

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA  
CURSO DE ENGENHARIA INDUSTRIAL MECÂNICA

RAFAEL AMBOSS PINTO  
VANESSA HUNGRIA

**DESGASTE POR DESLIZAMENTO DA CAMADA MARTENSÍTICA  
OBTIDA POR MEIO DO SHTPN NO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO  
AISI 409**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CURITIBA

2013

RAFAEL AMBOSS PINTO

VANESSA HUNGRIA

**DESGASTE POR DESLIZAMENTO DA CAMADA MARTENSÍTICA  
OBTIDA POR MEIO DO SHTPN NO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO  
AISI 409**

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do curso de Engenharia Industrial Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina.

Orientador: Prof. Dr. Paulo César Borges

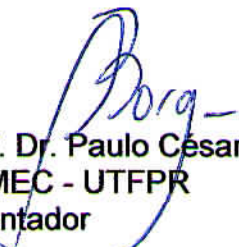
Co-orientador: Prof. Dr. Giuseppe Pintaúde

CURITIBA

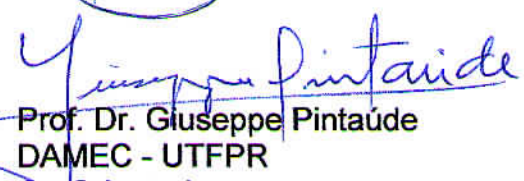
2013

## TERMO DE APROVAÇÃO

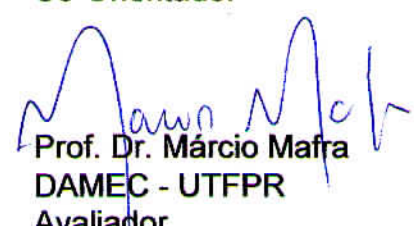
Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa “DESGASTE POR DESLIZAMENTO DA CAMADA MARTENSÍTICA OBTIDA POR MEIO DO SHTPN NO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO AISI 409”, realizada pelos alunos Rafael Amboss Pinto e Vanessa Hungria, como requisito parcial para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Industrial Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.



Prof. Dr. Paulo César Borges  
DAMEC - UTFPR  
Orientador



Prof. Dr. Giuseppe Pintaúde  
DAMEC - UTFPR  
Co-Orientador



Prof. Dr. Márcio Mafrá  
DAMEC - UTFPR  
Avaliador



Prof. Dr. Carlos Henrique da Silva  
DAMEC - UTFPR  
Avaliador

Curitiba, 06 de maio de 2013

## **AGRADECIMENTOS**

Agradecemos ao Professor Paulo César Borges, pela disposição em orientar esse trabalho e por toda a ajuda e suporte, sempre compreensivo com os erros, vibrante com os bons resultados e motivador.

Ao Professor Giuseppe Pintaúde, pela co-orientação, pelo entusiasmo com o projeto e pela disposição constante em ajudar com fornecimento de informações e conhecimento.

Ao Professor Júlio César Klein das Neves, pela ajuda na utilização do microscópio eletrônico de varredura (MEV) da UTFPR e também pela disposição constante para qualquer suporte.

Ao Técnico de Laboratório Alexandre José Gonçalves pela instrução sobre máquina de corte de amostras e politriz automática.

Ao Eng. Ronan Luis Pedroso Figueiredo, e à empresa Tuper Exhaust Systems, pela doação de material.

Ao Professor César Lúcio Molitz Allenstein e à empresa Spectroscan pela análise de composição química.

Ao Eng. Murilo Olenik e à empresa Artis Matriz pela retificação das amostras permitindo o cuidado necessário para remoção da quantidade certa de material.

Ao Eng. Alex Pizzatto, pela indicação da empresa de retificação e pela ajuda irrestrita para a utilização do microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Ao Eng. Marcelo Silvestrin e à empresa Robert Bosch Ltda. pela compreensão com as saídas fora de horário e pela disponibilização do MEV.

À aluna Blancaliz Higashino, ao Laboratório de Metrologia e Qualidade da UTFPR e ao Professor Walter Luis Mikos pela realização das medições no Rugosímetro 3D e outras medições essenciais ao projeto.

Ao mestrando Roberto Luís de Assumpção, pela ajuda na parte operacional dos tratamentos térmicos e pelas boas discussões sobre nossos projetos.

Ao aluno de Iniciação Científica Vitor de Andrade Martinez pela ajuda na parte operacional e fabricação da base para nitretação e a Thomas Andreas Westphal pela usinagem da peça.

Aos nossos pais, pela motivação e suporte familiar incondicional, permitindo que nos dediquemos ao projeto sem outras preocupações maiores.

A Deus, pela disposição de ir até o fim com esse projeto.

“Perhaps the most misleading comment in the Mechanics of Tribology relating to the instant of contact is, ‘And there is adhesion’, apparently implying bonding of uniformly high strength over the entire contact area. It is not that simple in the vast majority on contacting events. Ever-present but ill-defined adsorbed gases and contaminants, as well as the directional properties of atomic bonds, limit attachment strength to low values.”

Kenneth C. Ludema

## RESUMO

HUNGRIA, Vanessa; PINTO, Rafael Amboss, **Desgaste por deslizamento da camada martensítica obtida pelo SHTPN no aço inoxidável ferrítico AISI 409**, 2013, 99f, Monografia (Graduação em Engenharia Industrial Mecânica) – Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2013.

Seguindo linha de pesquisa em desenvolvimento no *Grupo de Materiais, Tribologia e Superfícies* (GrMaTS), este trabalho tem como objetivo estudar o efeito da camada martensítica obtida por meio do Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação a Plasma (SHTPN – *Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*) no comportamento tribológico do aço inoxidável ferrítico AISI 409. O objetivo do SHTPN é a adição de nitrogênio em solução sólida na superfície, o que aumenta o teor de  $Ni_{eq}$  do aço, com conseqüente formação de austenita durante a solubilização e de martensita após o resfriamento. Foram ensaiadas amostras nas condições: de fornecimento (microestrutura ferrítica); nitretada (com camada de compostos); após SHTPN (martensita não revenida); e SHTPN mais quatro temperaturas de revenimento da martensita. Foram realizados ensaios sob movimento recíproco e carga de 5N com registro do coeficiente de atrito, caracterização dos mecanismos de desgaste por *Microscopia Eletrônica de Varredura* (MEV) e medição da profundidade das pistas por rugosímetro 3D. As variáveis de saída do ensaio tribológico e os mecanismos de desgaste foram correlacionados com a dureza de topo e perfil de dureza. A condição apenas nitretada apresentou menor profundidade de desgaste. O comportamento tribológico do revenimento à maior temperatura foi similar ao estado de fornecimento, com predominância de desgaste adesivo. Todas as outras condições apresentaram comportamento melhor que o estado de fornecimento, com mecanismos predominantes transitando entre abrasão e adesão.

**Palavras-chave:** Modificação de superfície, aço inoxidável ferrítico, martensita de nitrogênio, SHTPN, desgaste por deslizamento.

## ABSTRACT

HUNGRIA, Vanessa; PINTO, Rafael Amboss, **Sliding wear of the martensitic layer obtained through SHTPN on ferritic stainless steel AISI 409**, 2013, 99f, Monografia (Graduação em Engenharia Industrial Mecânica) – Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2013.

In the sequence of the research line being developed in the GrMaTS Laboratory (*Grupo de Materiais, Tribologia e Superfícies*), this project aims to study the effect of the martensitic layer obtained through the Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding (SHTPN) on the tribological behavior of ferritic stainless steel AISI 409. The purpose of SHTPN is to add nitrogen in solid solution at the surface, which increases the amount of  $N_{eq}$  in the steel and therefore causes austenite formation during the solubilization and martensite formation after quenching. Tests were performed with the following samples: supply condition (ferritic microstructure); nitrided (with compound layer); after SHTPN (non-tempered martensite); and four martensite tempering temperatures after SHTPN. Reciprocating sliding wear tests were carried out under 5N load with coefficient of friction record, characterization of wear mechanisms through *Scanning Electron Microscope* (SEM) and wear track depth measurement through 3D rugosimeter. Tribological tests output data and wear mechanisms were correlated with hardness profile and top hardness. The nitrided condition presented the lowest wear depth. Sample with the highest tempering temperature revealed tribological behavior similar to the supply condition, with predominant adhesive mechanism in both cases. All the other conditions improved the wear behavior compared to supply condition, with the main wear mechanisms transiting from abrasion to adhesion.

