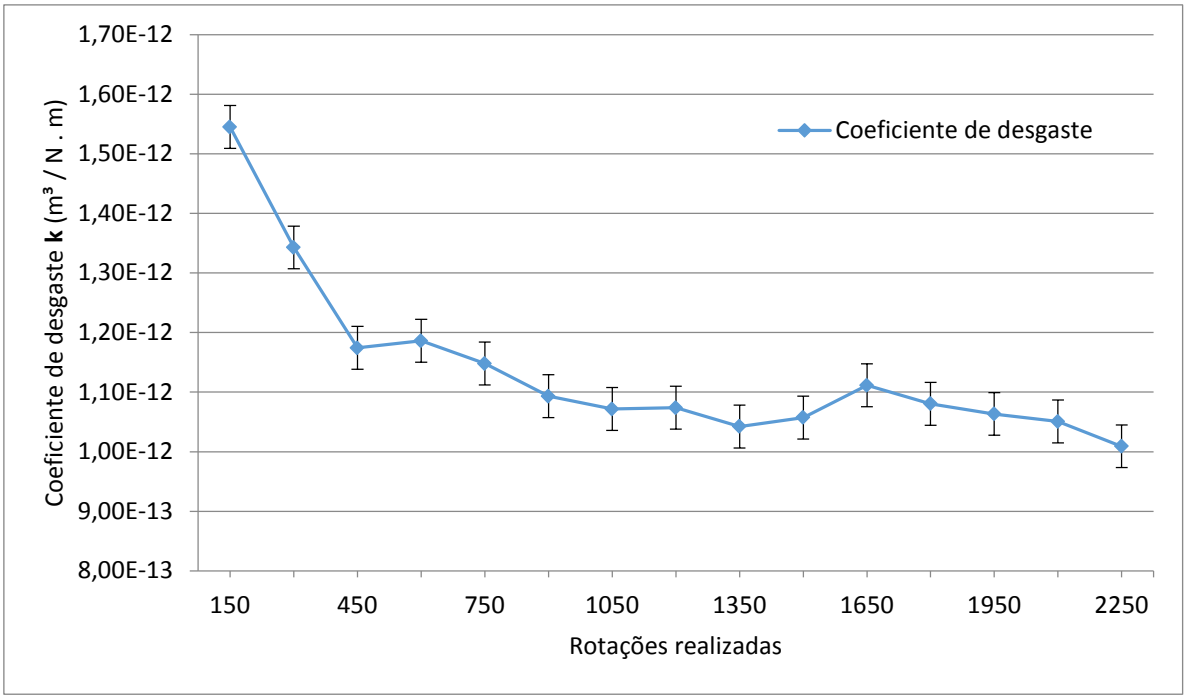


Gráfico 8 - Progressão do coeficiente de desgaste médio da Amostra CN

Analisando o Gráfico 7, vemos um crescimento linear do volume desgastado pela esfera em relação ao produto da carga normal aplicada pela distância deslizada. Isso significa dizer que as considerações feitas para aplicar a Lei do Desgaste de Archard são verdadeiras e podem ser aplicadas no cálculo do coeficiente de desgaste. Esta linearidade também pode ser observada pelo coeficiente de determinação R^2 = 0,9969, que está muito próximo da unidade e indica quão semelhante à uma reta a distribuição está. O valor do volume removido médio calculado ao final das 2250 revoluções é de 0,1811 mm³. O Gráfico 8, que mostra a relação do desenvolvimento do coeficiente de desgaste com as rotações aplicadas ao ensaio, apresenta uma curva que tende a um valor constante ao final do experimento, aproximando-se de um regime permanente. Considerando esse fato e que para os últimos sete valores calculados o coeficiente de variação é de 3,0%, esses mesmos sete pontos do gráfico foram tomados como referência para calcular o coeficiente de desgaste médio para esse tribossistema, apresentando valor de $k = 2{,}11 \,.\, 10^{-12}$ m³/N.m.

Prosseguindo a investigação sobre o desgaste microabrasivo nas amostras, foi realizada em laboratório a perfilometria tridimensional de cada calota do sistema

sequencial, a fim de calcular os coeficientes de desgaste com base no volume medido nas mesmas.

