



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

TAYLON ARMANI SCHIMITEL
WALLAF HENRIQUE SANTOS

**ENSAIOS DE MICROABRASÃO E ESCLEROMETRIA DA
SUPERLIGA Co-30Cr-19Fe**

VITÓRIA - ES

2017

TAYLON ARMANI SCHIMITEL
WALLAF HENRIQUE SANTOS

**ENSAIOS DE MICROABRASÃO E ESCLEROMETRIA DA
SUPERLIGA Co-30Cr-19Fe**

Projeto de Graduação II apresentado ao
Curso de Engenharia Mecânica do
Centro Tecnológico da Universidade
Federal do Espírito Santo, como
requisito para obtenção do título de
engenheiro mecânico.

Orientador: Prof. Dr. Antônio César
Bozzi.

VITÓRIA - ES

2017



TAYLON ARMANI SCHIMITEL
WALLAF HENRIQUE SANTOS

ENSAIOS DE MICROABRASÃO E ESCLEROMETRIA DA SUPERLIGA Co-30Cr-19Fe

Projeto de Graduação II apresentado ao Curso de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito para obtenção do título de engenheiro mecânico.

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof. Dr. Antônio César Bozzi
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador

Leandro Entringer Falqueto
Universidade Federal do Espírito Santo

Carolina da Silva Valinhos Martinelli
Instituto Federal do Espírito Santo

AGRADECIMENTOS

A Deus, que nos conduziu e permitiu realizar este trabalho.

Aos nossos pais, que sempre nos incentivaram.

Aos amigos e familiares que participaram junto dessa caminhada.

Ao nosso orientador Prof. Dr. Antônio Cesar Bozzi pelo apoio e atenção no decorrer deste projeto.

Ao engenheiro Leonardo Belichi Vieira pelas discussões e companhia na realização conjunta dos experimentos durante a iniciação científica.

Aos técnicos de laboratório da UFES e do IFES que contribuíram para a realização deste projeto de graduação.

A todos que de alguma forma se fizeram presentes e importantes, nossos agradecimentos.

RESUMO

O cobalto é um elemento base da composição de superligas, as quais são projetadas para operação em condições extremas, por exemplo, mantendo boas propriedades mecânicas de resistência ao desgaste e à corrosão em elevadas temperaturas. Este projeto visa ao estudo da superliga Co-30Cr-19Fe, cujas amostras vêm de um material usado em uma guia de conformação de tubos sem costura, sujeita a elevados esforços mecânicos e desgaste. Para tal realizou-se ensaios de microabrasão e esclerometria retilínea acerca do aumento da resistência ao desgaste, devido à formação de uma camada de fase-S no revestimento da superfície durante tratamento de nitretação a plasma. A camada é formada em baixas temperaturas de tratamento, neste trabalho estudou-se três condições de temperaturas: 325 °C, 350 °C e 400 °C. Antes do tratamento termoquímico, as amostras foram submetidas ao tratamento de solubilização para homogeneização dos carbonetos na microestrutura. Após a nitretação os ensaios de microabrasão realizados constataram que o tratamento foi efetivo, observando-se redução no coeficiente de desgaste em todas as situações, sendo o tratamento realizado à temperatura de 350 °C a condição que teve os melhores resultados quanto ao desgaste. Já os ensaios de esclerometria retilínea mostraram que a presença de fase-S promove aumento na dureza ao risco e redução do coeficiente aparente de atrito.

Palavras-chave: Superliga Co-30Cr-19Fe. Nitretação a plasma. Microabrasão. Esclerometria retilínea. Resistência ao desgaste.

ABSTRACT

Cobalt is a base element of superalloy composition which are developed for operation under extreme conditions, for example, keeping good mechanical properties of wear resistance and corrosion at high temperatures. These work aims to study the Co-30Cr-19Fe superalloy whose samples come from a material used in rolling seamless guide, subject to high stress and wear. Then micro-scale abrasion test and scratch test were performed on the increase in wear resistance due to the formation of an S-phase layer in the surface coating during treatment of plasma nitriding. The layer is formed at low treatment temperatures, in this work three temperature conditions were studied: 325 °C, 350 °C and 400 °C. Before the thermochemical treatment, the samples were submitted to solubilization treatment to homogenize the carbides in the microstructure. After the plasma nitriding, the microabrasion tests carried out showed that the treatment was effective, observing a reduction in the wear coefficient in all situations. The treatment was carried out at a temperature of 350 °C, which had better results in terms of wear. Through the scratch test showed that the presence of S-phase promotes an increase in the hardness to the risk and reduction of the coefficient of friction.

Keywords: Co-30Cr-19Fe superalloy. Plasma nitriding. Micro-scale abrasion. Scratch test. Wear resistance.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Aplicações para superligas: (a) Turbina a gás, (b) Palhetas de turbinas e (c) Prótese de fêmur.	13
Figura 2 - Imagem da microestrutura feita por MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) de uma liga Stellite 21.	16
Figura 3 - Imagem da microestrutura feita por MEV das ligas Triballoy T-400(a) e T-800(b).	17
Figura 4 - Microestrutura de uma liga de cobalto (Co-Cr-Mo): (a) fundida e (b) após o tratamento de solubilização.	19
Figura 5 - Comportamento das propriedades mecânicas em relação ao tempo de tratamento de solubilização.	20
Figura 6 - Representação esquemática de um equipamento típico usado na nitretação a plasma.	22
Figura 7 - Resultado de difratograma de raio X da fase-S.	25
Figura 8 - Camada dupla de fase-S (Sn e Sc).	26
Figura 9 - Perfil de dureza para camada dupla (cementado e nitretado), Sc e Sn em um AISI 316.	26
Figura 10 - Mecanismos de Desgaste	29
Figura 11 - Abrasão a dois e a três corpos.	30
Figura 12 - Micromecanismos de desgaste.	31
Figura 13 - Formação da impressão de desgaste esférica na amostra.	33
Figura 14 - Esquema de funcionamento do equipamento de microabrasão tipo esfera livre.	34
Figura 15 - Esquema do microabrasômetro tipo esfera fixa.	35
Figura 16 - Superfície desgastada por microabrasão a dois corpos (2C) em amostra de aço ferramenta temperado e revenido. Abrasivo diamante (3 μ m) - MEV.	36
Figura 17 - Superfície desgastada por microabrasão a três corpos (3C) em amostra de aço ferramenta temperado e revenido. Abrasivo SiC - MEV.	37
Figura 18 - Período de running-in do ensaio de microabrasão de um aço superduplex UNS S32750 recozido.	38
Figura 19 - Configurações do ensaio de riscamento: (a) linear, (b) linear alternado, (c) vários passes, (d) pendular e (e) disco.	39
Figura 20 - Penetradores usados nos ensaios de esclerometria e as áreas de pressão de contato de cada um.	40
Figura 21 - Representação da dependência do ângulo de ataque com a profundidade h, largura do risco d e raio do contato R.	41
Figura 22 - Ilustração do contato durante o ensaio de esclerometria.	42

Figura 23 - Cortadeira metalográfica STRUERS modelo Labotom-3.	44
Figura 24 - Forno tubular horizontal utilizado no tratamento de solubilização.	46
Figura 25 - Equipamento utilizado no tratamento de nitretação a plasma.	47
Figura 26 - Amostras durante tratamento de Nitretação no reator	48
Figura 27 - Microabrasômetro PLINT TE66.	50
Figura 28 - Universal Micro Tester modelo APEX da CETR/Bruker.	53
Figura 29 - Esquema da unidade de esclerometria retilínea.	54
Figura 30 - Ilustração dos movimentos no ensaio de esclerometria retilínea.	55
Figura 31 - Microestrutura de amostra sem tratamento da liga Co-30Cr-Fe.	57
Figura 32 – Microestrutura de amostra solubilizada da superliga Co-30Cr-19Fe.	58
Figura 33 - Resultado dos ensaios de microdureza para as diferentes condições.	59
Figura 34 - Coeficiente de desgaste em ensaio de microabrasão da superliga Co-30Cr-19Fe em função da distância de deslizamento – abrasivo SiO ₂	60
Figura 35 - Ensaio de microabrasão da superliga Co-30Cr-19Fe – Coeficiente de desgaste médio com abrasivos SiO ₂ , SiC e Al ₂ O ₃	61
Figura 36 - Profundidade da calota no decorrer do ensaio microabrasivo com SiO ₂	63
Figura 37 - Percentual do Coeficiente de Desgaste relativo à amostra sem tratamento.	64
Figura 38 - Imagem dos centros das calotas após 20 min do ensaio de microabrasão da amostra SOL para os abrasivos: (a) SiO ₂ ; (b) SiC e (c) Al ₂ O ₃	65
Figura 39 - Dureza ao risco das diferentes condições de tratamento.	66
Figura 40 - Valores médios de coeficiente de atrito aparente dos riscos.	67
Figura 41 - Regiões dos riscos de carga 50N. a) Sem tratamento; b) Solubilizada; c) N325; d) N350; e) N400.	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição de ligas de cobalto.....	15
Tabela 2 - Propriedades mecânicas da liga Umco-50 forjada.....	18
Tabela 3 - Composição das ligas estudadas.....	20
Tabela 4 - Composição química das ligas Co-30Cr-19Fe, Stellite 250 e UmCo-50.	44
Tabela 5 - Parâmetros do tratamento de nitretação a plasma	47
Tabela 6 – Codificação das amostras da liga Co-30Cr-19Fe conforme condições de tratamento.....	49
Tabela 7 - Espessuras das camadas de fase-S	49
Tabela 8 - Parâmetros do ensaio de microabrasão	52
Tabela 9 - Sequência de movimentos para realização do risco.....	55
Tabela 10 - Parâmetros do ensaio de esclerometria retilínea.	56
Tabela 11 - Dureza Vickers HV ₁₀ das amostras sem tratamento e solubilizada.	59

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	10
1.1 OBJETIVO	11
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	12
2.1 SUPERLIGAS	12
2.1.1 Superligas de cobalto	13
2.1.2 Superligas do sistema Co-Cr-Fe	17
2.2 TRATAMENTO DE SOLUBILIZAÇÃO NAS LIGAS DE COBALTO	18
2.3 TRATAMENTO TERMOQUÍMICO DE NITRETAÇÃO A PLASMA	21
2.4 FORMAÇÃO DA FASE-S	24
2.4.1 Características da fase-S	27
2.5 TRIBOLOGIA	28
2.5.1 Desgaste	28
2.5.2 Desgaste abrasivo	29
2.6 ENSAIO DE MICROABRASÃO	31
2.7 ENSAIO DE ESCLEROMETRIA	38
3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	43
3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	43
3.2 TRATAMENTO DE SOLUBILIZAÇÃO	45
3.3 TRATAMENTO DE NITRETAÇÃO A PLASMA	46
3.3.1 Espessuras das camadas	49
3.4 ENSAIOS DE DUREZA	49
3.5 ENSAIOS DE MICROABRASÃO	50
3.6 ENSAIO DE ESCLEROMETRIA	53
3.6.1 Parâmetros de ensaios de esclerometria retilínea	55
3.6.2 Medição para o cálculo de dureza ao risco	56
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	57
4.2 DUREZA DAS AMOSTRAS	58
4.3 MICROABRASÃO	60
4.4 ESCLEROMETRIA RETILÍNEA	65
5. CONCLUSÃO	69
6. SUGESTÕES TRABALHOS FUTUROS	70
REFERÊNCIAS	71

1. INTRODUÇÃO

Todo material apresenta irregularidades nas superfícies devido à rugosidade superficial, e o movimento relativo entre as partes acarreta desgaste em uma ou ambas superfícies. Conceitua-se desgaste a perda progressiva de material da superfície de um corpo sólido, em contato e movimento relativo com um contracorpo sólido, líquido ou gasoso, causado por ação mecânica (Norma DIN 50320).

Entre as diversas formas de ação tribológica de desgaste, os mecanismos principais são por abrasão, por erosão e por deslizamento (HUTCHINGS, 1992). O desgaste abrasivo ocorre em diversos processos, como na indústria de mineração, de processamento de materiais (britagem, moagem, bombeamento), de transporte e manejo de terra, entre outros.

Relata-se uma menor vida útil de uma guia de conformação de tubos sem costura devido ao desgaste, quando se realiza a laminação de tubos de materiais martensíticos, reduzindo a produtividade do equipamento. O material empregado na guia é uma superliga de cobalto pertencente ao sistema ternário Co-Cr-Fe, pouco explorada na literatura, destacando-se o trabalho de Falqueto *et al.* (2017) sobre o desgaste por deslizamento da liga Co-30Cr-19Fe fundida.

Entre os métodos para otimização da resistência ao desgaste estão os tratamentos termoquímicos. Observou-se que em um aço inoxidável AISI 316 submetido ao tratamento de nitretação a plasma em baixa temperatura, 400 °C, formava-se uma camada de alta dureza (700HV_{0,05}) e resistente a corrosão (ZHANG e BELL *apud* BUHAGIAR, 2008).

O atrito e o desgaste são causados por conjuntos complexos e múltiplos de interações microscópicas entre as superfícies que estão em contato mecânico e deslizam uma contra a outra, são, portanto, características únicas do tribossistema (BHUSHAN, 2001). Logo, conhecer o mecanismo de abrasão do processo permite reduzir as taxas de desgaste assim como orienta acerca da seleção e desenvolvimento de materiais mais resistentes. Para tal, existem diversos estudos para avaliar o desgaste, como ensaios pino-lixo (ASTM G-132) e roda de borracha (ASTM G-65).

Neste presente trabalho, realizou-se ensaios de microabrasão e esclerometria retilínea de amostras da superliga Co-30Cr-19Fe, oriundas de um material que estava em operação em uma guia de conformação. Superligas de cobalto são conhecidas pelas boas propriedades em altas temperaturas e pela resistência à corrosão. São frequentemente usadas em aplicações de engenharia metalúrgica e mecânica onde abrasão e erosão a altas temperaturas ocorrem nos principais mecanismos de desgaste (PFOHL e RIE, 2001).

Entre as formas de reduzir os custos de manutenção e parada da linha de produção devido a problemas associados ao desgaste abrasivo, estudar o tribossistema possibilita procurar soluções para melhorar a resistência ao desgaste, seja por meio do desenvolvimento de novos materiais e revestimentos, seja por lubrificação, entre outros. A microabrasão e a esclerometria retilínea consistem em ensaios tribológicos que permitem avaliar a resistência ao desgaste de materiais componentes de engenharia, por exemplo, observando-se a influência de tratamentos térmicos e termoquímicos na otimização da vida útil de componentes e produtos.

1.1 OBJETIVO

A realização deste projeto de graduação tem a finalidade de avaliar o efeito dos tratamentos de solubilização e de nitretação a plasma em superligas de cobalto, quanto ao aumento da resistência ao desgaste, por meio da realização experimental de ensaios de microabrasão e esclerometria retilínea.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 SUPERLIGAS

A necessidade de equipamentos mais resistentes à corrosão em altas temperaturas, impulsionou o desenvolvimento de materiais que atendessem a essas características. Os aços inoxidáveis, desenvolvidos e aplicados na segunda e terceira década do século XX, serviram como ponto de partida, porém ainda havia algumas limitações. Dessa forma, das variações das ligas inoxidáveis, foram criadas as superligas. Tem-se, basicamente, superligas à base de níquel, ligas ferro-níquel e ligas à base de cobalto (DONACHIE e DONACHIE, 2002).

As superligas são materiais que exibem excelente resistência à degradação mecânica e química em temperaturas elevadas (REED, 2006). Essas ligas podem ser usadas em operações de temperaturas acima 540°C e abaixo de cerca 1204°C (DONACHIE e DONACHIE, 2002). As superligas podem ser produzidas por forjamento, fundida e por metalurgia do pó. Podem ser encontradas em formatos de folha, barras e tubos (CAMPBELL, 2006). As aplicações das superligas são extensas, como:

- Componentes de turbina a gás: eixos, palhetas do turbo-compressor, queimadores;
- Processamento de metais: ferramentas para trabalho a quente e matrizes;
- Componentes odontológicos e próteses;
- Indústrias químicas e petroquímicas: bombas, tubulações.

Sua alta resistência juntamente com resistência à corrosão, tornaram algumas superligas materiais padrão para dispositivos biomédicos (DONACHIE e DONACHIE, 2002). Algumas aplicações das superligas são apresentadas na Figura 1.

Figura 1 - Aplicações para superligas: (a) Turbina a gás, (b) Palhetas de turbinas e (c) Prótese de fêmur.



Fonte: Moreira, 2005.

2.1.1 Superligas de cobalto

Cobalto é um elemento base usado em superligas resistentes a temperaturas altas, resistentes à corrosão, ligas resistentes ao desgaste, ímãs e ferramenta de aço rápido. Esse elemento confere às suas ligas uma estrutura cúbica de face centrada (CFC) metaestável com uma energia de falha de empilhamento muito baixa (ZHANG e ZHAO, 2013). O cobalto, em temperatura ambiente, apresenta uma estrutura hexagonal compacta (HC), no entanto, a 417 °C ele sofre uma transformação cristalina de HC para CFC. Deste modo, o cobalto só voltará a estrutura cristalina HC se houver um resfriamento extremamente lento, por consequência a estrutura CFC é mantida a temperatura ambiente. A Transformação da estrutura HC é desencadeada apenas por esforço mecânico ou quando o material é submetida a longos períodos em temperaturas elevadas (ZHANG e ZHAO, 2013).

Segundo Davis (2000), a combinação da estrutura CFC metaestável associada a baixa energia de falha de empilhamento resultam em:

- Elevada tensão de escoamento;
- Capacidade de absorver tensões através da transformação CFC→HC;
- Elevada taxas de encruamento devido à interação entre falhas de empilhamento;
- Alta resistência a fadiga.

Muitas das ligas de cobalto comercial derivaram-se dos sistemas ternários Co-Cr-W e Co-Cr-Mo investigados pela primeira vez por Elwood Haynes. Ele descobriu a alta resistência e natureza inoxidável da liga Co-Cr, e mais tarde identificou que a aplicação de tungstênio e molibdênio promovia um reforço do sistema cobalto-cromo, em virtude de seus grandes tamanhos atômicos. Esses elementos, quando em grandes quantidades, participam na formação de carbonetos, além disso, melhoram a resistência à corrosão (HAYNES *apud* DAVIS, 2000).

Uma das classes que se destacam entre as superligas de cobalto é a Stellite, essa classe é utilizada em meios onde é necessário a resistência ao desgaste a altas temperaturas. Elas são compostas por cobalto, cromo e molibdênio ou tungstênio (BRAGATTO, 2016).

Como pode ser visto na Tabela 1, a principal diferença entre as ligas Stellite resistentes ao desgaste é o teor de carbono, conseqüentemente, representa a fração volumétrica de carbonetos no material. Por exemplo, um teor de 2,4 % de carbono em uma liga (Stellite 3), os carbonetos, que são do tipo M_7C_3 e M_6C , constituem cerca de 30 % em peso do material, em uma liga com 1% de carbono (Stellite 6B) os carbonetos constituem 13 % do volume da liga, isso de fato influencia na resistência ao desgaste, assim como o tamanho e a forma do carboneto (DAVIS, 2000).