**Keywords:** Surface enrichment, ferritic stainless steel, nitrogen martensite, SHTPN, sliding wear.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

|   |    |
|---|----|
| Figura 1 – Influência da velocidade de deslizamento e da carga normal aplicada no comportamento do desgaste por deslizamento.....   | 17 |
| Figura 2 – Mapa dos modos de desgaste para aços deslizando ao ar sem lubrificação em configuração pino contra disco.....  | 18 |
| Figura 3 – Proposta de desgaste por deslizamento severo. ....   | 21 |
| Figura 4 – Influência do desgaste abaixo da superfície. ....  | 22 |
| Figura 5 – Configurações de ensaio de desgaste por deslizamento simétricas.....   | 24 |
| Figura 6 – Configurações de ensaio de desgaste por deslizamento assimétricas. ...   | 24 |
| Figura 7 – Contatos conformes e não conformes.....  | 25 |
| Figura 8 – Curva de revenido para o aço AISI 430 após HTGN.....   | 35 |
| Figura 9 – Microestrutura do aço AISI 409 no estado de fornecimento, perpendicular à direção de laminação. (ataque: Vilella) .....  | 37 |
| Figura 10 – Diagrama de Schaeffler mostrando o ponto no qual se encontra o aço AISI 409 no estado de fornecimento e a possibilidade de obtenção de martensita após o SHTPN..... | 38 |
| Figura 11 – Reator de Plasma da UTFPR.....  | 40 |
| Figura 12 – Posicionamento das amostras no reator de plasma sobre a base de AISI 304 e abaixo da saída de gases. ....   | 41 |
| Figura 13 – Ciclo térmico de nitretação.....  | 42 |
| Figura 14 – Posicionamento das amostras antes do tratamento térmico de solubilização.....   | 43 |
| Figura 15 – Montagem das amostras para solubilização no forno EDG. ....   | 44 |
| Figura 16 – Ciclo térmico do tratamento de solubilização. ....  | 44 |
| Figura 17 – Ciclo térmico dos tratamentos de revenimento a 300°C, 400°C, 500°C e 600°C.....   | 45 |
| Figura 18 – Montagem do tribômetro para os ensaios. ....  | 48 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 19 – Pistas de ensaio na amostra utilizada em T2.....   | 49 |
| Figura 20 – Superfície da esfera de WC desgastada após ensaio em 1 pista de T3.<br>.....   | 50 |
| Figura 21 – Curvas de coeficiente de atrito para as duas pistas do ensaio T3. ....   | 51 |
| Figura 22 – Exemplo de imagem da superfície de uma pista de desgaste obtida no<br>rugosímetro 3D. ....   | 52 |
| Figura 23 – Exemplo de perfil 2D retirado da imagem obtida no rugosímetro 3D<br>utilizado para avaliar a profundidade da pista de desgaste (Pt).....   | 53 |
| Figura 24 – Perfis de microdureza obtidos após as nitretações N1 e N2.....   | 54 |
| Figura 25 – Metalografia após nitretações N1 (esquerda) e N2 (direita). (Ataque:<br>Vilella) .....   | 55 |
| Figura 26 – Perfis de microdureza da camada martensítica obtida após etapa de<br>solubilização do tratamento de SHTPN para as condições de nitretação N1 e<br>N2. ....                                       | 56 |
| Figura 27 – Microestrutura resultante do processo de SHTPN.....  | 57 |
| Figura 28 – Perfis de microdureza para as amostras após SHTPN e revenimentos a<br>300°C, 400°C, 500°C e 600°C. ....  | 58 |
| Figura 29 – Curva de revenido para a superfície para condições a 300°C, 400°C,<br>500°C e 600°C, mostrando também a condição sem revenido (NS). ....   | 58 |
| Figura 30 - Curvas de revenido para dureza de topo e profundidades de 100µm e<br>300 µm. ....  | 59 |
| Figura 31 – Microestrutura resultante do revenimento a 300°C.....  | 60 |
| Figura 32 - Microestrutura resultante do revenimento a 400°C.....  | 60 |
| Figura 33 - Microestrutura resultante do revenimento a 500°C.....  | 61 |
| Figura 34 - Microestrutura resultante do revenimento a 600°C.....  | 61 |
| Figura 35 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade<br>(direita) da pista de desgaste na amostra do estado de fornecimento.<br>Mecanismo predominante: desgaste adesivo. .... | 65 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 36 - Ampliação da região lateral da pista, mostrando a deformação plástica na amostra F.....  | 65 |
| Figura 37 - Imagem do Rugosímetro 3D de uma das pistas de desgaste na amostra F.....   | 66 |
| Figura 38 – Perfil longitudinal da pista de desgaste na amostra F.....   | 66 |
| Figura 39 – Gráfico de coeficiente de atrito por tempo de ensaio mostrando a maior variação desse parâmetro para a amostra no estado de fornecimento em relação à nitretada. ....                      | 67 |
| Figura 40 - Imagem do Rugosímetro 3D de uma das pistas de desgaste na amostra N. ....  | 68 |
| Figura 41 – Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra nitretada. Mecanismo predominante: polimento.....                         | 69 |
| Figura 42 – Microscopia eletrônica de varredura da borda da pista de desgaste na amostra nitretada com maior ampliação mostrando a formação de trincas. ....   | 70 |
| Figura 43 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após SHTPN. Mecanismo predominante: desgaste abrasivo. ....               | 71 |
| Figura 44 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após revenimento a 300°C. Mecanismo predominante: desgaste abrasivo. .... | 72 |
| Figura 45 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após revenimento a 400°C. Mecanismo predominante: desgaste abrasivo. .... | 72 |
| Figura 46 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após revenimento a 500°C. Mecanismo predominante: desgaste adesivo. ....  | 73 |
| Figura 47 – Coeficiente de atrito por tempo de ensaio para as amostras no estado de fornecimento e revenida a 600°C.....   | 74 |

- Figura 48 - Gráfico de coeficiente de atrito por tempo de ensaio mostrando a maior variação desse parâmetro para a amostra R600 em relação às amostras R300, R400 e R500. ....74
- Figura 49 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após revenimento a 600°C. Mecanismo predominante: desgaste adesivo. ....75
- Figura 50 – Ampliação da região lateral da pista, mostrando a deformação plástica na amostra R600.....76
- Figura 51 – Imagem do Rugosímetro 3D obtida na medição de uma das pistas de desgaste na amostra R600. ....76

## LISTA DE TABELAS

|  |    |
|--|----|
| Tabela 1 – Composição química do aço AISI 409.....                     | 37 |
| Tabela 2 – Parâmetros de <i>sputtering</i> e nitretação a plasma. .... | 42 |

## LISTA DE QUADROS

|  |    |
|--|----|
| Quadro 1 – Compilação das características dos ensaios tribológicos analisados. ...                       | 30 |
| Quadro 2 – Valores de Ra e Rz para todas as condições ensaiadas. ....                                    | 63 |
| Quadro 3 - Valores médios relacionados ao ensaio de desgaste para amostras em diferentes condições. .... | 64 |