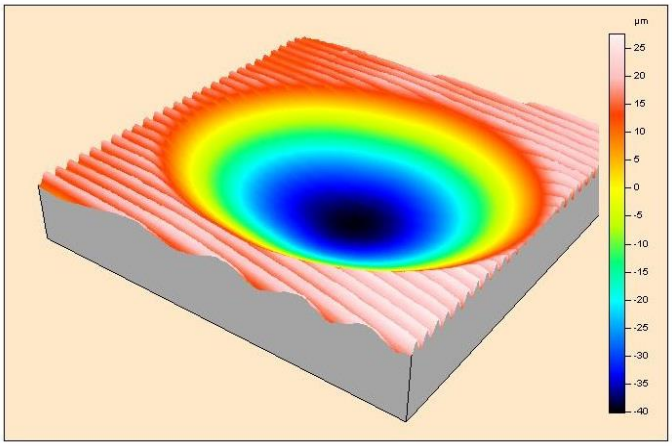


Figura 17 – Perfilometria de uma cratera da amostra CN desgastada após 2250 revoluções

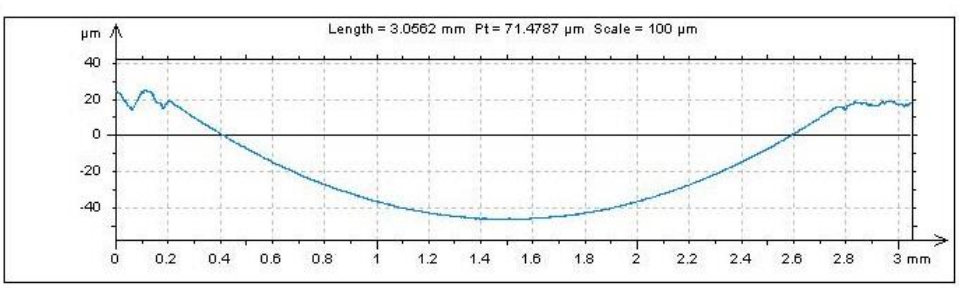


Figura 18 – Seção transversal de uma cratera da amostra CN desgastada após 2250 revoluções

Utilizando o software apropriado, mediu-se o volume da calota formada ao fim das 2250 revoluções e, sendo assim possível calcular o coeficiente de desgaste utilizando a Equação 11, como apresentado na Tabela 16 a seguir.

Tabela 16 - Coeficiente de desgaste calculado a partir dos volumes medidos das calotas da Amostra CN.

Calota	Volume total removido (mm^3)	Coeficiente de desgaste k ($m^3/N.m$)
1	0,1148	1,27881E-12
2	0,133	1,48155E-12
3	0,133	1,48155E-12
Média	0,126933333	1,41397E-12
Desvio Padrão	0,010507775	1,17051E-13

6.2 ANÁLISE DO MICROMECANISMOS DE DESGASTE

Buscando analisar os micromecanismos de desgaste atuantes nas amostras para os sistemas tribológicos propostos, foram tiradas as fotomicrografias das calotas de cada sistema. Com as imagens geradas, é possível determinar qual o mecanismo atuante. As Figuras apresentadas nessa seção foram capturadas pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV) do LCSM da UFES.

A seguir a Figura 19 apresenta as superfícies das crateras formadas pelo ensaio abrasivo. Para ilustrar, foram escolhidas as fotomicrografias feitas de crateras das amostras com tratamento superficial de nitretação e sequencial, que melhor representam as calotas finais obtidas.