O cromo é formador de carbonetos e proporciona resistência à corrosão e oxidação nas ligas Stellite. Nessas ligas o carboneto mais comum é do tipo M_7C_3 , porém quando o teor de carbono é baixo os carbonetos $M_{23}C_6$ são formados (DAVIS, 2000).

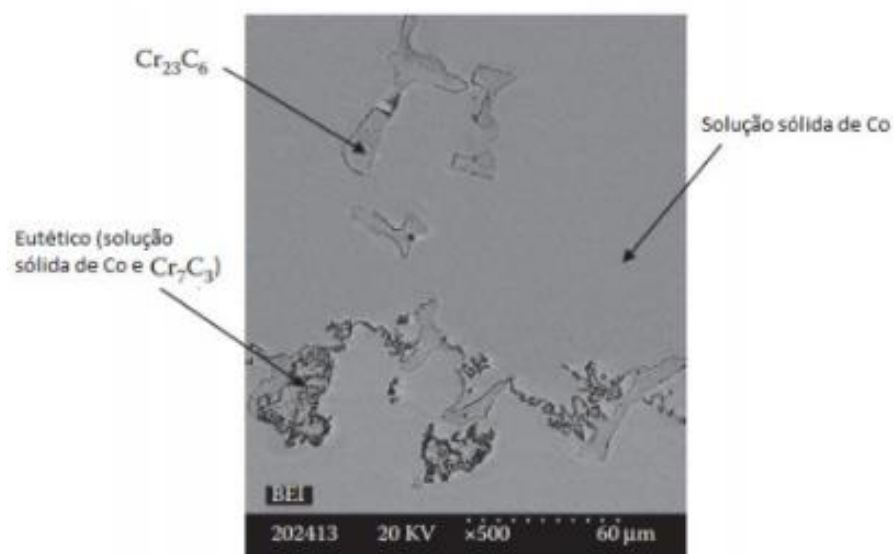
Tabela 1 - Composição de ligas de cobalto

Nome	Composição nominal, % peso									
	Co	Cr	W	Mo	C	Fe	Ni	Si	Mn	Outros
Ligas fundidas e resistente a desgaste										
Stellite 1	Bal	30	13	0,5	2,5	3	1,5	1,3	0,5	...
Stellite 3	Bal	30,5	12,5	...	2,4	5(máx)	3,5(máx)	2(máx)	2(máx)	1 B(máx)
Stellite 4	Bal	30	14	1(máx)	0,57	3(máx)	3(máx)	2(máx)	1(máx)	...
Stellite 6	Bal	29	4,5	1,5	1,2	3(máx)	3(máx)	1,5(máx)	1(máx)	...
Stellite 12	Bal	30	8,3	...	1,4	3(mín)	1,5	0,7	2,5	...
										0,007
Stellite 21	Bal	27	...	5,5	0,25	3(máx)	2,75	1(máx)	1(máx)	B(máx)
Ligas com fase laves e resistente ao desgaste										
Triballoy										
T-400	Bal	9	...	29	...	...	...	2,5	...	...
Triballoy T-										
800	Bal	18	...	29	...	...	...	3,5	...	...
Ligas forjadas e resistente ao desgaste										
Stellite 6B	Bal	30	4	1,5 máx	1	3(máx)	2,5	0,7	1,4	...
Stellite 6K	Bal	30	4,5	1,5 máx	1,6	3(máx)	3(máx)	2(máx)	2(máx)	...
Ligas forjadas resistente a altas temperaturas										
Haynes										
25(L605)	Bal	20	15	...	0,1	3(máx)	10	0,4(máx)	1,5	...
Haynes 188	Bal	22	14	...	0,1	3(máx)	22	0,35	1,25	0,03 La
										5,5 Al, 3 Nb,
Inconel 783	Bal	3	...	...	0,03(máx)	25,5	28	0,5(máx)	0,5(máx)	3,4Ti(máx)
UMCo-50	Bal	28	...	...	0,02(máx)	21	...	0,75	0,75	...
Ligas resistente a corrosão										
Ultimet(1233)	Bal	26	2	5	0,06	3	9	0,3	0,8	0,08 N
										3Ti, 0,7Al,
MP159	Bal	19	...	7	...	9	25,5	...	...	0,05Be

Fonte: Davis, 2000.

A microestrutura da Stellite consiste em carbonetos complexos dispersos em uma solução de cobalto contendo cromo e tungstênio ou cromo e molibdênio que é dúctil e tenaz (ZHANG e ZHAO, 2013). A Figura 2 abaixo mostra a microestrutura de uma liga Stellite 21, na qual observa-se carbonetos do tipo Cr_7C_3 e Cr_{23}C_6 .

Figura 2 - Imagem da microestrutura feita por MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) de uma liga Stellite 21.

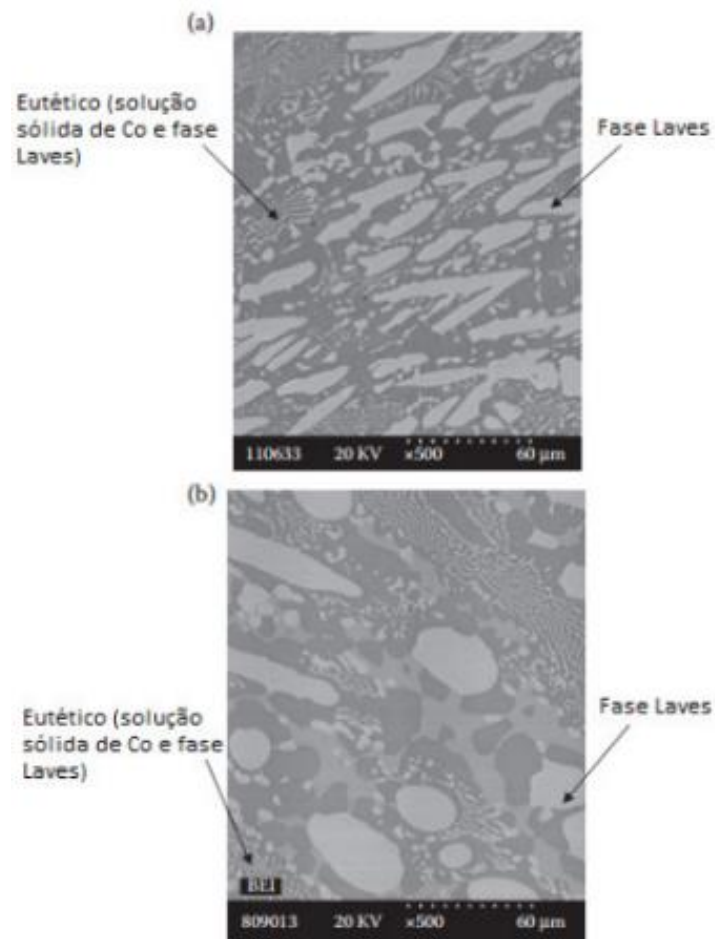


Fonte: Zhang e Zhao, 2013.

As Triballoys são outra classe de ligas de cobalto destacável. Sua composição contém cobalto, cromo, molibdênio e silício. Os grandes teores de molibdênio e silício tem o objetivo de induzir a precipitação de fase Laves, uma fase dura com resistência a corrosão e desgaste (STOLOFF, 1990). Nessas ligas, o carbono tem teores baixos para evitar a formação de carbonetos (DAVIS, 2000).

A fase Laves está na forma CoMoSi ou $\text{Co}_3\text{Mo}_2\text{Si}$, elas estão presentes de forma abundante e representam cerca de 35-70 % do volume. Essa fase é responsável pela excelente resistência a abrasão dessas ligas, entretanto limitam a ductilidade e resistência ao impacto (DAVIS, 2000).

Figura 3 - Imagem da microestrutura feita por MEV das ligas Triballoy T-400(a) e T-800(b).



Fonte: Zhang e Zhao, 2013.

2.1.2 Superligas do sistema Co-Cr-Fe

Além das classes citadas anteriormente, existe um grupo de ligas caracterizada por serem a base de Co-Cr-Fe, elas apresentam alta resistência à corrosão a altas temperaturas. As ligas Stellite Alloy 250 e UMC0-50 são exemplos de ligas do sistema Co-Cr-Fe, onde, a primeira é obtida através de fundição e a segunda por forjamento (DEAL et al, 2007).

Segundo Deal *et al.* (2007), a composição da liga Stellite Alloy 250 é Co-28Cr-23Fe e da Umco-50 é Co-28Cr-20Fe-3Ni-1,5Mo, essas ligas contêm baixos teores de Mn, Si e C.

A Tabela 2 abaixo mostra propriedades da liga Umco-50 em temperatura ambiente.

Tabela 2 - Propriedades mecânicas da liga Umco-50 forjada

T [°C]	Resistência à tração [MPa]	Tensão de escoamento [MPa]	Alongamento [%]	Dureza [HV]
25	925	610	10	350

Fonte: Davis, 2000.

Essa liga apresenta resistência a corrosão em meios com ácido sulfúrico e ácido bórico, porém é rapidamente atacada pelo ácido clorídrico. São utilizadas em grandes fornos de tratamento térmico, anéis de orifício de escória e distribuidores de lingote (DAVIS, 2000).

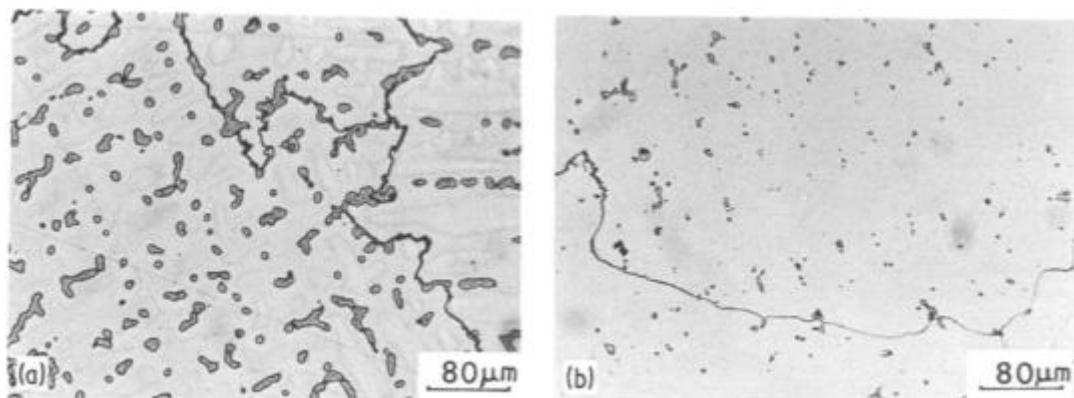
É importante lembrar que a bibliografia sobre superligas do sistema Co-Cr-Fe ainda é escassa.

2.2 TRATAMENTO DE SOLUBILIZAÇÃO NAS LIGAS DE COBALTO

Durante quase 50 anos, as ligas a base de cobalto (Co-Cr-Mo) foram usadas como material de implante dentário e ortopédico. (DOBBS e ROBERTSON, 1983). Isso se dá pela excelente biocompatibilidade, resistência a corrosão, resistência ao desgaste e boas propriedades mecânicas. Normalmente são utilizadas ligas fundidas conforme a norma ASTM F75. No entanto, devido ao processo de fundição, são encontrados alguns defeitos como heterogeneidade química, porosidade e granulometria grosseira, consequentemente, esses implantes podem apresentar baixa resistência a fadiga, o que acarretará em uma falha precoce do dispositivo (GIACCHI *et al.*, 2012).

A solução para esse problema é submeter as ligas fundidas a um tratamento de solubilização (DOBBS e ROBERTSON, 1983). O tratamento térmico de solubilização tem o objetivo de deixar o material na melhor condição para aplicação, dissolvendo grande parte dos precipitados formados durante o processo de solidificação (RITONI, MARTINS e MEI, 2010). Nas ligas de cobalto, a solubilização dissolve os carbonetos, dessa forma a microestrutura apresentará maior homogeneidade, como observado na Figura 4 (VARANO *et al.*, 2003).

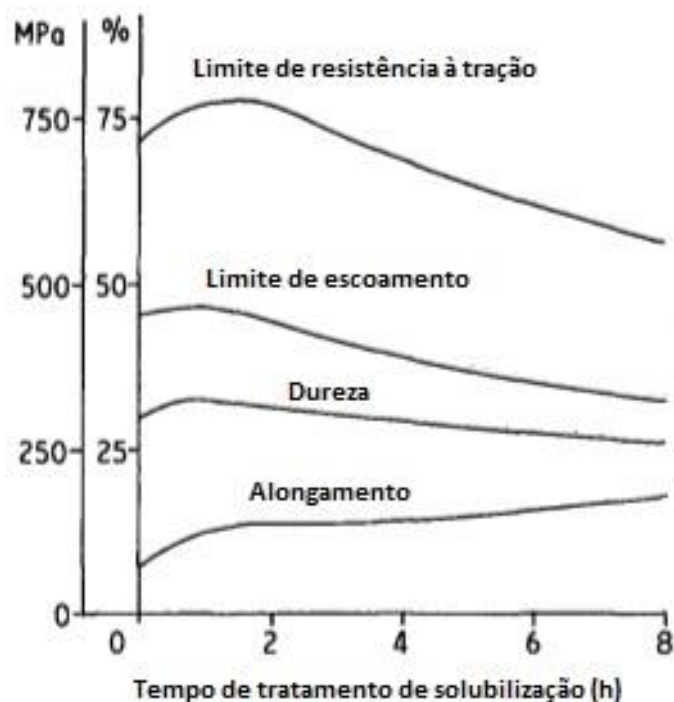
Figura 4 - Microestrutura de uma liga de cobalto (Co-Cr-Mo): (a) fundida e (b) após o tratamento de solubilização.



Fonte: Dobbs e Robertson, 1983.

A solubilização em ligas de cobalto pode ser realizada submetendo o material a uma temperatura em torno de 1200 °C e mantidas a esta temperatura no intervalo de 1h a 4h. Posteriormente, o material é resfriado em água fria para reter a microestrutura de alta temperatura. Estudos relataram que tratamentos curtos melhoram as propriedades mecânicas, enquanto os prolongados resultam em ganho de ductilidade e redução das propriedades mecânicas (GIACCHI, FORNARO e PALACIO, 2012). A Figura 5 mostra o efeito de um tratamento de solubilização a 1240 °C em uma liga de cobalto fundida, ilustrando o que foi mencionado.

Figura 5 - Comportamento das propriedades mecânicas em relação ao tempo de tratamento de solubilização.



Fonte: Dobbs e Robertson, 1983.

Percebe-se que antes de 2h de tratamento há um aumento no limite de resistência à tração e o limite de escoamento não foi muito afetado. Tratamento superiores a 2h afetaram positivamente a ductilidade, porém reduziram o limite de resistência à tração.

Um estudo feito por Giacchi, Fornaro e Palacio (2012) mostrou o comportamento da microestrutura de algumas ligas de cobalto após o tratamento de solubilização a 1225 °C em vários intervalos de tempo. A identificação das ligas analisadas assim como a composição de cada uma são mostradas na Tabela 3.

Tabela 3 - Composição das ligas estudadas.

Identificação	Co (%)	Cr (%)	Mo (%)	C (%)	W (%)	Si (%)
C1	60,75	30,60	6,14	0,13	0,36	1,29
C2	62,99	28,93	5,83	<0,021	0,38	1,05
C3	64,13	27,01	6,30	<0,021	0,40	1,08

Fonte: Adaptada de Giacchi, Fornaro e Palacio, 2012.

A microestrutura das ligas consiste em uma matriz CFC rica em cobalto e precipitados dispersos, no qual são, principalmente, carbonetos do tipo $M_{23}C_6$, M_6C e fase σ (sigma). Os tamanhos iniciais dos carbonetos foram 262, 127 e $45\mu m$ em média para as amostras C1, C2 e C3, respectivamente. A variação do tamanho do carboneto foi relatada com base na porcentagem de diminuição do tamanho, verificando-se uma redução do tamanho do carboneto em cerca de 62%, 71% e 94% para amostras das ligas C1, C2 e C3, respectivamente, tratadas durante 4h (GIACCHI, FORNARO e PALACIO, 2012).

Segundo Giacchi, Fornaro e Palacio (2012), com relação aos carbonetos $M_{23}C_6$, observou-se alguns comportamentos. Na liga C1, ocorreu uma diminuição no tamanho, a esferoidização e a transformação de $M_{23}C_6 \rightarrow M_6C$. Na liga C3, mesmo sendo a mesma fase, identificou-se somente uma diminuição acentuada no tamanho dos precipitados, o mesmo ocorreu na liga C2. Notou-se que, na liga C3, em razão dos precipitados possuírem um tamanho inicial menor e a distribuição ser mais homogênea em relação às outras ligas estudadas, o tempo necessário para dissolver a maioria dos carbonetos foi menor.

Como foi observado, um fator que influencia os resultados finais do tratamento de solubilização são as características iniciais do material, ou seja, morfologia, tamanho e distribuição de carbonetos e outros precipitados, assim como a forma de resfriamento após o tratamento (VIEIRA, 2017).

2.3 TRATAMENTO TERMOQUÍMICO DE NITRETAÇÃO A PLASMA

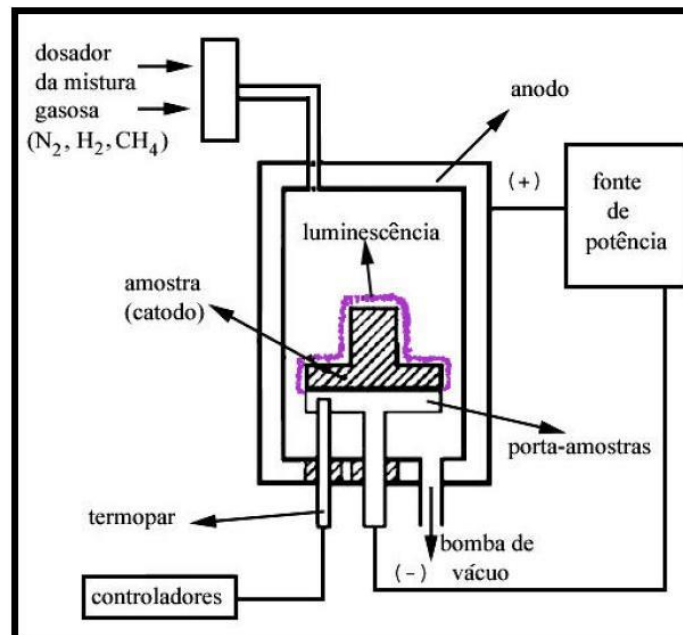
Tratamentos termoquímicos são assim chamados porque são realizados em condições de ambiente que promovem uma modificação parcial da composição química do material (CHIAVERINI, 1986). Consistem em depositar por difusão elementos químicos na superfície, sendo os processos mais comuns a cementação e a nitretação, que adicionam carbono e nitrogênio, respectivamente. Têm como objetivo melhorar as propriedades mecânicas da superfície, sem comprometer as

propriedades do núcleo ou substrato do material, por exemplo, aumentando-se a dureza e a resistência ao desgaste na superfície, mantendo um núcleo com boa tenacidade. O ambiente de tratamento é controlado e a adição do elemento pode ser via sólida, líquida, atmosfera gasosa ou plasma.