## SUMÁRIO

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| <b>1</b> | <b>Introdução</b>  | <b>14</b> |
| 1.1      | Contexto do Tema   | 14        |
| 1.2      | Caracterização do Problema e Justificativa   | 14        |
| 1.3      | Objetivos  | 15        |
| <b>2</b> | <b>Fundamentação Teórica</b>   | <b>16</b> |
| 2.1      | Desgaste por deslizamento  | 16        |
| 2.2      | Ensaio de desgaste por deslizamento  | 24        |
| 2.3      | Estado da Arte: Desgaste por deslizamento em aços  | 25        |
| 2.4      | Efeito do alto teor de nitrogênio nos aços   | 31        |
| 2.5      | Processos para formação de camada de nitrogênio nos aços inoxidáveis e influência da camada na microestrutura e dureza | 31        |
| <b>3</b> | <b>Material e Métodos</b>  | <b>37</b> |
| 3.1      | Material   | 37        |
| 3.2      | Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação a Plasma (SHTPN)   | 39        |
| 3.2.1    | Nitretação a plasma  | 39        |
| 3.2.2    | Tratamento térmico de solubilização  | 42        |
| 3.2.3    | Tratamento térmico de revenimento  | 45        |
| 3.3      | Análise metalográfica  | 45        |
| 3.4      | Perfis de microdureza  | 46        |
| 3.5      | Retificação das amostras: preparo para o ensaio de desgaste  | 46        |
| 3.6      | Ensaio de desgaste   | 47        |
| 3.7      | Caracterização das superfícies   | 51        |
| 3.8      | Nomenclatura das amostras  | 53        |
| <b>4</b> | <b>Resultados</b>  | <b>54</b> |
| 4.1      | Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação a Plasma (SHTPN)   | 54        |
| 4.2      | Tratamentos térmicos de revenimento  | 57        |
| 4.3      | Preparação das amostras para ensaio tribológico  | 61        |
| 4.4      | Comportamento sob desgaste   | 63        |
| 4.4.1    | Comportamento sob desgaste para a condição de fornecimento (F)   | 64        |
| 4.4.2    | Comportamento sob desgaste para a condição nitretada (N)   | 67        |
| 4.4.3    | Comportamento sob desgaste para a condição após SHTPN (NS)   | 70        |
| 4.4.4    | Comportamento sob desgaste para as condições após revenimentos a 300°C, 400°C e 500°C (R300, R400 e R500)              | 71        |
| 4.4.5    | Comportamento sob desgaste para a condição após revenimento a 600°C (R600)   | 73        |
| <b>5</b> | <b>Conclusões</b>  | <b>77</b> |
| <b>6</b> | <b>Sugestões para trabalhos futuros</b>  | <b>80</b> |
|          | Referências  | 82        |
|          | Apêndice A – Diferenças entre Proposta e Trabalho Final  | 85        |
|          | Apêndice B – Perfis 2D das pistas de desgaste  | 87        |
|          | Apêndice C – Gráficos do coeficiente de atrito por tempo   | 94        |
|          | Apêndice D – Análise por MEV das amostras nitretadas   | 97        |

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Contexto do Tema

O efeito do teor de nitrogênio nos aços inoxidáveis vem sendo objeto de estudo de diversos autores (Borges e Rocha, 2011) (Reis, Maliska e Borges, 2007) (Reis, Maliska e Borges, 2008) (Reis, Maliska e Borges, 2011) (Bernardelli *et al.*, 2010). As vantagens do nitrogênio ao invés do carbono como elemento de liga englobam: maior solubilidade em fase sólida e forte estabilização de austenita (Simmons, 1996), melhor resistência à corrosão por *pitting* (Borges e Rocha, 2011), dureza de superfície acima da dureza do núcleo até uma profundidade de 400 $\mu$ m (Reis, Maliska e Borges, 2011), camada rica em nitretos com dureza superficial acima de 800HV (Reis, Maliska e Borges, 2008).

Desenvolvido pelo *Grupo de Materiais, Tribologia e Superfícies* (GrMaTS) da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), o Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação a Plasma (SHTPN – *Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*) tem a proposta de introduzir o nitrogênio em solução sólida nos aços. O processo consiste em duas etapas: nitretação a plasma (*PN – Plasma Nitriding*), com o objetivo de fornecer uma fonte de nitrogênio para o posterior Tratamento Térmico de Solubilização (SHT – *Solution Heat Treatment*). Para garantir a manutenção do nitrogênio em solução sólida o resfriamento é rápido (Reis, 2007). Assim, o processo visa aumentar a dureza superficial além de recuperar a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis nitretados, devolvendo o cromo, precipitado durante a nitretação, ao estado de solução sólida (Borges e Rocha, 2011).

## 1.2 Caracterização do Problema e Justificativa

Os aços inoxidáveis são frequentemente utilizados em aplicações que exigem alta resistência à corrosão e elevada dureza. Recentes estudos foram feitos sobre a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis após SHTPN (Borges e Rocha, 2011), porém o comportamento sob desgaste não foi aprofundado ainda. Esse conhecimento é necessário para se obter uma caracterização mais precisa do efeito



do SHTPN em aços inoxidáveis e fornecer maior segurança aos engenheiros ao especificar esse tratamento para aplicações que requerem longa vida sob atrito e fadiga de contato.

### **1.3 Objetivos**

O objetivo geral desse trabalho é avaliar o efeito do SHTPN no aço inoxidável ferrítico AISI 409 no comportamento sob desgaste por deslizamento.

Como objetivos específicos, tem-se:

- Obtenção de martensita de nitrogênio na superfície do aço inoxidável ferrítico AISI 409.
- Comparação entre características microestruturais e perfis de microdureza obtidos com diferentes temperaturas de revenimento do aço inoxidável ferrítico AISI 409 após SHTPN.
- Determinação do efeito do tratamento de SHTPN e da temperatura de revenimento na resistência ao desgaste em ensaio com movimento recíproco.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 Desgaste por deslizamento

De acordo com Hutchings (1992), quando duas superfícies em contato deslizam uma sobre a outra, em pelo menos uma delas é observado o fenômeno de desgaste. O desgaste é associado à perda de massa devido aos fragmentos gerados pelas asperezas em contato.

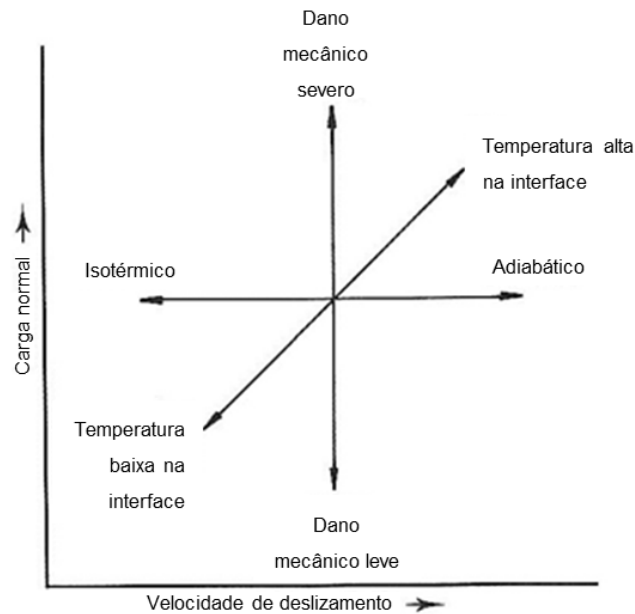
A perda de volume de um corpo devido ao desgaste pode ser quantificada de maneira simplificada pela Equação (1) de Archard (Hutchings, 1992).

$$Q = \frac{K.W}{H} \quad (1)$$

Onde Q é a perda de volume por distância de deslizamento, W é a carga aplicada, H é a dureza do material mais mole e a constante K do sistema é denominada coeficiente de desgaste. Essa constante está relacionada à severidade do desgaste do sistema e pode ser definida como a probabilidade de cada interação entre asperezas produzir uma partícula de desgaste.

A severidade do desgaste é caracterizada principalmente pelo tamanho das partículas formadas durante o processo (*debris*). Partículas usualmente entre 0,01µm e 1µm e predominantemente destacadas da camada superficial de óxido são características de desgaste moderado, enquanto que partículas metálicas bem maiores (entre 20µm e 200µm) representam o desgaste severo (Hutchings, 1992).

Durante o desgaste por deslizamento, diversos fenômenos ocorrem simultaneamente dependendo de três fatores principais: tensões mecânicas, temperatura e oxidação. Esses fatores estão interligados e podem ser influenciados tanto pela carga quanto pela velocidade de deslizamento, como representado na Figura 1.