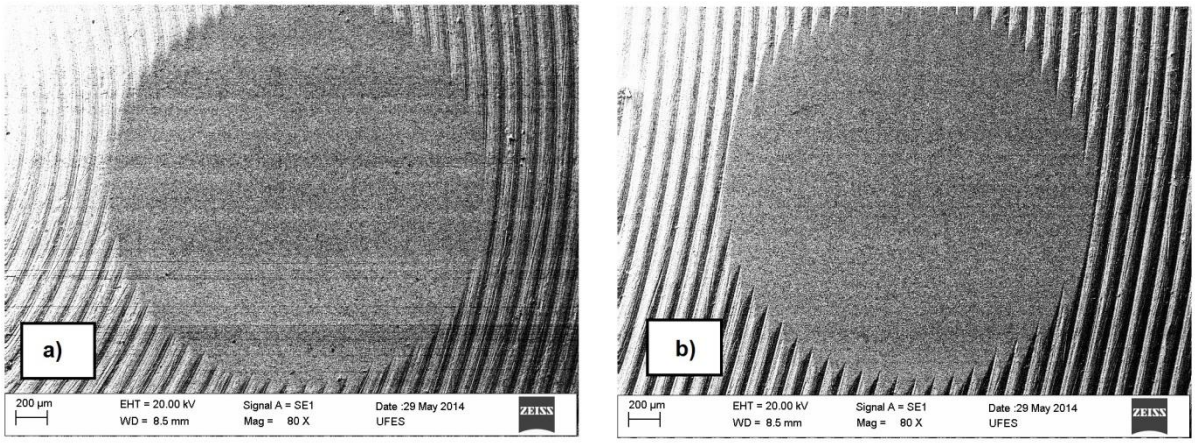


Figura 19 – Micrografia das calotas das amostras: a) Nitretada (N); b) Sequencial (CN)

É possível observar com nitidez as múltiplas indentações formadas em toda a superfície da cratera, o que mostra que o processo foi homogêneo, não havendo presença do mecanismo de riscamento em nenhuma região, o que tornaria o sistema misto.

Vale ressaltar que as linhas horizontais apresentadas na Figura 19 a são provenientes de perturbações no mecanismo de captura do MEV, e por isso devem ser desconsideradas na análise.