Plasma é uma classe particular de gás ionizado, cuja concentração de cargas positivas e negativas é praticamente igual, sendo eletricamente neutro, na qual suas espécies carregadas eletricamente têm um comportamento coletivo, que se entende à capacidade das cargas livres de se distribuir espacialmente e de produzir uma perturbação eletrostática no gás, de forma que o plasma é isolado desta perturbação e a sua condição neutra é preservada. Quando o gás rarefeito se encontra nesse estado, em tubos sob vácuo, o transporte de elétrons e íons pode ser facilitado (CHAPMAN, 1980 apud FRANCO JUNIOR, 2003).

A nitretação a plasma pode ser melhor entendida a partir da Figura 6. Um equipamento típico é composto por um sistema de vácuo, uma câmara e uma fonte de potência.

Figura 6 - Representação esquemática de um equipamento típico usado na nitretação a plasma.



Fonte: Franco Júnior, 2003.

Segundo Franco Junior (2003), o reator deve conter:

- Entradas para os gases de tratamento;
- Saídas para medidas de pressão, temperatura e outras variáveis para o controle do processo;
- Bomba de vácuo;
- Dois eletrodos (o catodo (-) é o porta-amostra ou a amostra a ser tratada, o anodo (+) é a parede do reator).

Segundo Grün e Günther (1991), a fonte de potência deve ter uma saída corrente alternada (CA), com uma voltagem máxima de aproximadamente 1500 V e uma corrente capaz de fornecer energia às peças de tal forma a aquecê-las em temperaturas entre 300 e 600°C (GRÜN e GÜNTHER, 1991 *apud* FRANCO JUNIOR, 2003). O sistema de vácuo deve ser capaz de atingir em torno de 10^{-2} Torr de pressão e possuir válvulas para controle de vazão dos gases (GRÜN e GÜNTHER, 1991 *apud* ALVES JÚNIOR, 2010).

Inicialmente, produz-se um vácuo de, aproximadamente, 10^{-2} Torr, aplica-se uma diferença de potencial de 400 a 1200 V entre os eletrodos, e então o gás de tratamento é inserido até atingir a pressão de trabalho. Nestas condições, surge a descarga elétrica usada no tratamento (ALVES JÚNIOR, 2010).

A aceleração de íons e elétrons causa posteriores colisões das partículas e ocorre a geração de mais espécies, realizando a ionização do gás. Segundo Chapman (1980), esta condição é essencial para sustentar a descarga e manter o índice de ionização satisfatório durante o tratamento. Além de colisões entre espécies, também ocorre colisão com a superfície do material, proporcionando aquecimento da peça, limpeza da superfície e ocorrência de interações de espécies do plasma com a superfície do catodo. Entre as interações destacam-se o bombardeio por íons e subsequente emissão de elétrons secundários, *sputtering* (arrancamento de átomos da superfície do material), adsorção e difusão (CHAPMAN, 1980).

Para pressões baixas, a descarga possui um brilho de cor rósea de pequena intensidade, característico do material do catodo e do gás. À medida que a pressão aumenta, este brilho vai ficando mais intenso e mais localizado em torno do catodo, até atingir a condição de descarga propícia à nitretação (ALVES JÚNIOR, 2010).

Nestas condições, o plasma já está revestindo completamente o catodo e a peça a ser nitretada. Os íons do plasma são acelerados para a superfície do catodo causando diversos efeitos, dentre eles o aquecimento da peça devido ao bombardeamento dos íons (GRÜN e GÜNTHER, 1991 *apud* VIEIRA, 2017).

A temperatura da peça é então controlada pela corrente até o valor desejado, dando início ao tempo de duração do tratamento. Realizado o tratamento, desliga-se a fonte e o resfriamento da peça é realizado no interior da própria câmara do reator.

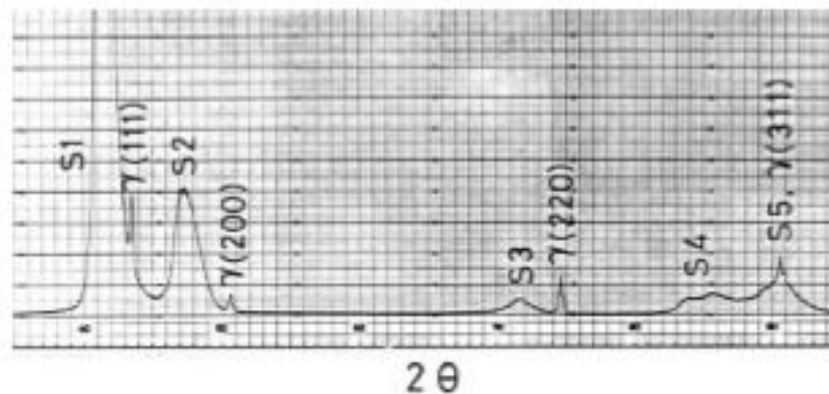
A utilização de tratamentos termoquímicos a plasma e em baixas temperaturas nos aços inoxidáveis austeníticos levou à descoberta de uma camada dura e com boa resistência ao desgaste, sem qualquer detrimento da resistência à corrosão, chamada fase-S ou austenita expandida (DONG, 2010 *apud* VIEIRA, 2017).

2.4 FORMAÇÃO DA FASE-S

A fase-S foi mencionada pela primeira vez por Zhang e Bell em 1985. Observou-se que em um aço inoxidável AISI 316 submetido ao tratamento de nitretação a plasma em baixa temperatura, 400 °C, formou-se uma camada de fase-S com alta dureza (700HV_{0,05}) e resistente a corrosão (BUHAGIAR, 2008).

Em um estudo feito por Ichii *et al.*, a fase-S foi novamente criada usando nitretação a 400°C. Através de resultados de difratogramas de raios X, mostrou-se que havia deslocamento de pico para baixos ângulos (Figura 7). Esses picos deslocados não foram listados no índice ASTM e foram apontados como S1 a S5. Dessa forma, Ichii e colaboradores descreveram essa camada como “fase-S”, portanto, criou-se o termo (BUHAGIAR, 2008).

Figura 7 - Resultado de difratograma de raio X da fase-S.



Fonte: Ichii, Fujimura e Takase, *apud* DONG (2010).

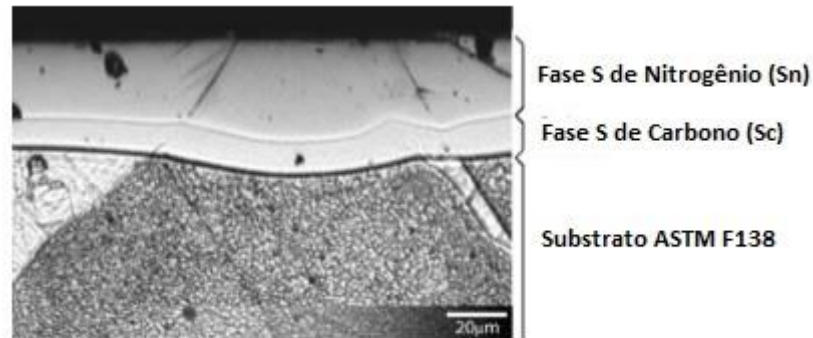
A compreensão científica da natureza da fase-S ainda está em avanço, entretanto, atualmente define-se a fase-S como uma fase supersaturada, livre de precipitado, metaestável e formada a baixas temperaturas com a introdução intersticial (como N e C, ou ambos) num substrato de estrutura CFC com uma certa quantidade de formadores de nitretos/carbonetos, de cromo, por exemplo (DONG, 2010).

De acordo com os intersticiais na fase-S, existem duas classificações:

- Fase-S de nitrogênio (S_n): formada em baixas temperaturas através de nitretação ou implantação de N;
- Fase-S de carbono (S_c): formada em baixas temperaturas através de cementação ou implantação de C.

Em 2000, Blawert *et al.* identificaram que era possível produzir uma camada compondo S_n e S_c , ou seja, uma camada dupla (Figura 8). O estudo foi feito em um aço inoxidável austenítico submetido a um tratamento de implantação de íons em plasma a baixa temperatura, 400°C, usando uma mistura de metano e nitrogênio (BLAWERT *et al.* *apud* DONG, 2010).

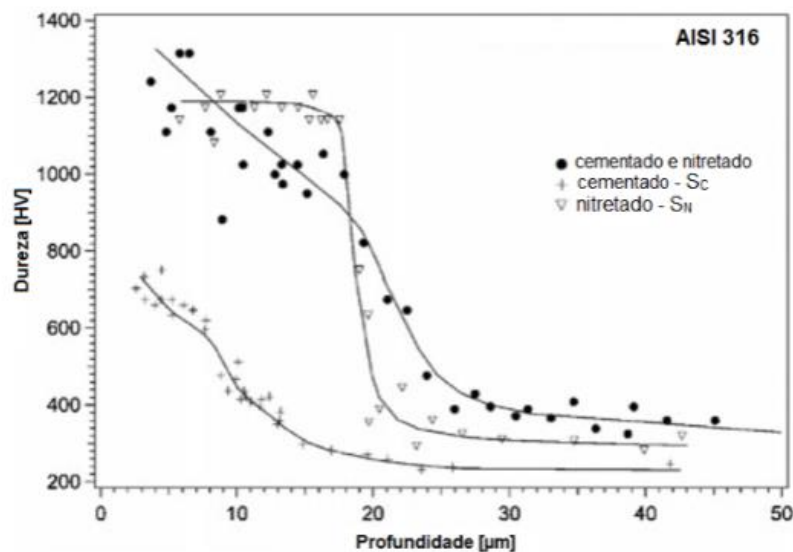
Figura 8 - Camada dupla de fase-S (Sn e Sc).



Fonte: Buhagiar e Dong, 2007.

Na Figura 9, tem-se os perfis de dureza para Sn, Sc e fase-S com camada dupla. Observa-se que o perfil de dureza para camada dupla é uma superposição dos perfis Sn e Sc. Esse fato demonstra que a camada dupla apresenta uma combinação de vantagens das camadas Sn e Sc. Isto tem sido considerado como um dos desenvolvimentos recentes mais importantes na engenharia de superfície (DONG, 2010).

Figura 9 - Perfil de dureza para camada dupla (cementado e nitretado), Sc e Sn em um AISI 316.



Fonte: Christiansen e Somers, 2005.

2.4.1 Características da fase-S

A concentração de intersticiais na fase-S é dramaticamente supersaturada, espera-se, conseqüentemente, uma maior expansão da rede cristalina, porém o núcleo não tratado irá restringir a expansão, formando assim tensões residuais elevadas na fase-S. Assim sendo, a fase-S tem como característica inerente um nível alto de tensões residuais. Este alto nível de tensões residuais na fase-S pode efetivamente aumentar as propriedades de fadiga de materiais com a superfície em fase-S (DONG, 2010).

Em um trabalho conduzido por Allen *et al.*, realizou-se testes de fadiga por flexão rotativa em um AISI 316. Os resultados indicaram que o limite de fadiga pode ser melhorado de 390 MPa para 480 MPa nas amostras nitretadas a plasma em 400°C por 15h, representa-se uma melhoria de aproximadamente 23%. Tais aumentos nas propriedades de fadiga são esperados uma vez que a nitretação e a cementação são conhecidas por aumentar a dureza da superfície e introduzir tensões compressivas residuais (ALLEN *et al. apud* DONG, 2010).

Umas das propriedades mais interessantes da camada de fase-S é sua elevada dureza, valores na faixa de 1300 – 1500 HV nas superfícies ricas em N, e na faixa de 700 -1000 HV para as ricas em C. Isso é consequência da supersaturação e estrutura da fase-S (DONG, 2010).

É relevante citar que a utilização de baixas temperaturas de tratamento é importante na formação da fase-S, uma vez que esse fator proporciona a resistência à corrosão, já que o uso de temperaturas superiores a 550°C pode promover uma intensa precipitação de complexos de nitretos de cromo, mesmo que haja um aumento da dureza da camada proporcionada por essas partículas, a resistência à corrosão reduz devido à diminuição localizada de Cr na matriz (TSCHIPTSCHIN e PINEDO, 2010).

2.5 TRIBOLOGIA

Tribologia é definida como a ciência e tecnologia de interação de superfícies que estão em movimento relativo (HUTCHINGS, 1992).

Essa ciência abrange as áreas de estudo do atrito, desgaste e lubrificação. O atrito é a resistência ao movimento presente quando dois corpos estão deslocando-se um sobre o outro. Bowden e Tabor propuseram um modelo no qual a força de atrito é originada pela soma da força de deformação, a qual é representada pela força necessária para movimentar as asperezas da superfície mais dura que estão em contato sobre a menos dura, e força de adesão, que corresponde a força para superar a adesão entre as duas superfícies em contato (HUTCHINGS, 1992).

O atrito pode ser também interpretado como um mecanismo de dissipação de energia, já o desgaste simboliza um processo de perda de uma estrutura superficial e/ou massa (ZUM-GARH, 1987).

A lubrificação é um método utilizado para redução do atrito entre superfícies, ou seja, evita o contato direto entre os corpos e diminui a dissipação de energia durante o movimento relativo (ZUM-GARH, 1987).

É importante dizer que o estudo da tribologia é complexo, pois os fenômenos tribológicos são sistêmicos, ou seja, dependem das condições do tribossistema em que estão atuando.

2.5.1 Desgaste

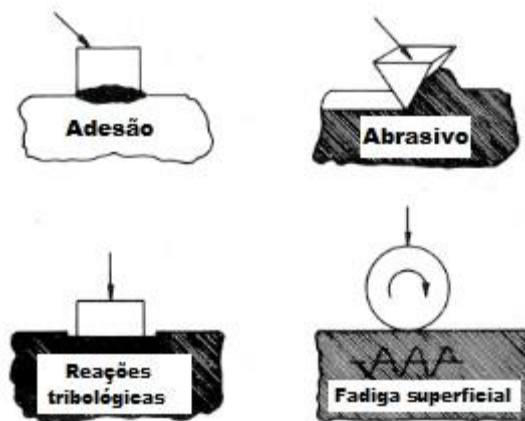
O desgaste é um fenômeno de remoção do material de uma superfície ocasionada pela interação entre superfícies em contato, em virtude disso o desgaste é um dos fatores que interferem negativamente durabilidade das máquinas e no desenvolvimento de novas máquinas, portanto o controle e o entendimento do processo de desgaste tornaram-se uma forte necessidade para garantir o avanço tecnológico confiável (BHUSHAN, 2001).

Os termos frequentemente utilizados na prática e na literatura para classificar o tipo de desgaste atuante são: Desgaste por deslizamento; Desgaste por rolamento; Desgaste por *fretting* e Desgaste por impacto (STACHOWIAK, 2006).

No entanto, a classificação citada não descreve o tipo dos mecanismos de desgaste, mas apenas o movimento que resulta o desgaste (STACHOWIAK, 2006).

Conforme Figura 10, a norma DIN 50320 divide os mecanismos de desgaste em adesão, abrasão, reações tribológicas e fadiga superficial (ZUM-GARH, 1987).

Figura 10 - Mecanismos de Desgaste



Fonte: Zum-Garh, 1987.

A adesão contribui no desgaste com a formação e quebra de ligações interfaciais, a abrasão remove o material devido ao riscamento, a fadiga superficial promove o aparecimento de trincas provocadas pelos ciclos de tensões e as reações tribológicas formam produtos de reações químicas originadas por interações entre os elementos do tribossistema iniciada por uma ação tribológica. É importante lembrar que esses mecanismos podem atuar em conjunto no processo de desgaste (ZUM-GARH, 1987).

2.5.2 Desgaste abrasivo

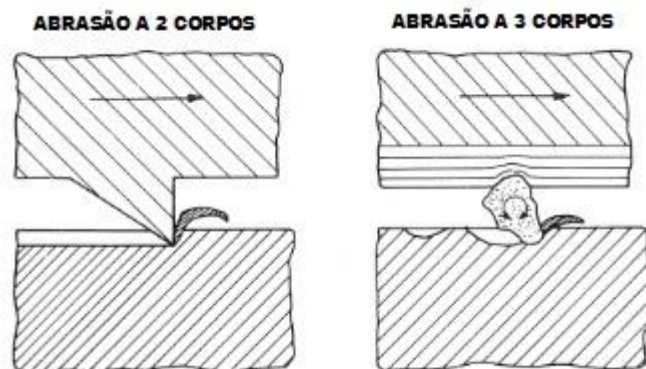
O desgaste abrasivo ocorre quando há perda de material causada por presença de partículas duras entre as superfícies em movimento, bem como partículas duras

embutidas numa ou em ambas superfícies e quando uma ou ambas superfícies em contato possui protuberâncias duras (ZUM-GARH, 1987).

As partículas duras podem ser um mineral tal como sílica, alumina, entre outros. Além disso, elas podem ser originadas de fragmentos de desgaste endurecidos por encruamento no processo ou resultantes de partículas de sujeira que entram no sistema. Além disso, protuberâncias, cantos vivos e asperezas atuarão como partículas duras, caso possuam uma dureza maior que a superfície contrária em contato (ZUM-GARH, 1987).

Há também uma classificação para o desgaste abrasivo na qual é dividida em abrasão a dois corpos e a três corpos. Na abrasão a dois corpos, as partículas duras são fixas em uma superfície e movem-se riscando a superfície contrária, já na abrasão a três corpos as partículas duras atuam como um elemento interfacial entre os corpos e são livres, conforme Figura 11 (ZUM-GARH, 1987).

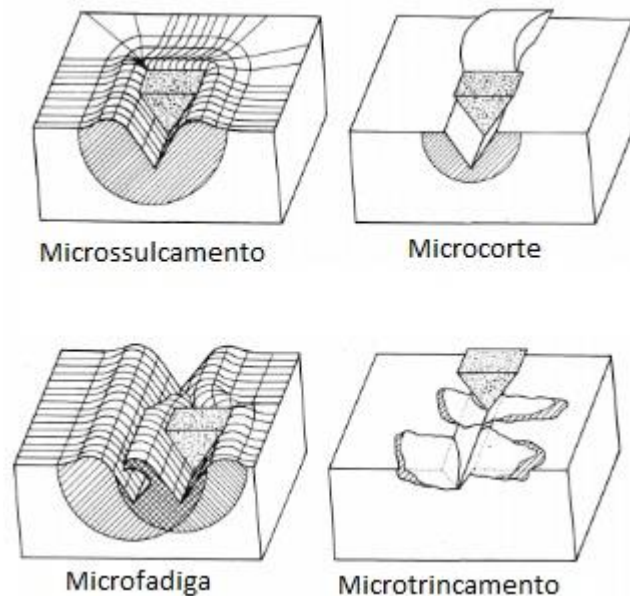
Figura 11 - Abrasão a dois e a três corpos.



Fonte: Zum-Garh, 1987.

A superfície pode ser classificada segundo o micromecanismo de desgaste atuante. Há quatro tipos: Microsulcamento, Microcorte, Microfadiga e Microtrincamento. Estes são mostrados na Figura 12 (ZUM-GARH, 1987).

Figura 12 - Micromecanismos de desgaste.



Fonte: Zum-Garh, 1987.