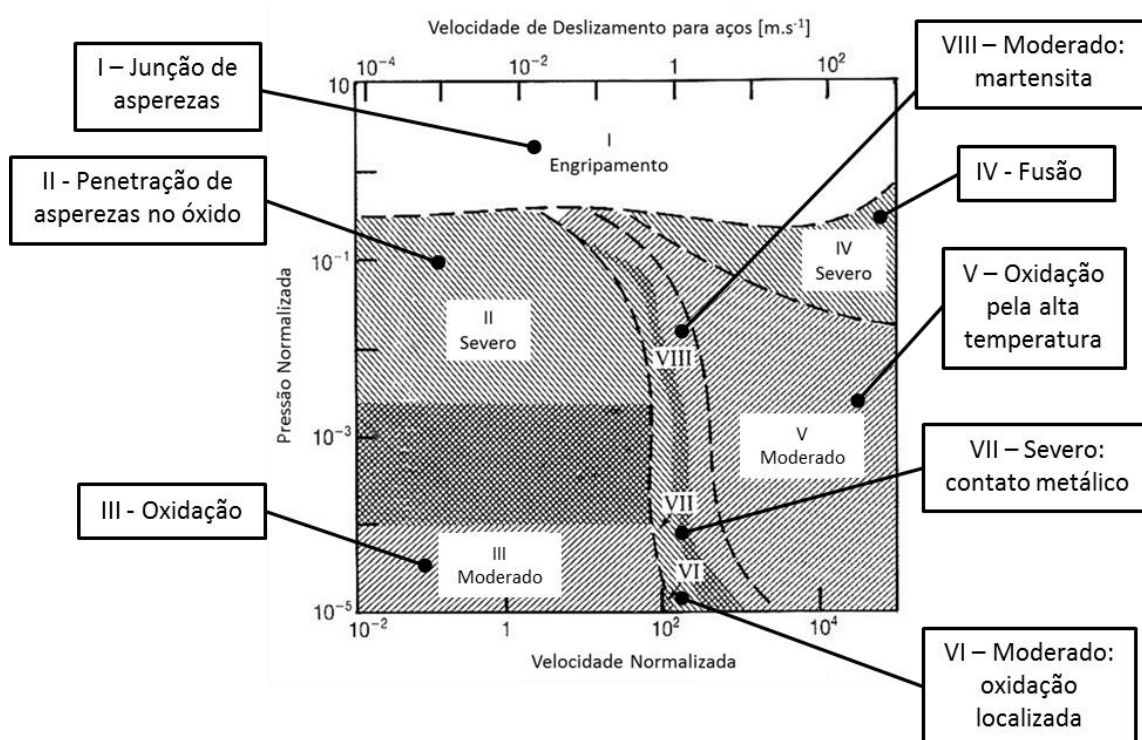


**Figura 1 – Influência da velocidade de deslizamento e da carga normal aplicada no comportamento do desgaste por deslizamento.**

**Fonte: Adaptado de Hutchings (1992)**

Cargas maiores aumentam as tensões e, portanto, a severidade do desgaste. Tanto a carga quanto a velocidade influenciam a temperatura da interface. A taxa de transferência de calor para fora da interface está relacionada à velocidade de deslizamento. Em baixas velocidades, o calor gerado é rapidamente dissipado por condução fazendo com que a temperatura permaneça baixa. No limite, o processo de deslizamento é isotérmico. Com o aumento da velocidade e diminuição da troca de calor, a temperatura aumenta até que o processo possa ser considerado adiabático. O aumento da temperatura da interface está relacionado ao aumento na reatividade química das superfícies, o que pode causar aumento da camada de óxido, redução da resistência mecânica das asperezas e até transformação de fases ou fusão do material.

De acordo com Hutchings (1992), seguindo esses conceitos é possível determinar um mapa de modos de desgaste, exemplificado na Figura 2 para o caso de aços deslizando ao ar sem lubrificação em uma configuração pino contra disco. Apesar de o mapa ser especificamente para aços, a forma geral é similar para a maioria dos metais em deslizamento sem lubrificação.



**Figura 2 – Mapa dos modos de desgaste para aços deslizando ao ar sem lubrificação em configuração pino contra disco.**

**Fonte: Adaptado de Hutchings (1992)**

Observam-se no mapa oito diferentes modos de desgaste. A região I, denominada engripamento, corresponde ao crescimento das junções das asperezas devido a altas pressões aplicadas, que pode levar a área real de contato a tornar-se igual à aparente.

Na região II, a altas cargas e baixas velocidades de deslizamento, há desgaste severo devido à penetração das asperezas do contato na fina camada de óxido da superfície, causando o desprendimento de partículas metálicas. Com cargas mais baixas, o regime encontra-se na região III e a camada de óxido não é rompida, o desgaste moderado observado resulta da remoção de *debris* de óxido apenas. Nessas duas condições, os efeitos da temperatura são desprezíveis.

A temperatura tem papel importante nos modos de desgaste encontrados nas regiões IV e V do mapa. Na condição IV, em que a velocidade e a pressão são muito altas, há grande aquecimento e a condução de calor não é suficiente para remover o

calor da interface, fazendo com que ocorra a fusão do metal na superfície. Apesar de diminuir o coeficiente de atrito, as forças viscosas da camada fundida continuam a dissipar energia e o desgaste é rápido e severo, com o metal sendo removido na forma de gotículas de fundido. Com a diminuição da pressão mantendo-se a velocidade de deslizamento alta, entra-se na região V onde ocorre apenas desgaste moderado. A temperatura nessa região é menor que a de fusão do metal, porém alta o suficiente para ocasionar uma rápida oxidação superficial de grande espessura. Essa camada se deforma plasticamente, podendo até fundir, gerando *debris* de óxido e preservando o metal.

As regiões VI, VII e VIII encontram-se na transição entre as condições isotérmica, com baixas velocidades de deslizamento, e adiabática, com velocidades altas. Os efeitos da temperatura começam a aparecer no regime VI, sendo observados aumentos de temperatura pontuais nas asperezas em contato, que promovem o aparecimento desigual de camadas de óxido. O desgaste moderado é devido principalmente à fragmentação dessas camadas, gerando *debris* de óxido. Na região VII, o aumento da carga aplicada ocasiona o contato metálico entre as asperezas e, portanto, o desgaste severo. A condição VIII é caracterizada pela formação de martensita na interface. Pela sua alta resistência, a martensita funciona como um suporte para a camada de óxido que surge devido às altas temperaturas, o mecanismo de desgaste passa a ser similar ao observado na região VI e o desgaste volta a ser moderado. A martensita é formada pelo aquecimento das asperezas seguido de têmpera provocada pela condução do calor para dentro do corpo. Hutchings (1992) afirma que é provável que a temperatura local ultrapasse não apenas a eutetóide (723°C), mas também a temperatura de transformação alotrópica  $\alpha$ - $\gamma$  para o ferro (910°C) para que haja a austenitização no curto intervalo de tempo de aquecimento local.