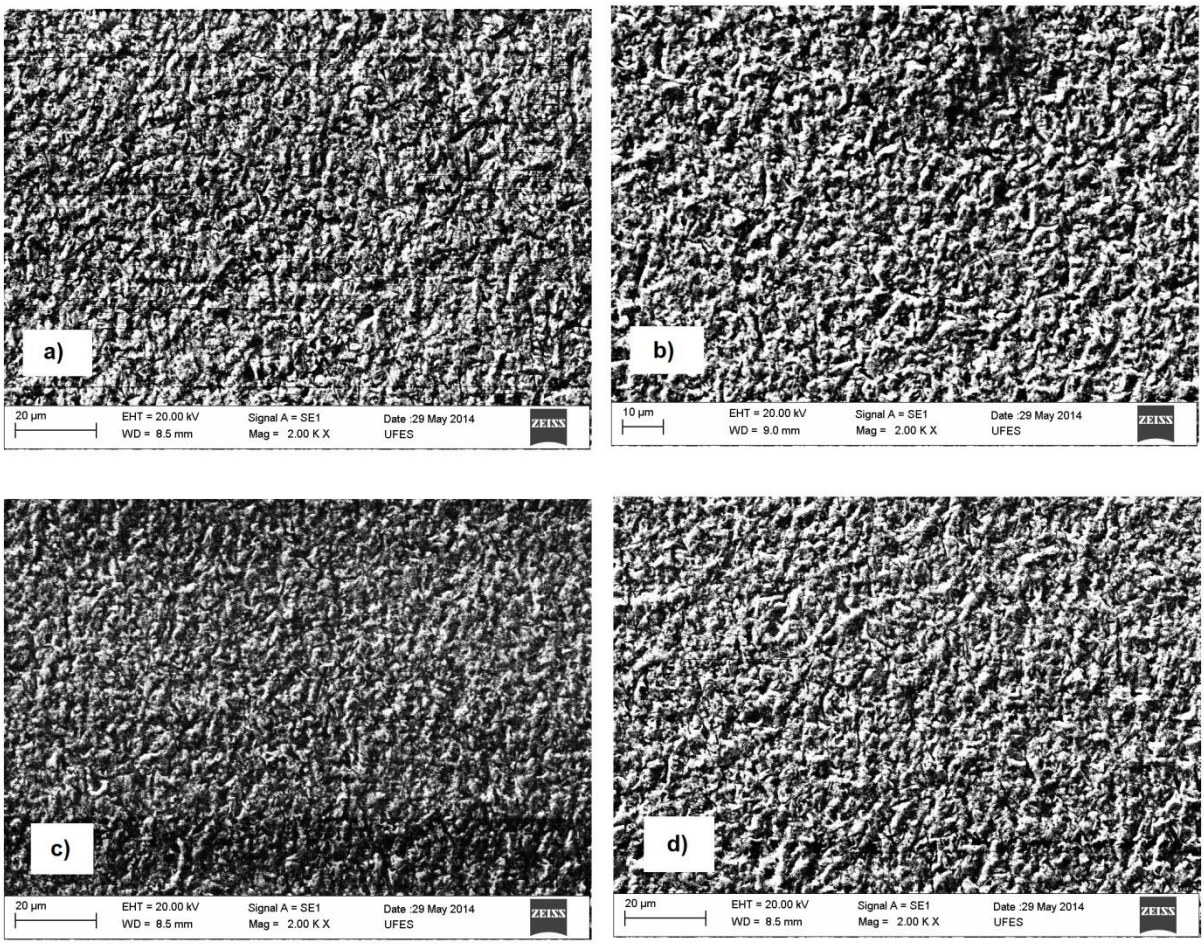


Figura 20 - Micrografia do centro da calota das amostras: a) Substrato (S); b) Cementada (C); c) Nitretada (N); d) Sequencial (CN).

As Figuras 20 a, b, c, d, apresentam a micrografia do centro de uma calota de cada material testado. Nestas mesmas micrografias, é possível observar múltiplas indentações na superfície desgastada, que caracteriza assim a presença do mecanismo de desgaste de rolamento ou três corpos (*rolling*) no tribossistema. Este mecanismo é proveniente do rolamento das partículas no contato esfera-amostra, não havendo adesão do mesmo na esfera, deformando a região e produzindo múltiplas indentações sem direção preferencial. O desgaste a três corpos ocorre quando a concentração do abrasivo é excessiva, e por esse motivo tal comportamento era o esperado para este trabalho, como apresentado por Trezona (Figura 6).

6.3 DISCUSSÕES

Os resultados apresentados mostram que, para todos os sistemas estudados, o volume total desgastado calculado pelo diâmetro das bordas das crateras formadas pela técnica de microscopia ótica foi superior em todos os casos àquele medido nos sistemas com o auxilio da técnica de perfilometria em torno de 50%, e pode ser observado na Tabela 17.

Tabela 17 – Comparação das médias de volume total desgastado calculado e medido para todos os sistemas.

Sistema	Volume Total Médio Calculado pelo Diâmetro (mm^3)	Desvio Padrão (mm^3)	Volume Total Médio Medido por Perfilometria (mm^3)	Desvio Padrão (mm^3)
Substrato	0,181	2,58E-03	0,124	1,16E-02
Cementado	0,185	1,30E-02	0,134	1,73E-02
Nitretado	0,191	8,67E-03	0,124	8,19E-03
Sequencial	0,181	1,36E-02	0,127	1,05E-02

Os resultados baseados no método de cálculo do volume desgastado utilizando os diâmetros das crateras estão sujeito a erros diversos, que podem ser provenientes da indefinição das crateras, interferência do operador, calibração imprecisa do software de análise de imagens ou ainda um ajuste do equipamento de iluminação. No método de medição por perfilometria 3D, entretanto, não ocorre estas fontes de erro, pois o volume desgastado é medido de forma direta, delimitado pela borda da calota utilizando o software. Mesmo com as possíveis imprecisões do teste, é esperado da técnica de perfilometria resultados mais verossímeis.

Nas quatro amostras o comportamento dos testes foi muito semelhante, com ínfima variação do volume médio total calculado pela técnica de microscopia. O mesmo foi constatado pela técnica de medição por perfilometria, como também é possível observar na Tabela 17. A intensidade do desgaste dos sistemas foi semelhante, como pode ser observado pela pequena variação de volume removido entre um sistema e outro. Sendo assim, os quatro sistemas testados apresentaram características de resistência ao desgaste abrasivo próximas.

Como todos os resultados de volume desgastado e coeficiente de desgaste apresentaram valores muito próximos entre si, conclui-se que nenhum tratamento térmico realizado conferiu melhorias substanciais na resistência ao desgaste do material do substrato, que era o comportamento esperado para tais sistemas. Isto pode ter ocorrido devido à formação de fases deletérias nas amostras tratadas termicamente, ou ainda pelo possível fato das condições de desgaste terem sido severas e removido por completo as camadas depositadas nas amostras tratadas durante os ensaios.

Esta última hipótese apresentada explica os diferentes comportamentos no início da curva coeficiente de desgaste *versus* rotações completadas e o resultado final tão similar para os quatro sistemas, o que pode ter acontecido devido à resistência à abrasão exclusiva do substrato das amostras ao ultrapassar a camada depositada. Não houve, entretanto, condições de averiguar a profundidade das camadas aplicadas para confirmação de tal hipótese.