No microsulcamento não há perda do material, a passagem da partícula abrasiva proporciona apenas a deformação plástica com o escoamento do material. O microcorte ocasiona uma remoção maior de material, na qual é proporcional ao volume do abrasivo que penetrou a superfície. Já a microfadiga está presente quando há sucessivos deslocamentos de material pela passagem do abrasivo, ela apresenta a mesma configuração do microsulcamento, porém os repetidos deslocamentos fazem com que ocorra a fadiga do material que, posteriormente, será removido da superfície. Por último, o microtrincamento está presente em materiais frágeis, a remoção de material é gerada pela formação e propagação de trincas (ZUM-GARH, 1987).

2.6 ENSAIO DE MICROABRASÃO

A resistência ao desgaste abrasivo de um material pode ser medida por uma gama de testes de laboratório e os valores obtidos dependem não somente das propriedades intrínsecas do material, mas também do método de ensaio empregado. Um destes

métodos é o desgaste abrasivo em microescala – ensaio de microabrasão (SHIPWAY, 1999).

Segundo Gant (2011), o ensaio de microabrasão é uma boa alternativa frente a outros métodos de testes tribológicos, oferecendo certas vantagens, sendo um ensaio relativamente barato, requerendo somente pequenas áreas nas amostras e rápido. Além disso, o teste produz crateras nas amostras cujas medidas de profundidade são da ordem de micrômetros, particularmente adequados para avaliar a resistência ao desgaste de finos revestimentos.

Neste método, a rotação de uma esfera de raio (R) contra uma amostra fixa produz uma calota de desgaste com geometria circular, refletindo a geometria do contracorpo esférico. Na interface de contato há uma lama constituída por pequenas partículas abrasivas. O volume desgastado pode então ser calculado pela medição do diâmetro desta cratera ou pela sua profundidade. Para materiais homogêneos e não revestidos, o volume desgastado (V) pode ser calculado em função da distância total deslizada (L) e da carga normal sobre o contato (W), conforme a equação 1 abaixo, proposta por Rabinowicz, a qual é equivalente à equação de Archard para desgaste por deslizamento (TREZONA *et al.*, 1999):

$$V = k L W \quad (1)$$

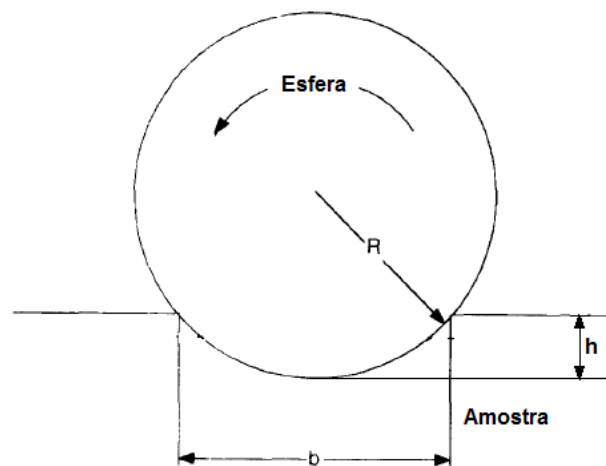
Onde k é o coeficiente de desgaste dimensional, cuja unidade é $\text{m}^3.(\text{N.m})^{-1}$; a resistência ao desgaste abrasivo é dada por k^{-1} e tem unidade $(\text{N.m}).\text{m}^{-3}$. A utilidade de k , como parâmetro para verificar a resposta do material ao desgaste abrasivo, está limitada a situações em que o volume desgastado é diretamente proporcional à distância deslizada e à carga normal (TREZONA *et al.*, 1999).

Para uma impressão de desgaste de *geometria* esférica gerada em uma amostra inicialmente plana, o volume desgastado pode ser calculado a partir das dimensões da calota (diâmetro b ou profundidade h) conforme Figura 13, com as seguintes equações (TREZONA *et al.*, 1999):

$$V \approx \frac{\pi b^4}{64 R} \quad , \text{ para } b \ll R \quad (2)$$

$$V \approx \pi h^2 R \quad , \text{ para } h \ll R \quad (3)$$

Figura 13 - Formação da impressão de desgaste esférica na amostra.

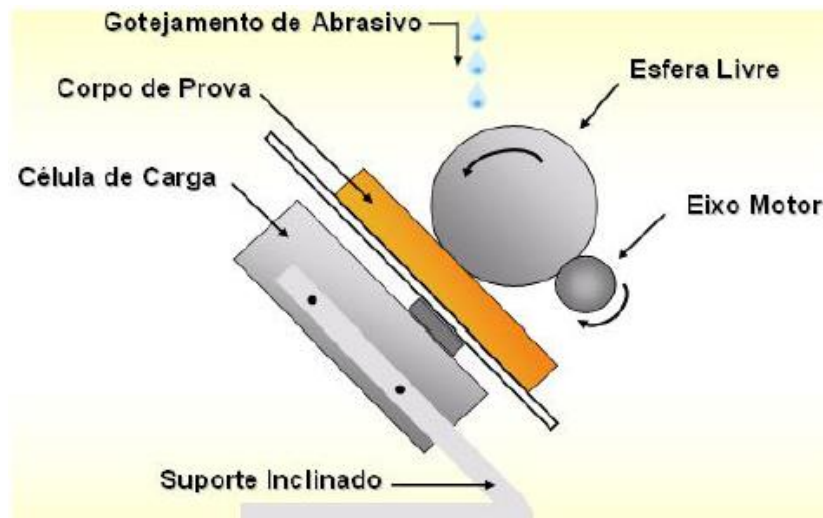


Fonte: Adaptado de RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1996.

Em materiais recobertos com revestimentos finos, o coeficiente de desgaste pode ser calculado para a camada e para o substrato, independentemente, em um simples ensaio (TREZONA *et al.*, 1999).

Entre as diversas configurações de ensaio de microabrasão, os ensaios “esfera livre” e “esfera fixa” têm muita aceitação na comunidade tribológica. Na configuração de esfera livre, a esfera é movimentada indiretamente pela força de atrito existente no contato dela com um eixo motor e a carga normal é basicamente o peso da esfera, conforme esquema ilustrado na Figura 14, podendo ser alterada mediante inclinação da amostra, todavia, dependendo dessa inclinação, a cratera de desgaste resultante do ensaio pode não possuir geometria esférica. Em termos práticos, a configuração de “esfera livre” possui uma limitação máxima de carga normal de aproximadamente 0,4 N (GANT e GEE, 2011).

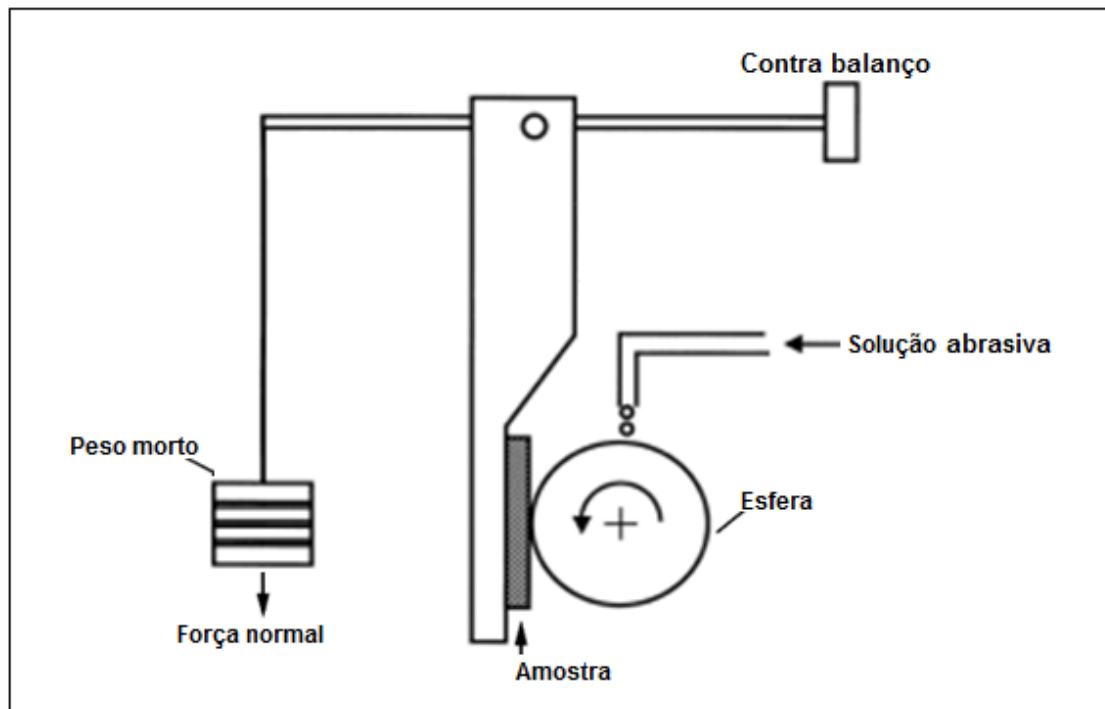
Figura 14 - Esquema de funcionamento do equipamento de microabrasão tipo esfera livre.



Fonte: Lozzer, 2008.

Na configuração de ensaio esfera fixa, conforme Figura 15, a esfera é movimentada diretamente pela fixação entre eixos coaxiais e a aplicação da força normal ocorre por meio de uma alavanca na qual é posicionado o peso morto que age sobre a esfera (TREZONA *et al.*, 1999). Esta configuração de ensaio também permite a utilização de carga normal que excede o peso da esfera (GANT e GEE, 2011).

Figura 15 - Esquema do microabrasômetro tipo esfera fixa.



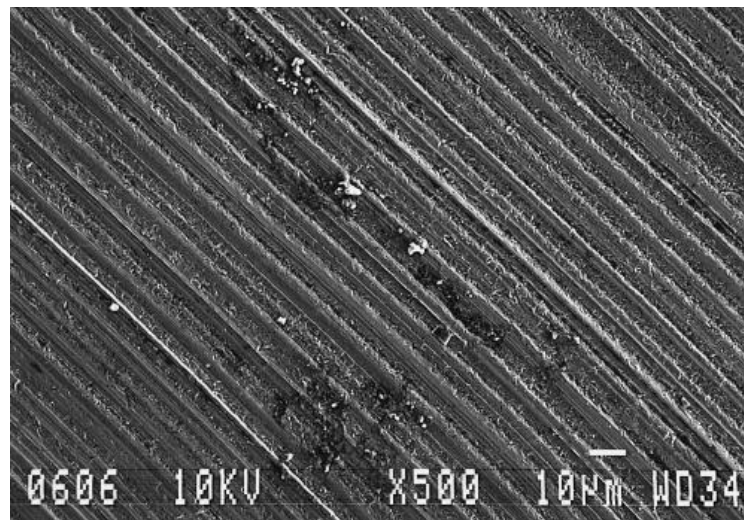
Fonte: Adaptado de Trezona, 1999.

O ensaio de microabrasão possui um grande número de parâmetros os quais podem variar, tais como: tamanho e tipo de esfera, carga aplicada, velocidade de deslizamento, tipo e tamanho da partícula abrasiva, concentração e taxa de alimentação da lama abrasiva, entre outros (SHIPWAY, 1999). Assim é possível reproduzir as condições de diversos tribossistemas diferentes.

Trezona *et al.* (1999) utilizaram o microabrasômetro na configuração de esfera fixa para avaliar a influência da concentração de abrasivo, da carga normal e do tipo de abrasivo no mecanismo de desgaste atuante. Foi utilizada uma esfera de aço martensítico com 25,4 mm de diâmetro e dureza de 990 ± 40 HV, todas as amostras utilizadas são aços ferramenta e foram temperadas e revenidas com uma dureza de 775 ± 10 HV. Os abrasivos utilizados foram SiC, Al_2O_3 e diamante, com tamanho médio de 4,25, 4,97 e 3,05, respectivamente. Foram utilizadas concentrações de abrasivos entre 0,0001 e 1,0 g de abrasivo por cm^3 de água destilada. A velocidade de rotação da esfera foi de 0,05 m/s e a distância deslizada variou entre 15 e 75 m. A carga normal dos ensaios variou entre 0,1 e 5,0 N.

A Figura 16 exibe uma superfície desgastada cujo mecanismo de microabrasão a dois corpos (riscamento) foi dominante nos ensaios de altas cargas e lamas com baixas concentrações de abrasivo. A carga utilizada foi 0,25 N e a fração volumétrica do abrasivo 0,0009 (concentração 0,003 g.cm⁻³) (TREZONA *et al.*, 1999).

Figura 16 - Superfície desgastada por microabrasão a dois corpos (2C) em amostra de aço ferramenta temperado e revenido. Abrasivo diamante (3 µm) - MEV.

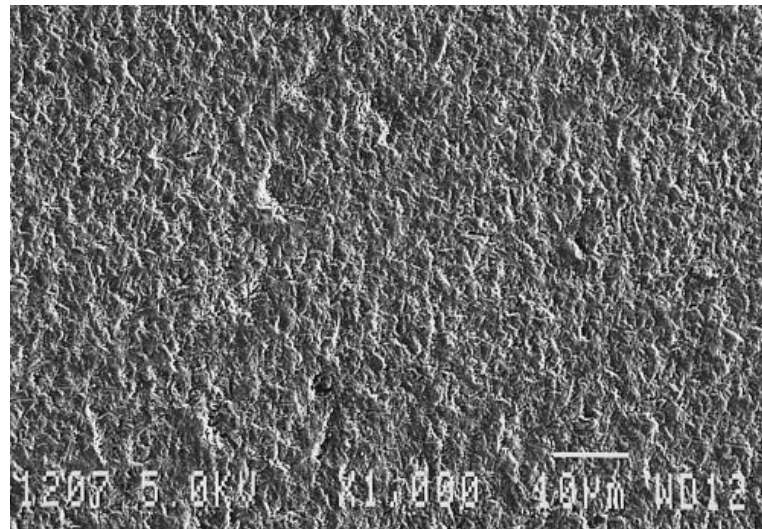


Fonte: TREZONA *et al.*, 1999.

Este mecanismo ocorre quando uma significativa porção de partículas adere à superfície da esfera, agindo como indentadores fixos e produzindo uma série de sulcos de desgaste paralelos na superfície da amostra (TREZONA *et al.*, 1999). Os pesquisadores mediram a largura do sulco e compararam com o tamanho médio do abrasivo utilizado no ensaio. Assim, foi possível demonstrar que o desgaste foi gerado pela partícula abrasiva aderida à esfera e não por uma protuberância do contracorpo.

Nos ensaios com baixa carga normal e/ou alta concentração de abrasivo, o mecanismo que prevaleceu foi o de microabrasão a três corpos (rolamento). As partículas não aderem à esfera, elas rolam livremente entres as duas superfícies, produzindo múltiplas indentações em diversas direções da superfície da amostra, conforme se observa na Figura 17, a seguir (TREZONA *et al.*, 1999).

Figura 17 - Superfície desgastada por microabrasão a três corpos (3C) em amostra de aço ferramenta temperado e revenido. Abrasivo SiC - MEV.

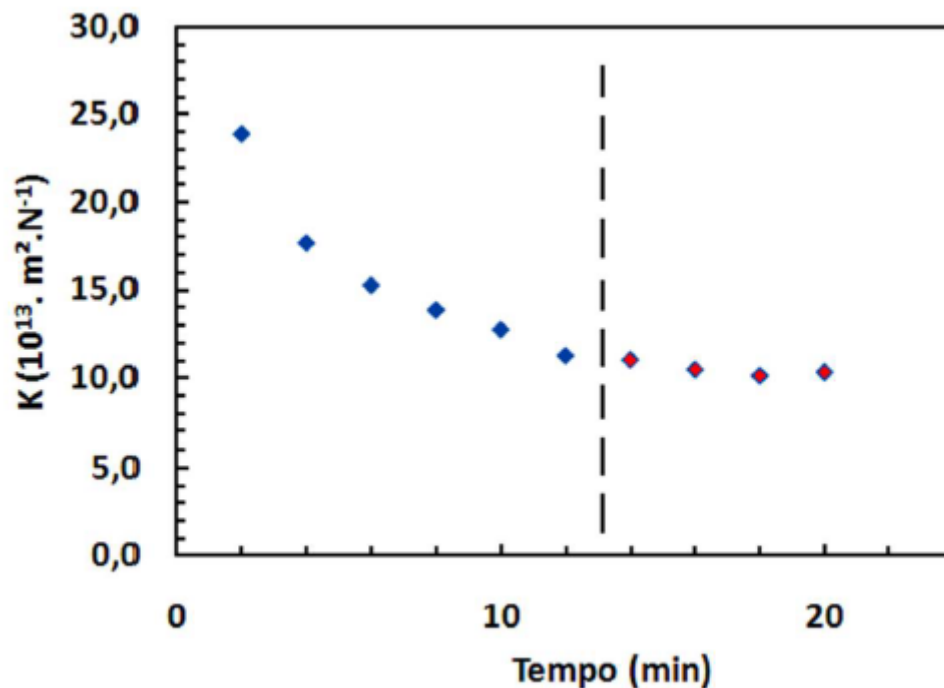


Fonte: TREZONA *et al.*, 1999.

Para cargas e/ou concentrações intermediárias de abrasivos, a superfície de desgaste apresenta as duas características: riscos na região central da cratera (2C) e indentações na região periférica da cratera (3C) (TREZONA *et al.*, 1999).

Segundo Marques (2015), para uma coleta de dados confiáveis do comportamento um tribossistema, um dos fatores essenciais no que tange aos ensaios tribológicos é a determinação do tempo a partir do qual se estabelece um regime permanente de desgaste, também chamado de *running-in*. Em estudo anterior de um aço superduplex UNS S32750 recozido e envelhecido a 475°C por 12 horas, Marques (2015) apresenta o gráfico de um ensaio de microabrasão, destacando-se os últimos quatro pontos em que se atingiu o *running-in*, conforme Figura 18.

Figura 18 - Período de *running-in* do ensaio de microabrasão de um aço superduplex UNS S32750 recozido



Fonte: Marques, 2015.

Os testes tribológicos com as superligas eram conduzidos até 30 minutos, com interrupções a cada dois minutos, para a aquisição de dados e cálculo do coeficiente de desgaste. Considerou-se que o regime permanente havia sido atingido, quando os percentuais de erro nos coeficientes de desgaste foram menores que 7% (MARQUES, 2017).

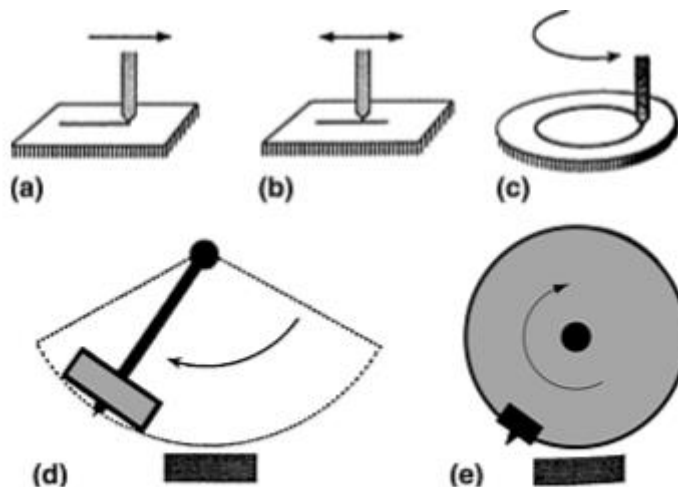
2.7 ENSAIO DE ESCLEROMETRIA

O ensaio de esclerometria é considerado um evento monoabrasivo, ou seja, não há a presença de várias partículas abrasivas entrando em contato com a superfície do material a ser desgastado. Esse ensaio utiliza uma partícula dura que será intentada na superfície do material com uma determinada carga normal e, posteriormente, será realizado um risco com uma determinada velocidade e distância (BRAGATTO, 2016).