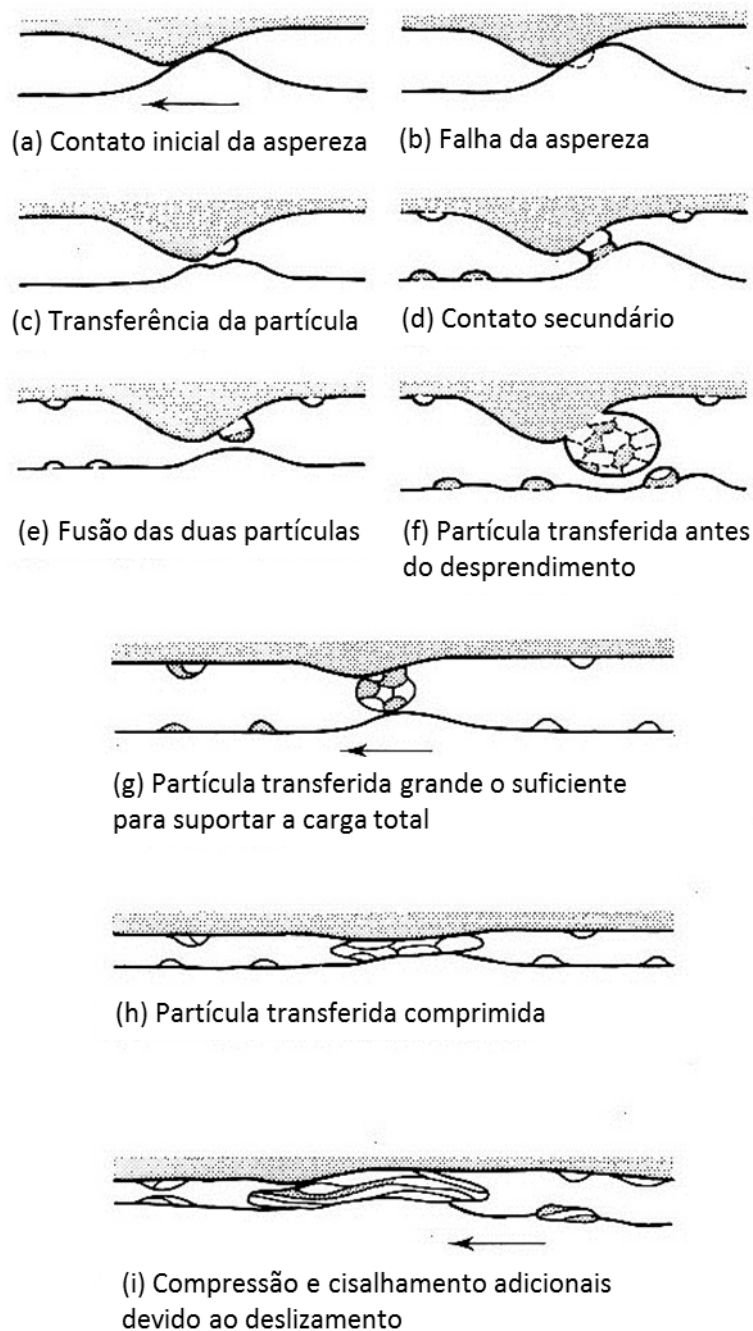
Como já comentado, o desgaste severo ocorre de modo predominantemente plástico, enquanto que o desgaste moderado é principalmente devido à oxidação.

O desgaste severo sempre envolve deformação plástica, porém a remoção do material pode ocorrer de diversos modos diferentes. Para a determinação desses modos devem ser analisadas a superfície que sofreu o desgaste e as partículas de material removido, sabendo se os *debris* estão na mesma condição do momento da

remoção ou se sofreram alguma modificação subsequente. Essa análise pode ser feita através de microscopia ótica ou microscopia eletrônica de varredura para topografia superficial e microestrutura subsuperficial, microscopia eletrônica de transmissão para deformação e estrutura do material próxima à superfície e difração de raios-X para avaliação de fases e informação estrutural, por exemplo (Hutchings, 1992).

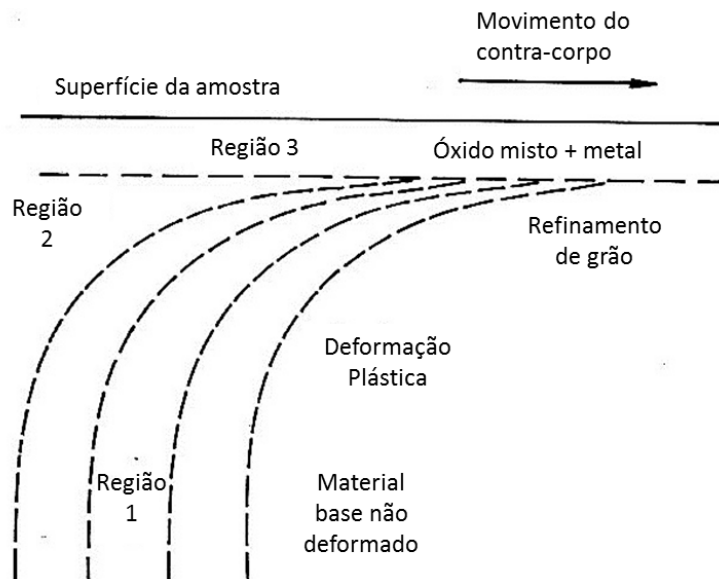
Um dos modos de desgaste severo propostos em Hutchings (1992) afirma que há ocorrência de cisalhamento plástico entre camadas adjacentes de material juntamente com a propagação de uma trinca formada pelo cisalhamento, através da qual há o destacamento de uma partícula. Nesse caso não são necessárias forças de adesão, a remoção do material é devida somente à interação mecânica entre as asperezas.

Outra proposta de modo de desgaste severo inclui a transferência por adesão das partículas fragmentadas das asperezas do material mais mole para a superfície do contra corpo, formando novas asperezas nesse último. Durante o deslizamento, esse processo ocorre diversas vezes, com várias partículas sendo aderidas umas às outras no contra corpo até ser formado um grande conglomerado, que é removido desse material em forma de *debris*. Como pode ser notado na Figura 3, as partículas de *debris* podem ser aproximadamente esféricas ou podem ser alongadas na direção do deslizamento por deformação plástica posterior à sua formação (Sasada, 1984 *apud* Hutchings. 1992).



**Figura 3 – Proposta de desgaste por deslizamento severo.**  
**Fonte: Adaptado de Sasada (1984) *apud* Hutchings (1992)**

No desgaste severo há ainda diversas regiões abaixo da superfície que sofrem deformação. Na Figura 4, Hutchings (1992) esquematiza os comportamentos do material subsuperficial observados.



**Figura 4 – Influência do desgaste abaixo da superfície.**  
**Fonte: Adaptado de Hutchings (1992)**

A região 1 abrange o material que não é influenciado pelo desgaste. Na região 2, o material sofre deformação plástica por cisalhamento, com os efeitos sendo mais pronunciados nas regiões mais próximas à superfície. Na transição entre as regiões 2 e 3 há refino e reorientação dos grãos, levando à uma estrutura lamelar paralela à superfície em deslizamento. Na região 3, logo abaixo da superfície, o material é formado por grãos bem finos e por outros compostos transferidos do material do contra corpo ou óxidos.

Apesar de ser desgaste severo e as partículas de *debris* serem predominantemente metálicas, a oxidação pode estar presente na zona 3 e ajuda na estabilização dos grãos finos e na adesão da camada de transferência (Hutchings, 1992).

Devido às grandes deformações sofridas pelo material, observadas principalmente na região 3 e na transição das zonas 2 e 3, a tensão de cisalhamento tende a se localizar, facilitando o aparecimento de trincas e, conseqüentemente, fraturas no material que correspondem ao início da formação das partículas de desgaste.



Com relação ao desgaste moderado, a oxidação é dominante. Velocidades moderadas de deslizamento produzem oxidação significativa nas asperezas, mesmo em ambientes com baixas temperaturas.

A baixas temperaturas e velocidades de deslizamento o óxido formado é composto principalmente de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , sob condições intermediárias forma-se  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e a altas temperaturas e velocidades tem-se  $\text{FeO}$ .

Os principais parâmetros que influenciam no desgaste são: a distância e a velocidade de deslizamento, a duração do teste, a pressão de contato entre as superfícies e as dimensões dos corpos utilizados. A velocidade afeta a taxa de dissipação de energia por fricção e, conseqüentemente, a temperatura na interface. Outros fatores devem também ser considerados e monitorados, como a temperatura do sistema, a lubrificação, a composição atmosférica, o acabamento superficial do corpo e a orientação do dispositivo.

De acordo com Rigney (1997), outro parâmetro importante no desgaste é a dureza superficial dos corpos em contato. No desgaste por deslizamento, a transferência e mistura dos materiais envolvidos modifica sua dureza durante o processo. A dureza do material resultante pode variar ao longo da superfície em função da heterogeneidade da mistura, do tamanho de grão, da composição e proporção entre as fases. Partículas de desgaste geradas são diferentes se a dureza da mistura se torna maior ou menor que a do material original.