Em todos os ensaios foi possível constatar a linearidade da relação entre o volume removido e o produto da distância deslizada e carga normal aplicada, que era o comportamento esperado para tal experimento, seguindo a Lei de Archard. Esses comportamentos podem ser observados nos Gráficos 1, 3, 5 e 7 para os ensaios realizados nas quatro amostras.

Foi possível notar ainda que a relação coeficiente de desgaste *versus* rotações completadas da amostra nitretada (Amostra N), apresentada no Gráfico 6, registrou um comportamento não esperado. No início do Gráfico o coeficiente experimenta um aumento de valor, partindo de k_1 = 2,06 x 10^{-12} m³/N.m e chegando a um valor de k_3 = 2,33 x 10^{-12} m³/N.m, para só então decrescer e manter o comportamento esperado, mantendo por fim o comportamento próximo de uma progressão contínua.

Para a configuração de ensaio proposta, o mecanismo de desgaste abrasivo atuante em todos os quatro sistemas foi o de rolamento (*rolling*), outrora conhecida como abrasão a três corpos. As micrografias de todos os sistemas se assemelham e é possível constatar com nitidez a presença de indentações múltiplas sem direção preferencial em todas as amostras avaliadas.

7 CONCLUSÕES

Ao término do estudo realizado, foi possível chegar às seguintes conclusões dos ensaios e análises reproduzidos nesse projeto de graduação:

1. As medições por perfilometria 3D dos volumes desgastados apresentaram valores menores quando comparados aos volumes calculados pelo diâmetro da calota.
2. Os coeficientes de desgaste calculados pelas duas metodologias apresentaram valores muito próximos entre as quatro amostras, não sendo possível notar melhorias em nenhum dos sistemas tratados termicamente.
3. As amostras na condição de substrato, cementada e com tratamento sequencial apresentaram o desenvolvimento do coeficiente de desgaste com comportamento esperado, enquanto que para a amostra na condição nitretada a mesma relação apresentou comportamento incomum.
4. A relação da progressão do volume desgastado com a distância deslizada durante o experimento apresentou comportamento linear para os quatro sistemas estudados.
5. Possivelmente devido à presença de fases deletérias nas estruturas das amostras tratadas ou por ultrapassar as camadas depositadas, os volumes desgastados apresentaram valores muito próximos nos quatro sistemas estudados.
6. Para a configuração de ensaio proposta, o mecanismo de desgaste abrasivo atuante em todos os quatro sistemas foi o de rolamento (*rolling*) ou abrasão a três corpos.

8 REFERÊNCIAS

ADACHI, K.; HUTCHINGS, I.M. **Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test. Wear.** v.255, p.23-29, 2003.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS, **Friction, lubrication and wear technology**. Metals handbook, 2.ed. Metals Park, Oh, 1992. v. 18, p. 942.

ATAÍDE, A.R.P.; ALVES JÚNIOR, C.; HAJEK, V.; LEITE, J.P., **Effects during plasma nitriding of shaped materials of different sizes**. Surface and Coatings Technology v. 167, 2003, p. 52.

BORGIOLI, F.; FOSSATI, A.; GALVANETTO, E.; BACCI, T., **Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature.** Surface and Coatings Technology 200 (2005) 2474.

CALLISTER. W.D.Jr., **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**, 7ª edição. Rio de Janeiro: LTC Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2007.

CHENG. Z.; LI. C.X.; BELL. T., **Low temperature plasma nitrocarburising of AISI 316 austenitic stainless steel.** Surface & Coatings Technology, v.191, p. 195– 200, 2005.

FOSSATI, A.; BORGIOLI, F; GALVANETTO, E.; BACCI, T., **Glow discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment time.** Surface and Coatings Technology, v. 200, 2006, p. 3511.

GANT. A. J.; GEE. M. G., **A review of micro-scale abrasion testing.** Journal Of Physics D: Applied Physics, p44, 2011.

HUTCHINGS. I.M., **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials.** London: Edward Arnold, 1992.

KATO, K. ADACHI, K., 2001, **Wear Mechanisms, MODERN TRIBOLOGY HANDBOOK,** Ed. CRC Press LLC Vol.2. Cap 22.

LARISCH.B., BRUSKY.U., SPIES.H.J., **"Plasma nitriding of stainless steels at low temperatures",** Surface Coating Technology, 116-119, 205 (1999).