O teste de esclerometria pode ser classificado em duas categorias, baixa velocidade e alta velocidade, com base na velocidade do elemento que realiza o risco na superfície do material (BULSARA *et al.*, 1996).

Segundo Bulsara *et al.* (1996), a configuração de baixa velocidade é normalmente realizada quando o indentador realiza um risco linear de passagem única (Figura 19a), movimentos alternados de ida e volta (Figura 19b) ou vários passes quando a amostra é fixada em um disco rotativo (Figura 19c). Já a configuração de alta velocidade é realizada com o elemento riscante fixado em um pêndulo (Figura 19d) ou em um disco (Figura 19e), isso permite atingir velocidades elevadas, por exemplo, no disco, superiores a 3m/s.

Figura 19 - Configurações do ensaio de riscamento: (a) linear, (b) linear alternado, (c) vários passes, (d) pendular e (e) disco.



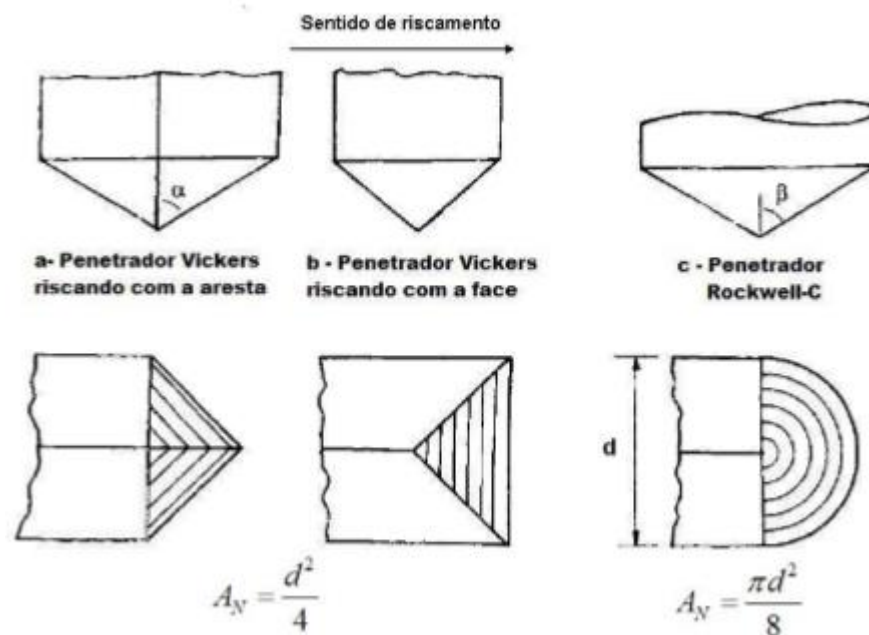
Fonte: Bulsara *et al.*, 1996.

Há outra categoria menos utilizada, a categoria *in situ* é assim chamada porque a formação do risco pode ser diretamente observada utilizando microscópio óptico ou microscópio eletrônico de varredura (MEV) (BULSARA *et al.*, 1996).

Para a representação das partículas abrasivas, assim como forma de padronização dos ensaios de esclerometria, é comum a utilização de penetradores de ensaio de dureza. Os penetradores mais utilizados são os Rockwell C (cônico), Brinell (esférico)

e os Vickers ou Knoop (piramidais). Os penetradores e as áreas de contato são mostradas na Figura 20. Em geral, somente a área frontal do penetrador suporta completamente o material no riscamento (FERREIRA, 2010).

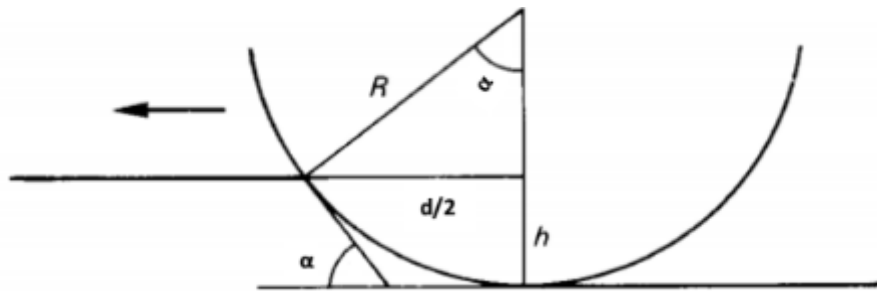
Figura 20 - Penetradores usados nos ensaios de esclerometria e as áreas de pressão de contato de cada um.



Fonte: Ferreira, 2010.

É importante citar que uma característica do indentador Rockwell C é a variação do ângulo de ataque em função da profundidade h de penetração, da metade da largura d do risco na superfície riscada e R , que é o raio do contato, ilustrado na Figura 21. Observa-se que o penetrador Vickers não sofre variação do ângulo de ataque (BRAGATTO, 2016).

Figura 21 - Representação da dependência do ângulo de ataque com a profundidade h , largura do risco d e raio do contato R .



Fonte: Hokkirigawa; Kato, 1988.

Segundo Jacobsson *et al.*, os objetivos gerais da realização do teste de esclerometria são:

- Esclarecer os mecanismos de deformação e/ou remoção de material;
- Avaliar ou classificar os materiais em relação à resistência à abrasão;
- Medir a dureza ao risco;
- Avaliar a adesão de um revestimento de superfície ao substrato.

Neste trabalho, o resultado analisado foi a dureza ao risco. Segundo a norma ASTM G171 (2009), a dureza ao risco é uma medida expressa em unidades de força por unidade de área, ela caracteriza a resistência de uma superfície sólida a penetração de um indentador móvel com carga e velocidade constante.

A dureza ao risco é mensurada dividindo a força normal (F_n) aplicada no indentador pela área de contato do indentador no risco (A_r). Tendo que um indentador cônico com ponta esférica realiza um risco, e a frente do risco tem um raio r da ponta do indentador, a área projetada será um semicírculo com o diâmetro igual à largura do risco (d), como mostrado na Figura 22 (ASTM G171,2009):

Figura 22 - Ilustração do contato durante o ensaio de esclerometria.



Fonte: ASTM G171, 2009.

Dessa forma, tem-se que a fórmula para o cálculo da dureza ao risco é:

$$Hs = \frac{8Fn}{\pi d^2} \quad (4)$$

Onde, Hs é dado em Pa; Fn é expressa em N; d a largura do risco em metros.

A dureza ao risco é um dos testes para caracterizar a superfície do material. Os valores de dureza ao risco são afetados por diversos fatores, tais como: tipo do indentador, dimensões do indentador, força normal aplicada, velocidade do riscamento e uniformidade do material riscado. Portanto, não se deve tentar comparar os números de dureza ao risco entre diferentes materiais a menos que as condições de teste sejam as mesmas (ASTM G171, 2009).

3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Os experimentos nas amostras da superliga Co-30Cr-19Fe consistiram nas seguintes etapas, que possibilitaram a realização dos ensaios: preparação das amostras, tratamentos de solubilização e de nitretação a plasma, ensaios de dureza, ensaios de microabrasão e ensaios de esclerometria.

3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras da liga Co-30Cr-19Fe usadas na pesquisa foram adquiridas de guias fundidas utilizadas no processo de conformação de tubos sem costura. Posteriormente, as amostras foram retificadas com a finalidade de proporcionar um paralelismo entre as superfícies.

No laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), as amostras foram cortadas com finalidade de obter corpos de prova com medidas aproximadas de 30 x 25 x 9 milímetros. O equipamento utilizado para seccionar foi a cortadeira metalográfica STRUERS modelo Labotom-3 (Figura 23).

Depois de obter-se os corpos de prova, eles foram lixados utilizando lixas d'água, na sequência de granulometria 180, 220, 320, 500, 800 e 1200 mesh, e polidas com alumina 0,3 μm .

Figura 23 - Cortadeira metalográfica STRUERS modelo Labotom-3.



Fonte: Autor, 2017.

No trabalho de Marques (2017), a composição química foi obtida utilizando Analisador de enxofre e carbono da marca Leco modelo CS 2000, para análise de carbono. A identificação dos demais elementos foram através de espectrometria a plasma, usou-se espectrômetro de plasma Varian modelo ICP/OES VISTA MPX, e espectrometria de absorção, usou-se espectrômetro de absorção atômica Agilent modelo 240FS. A Tabela 4 apresenta a composição química da liga Co-30Cr-19Fe.

Tabela 4 - Composição química das ligas Co-30Cr-19Fe, Stellite 250 e UmCo-50.

Liga	Porcentagem em peso de cada elemento						
	Co	C	Cr	Fe	W	Mo	Si
Co-30Cr-19Fe	47,7	0,2	29,8	19,1	0,18	0,3	1

Fonte: Autor, 2017.

A liga Co-30Cr-19Fe é assim identificada porque apresenta como principais elementos de sua composição o Cobalto, o Cromo e o Ferro.

A caracterização microestrutural das amostras foi obtida através de microscopia ótica da Nikon modelo Eclipse MA 200 no laboratório TRICORRMAT na UFES. Utilizou-se solução de 100mL de HCl e 5mL de H₂O₂ para a realização do ataque, as amostras foram imersas durante 20 segundos.

3.2 TRATAMENTO DE SOLUBILIZAÇÃO

As amostras usadas nos ensaios foram retiradas de regiões distintas de uma guia de conformação, sujeitas à deformação e temperatura em diferentes condições. Sabendo-se que esses fatores motivam a transformação CFC → HC na liga de cobalto, e considerando-se que o processo de conformação produziu estrutura CFC (fase α) e HC (fase ϵ) combinadas, a solubilização teve como objetivo produzir amostras com estruturas cristalinas semelhantes entre si e com uma maior quantidade de fase α , fator que contribui para formação de fase-S nas amostras estudadas. O tratamento de solubilização foi realizado a 1200 °C por 8 horas, em atmosfera controlada com argônio, utilizando-se o equipamento FORTELAB modelo Forno Tubular 1200 °C Horizontal 1 Zona (FT 1200/H-1z), do Laboratório de Redução do Instituto Federal do Espírito Santo (IFES) Campus Vitória, conforme Figura 24. O resfriamento foi feito imediatamente após as 8 horas, em água.

Figura 24 - Forno tubular horizontal utilizado no tratamento de solubilização.



Fonte: Autor, 2017.

Posicionaram-se as amostras na região central do forno, de forma que o calor se distribuisse uniformemente durante o tratamento. Após a solubilização realizou-se ataque químico e ensaio metalográfico, para observação da microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe. O código SOL foi utilizado para identificar as amostras solubilizadas, enquanto que o código ST foi conferido às amostras sem tratamento térmico.

3.3 TRATAMENTO DE NITRETAÇÃO A PLASMA

Realizou-se o tratamento de nitretação em um reator a plasma SDS modelo Thor NP 5000, do Laboratório de Engenharia de Superfícies localizado no IFES Campus Vitória. O equipamento é exibido na Figura 25, constituído por uma câmara e um conjunto de dispositivos que auxiliam no controle e monitoramento dos parâmetros utilizados no tratamento. O reator consiste de uma câmara cilíndrica construída com aço inoxidável AISI 304L, de dimensões 700 mm de altura por 500 mm de diâmetro.

Figura 25 - Equipamento utilizado no tratamento de nitretação a plasma.



Fonte: Autor, 2017.

O sistema é composto por dois eletrodos: a parede interna do reator atua como anodo enquanto o porta-amostra (disco de 220 mm de diâmetro e 5 mm de espessura) desempenha o papel de catodo (ELIANE, 2016). O equipamento ainda é composto por: sistema de vácuo, fonte de alta tensão (operando com corrente contínua e frequência de 4 kHz), controlador de fluxo de gases, termopar, multímetro e medidor de pressão.

A escolha dos parâmetros utilizados na nitretação teve como base o trabalho de Liu *et al.*, (2013), os quais referiam-se à possibilidade de formar fase-S em uma liga Co-Cr-Mo, utilizando processos a plasma com baixas temperaturas de tratamento. A Tabela 5 resume os parâmetros principais das condições de tratamento.

Tabela 5 - Parâmetros do tratamento de nitretação a plasma

Temperaturas de tratamento	325 °C, 350 °C e 400 °C
Tempo de tratamento	20 horas
Pressão de trabalho	2,5 Torr
Fluxo de Gás (Vazão- cm³/min)	300 sccm
Composição do Fluxo de Gás	25% N ₂ + 75% H ₂

Fonte: Autor, 2017.

Os tratamentos foram realizados nas temperaturas de 325 °C, 350 °C e 400 °C, durante um período de 20 horas. As baixas temperaturas foram escolhidas para inibir a formação de nitretos de cromo, cuja presença é prejudicial a resistência à corrosão do material. Observa-se na Figura 26 algumas amostras no reator durante o tratamento de nitretação a 325°C.

Figura 26 - Amostras durante tratamento de Nitretação no reator



Fonte: Autor, 2017.

A pressão foi mantida em 2,5 Torr durante a nitretação e após o tratamento, o resfriamento das amostras foi feito dentro do próprio reator até atingir temperaturas próximas a ambiente. Empregou-se nos experimentos um fluxo total de gás de 300 sccm (centímetros cúbicos por minuto), composto por 25% de N₂ e 75% de H₂.

A Tabela 6 apresenta a identificação da codificação utilizada das cinco diferentes condições da liga Co-30Cr-19Fe.

Tabela 6 – Codificação das amostras da liga Co-30Cr-19Fe conforme condições de tratamento.

Código da amostra	Condição de tratamento
ST	Liga sem qualquer tratamento
SOL	Liga solubilizada
N325	Liga solubilizada e nitretada a 325 °C por 20 h
N350	Liga solubilizada e nitretada a 350 °C por 20 h
N400	Liga solubilizada e nitretada a 400 °C por 20 h

Fonte: Autor, 2017.

3.3.1 Espessuras das camadas

Segundo Vieira (2017), através do uso do método de Calotest, pela qual é possível fazer a caracterização de espessuras de camadas e revestimentos, identificou-se as seguintes espessuras de camada de fase-S para cada temperatura de tratamento de nitretação, como mostrado na Tabela 7.

Tabela 7 - Espessuras das camadas de fase-S

Amostra	Espessura [μm]
N325	$1,0 \pm 0,2$
N350	$2,0 \pm 0,4$
N400	$6,3 \pm 1,7$

Fonte: Vieira, 2017.

3.4 ENSAIOS DE DUREZA

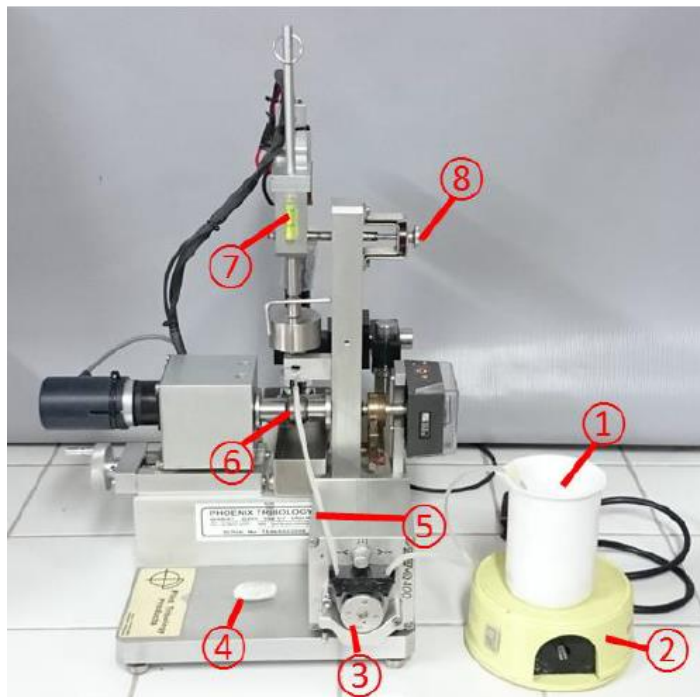
Avaliou-se o efeito das camadas nitretadas por meio do ensaio de dureza com indentador Vickers, com carga de 10 kgf aplicada durante 15 segundos no equipamento durômetro Volpert do TRICORRMAT/UFES. Os valores de dureza foram adquiridos pela média de 10 medições. Também se realizou ensaios de microdureza

com uma carga de 0,1 kgf no equipamento microdurômetro Panambra modelo HXD-1000TM do TRICORRMAT/UFES, com indentador Vickers. Para os valores de microdureza também foram utilizados a média de 10 medições.

3.5 ENSAIOS DE MICROABRASÃO

A resistência ao desgaste das amostras tratadas foi avaliada por meio de ensaios de desgaste microabrasivo do tipo esfera fixa, onde usou-se o tribômetro marca PLINT TE-66 Micro-Scale Abrasion Tester, pertencente ao laboratório TRICORRMAT da UFES. O microabrasômetro utilizado é apresentado na Figura 27.

Figura 27 - Microabrasômetro PLINT TE66.



- ① Béquer;
- ② Agitador Magnético;
- ③ Bomba Peristáltica;
- ④ Ímã;
- ⑤ Mangueira;
- ⑥ Esfera de aço AISI 52100;
- ⑦ Nível;
- ⑧ Parafuso regulador.

Fonte: Vieira, 2017.

Nesse equipamento, a esfera é fixada entre dois semieixos, sendo o da esquerda acoplado a um pequeno motor de rotação variável. Iniciado o experimento, a amostra é pressionada contra a esfera que gira na frequência de rotação do eixo, produzindo

uma calota de desgaste na amostra. Entre a esfera e a amostra, supre-se gotas de um fluxo de lama abrasiva, regulado na bomba peristáltica, por meio de uma mangueira, que provém uma suspensão do abrasivo contido em um béquer, a qual é mantida em agitação por um ímã magnético para evitar a sedimentação do abrasivo.

Antes de iniciar os ensaios no microabrasômetro, submete-se a esfera a um processo de condicionamento da superfície para remover completamente todas as marcas de desgaste e oxidação oriundos de ensaios anteriores, visando garantir a mesma condição de rugosidade superficial aos diversos ensaios. Para tal, coloca-se a esfera em um pequeno recipiente com água e areia NPT Normal Brasileira NBR-7214 IPT nº 50, agitando-se vigorosamente por cerca de 5 minutos ou tempo suficiente para remover completamente as marcas de ensaios anteriores. Posteriormente, a esfera é lavada com água destilada, secada e colocada em banho ultrassônico por 5 minutos, imersa em acetona. Antes de iniciar o ensaio, a amostra também se submete a esta etapa do banho ultrassônico.

Procede-se então com a fixação da amostra em uma extremidade do braço do equipamento com ângulo de 90°, enquanto na outra adiciona-se pequenas massas que constituem o peso morto, conforme Figura 17. Depois disso acrescenta-se a carga estática normal de ensaio de 0,3 N.