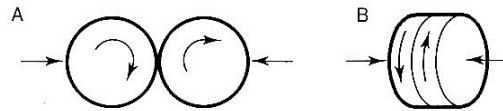
Kato e Hokkirigawa (1985) e Chiou e Kato (1988) *apud* Rigney, (1997) estudaram, em ensaio pino contra disco a vácuo, a influência da razão entre a dureza do disco e a dureza do pino na severidade do desgaste por deslizamento. Para corpo e contra corpo de mesmo material, o pino sofre encruamento mais rapidamente devido ao contato permanente de sua superfície, aumentando sua dureza, o que diminui a relação estudada e favorece o desgaste severo. Nesse caso, a razão entre as durezas crítica é 0,8.

Verificou-se que para valores dessa relação abaixo de 1 o desgaste é severo e para valores maiores que 1 o desgaste é moderado, podendo haver mudança nessa relação ao longo do processo de desgaste.

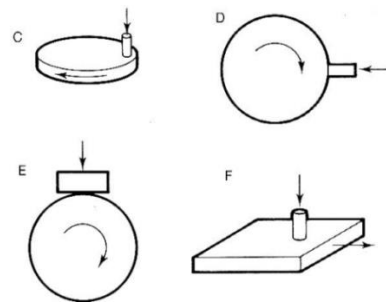
## 2.2 Ensaio de desgaste por deslizamento

As geometrias utilizadas nos ensaios de desgaste por deslizamento podem ser divididas em dois grupos: superfícies em deslizamento simétricas e assimétricas.

Configurações simétricas são esquematizadas na Figura 5. As geometrias mais comuns são as configurações assimétricas, mostradas na Figura 6.

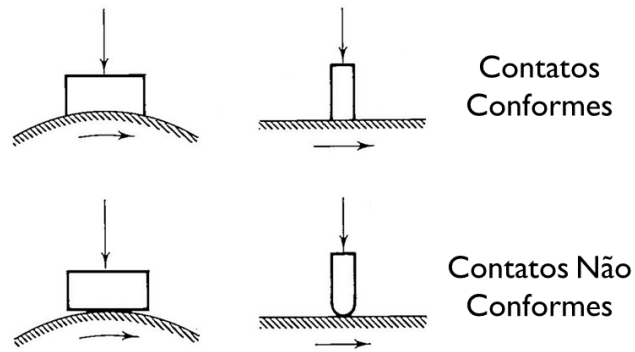


**Figura 5 – Configurações de ensaio de desgaste por deslizamento simétricas.**  
**Fonte: Hutchings, 1992.**



**Figura 6 – Configurações de ensaio de desgaste por deslizamento assimétricas.**  
**Fonte: Hutchings, 1992.**

O contato entre o corpo e o contra corpo pode ser classificado em conforme e não conforme, ilustrados na Figura 7. Quando é conforme, a área nominal total da superfície do corpo está em contato com o contra corpo. No caso de contato não conforme, a interface é pontual ou linear e, portanto, de mais fácil obtenção na prática, exigindo menor controle, como alinhamento ou perpendicularidade entre os corpos ensaiados.



**Figura 7 – Contatos conformes e não conformes.**  
**Fonte: Adaptado de Hutchings, 1992.**

### 2.3 Estado da Arte: Desgaste por deslizamento em aços

Pesquisas têm sido realizadas para avaliar o comportamento sob desgaste de alguns aços. Geralmente é avaliada também a influência de tratamentos superficiais diversos na resistência ao desgaste desses materiais e na resistência à corrosão.

Xi *et al.* (2008) observaram que a nitretação a plasma melhora a resistência ao desgaste do aço inoxidável martensítico AISI 420. As amostras foram nitretadas em atmosfera de composição 25% N<sub>2</sub> + 75% H<sub>2</sub> e 600Pa de pressão durante 15 horas, resultando em perfis de dureza de até 1200HV na superfície (até 4,3 vezes a do núcleo), com decaimento até 150µm. Foram realizados ensaios tribológicos com esfera de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> contra disco para duas temperaturas de nitretação (350°C e 550°C) e para a amostra sem tratamento. A carga aplicada foi de 4,985N e a velocidade de deslizamento de 6,91m/min durante 30 minutos. O aumento da resistência ao desgaste verificado com a nitretação se deve à combinação dos efeitos da microestrutura, do aumento da dureza superficial e do aumento das tensões residuais de compressão na camada nitretada. A camada que teve melhor comportamento nos ensaios de desgaste foi a de nitretação em menor temperatura (350°C), que resultou em microestrutura ( $\alpha_N'$ + Fe<sub>3</sub>N). Acredita-se que o aumento da dureza deve oferecer maior resistência à deformação plástica e as tensões residuais compressivas devem impedir ou fechar micro trincas causadas durante o processo de desgaste (Liang *et al.*, 2000) (Corengia *et al.*, 2006 *apud* Xi *et al.*, 2008).

As propriedades do aço inoxidável martensítico 17-4PH endurecido por precipitação e a influência da nitrocementação a plasma foram estudadas por Liu e

Yan (2010). O material foi temperado em óleo após tratamento de uma hora a 1040°C para a obtenção da martensita. Em seguida, a nitrocementação a plasma foi realizada a 200Pa em atmosfera de N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> e C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH na proporção de 1:3:0,5 durante 8 horas. Os ensaios de desgaste foram realizados com esfera de WC contra disco, força aplicada de 10N e velocidade de 6m/min durante 60 minutos. Verificou-se uma redução do coeficiente de atrito com o tratamento desse aço. Foi observado que esse coeficiente é dependente, além da microestrutura e dureza superficiais, da proporção e estrutura das fases. A resistência ao desgaste aumentou, nesse caso, devido à formação de nitretos (principalmente CrN e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N), que aumentam a dureza superficial e melhoram a resistência da camada à deformação plástica, abrasão e adesão entre as superfícies em contato.

Também para o aço inoxidável 17-4PH, Li *et al.* (2008) obtiveram através de várias condições de nitretação a plasma microestruturas de ( $\alpha'_N + \gamma_N$ ), (CrN +  $\alpha$ ) e (CrN +  $\alpha'_N$ ). A que apresentou melhor comportamento no ensaio tribológico de bloco em disco foi ( $\alpha'_N + \gamma_N$ ). Além disso, entre as amostras com microestrutura ( $\alpha'_N + \gamma_N$ ), a que apresentou melhores resultados foi a de camada mais espessa, em torno de 7 $\mu$ m. As análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostraram que a amostra não nitretada sofreu desgaste adesivo/abrasivo e oxidativo enquanto que nas de microestrutura ( $\alpha'_N + \gamma_N$ ), o mecanismo governante foi abrasão leve. Acredita-se que a menor taxa de desgaste dessa microestrutura ( $\gamma_N$ ) é devido ao seu comportamento dúctil sob riscamento e abrasão. A rugosidade baixa da amostra também contribuiu para que o contato fosse maior e a carga sobre as asperezas, menor. A taxa de desgaste para as microestruturas com nitretos CrN foi menor que da superfície não nitretada devido à sua dureza, mas houve a formação de microtrincas devido à baixa dureza do substrato com consequente falta de suporte dos nitretos da camada pela matriz durante o ensaio.

O comportamento tribocorrosivo do aço inoxidável duplex AISI 304 com tratamento superficial foi avaliado por Frutos *et al.* (2010). O processo duplex consistiu em nitretação a plasma e deposição de revestimento de CrN. A nitretação foi realizada em atmosfera de nitrogênio a 0,02mbar durante 120 minutos e resultou em uma microestrutura basicamente formada de austenita expandida ( $\gamma_N$ ). Na sequência, foi realizada a deposição do filme de CrN por evaporação por arco

catódico a 0,01mbar, 80A e 400°C. Os ensaios tribocorrosivos foram de esfera contra disco, força aplicada de 5N e mostraram que a maior contribuição à perda de volume de material é devido ao desgaste mecânico. Porém, observou-se que o tratamento duplex melhorou a resistência ao desgaste do AISI 304. A redução do coeficiente de atrito é devido à maior dureza do aço duplex, que resulta em menor área de contato em relação ao aço sem tratamento. O desgaste no material tratado é governado por um processo oxidativo, enquanto o material sem tratamento apresenta desgaste abrasivo.