LEYVA, C. A. L., **Modificações superficiais de aço Ti-UBC por processos a plasma em configuração triodo: Influência no comportamento ao desgaste e à corrosão.** Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico, Departamento de Engenharia Mecânica, Vitória, 2011.

LEYVA. C.A.L., GODOY. C., BOZZI. A.C., WILSON. J.C.A., **Ultra-low carbon (ULC) steel modified by triode plasma nitriding and PVD coating: Effects on micro-abrasive wear behavior.** Surface & Coatings Technology, v. 206, p. 1796–1808, 2011.

LIANG, W. et al. **The wear and corrosion properties of stainless steel nitride by low-pressure plasma-arc source ion nitriding at low temperatures.** Surface and Coatings Technology. v.130, p.304-308, 2000.

LOREY, C. et al., **Ball cratering an efficient tool for 3 body microabrasion of coated systems.** Surface and Coatings Technology. v.200, p.153-156, 2005.

MENTHE, E.; Rie, K. –T. **Further investigation of the structure and properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding.** Surface and Coatings Technology. v.116-119, p.199-204, 1999.

OLIVEIRA JÚNIOR, R. B. **Avaliação do Efeito de Modificações Superficiais a plasma no Desempenho do Aço AISI 316 Frente ao Desgaste e Corrosão.** Tese de Doutorado. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2011.

PELUCHI, V. C.; **Avaliação dos efeitos de tratamentos superficiais a Plasma em Aço Inoxidável AISI 316 através ensaios de Microabrasão**. Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico, Departamento de Engenharia Mecânica, Vitória, 2012.

RABINOWICZ, E. **Friction and Wear of Materials**. 2 ed. Nova York: John Wiley e Sons, 1995

RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M., **A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems.** Surface and Coatings Technology. v.79, p.231-239, 1996.

SILVA, R. L.; GODOY, C.; LIMA, M. M.; MANCOSU, R. D.; MODENESI, P. J. **Influência da espessura do recobrimento de Cr-N em aço quando submetido ao desgaste por erosão cavitacional.** 61° Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Rio de Janeiro, 2006.

TREZONA, R.I.; ALLSOPP, D.N.; HUTCHINGS, I.M., **Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test**. Wear v.225–229, p.205–214, 1999.

TSUJIKAWA, M. et al., **Surface material design of 316 stainless steel by combination of low temperature carburizing and nitriding.** Surface and Coatings Technology. v.200, p.507-511, 2005.

TSUJIKAWA.M.; YOSHIDA.D.; YAMAUCHI.N.; UEDA.N.; SONE.T., Mater. Trans. 46, 863 (2005).

TSUJIKAWA, M. et al., **Surface material design of 316 stainless steel by combination of low temperature carburizing and nitriding.** Surface and Coatings Technology. v.193, p.309, 2005.

STACHOWIAK, G.B.; STACHOWIAK, G.W.; BRANDT, J.M., **Ball-cratering abrasion tests with large abrasive particles.** Tribology International. v.39, p.1-11, 2006.

STACK, M. M.; MATHEW, M., **Microabrasion transitions of metallic materials**. Wear. v.255 p.14-22, 2003.

SUN. Y.; BELL. T., **Sliding wear characteristics of low temperature plasma nitride 316 austenitic stainless steel.** Wear, v.218, p. 34-42, 1998.

TSUJIKAWA, M. et al. **Surface material design of 316 stainless steel by combination of low temperature carburizing and nitriding.** Surface and Coatings Technology. v.200, p.507-511, 2005.

TSUJIKAWA, M. et al. **Surface material design of 316 stainless steel by combination of low temperature carburizing and nitriding.** Surface and Coatings Technology. v.193, p.309, 2005.

VAN ACKER K.; VERCAMMEN K.; MENEVE J., **A survey of the abrasive wear resistence of hard and low friction coatings against TiO2 particles.** International Research Group of Engeneering Materials IRG-OECD. Meeting Cambrige, 2000.

VIEIRA, B. N., **Resistência a Microabrasão de Camadas Nitretadas do Aço ABNT 8550.** Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico, Departamento de Engenharia Mecânica, Vitória, 2013.

ZUM GAHR, K. H. **Microstructure and wear of materials.** New York: Elsevier, 1987.