Findas estas etapas, para dar início ao ensaio, recorre-se ao software que controla o eixo motriz do abrasômetro – Compend 2000, cujas funções básicas no ensaio são estabelecer a quantidade de revoluções do eixo motor/esfera e a velocidade de rotação. Depois de executado o ensaio, posiciona-se uma lâmpada para iluminar a calota de desgaste, possibilitando sua visualização e captura de imagem junto ao microscópio ótico, que é acoplado com o sistema de aquisição de imagens digital pelo programa Infinity Capture [versão 4.5.0].

A medição do diâmetro da calota de desgaste é feita por meio de imagem adquirida pelo Infinity Capture, analisada pelo programa Infinity Analyze [versão 4.5] com medições realizadas a cada dois minutos de ensaio (40 revoluções).

Admitindo-se que a calota de desgaste possui o mesmo perfil geométrico do contracorpo, conforme Figura 14, é possível determinar o volume (V) de material desgastado pela equação (1), que substituído na equação (2) permite o cálculo do

coeficiente de desgaste (k) dimensional a partir do diâmetro (b) da calota, o raio (R) da esfera (contracorpo), a distância deslizada (L) e a força normal de contato (W).

$$k = \frac{\pi b^4}{64RLW} \quad (5)$$

Realizou-se 3 ensaios por amostra, sempre girando a esfera depois de cada ensaio alternando a superfície de contato. Entre os parâmetros do ensaio, tem-se como contracorpo uma esfera de aço martensítico AISI 52100 de dureza de cerca de 800HV com rotação da esfera em 20 rpm.

A seguir, na Tabela 8 são apresentados os principais parâmetros empregados na realização dos ensaios de microabrasão.

Tabela 8 - Parâmetros do ensaio de microabrasão

Rotação do eixo motor / esfera	20 rpm
Diâmetro da esfera	25,4 mm (1 pol)
Material da esfera	Aço inoxidável martensítico AISI 52100
Carga Normal	0,3 N
Distâncias de deslizamento (m)	3,19; 6,38; 9,58; 12,77; 15,96; 19,15; 22,34; 25,53; 28,73; 31,92; 35,11; 38,30; 41,49; 44,69; 47,88 metros
Tipos de Abrasivos	Sílica (SiO ₂) Alumina (Al ₂ O ₃) Carbeto de silício (SiC)
Concentração do abrasivo	100 mg/cm ³ (suspensão em água)
Fluxo de lama abrasiva	25 a 30 gotas por minuto

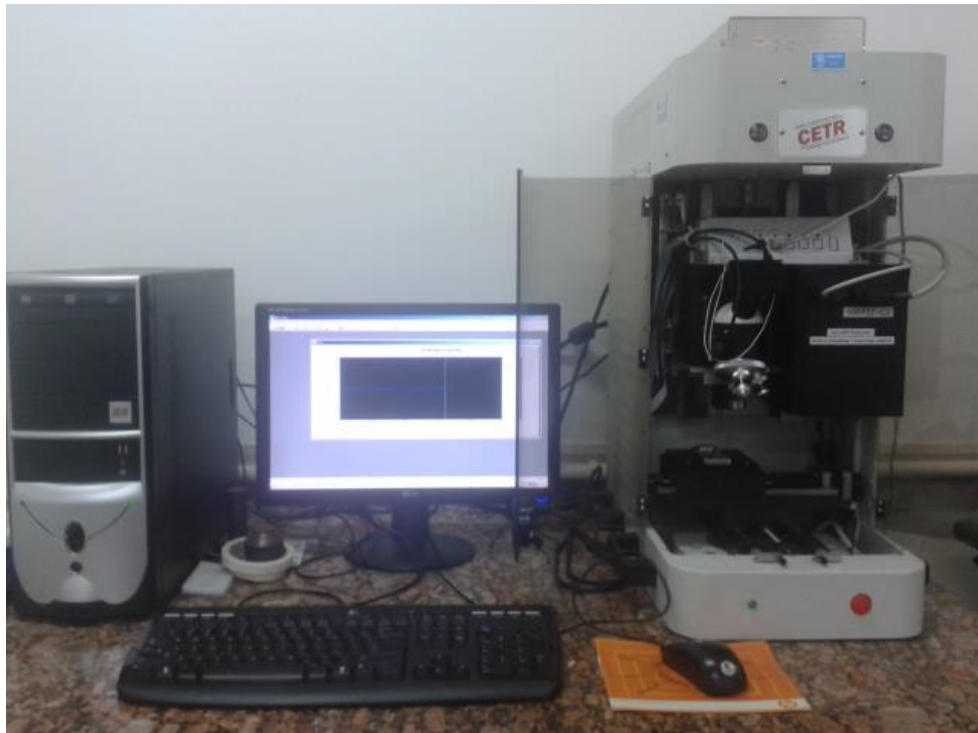
Fonte: Autor, 2017.

Procede-se a sequência de ensaio até que a variação para as 4 últimas medidas do coeficiente de desgaste apresente um erro relativo inferior à 7%, correspondente ao período de ensaio *running-in*. Em seguida, para obter a média do coeficiente (K) foram utilizados 09 pontos, os três últimos de cada ensaio realizado na mesma amostra.

3.6 ENSAIO DE ESCLEROMETRIA

A fim de identificar o comportamento das diferentes condições de tratamento das amostras diante do ensaio de risco, assim como a dureza ao risco e o coeficiente de atrito aparente, realizou-se ensaios de esclerometria retilínea, utilizando o equipamento Universal Micro Tester modelo APEX da CETR/Bruker (Figura 28) do Laboratório de Caracterização de Superfícies de Materiais (LCSM) da UFES.

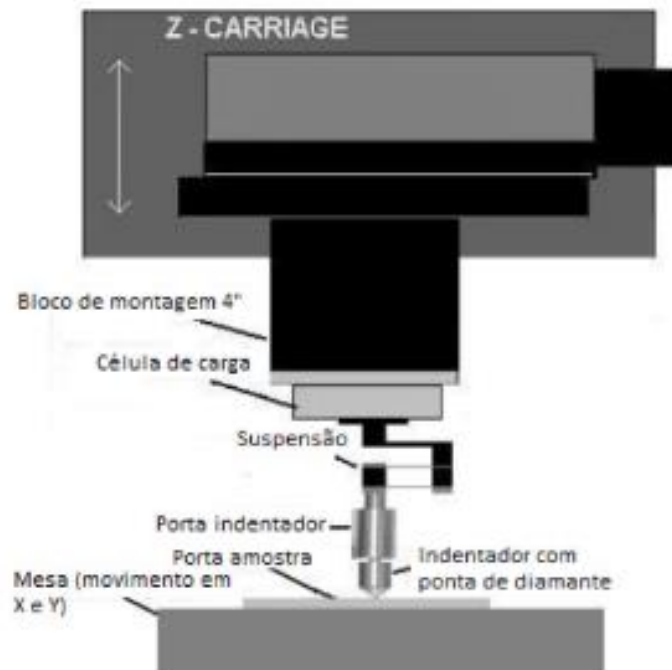
Figura 28 - Universal Micro Tester modelo APEX da CETR/Bruker.



Fonte: Autor, 2017.

O equipamento apresenta uma unidade responsável pelo movimento vertical (Z-carriage), nesta mesma unidade está acoplado um bloco, onde é fixado a célula de carga, a suspensão, o porta indentador e o indentador (Figura 29).

Figura 29 - Esquema da unidade de esclerometria retilínea.



Fonte: CETR (2009).

A célula de carga é responsável por medir a força normal e a força tangencial durante o riscamento. A suspensão é composta por molas e sua função é compensar a variação da distância entre a célula de carga e a amostra, dessa forma, garante-se maior estabilidade na carga normal durante o ensaio. Na parte inferior da Figura 29, observa-se a porta amostra onde é fixada a amostra que se realizará o ensaio, ela se encontra acoplada a mesa que é responsável por realizar movimentos horizontais (direção X e Y), ou seja, o movimento do risco é realizado pela mesa.

O equipamento possibilita a utilização de diferentes tipos de indentadores, como os utilizados nos ensaios de dureza Brinell e Vickers. Na realização dos ensaios, utilizou-se somente um tipo de indentador em todas condições, comentado mais detalhadamente no próximo tópico.

3.6.1 Parâmetros de ensaios de esclerometria retilínea

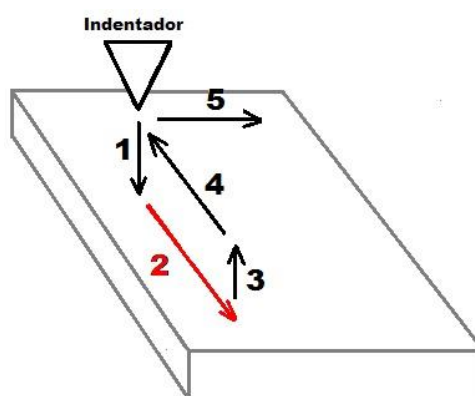
O equipamento utilizado no ensaio de esclerometria retilínea possibilita programar todos os movimentos para realização do risco. Em todos os ensaios nas diferentes amostras, utilizou-se a mesma programação de movimentos, este será apresentado na Tabela 9 e Figura 30.

Tabela 9 - Sequência de movimentos para realização do risco.

Movimento	Ação
1	Aplicação da pré-carga: indentador aproxima-se da amostra
2	Realização do risco: movimento horizontal com a carga aplicada
3	Afastamento do indentador
4	Recuo para iniciar um novo risco
5	Deslocamento lateral para iniciar um novo risco

Fonte: Autor, 2017.

Figura 30 - Ilustração dos movimentos no ensaio de esclerometria retilínea.



Fonte: Autor, 2017.

Todas as amostras foram ensaiadas com cargas de 5,1N, 10,5N, 20N e 50N, o objetivo dessa variação de carga é observar o comportamento da camada de fase-S em diferentes pressões de contato. Utilizou-se o indentador do tipo Rockwell C, com

120° de ângulo de ponta e 200 µm de raio de ponta em todos os riscos, a velocidade escolhida foi de 0,1mm/s e o comprimento dos riscos foram de 5mm.

A Tabela 10 mostra todos os parâmetros do ensaio de esclerometria retilínea.

Tabela 10 - Parâmetros do ensaio de esclerometria retilínea.

Indentador	Rockwell C
Cargas	5,1N; 10,5N; 20N; 50N;
Velocidade	0,1 mm/s
Comprimento do risco	5 mm
Repetições de riscos para cada carga	3 repetições

Fonte: Autor, 2017.

É importante lembrar que os ensaios de esclerometria retilínea foram realizados segundo a norma ASTM G171, além disso, foram feitos 3 riscos para cada carga nas diferentes amostras e a taxa de aquisição de dados dos ensaios foi de 50 Hz. Nos riscos para carga de 5,1N e 10,5N usou-se a célula de carga do modelo DFM-2 (capacidade de 0,2 a 20N com resolução 1mN), já nos riscos de 20N e 50N usou-se o modelo DFH-20 (capacidade de 2 a 200N com resolução 10mN).

3.6.2 Medição para o cálculo de dureza ao risco

Após a realização dos riscos em todas as amostras, utilizou-se o microscópio estereoscópio do LCSM da UFES para a visualização e medição das larguras dos riscos, a fim de calcular a dureza ao risco. Todas as medições foram feitas obedecendo a norma ASTM G171.

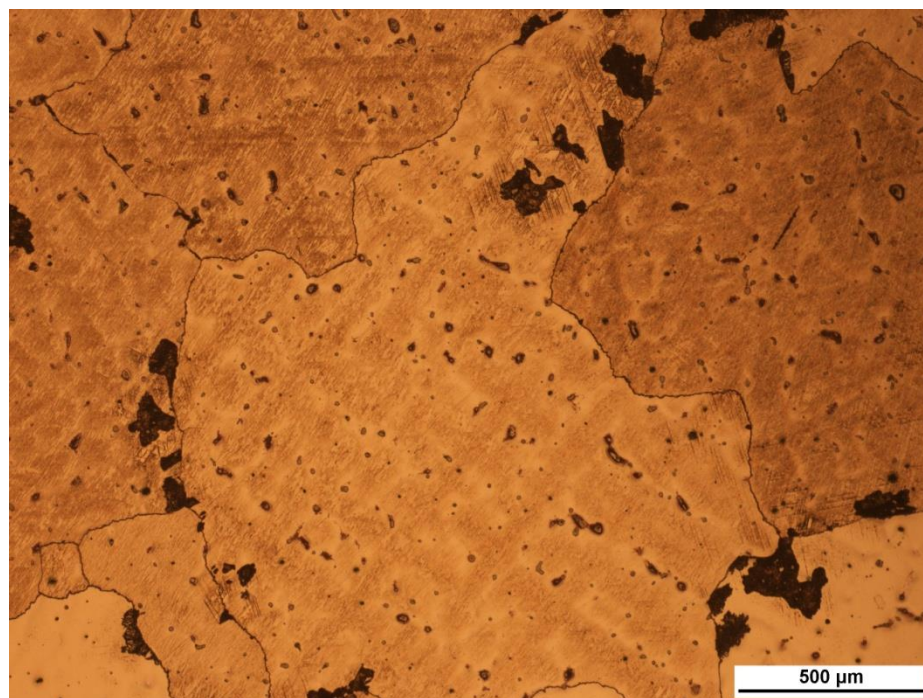
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados dos experimentos bem como a caracterização microestrutural do material são discutidos a seguir.

4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A microestrutura da amostra sem tratamento é apresentada na Figura 31 abaixo.

Figura 31 - Microestrutura de amostra sem tratamento da liga Co-30Cr-Fe.



Fonte: Autor e Vieira, 2017.

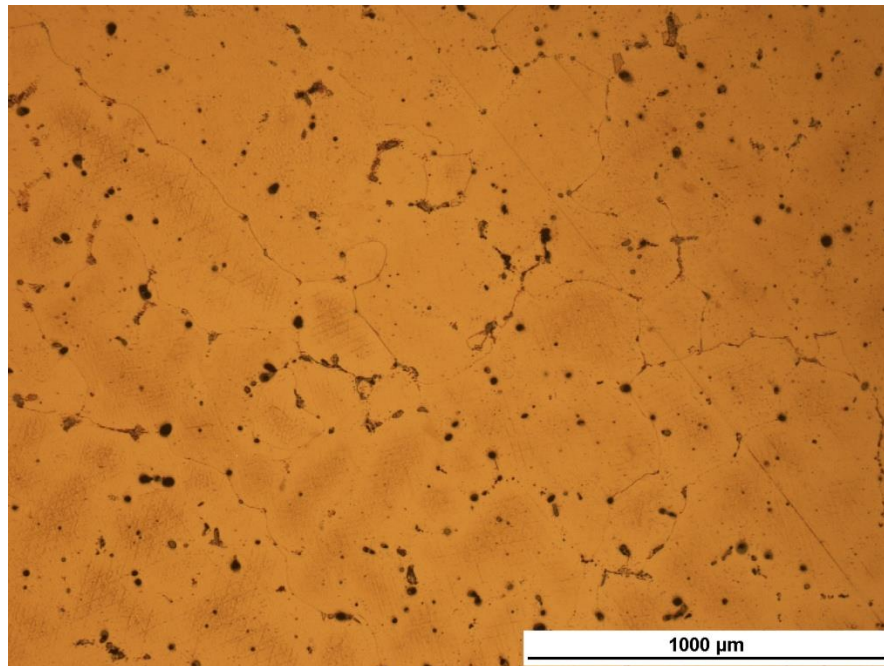
Segundo Vieira (2017), a microestrutura apresentada na Figura 31 possui características típicas de um produto de fundição. Identifica-se a presença de grãos grosseiros e inclusões resultantes de contaminação durante o processo de fabricação.

Analisou-se que a microestrutura da liga estudada se trata de uma matriz rica em Co com átomos de Cr, Fe e Mo em solução sólida substitucional. As regiões escuras presentes na matriz, em comparação a SOUZA (2016) que estudou o mesmo material, podem indicar precipitados que são constituídos por carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ em uma

matriz rica em cobalto. Já as próximas aos contornos de grão possuem Cr e Mo como elementos principais (VIEIRA, 2017).

A Figura 32 mostra a microestrutura após o tratamento de solubilização.

Figura 32 – Microestrutura de amostra solubilizada da superliga Co-30Cr-19Fe.



Fonte: Autor e Vieira (2017).

Após a realização do tratamento térmico de solubilização, a microestrutura sofreu algumas modificações. Verificou-se que alguns carbonetos sofreram redução no seu tamanho e outros dissolveram-se na matriz. Dessa forma, a microestrutura apresenta uma matriz mais homogênea (VIEIRA, 2017).

4.2 DUREZA DAS AMOSTRAS

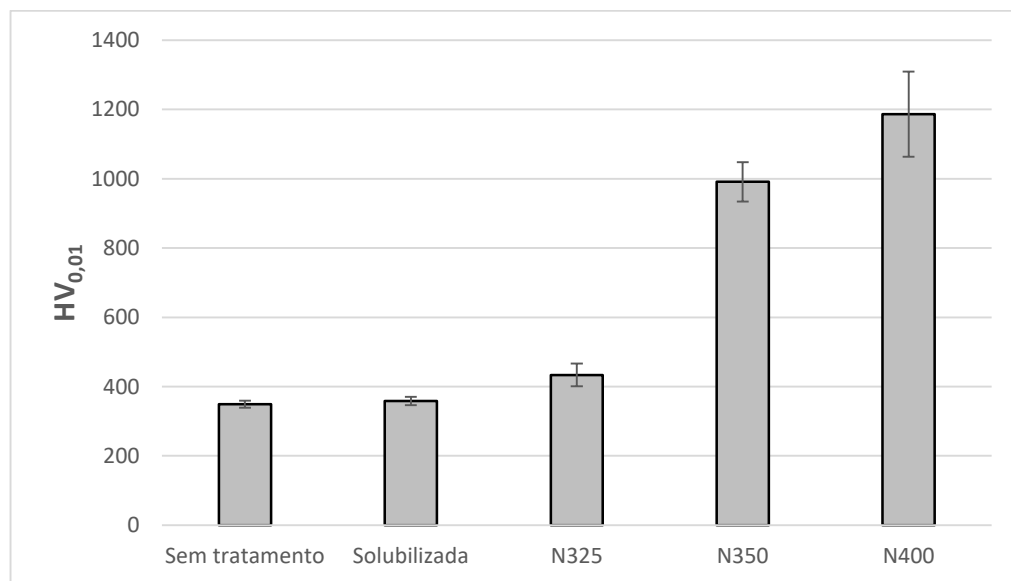
A Tabela 11 apresenta os resultados do ensaio de dureza Vickers HV₁₀ realizados nas amostras sem tratamento e solubilizadas.

Tabela 11 - Dureza Vickers HV₁₀ das amostras sem tratamento e solubilizada.

Amostra	Dureza HV₁₀
Sem Tratamento	243,9 ± 9,2
Solubilizada	258,0 ± 14,7

Fonte: Autor, 2017.

Os dados de macrodureza revelam que o tratamento de solubilização não confere grandes alterações na dureza do material, de acordo com a Figura 5, após as 8 horas de solubilização a dureza é praticamente a mesma. Para a microdureza, obteve-se dos ensaios os seguintes resultados mostrados na Figura 33, comparando-se a dureza das amostras para diferentes condições de tratamento.