Velasco *et al.* (2009) apresentaram um estudo sobre o comportamento sob desgaste dos aços inoxidáveis ferrítico 409Nb e 434L produzidos por metalurgia do pó. Os pós metálicos foram compactados a 700MPa, em seguida foram sinterizados durante 30 minutos com diferentes temperaturas (1225°C, 1250°C e 1275°C), com velocidade de aquecimento e resfriamento de 5°C/min. Os ensaios de desgaste realizados foram pino de aço inoxidável 310L contra disco, com uma carga de 5N, velocidades 0,1 e 0,25m/s e distância de deslizamento de 400m à temperatura ambiente, 150°C e 300°C. Foi observado que a temperatura de sinterização não teve influência no desgaste e no atrito. Houve desgaste por adesão na temperatura ambiente para todas as condições ensaiadas. Em altas temperaturas verificou-se a presença de tribo-oxidação juntamente com o desgaste por adesão e também a dependência do coeficiente de atrito com a temperatura. Sabe-se que finas camadas de óxido são facilmente formadas a baixas temperaturas de oxidação em aços forjados. Além disso, os poros presentes nas peças sinterizadas intensificam a ocorrência da oxidação (Bautista *et al.*, 2003; Waterhouse, 1986; Mitchell e Stott, 1992 *apud* Velasco *et al.*, 2009). Foi constatada redução da porosidade das amostras ao longo da trajetória do ensaio tribológico devido à aplicação constante de carga sobre o material. Trincas longitudinais foram observadas abaixo da superfície de ambos os materiais, elas estão relacionadas ao cisalhamento superficial, transferência de material e deformação dos grãos de ferrita durante o ensaio de desgaste. As altas temperaturas dos ensaios e o aumento da temperatura provocado pelo atrito agravam essa deformação da ferrita. Pode-se salientar ainda que os coeficientes de atrito se mantiveram relativamente constantes durante todos os ensaios.

As propriedades de corrosão e desgaste da camada nitretada composta de austenita expandida ( $\gamma_N$ ) do aço inoxidável austenítico AISI 304L obtida por nitretação por arco de plasma a baixa pressão e temperaturas foram investigadas por Liang *et al.* (2000). O tratamento térmico foi realizado a 420°C e 0,4Pa durante 70 minutos e amônia foi utilizada como fonte de nitrogênio, com o objetivo de maximizar a energia do processo. Os ensaios de desgaste foram realizados com disco rotacionando contra uma esfera de aço AISI 52100 a uma velocidade de 0,3m/s e cargas variando de 5N a 40N. O tratamento aumentou significativamente a resistência ao desgaste do aço AISI 304L. No aço sem tratamento foram observados detritos metálicos logo após o início do teste, além de adesão, abrasão e deformação plástica. Após a nitretação, a austenita supersaturada em nitrogênio provocou altas tensões residuais de compressão na camada nitretada, que tendem a fechar ou impedir microtrincas que possam surgir durante o processo de desgaste (Li *et al.*, 2008). O material nitretado apresentou também a formação de uma camada de óxido aderente em sua superfície, que se comporta como lubrificante, prevenindo o contato entre metais, diminuindo o coeficiente de atrito, o desgaste por adesão, as tensões transmitidas às superfícies friccionadas e, conseqüentemente, o desgaste. As marcas observadas após o ensaio foram devido à deformação plástica do substrato, que foi pressionado pela camada nitretada (Liang *et al.*, 2000).

El-Rahman (2010) investigou a microestrutura e os comportamentos sob desgaste e corrosão do aço inoxidável austenítico AISI 321 submetido a tratamento de carbonitretação por plasma de radio frequência. A resistência ao desgaste foi avaliada com esfera de carbeto de cobalto tungstênio contra disco para as amostras tratadas e uma sem tratamento. Foi aplicada uma força de 8N com velocidade 15mm/s. A carbonitretação foi realizada em atmosfera 1:1 de nitrogênio e acetileno, pressão de 8Pa e tempo de exposição de 15 minutos para 7 temperaturas variando de 390°C a 690°C. Esse tratamento melhorou as propriedades superficiais do AISI 321, incluindo resistência ao desgaste e corrosão. A melhora nas propriedades tribológicas pode ser explicada pela formação de nitretos de alta dureza, como já visto no caso do aço 17-4PH, e pela microestrutura da camada carbonitretada superficial. Acredita-se que compostos amorfos como CN têm propriedades lubrificantes devido à sua baixa dureza e semelhança de sua estrutura com a do

grafite (Vyas *et al.*, 2006 *apud* El-Rahman, 2010). Nesse caso, como o tratamento e ensaios tribológicos foram realizados sem a remoção das camadas de óxidos presentes nas amostras, verificou-se que as partículas de óxido aumentam a severidade do desgaste e o coeficiente de atrito no material sem tratamento. Ao contrário, no caso do aço tratado, essas partículas de óxido atuam como lubrificantes e reduzem o coeficiente de atrito (Dearnley *et al.*, 1989 *apud* El-Rahman, 2010).

Ao realizar nitretações a 400°C e 500°C em tempos de 1 a 8h para o aço inoxidável austenítico 316L com o objetivo de avaliar o comportamento sob desgaste, Yetim *et al.* (2008) se depararam com o mesmo comportamento que Jeong e Myung (2001): trincas devido às altas tensões compressivas causadas pela precipitação de CrN e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, formados pela supersaturação da austenita expandida ( $\gamma_N$ ). As rugosidades (Ra) aumentaram de 0,05 $\mu$ m nas amostras polidas antes da nitretação para 0,43 $\mu$ m nas amostras nitretadas com maiores temperaturas e maiores tempos de tratamento. Nos ensaios tribológicos esfera contra disco, o coeficiente de atrito medido diminuiu de aproximadamente 0,7 para o 316L sem tratamento para 0,5-0,6 nas amostras nitretadas. A menor taxa de desgaste foi obtida para a maior temperatura de tratamento durante o maior tempo, devido às fases CrN e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, mesmo que essas fases tenham formado trincas como em Jeong e Myung (2001). O perfil de desgaste avaliado por MEV mostra que para as superfícies com fase  $\gamma_N$  a trilha é menos larga e não possui partículas na parte interna. Isso é explicado pela menor dureza em relação às microestruturas com fase CrN e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, que são mais frágeis e formam *debris* logo no início do ensaio, causando desgaste abrasivo. O mecanismo de desgaste dominante para os contatos com fase  $\gamma_N$  é o de adesão (Yetim *et al.*, 2008).

O Quadro 1 mostra um sumário dos ensaios discutidos anteriormente. Considera-se que a rugosidade inicial é uma variável importante, embora não tenham sido encontradas informações sobre este parâmetro nas referências consultadas.