Figura 33 - Resultado dos ensaios de microdureza para as diferentes condições.

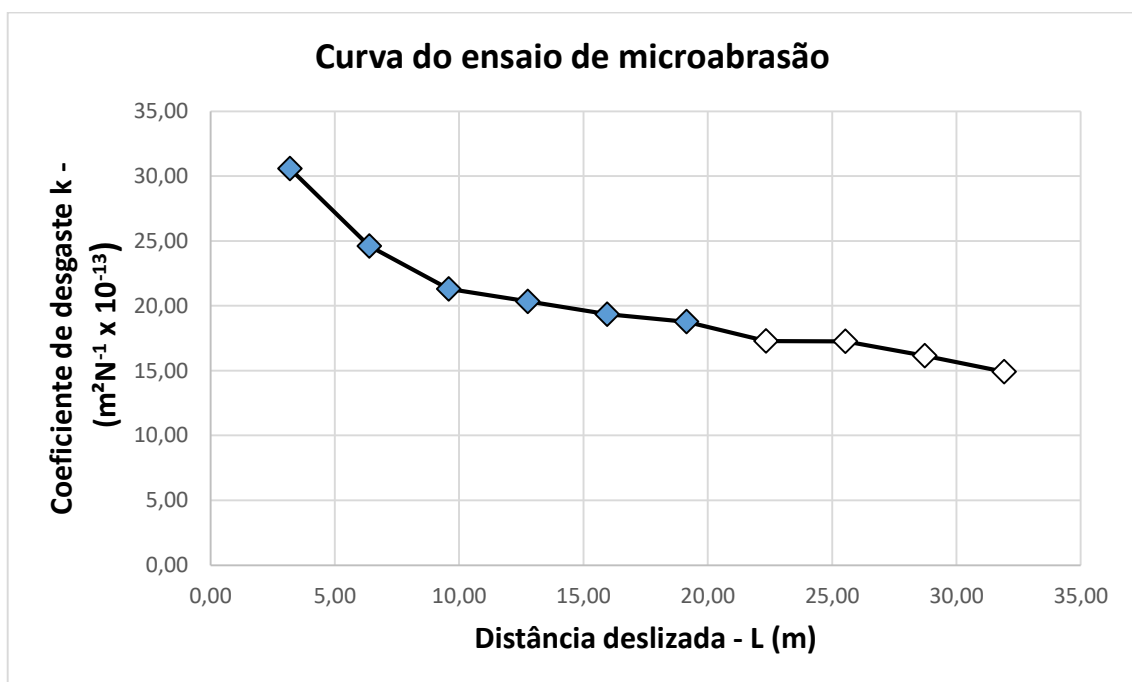
Fonte: Autor, 2017.

Verificou-se que o tratamento de nitretação influenciou na elevação da dureza superficial do material. Esse resultado era esperado, pois uma das características da camada de fase-S é sua elevada dureza (DONG, 2010). As amostras que sofreram o tratamento de nitretação a 400 °C foram as que apresentaram a maior dureza.

4.3 MICROABRASÃO

O comportamento das diferentes amostras da superliga Co-30Cr-19Fe é apresentado nos resultados dos ensaios de microabrasão, a seguir. A partir da medida da calota gerada na amostra no decorrer do teste, obteve-se a variação do coeficiente de desgaste com a distância de deslizamento, interrompendo-se o ensaio quando as 4 últimas medidas do coeficiente de desgaste apresentaram erros relativos inferiores a 7%, conforme Figura 34. Abaixo ensaio realizado em amostra solubilizada com abrasivo sílica.

Figura 34 - Coeficiente de desgaste em ensaio de microabrasão da superliga Co-30Cr-19Fe em função da distância de deslizamento – abrasivo SiO₂.



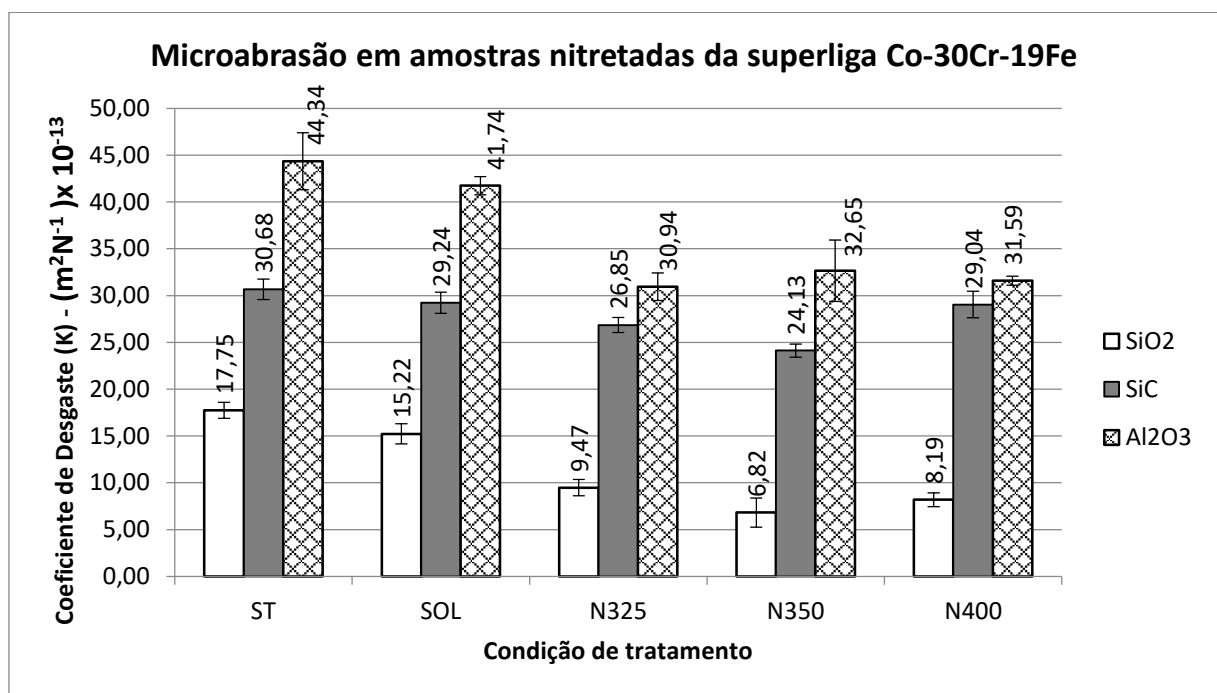
Fonte: Autor, 2017.

Para a amostra solubilizada, usando abrasivo sílica, observa-se que o coeficiente de desgaste tende a se estabilizar em torno de 22,34 metros, atingindo o estado *running-in* (regime de estado permanente de desgaste) em uma distância de deslizamento de 31,9 m, onde obteve-se do experimento um coeficiente de desgaste de $14,92 \times 10^{-13}$.

$\text{m}^3(\text{N.m})^{-1}$ correspondente a um volume desgastado de $1,43 \times 10^{-11} \text{ m}^3$ durante o ensaio.

A Figura 35 mostra que o tratamento de solubilização levou à uma pequena redução no coeficiente de desgaste quando comparada à amostra sem tratamento, mas não muito significativa.

Figura 35 - Ensaio de microabrasão da superliga Co-30Cr-19Fe – Coeficiente de desgaste médio com abrasivos SiO_2 , SiC e Al_2O_3 .



Fonte: Autor, 2017.

Após realização dos ensaios de microabrasão nas amostras nitretadas, em todas as condições de tratamento nota-se que a formação de fase-S nas superfícies nitretadas contribuíram para um aumento da resistência ao desgaste. Os menores valores dos coeficientes de desgaste médio, em geral, mesmo que suavemente, foram observados para as amostras N350, ou seja, as que foram submetidas a tratamento de nitretação a plasma por 20h, na temperatura de 350 °C, exceto quando usado abrasivo Al_2O_3 . Usando este último abrasivo, observou-se nos ensaios um maior coeficiente de desgaste em relação aos obtidos com SiO_2 e SiC, em geral, para as diferentes condições de tratamento, que pode ser explicado pela maior severidade da

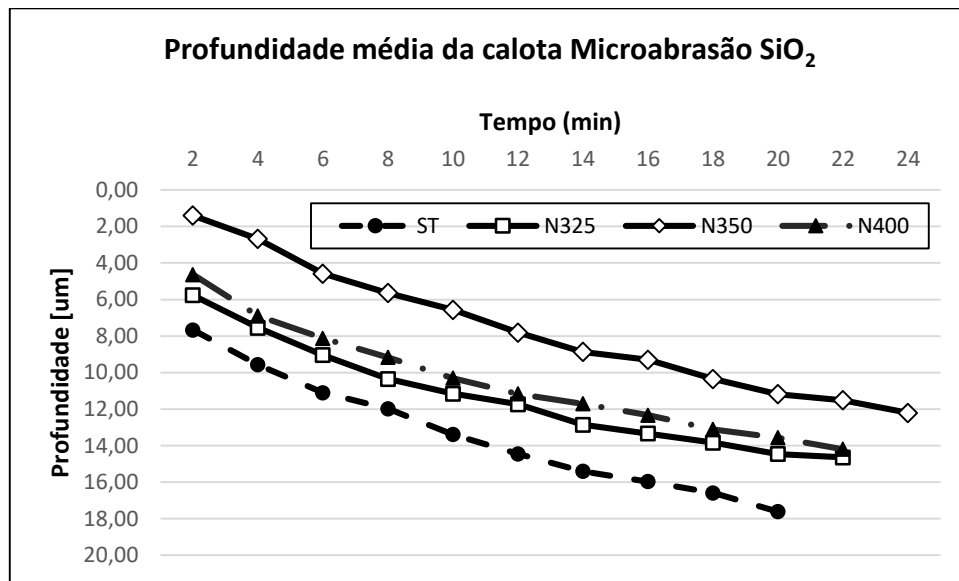
alumina, devido às características das partículas abrasivas, principalmente o maior tamanho médio. Ao fim dos ensaios microabrasivos, obteve-se os menores valores de coeficiente de desgaste para amostra N350, usando abrasivos SiO_2 e SiC , respectivamente $6,82 \times 10^{-13} \text{ m}^3(\text{N.m})^{-1}$ e $24,13 \times 10^{-13} \text{ m}^3(\text{N.m})^{-1}$, conforme Figura 35.

Amostras N400 apresentaram coeficiente de desgaste levemente superior à N350, apesar de possuir maiores espessura e dureza, observando-se que nem sempre o aumento da dureza da superfície implica um incremento da resistência ao desgaste do material. A amostra N400 apresentou o maior desgaste dentre as amostras nitretadas nos ensaios com SiC . Vieira (2017) indica que a presença de nitretos pode ter gerado microtrincas permitindo a ocorrência de mecanismos frágeis no ensaio.

Os coeficientes de desgaste das amostras que receberam o tratamento de nitretação a plasma se mostraram bem próximos, demonstrando que a interferência da camada de fase-S na resistência ao desgaste foi apenas parcial. Isso também pode ser explicado devido às espessuras de camadas de fase-S formadas serem pequenas, e o ensaio ter ultrapassado o limite da camada nitretada.

Na Figura 36 observa-se a diferença entre as condições de nitretação nos ensaios de microabrasão com SiO_2 quanto à profundidade média da calota no decorrer do ensaio. A medida da profundidade foi obtida indiretamente a partir da medida do diâmetro da calota de desgaste, manipulando-se a equação 3.

Figura 36 - Profundidade da calota no decorrer do ensaio microabrasivo com SiO₂.

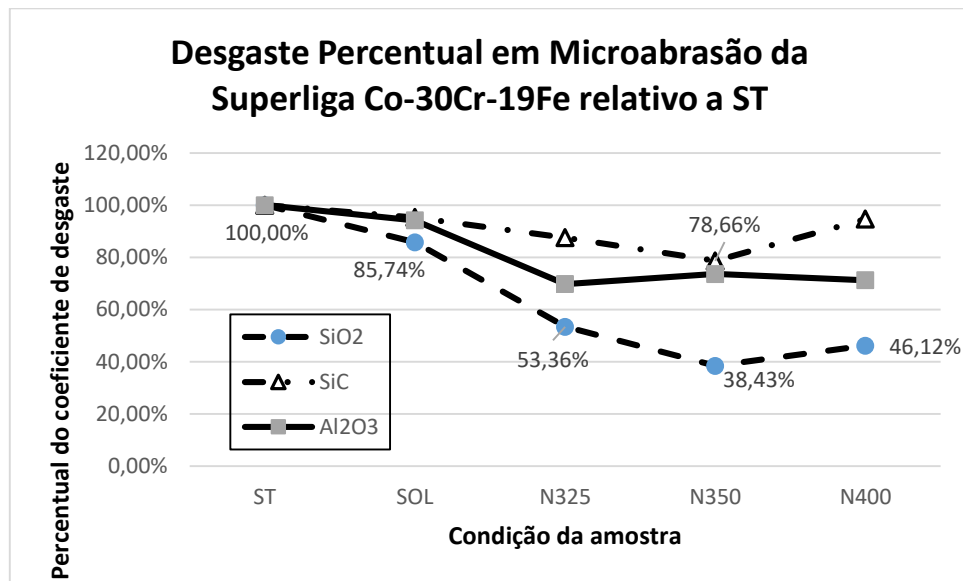


Fonte: Autor, 2017.

Observa-se que para amostras N325 que o ensaio já ultrapassa a fina espessura de camada nitretada (1 µm) logo no início do ensaio, assim como para N350 (2 µm) que atinge o substrato já antes de 4 minutos de teste. A amostra N400 que apresentou a maior espessura média de 6 µm também ultrapassa a espessura limite da camada aos 4 minutos de ensaio.

Uma avaliação comparativa do percentual do coeficiente de desgaste em relação às amostras sem tratamento é ilustrada na Figura 37 a seguir. Os ensaios de microabrasão indicaram que todas as condições de nitretação reduziram o valor do coeficiente de desgaste, sendo um dado relevante que no ensaio com abrasivo sílica para amostra N350 essa queda chegou a aproximadamente 61,57%, ou seja, o desgaste da amostra correspondeu a apenas 38,43% do desgaste sofrido nos corpos de prova ensaiados sem tratamento.

Figura 37 - Percentual do Coeficiente de Desgaste relativo à amostra sem tratamento.

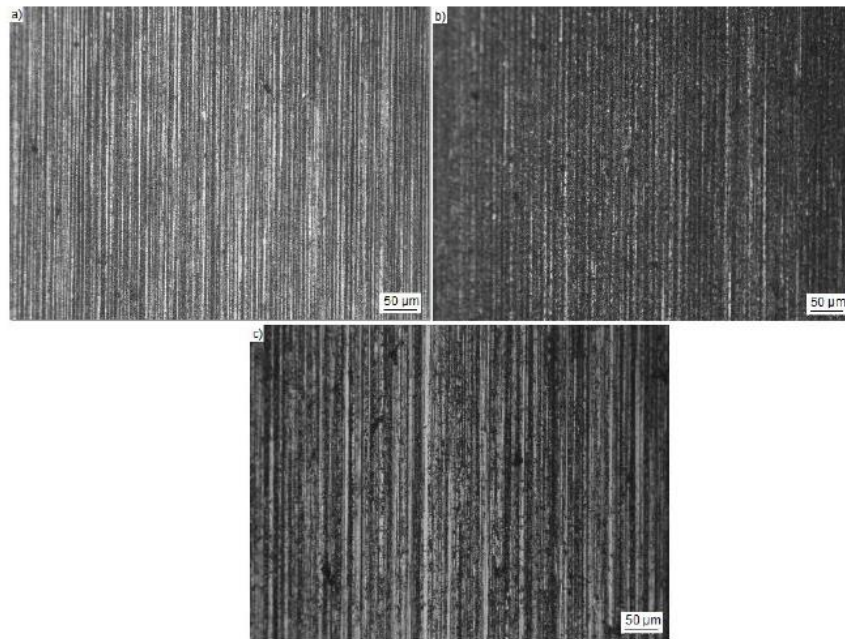


Fonte: Autor, 2017.

Nos ensaios com SiC, ocorreu uma menor redução percentual do coeficiente de desgaste, mas ainda significativa (cerca de 13%) e as três condições de nitretação apresentaram resultados bem próximos quanto ao coeficiente de desgaste, que se explica pelas partículas abrasivas mais duras e mais pontiagudas dentre os abrasivos utilizados.

Após o ensaio de microabrasão, realizou-se a captura de imagens das calotas para avaliar o mecanismo principal de desgaste, após 20 minutos de ensaio correspondentes a uma distância de deslizamento de cerca de 31,9 metros (400 rpm), para as amostras após tratamento de solubilização, conforme Figura 38, para observação do mecanismo de desgaste.

Figura 38 - Imagem dos centros das calotas após 20 min do ensaio de microabrasão da amostra SOL para os abrasivos: (a) SiO_2 ; (b) SiC e (c) Al_2O_3 .



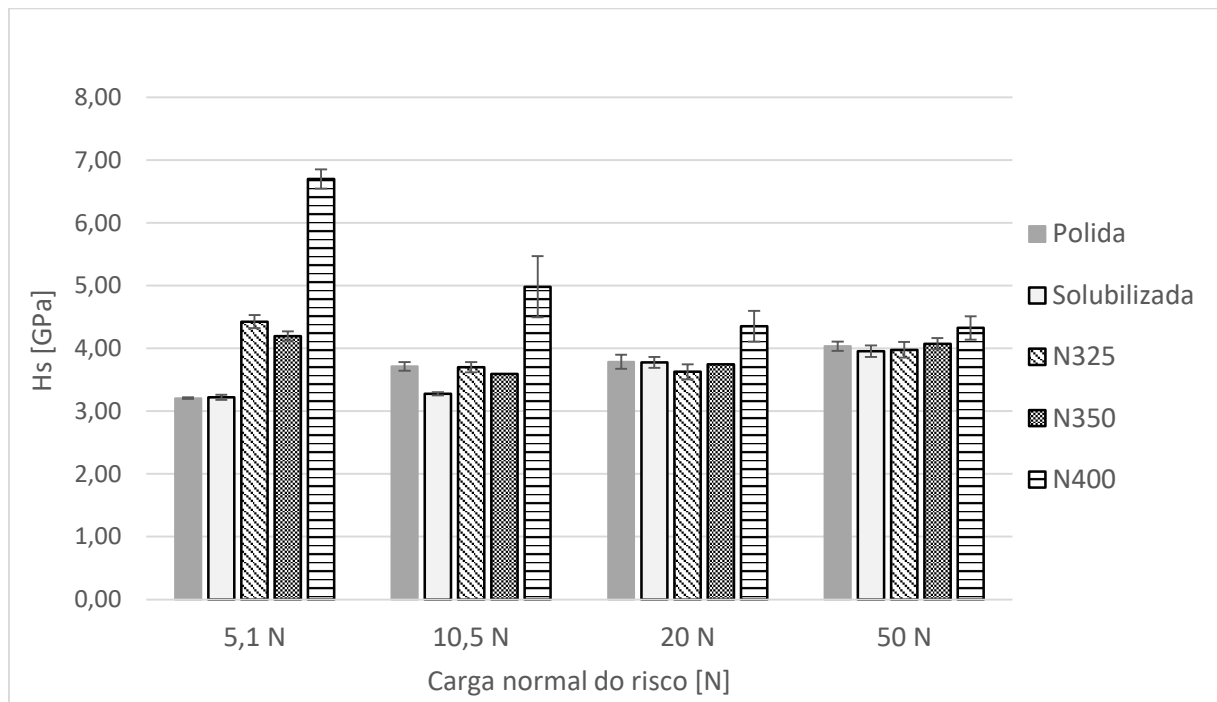
Fonte: Vieira, 2017.

Conforme conclusões de Vieira (2017) e estudos de Trezona (1999), observa-se o mecanismo de abrasão a dois corpos predominante, visualizando-se nitidamente as linhas de riscamento características do processo.

4.4 ESCLEROMETRIA RETILÍNEA

Após a medição das larguras dos riscos, calculou-se a dureza ao risco para cada amostra. A Figura 39 apresenta os resultados da dureza ao risco para cada condição, ou seja, amostras tratadas e não tratadas.

Figura 39 - Dureza ao risco das diferentes condições de tratamento.



Fonte: Autor, 2017.

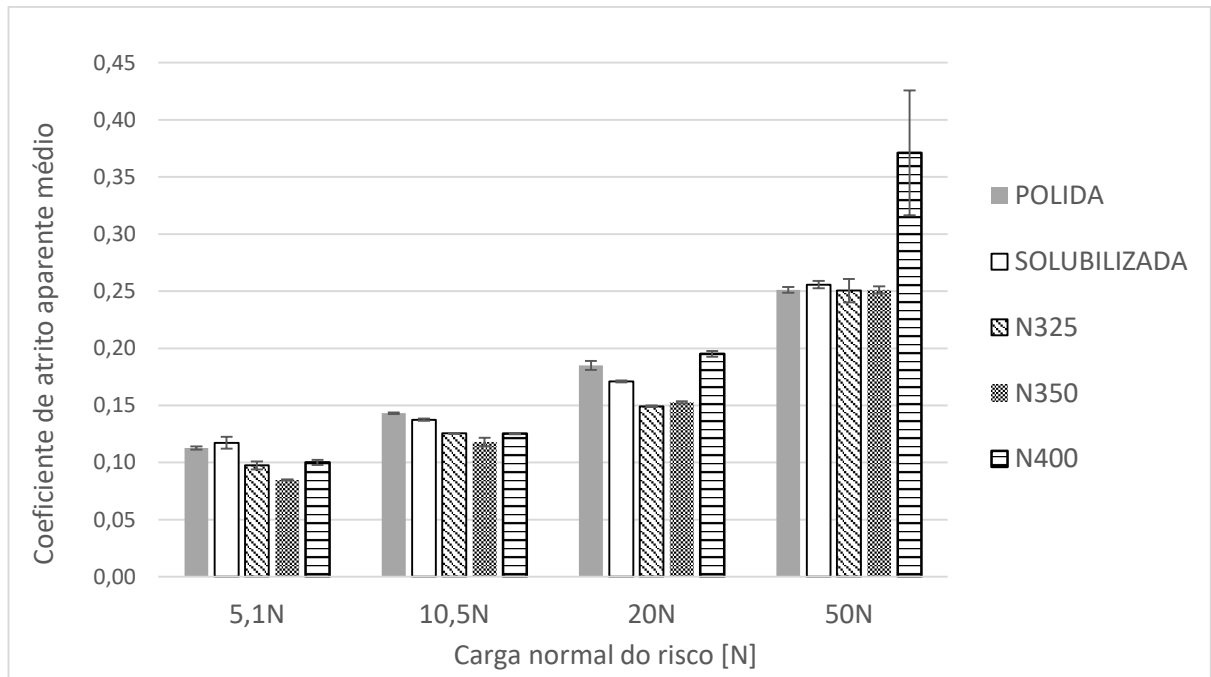
Os resultados indicaram que o tratamento de solubilização proporciona uma pequena redução na dureza ao risco, comparando-se com a sem tratamento. No risco com carga de 10,5 N a redução foi mais notada. O tratamento de solubilização proporciona um aumento de ductilidade no material (GIACCHI *et al.*, 2012), dessa forma, pode ter influenciado na queda da dureza ao risco.

Nota-se que o tratamento de nitretação influenciou positivamente na dureza ao risco. Esse resultado é melhor observado no risco de carga de 5,1N. A amostra N400, que apresenta maior espessura da camada de fase-S, tem maior dureza ao risco, um dos motivos para esse resultado é devido a característica da camada de fase-S formada, ou seja, a sua elevada dureza.

Observa-se que com o aumento da carga, as durezas ao risco de todas as amostras tendem a se igualar. Uma possível explicação é que em cargas elevadas a profundidade de penetração do indentador ultrapassa a espessura da camada de fase-S. Com isso há maior influência do material do substrato. Dessa maneira, é possível observar com mais facilidade a influência da camada de fase-S na dureza ao risco com a utilização de baixas cargas.

A Figura 40 apresenta os valores médios de coeficiente de atrito aparente para cada condição.

Figura 40 - Valores médios de coeficiente de atrito aparente dos riscos.



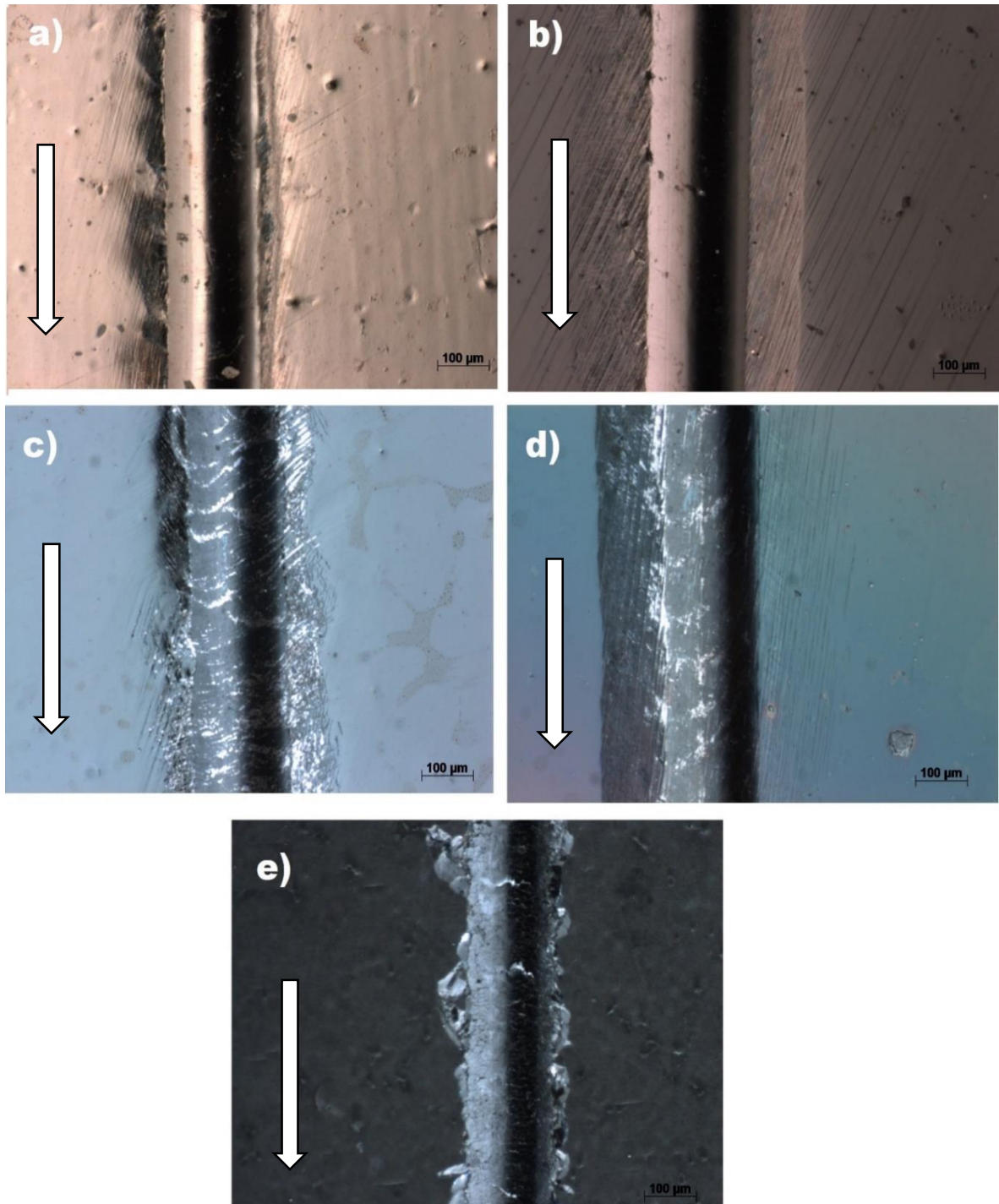
Fonte: Autor, 2017.

É possível perceber que com o aumento da carga o coeficiente de atrito aparente médio também aumenta para todas as condições. Segundo Ferreira (2010), o aumento do coeficiente de atrito com a carga está associado ao aumento da deformação plástica. Além disso, o aumento da profundidade de penetração resultará em maior grau de encruamento, e consequentemente em maiores forças de deformação.

As amostras que sofreram o tratamento de nitretação apresentaram menores coeficientes de atrito aparente nos riscos de cargas de 5,1 ,10,5 e 20N, comparada as demais. No risco de 50N os coeficientes de atrito de cada condição se aproximam, exceto a amostra N400. A Figura 41 mostra regiões dos riscos de 50N para cada amostra, a seta indica o sentido do deslizamento. Nota-se um comportamento diferente para amostra N400, o risco aparenta apresentar trincas nas laterais e nos centros do sulco do risco, diferente dos outros, isso pode ser um indício da existência

de micromecanismo frágil nessas amostras, o que pode ter influenciado nos valores de coeficiente de atrito aparente médio nessas amostras.

Figura 41 - Regiões dos riscos de carga 50N. a) Sem tratamento; b) Solubilizada; c) N325; d) N350; e) N400.



Fonte: Autor, 2017.

5. CONCLUSÃO

Através dos ensaios de esclerometria retilínea notou-se que o tratamento de solubilização na liga do sistema Co-Cr-Fe não proporcionou alterações significantes na dureza aos riscos e no coeficiente de atrito aparente quando comparada a amostras sem tratamento. Houve somente uma pequena redução nessas propriedades nas amostras solubilizadas.

Nas amostras que sofreram tratamento de nitretação a camada de Fase-S promoveu aumento na dureza ao risco. A amostra tratada a 400°C teve a maior dureza ao risco. Notou-se também que em riscos de menores cargas as diferenças dos resultados eram mais acentuadas entre as amostras, dessa forma, conclui-se que a utilização de riscos com baixa carga é melhor para identificação das alterações das propriedades sofridas após os tratamentos, pois assegura-se que espessura da camada de fase-S não seja ultrapassada pela indentação do risco.

A nitretação também influenciou na queda do coeficiente de atrito aparente, a amostra nitretada a 350°C obteve os menores valores. Nos riscos de 5,1 e 10,5N esses valores reduziram mais em comparação com outras amostras.

Os ensaios de microabrasão indicam que o tratamento de solubilização propiciou uma redução no coeficiente de desgaste, que pode ter sido motivada pela presença de uma microestrutura de carbonetos mais uniforme nas amostras. Entre as condições de tratamento, todas reduziram a taxa de desgaste nos ensaios microabrasivos, sendo que as amostras N350 demonstraram nos ensaios que a nitretação foi mais efetiva, tendo colaborado com reduções de coeficiente de desgaste de até 62% quando comparadas às amostras sem nenhum tratamento em ensaios com sílica.

6. SUGESTÕES TRABALHOS FUTUROS

Para melhor identificação das características da camada de fase-S, sugere-se realizar ensaios de esclerometria com cargas mais baixas, por exemplo, 0,2 N; 0,5 N; 1 N; a fim de estudar somente a camada sem a influência do substrato.

A utilização de outros indentadores na configuração dos ensaios de risco possibilita obter mais informações.

A utilização do equipamento perfilômetro permite calcular o coeficiente de desgaste por perfilometria 3D e comparar com os resultados obtidos por microscopia ótica.

O uso de nanodurômetros pode permitir estudar somente a camada nitretada sem a influência do substrato.

A utilização do MEV permite obter mais informações, para caracterização do micromecanismo de desgaste, como presença de trincas, profundidade de camada, entre outros, que podem indicar variações nos resultados dos coeficientes de desgaste calculados nos ensaios de microabrasão.

REFERÊNCIAS

ALVES JR, C. **Nitretação a Plasma** – Fundamentos e Aplicações. UFRN. Natal, 2010.

ASTM G 171-03 - **Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus**. 2009.

BRAGATTO JÚNIOR, L. **Avaliação comportamento mecânico e tribológico através de ensaios de esclerometria retilínea de superligas de cobalto**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Espírito Santo. Vitória, 2016.

BUHAGIAR, JOSEPH. **Plasma Surface Engineering and Characterisation of Biomedical Stainless Steels**. 2008. A thesis submitted to The University of Birmingham for the degree of doctor of philosophy.

BULSARA, V. H. *et al.*: ASM Handbook; **Mechanical Testing and Evaluation: Scratch Testing**. 2 ed. Ohio: ASM International, 2000. 2235 p. (Vol. 8), pp. 676-694.

BHUSHAN, Bharat. **Modern Tribology Handbook**. Principles of Tribology. Vol.1. Boca Raton: CRC Press, 2001.

CAMPBELL, F. C. **Manufacturing technology for aerospace structural materials**. 1 ed. Great Britain: Elsevier, 2006. p. 213-225.

CETR-UMT & CETR- APEX. **Multi-Specimen Test System – User Manual**, 2009.

CHAPMAN, B. N. **Glow discharge processes**: Sputtering and plasma etching. New York (USA): John Wiley & Sons, p. 105-178, 1980.

CHIAVERINI, Vicente. **Tecnologia Mecânica: Processos de Fabricação e Tratamento**. Vol.II - 2. ed. – São Paulo: McGraw-Hill, 1986.

CHRISTIANSEN, T.; SOMERS, M. **Low temperature gaseous nitriding and carburising of stainless steel**. Surface Engineering, v. 21(5-6), p.445-455, 2005.

DAVIS, J. R. (Ed.). **ASM Specialty Handbook - Nickel, Cobalt, and their alloys**. ASM International, 2000.

DEAL, A.; OTHON, M.; TARTE, L. L.; MORRA, M. Tensile property investigation of cast and wrought Co-Cr-Fe. **Microsc Microanal** **13 (Suppl 2)**, p. 942-943, 2007.

DONACHIE, M. J.; DONACHIE, S. J. **Superalloys: A Technical guide**. 2a Edição. ed.ASM International, 2002.

DONG, H. **S-phase surface engineering of Fe–Cr, Co–Cr and Ni–Cr alloys**. International Materials Reviews, v. 55, n. 2, p. 65-98, Mar. 2010.

DOBBS, H. S.; ROBERTSON, J. L. M. **Heat treatment of cast Co-Cr- Mo for orthopaedic implant use**. Journal of Materials Science, v. 18, p. 391-401, 1983.

FERREIRA, F. M. **Avaliação tribomecânica via esclerometria retilínea e indentação instrumentada do aço ABNT 8550**. 2010. 119 p. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

FRANCO JÚNIOR, A. **Obtenção de revestimentos dúplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13**. 196 p. Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

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

GIACCHI, J. V.; FORNARO, O.; PALACIO, H. Microstructural evolution during solution treatment of Co–Cr–Mo–C biocompatible alloys. **Materials Characterization**, v. 68, p.49-57, 2012.

HOKKIRIGAWA, K.; KATO, K.. An experimental and theoretical investigation of ploughing, cutting and wedge formation during abrasive wear. **Wear**, Sendai, v. 21, p.51-57, fev. 1988, Elsevier

HUTCHINGS, Ian M. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials**. Boca Raton: CRC Press, 1992.

JACOBSSON, S. *et al.*: **ASM Handbook; Friction, Lubrication and Wear Technology: Scratch Testing**. 2 ed. Ohio: ASM International, 2000. 2235 p. (Vol. 18), pp. 820-837.

LIU, R. **Surface Modification of ASTM F-1537 Co-Cr alloy by low temperature plasma surface alloying**. 108 p. Thesis for the degree of Master of Research - University of Birmingham, Birmingham, 2013.

LOZZER, A. M. **Microabrasão De Compósitos De Matriz Metálica A Base De Tungstênio Empregados Em Coroas De Perfuração Utilizadas Em Sondagem Mineral**. 2008. 93 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória.

MARQUES, F. P. **Comportamento tribológico em microabrasão de superligas de cobalto**. 2015. 104 f. Tese (Doutorado) – Engenharia metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015.

MARQUES, Flavio P. **Comportamento tribológico de três superligas de cobalto em ensaios de microabrasão**. São Paulo, 2017.

MOREIRA, Marcelo F. **Materiais de Construção Mecânica**. ETM, 2005.

C. PFOHL, K.-T. RIE, **Plasma duplex treatment of stellite**. Elsevier Science, 2001.

REED, R. C. **The Superalloys: Fundamentals and Applications**. Cambridge: Cambridge University Press, 2006.

RITONI, Márcio; MEI, Paulo Roberto; Martins, Marcelo. **Efeito do tratamento térmico de solubilização na microestrutura e nas propriedades de impacto do aço inoxidável superaustenítico ASTM A 744 Gr. CN3MN**, 2010. Vol.63, n.1, pp.13-20.

SHIPWAY, P.H. **The role of test conditions on the microabrasive wear behaviour of soda-lime glass**.

SHIPWAY, P. H.; HODGE, C. J. B. Microabrasion of glass - the critical role of ridge formation. **Wear**, v. 237, p. 90-97, 2000.

STACHOWIAK, Gwidon W. **Wear – Materials, Mechanisms and Practice**. Tribology in practice series, 2006.

STELLITE 250 – DELORO TECHNICAL DATA, Catálogo da Deloro, Germany, 2015.

STOLOFF, N. S. **ASM Handbook: Properties and selection - irons steels and high performance alloys**. ASM International, 1990.

SOUZA, Eliane C. N. **Carbonitretação a plasma da superliga Co-30Cr-19Fe em gaiola catódica**. IFES, 2016.

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**. Elsevier Science S.A., 1999.

TSCHIPTSCHIN, A. P.; PINEDO, C. E. **Estrutura e propriedades do aço inoxidável austenítico AISI 316L Grau ASTM F138 nitretado sob plasma à baixa temperatura**. Revista Escola de Minas, v. 63, n. 1, p. 137-141, Mar. 2010.

VARANO, R.; BOBYN, J. D.; MEDLEY, J. B.; Yue, S. Does alloy heat treatment influence metal-on- metal wear. **49th Annual Meeting of the Orthopaedic Research Society**, Poster #1399, 2003.

VIEIRA, L. Belichi, **Análise do comportamento tribológico em ensaios de microabrasão da superliga de cobalto Co-30Cr-19Fe nitretada a plasma**. UFES, 2017.

ZHANG, S.; ZHAO, D. **Aerospace materials handbook**. CRC Press, 2013.

ZUM GAHR, K. H. **Microstructure and wear of materials**. Tribology series, Amsdertã, v. 10, 1987.