| Referência                      | Semandi et al., 1993                              | Xi et al., 2008                                 | Yetim et al., 2008   | Li et al., 2008             | Velasco et al., 2009               | Liu and Yan, 2010                | El-Rahman, 2010  | Frutos et al., 2010                           |
|---------------------------------|---|---|--|-----------------------------|------------------------------------|----------------------------------|--|---|
| Configuração do Ensaio          |   |   |  |                             |                                    |                                  |  |   |
|                                 | Disco   | Disco   | Disco  | Bloco                       | Disco                              | Disco                            | Disco  | Disco   |
| Corpo                           | AISI 316  | AISI 420  | AISI 316   | 17-4PH                      | AISI 409Nb e 434L Metalurgia do pó | 17-4PH                           | AISI 321   | AISI 304                                      |
|                                 | Pili  | Nitretação                                      | Nitretação   | Nitretação                  | Não                                | Nitrocarburização                | Carbonitretação  | Nitretação + Deposição de revestimento de CrN |
| Dimensões [mm]                  | Ø25 e Ø50   | Ø30 x 10  | Ø18 x 9  | 10 x 10 x 10                | Ø12                                | Ø15                              | 20 x 12  | n.i.  |
|                                 | Rugosidade aumenta com a quantidade de nitrogênio | Polimento mecânico lixa 1200 SIC                | Rugosidade aumenta com a temperatura e tempo de tratamento | Ra = 0,25                   | n.i.                               | Polimento mecânico lixa 1200 SIC | 0,005 (parâmetro não informado)  | Ra < 0,001                                    |
| Superfície ou Rugosidade [µm]   |   |   |  |                             |                                    |                                  |  |   |
|                                 |   |   |  |                             |                                    |                                  |  |   |
| Contra-corpo                    | Esfera  | Esfera  | Esfera   | Disco                       | Pino                               | Esfera                           | Esfera   | Esfera  |
|                                 | Rubi monocristalino                               | Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>                  | WC-Co  | GCr15 (similar a SAE 52100) | Aço inoxidável 310L                | WC                               | Carbeto de tungstênio cobalto  | Corundum (óxido de alumínio)                  |
| Dimensões [mm]                  | n.i.  | Ø4,75   | Ø5   | Ø50                         | Ø4,2                               | Ø5                               | Ø3   | Ø3  |
|                                 |   |   |  |                             |                                    |                                  |  |   |
| Características do Ensaio       |   |   |  |                             |                                    |                                  |  |   |
|                                 |   |   |  |                             |                                    |                                  |  |   |
| Força Aplicada [N]              | 5, 10 e 20  | 4,985   | 10   | 30                          | 5                                  | 10                               | 8  | 5   |
| Rato de Deslizamento [mm]       | n.i.  | n.i.  | 5  | n.i.                        | n.i.                               | n.i.                             | n.i.   | n.i.  |
| Velocidade [m.s <sup>-1</sup> ] | 0,3   | 0,12  | 0,078  | 0,096                       | 0,1 e 0,25                         | 6                                | 0,015  | n.i.  |
| Duração [min]                   | n.i.  | 30  | n.i.   | 60                          | n.i.                               | 60                               | n.i.   | 83  |
| Temperatura [°C]                | n.i.  | 25 ± 2  | ~18  | n.i.                        | 25, 150 e 300                      | 20                               | Ambiente   | 37 ± 1  |
| Distância percorrida [m]        | n.i.  | n.i.  | n.i.   | n.i.                        | 400                                | n.i.                             | n.i.   | 63  |
| Atmosfera                       | Álcool  | 5,0% NaCl e H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH=3 | n.i.   | n.i.                        | n.i.                               | Ar ambiente                      | Ar ambiente  | HBSS pH 7,3                                   |
| Umidade Relativa [%]            | n.i.  | n.i.  | 50%  | n.i.                        | < 30                               | 80                               | 39 a 51  | n.i.  |
| Variável de Resposta            | - Coeficiente de atrito                           | - Perda de Massa (Balança 0,1mg)                | - Volume de desgaste                                       | - Perda de massa            | - Coeficiente de atrito            | - Coeficiente de atrito          | - Coeficiente de Atrito<br>- Volume de desgaste<br>- Cálculo da taxa de desgaste com K=V/(SF). V=Volume, S=Área, F=Força | - Perda de volume<br>- Coeficiente de Atrito  |
| Lubrificação                    | Álcool  | Não   | Não  | n.i.                        | Não                                | Não                              | Não  | Não   |

Quadro 1 – Compilação das características dos ensaios tribológicos analisados.

Nota: “n.i.” utilizado como abreviação para ‘não informado’.



## 2.4 Efeito do alto teor de nitrogênio nos aços

Na seção 2.3 estão relatados alguns casos em que a adição de nitrogênio como elemento de liga nos aços melhorou a resistência ao desgaste em ensaios tribológicos.

Conforme descrição breve na introdução, Simmons (1996) mostrou que a substituição do carbono pelo nitrogênio em aços inoxidáveis pode melhorar diversas propriedades tais como:

- Maior endurecimento para reduções iguais de tamanho de grão (maior inclinação da curva de Hall-Petch) (Werner, 1988 *apud* Simmons, 1996).
- Tendência de estabilização da austenita (para aplicações em que isso é desejado), reduzindo a quantidade de níquel necessária para este fim (Simmons, 1996).
- Menor tendência à precipitação durante ciclos térmicos do que o carbono. Isto ocorre devido à maior solubilidade do nitrogênio no ferro (Kikuchi *et al.*, 1989 *apud* Simmons, 1996).
- A tensão de escoamento e tensão de ruptura aumentam até 350% com a introdução do nitrogênio em solução sólida nos aços inoxidáveis das séries AISI 200 e 300 no estado recozido, sem perda da tenacidade do material (Simmons, 1994 *apud* Simmons, 1995).
- Taxa de perda de massa em erosão por cavitação reduziu em 24,5 vezes em relação a um aço UNS S30403 SS tratado apenas com solubilização sem adição de nitrogênio, conforme reportado por Garzón *et al.* (2005).

## 2.5 Processos para formação de camada de nitrogênio nos aços inoxidáveis e influência da camada na microestrutura e dureza

Para adicionar nitrogênio ao aço como elemento de liga, além da forma convencional por fundição discutida por Simmons (1996), há processos recentes como *High Temperature Gas Nitriding* (HTGN), em que se obtém camadas entre 0,5 e 2mm pelo tratamento do aço a alta temperatura em atmosfera rica em nitrogênio

(Garzón e Tschiptschin, 2005) e *Plasma Nitriding* (PN), em que há a possibilidade de se obter tanto camadas espessas com compostos de nitrogênio até 97 $\mu$ m de profundidade em altas temperaturas de tratamento (Reis, Maliska e Borges, 2007) quanto camadas finas de 5,5 $\mu$ m para temperaturas inferiores a 400°C (Bernardelli *et al.*, 2010). Detalhes sobre o mecanismo de adição de nitrogênio por SHTPN, conceitos físicos de plasma e formação de camada nitretada foram abordados por Reis (2007) e Itai (2008).

Para avaliar a influência do tempo de tratamento nas características da camada nitretada do aço inoxidável austenítico ISO 5832-1, Reis, Maliska e Borges (2008) realizaram nitreções a plasma a 630°C com atmosfera de 90%vol.N<sub>2</sub> + 10%vol.H<sub>2</sub> por tempos de 1h, 3h e 5h. Foi observado por análises metalográficas que a taxa de crescimento da camada de compostos diminuiu com o tempo, sendo muito elevada no início do tratamento. Os perfis de microdureza diferiram para tempos de tratamento de 1h e de 3h, sendo que o formato foi similar, mas as durezas superficiais da nitreção por 3h foram maiores porque a fase  $\gamma_N$  deu lugar à  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, com maior dureza.

Para avaliar a influência da temperatura de tratamento nas características da camada nitretada do aço inoxidável austenítico ISO 5832-1, Reis, Maliska e Borges (2007) realizaram nitreções de 1h de duração a temperaturas de 630°C, 750°C e 870°C, utilizando também atmosfera de 90%vol.N<sub>2</sub> + 10%vol.H<sub>2</sub>. Concluiu-se que nessa faixa de temperaturas o crescimento da camada nitretada é um processo de difusão e há um gradiente de concentração de nitrogênio apontando para a superfície. Foi observado que a precipitação de CrN retirou o Cr de solução sólida e favoreceu a formação de fase  $\alpha$  (Fe-Ni). O perfil de microdureza mostrou que para maiores temperaturas, a dureza superficial é menor, mas a profundidade de endurecimento aumenta.

Com a remoção de cromo da solução sólida pela formação de nitretos como CrN, a resistência à corrosão dos aços é diminuída (Gavriliuk e Berns, 1999 *apud* Itai, 2008). Para que a resistência à corrosão seja parcialmente recuperada pelo retorno do cromo ao estado de solução sólida, foi proposto o tratamento de *Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding* (SHTPN) (Borges e Rocha, 2011). O processo consiste em realizar nitreções para a formação de camadas nitretadas espessas,

que servirão de fonte de nitrogênio para a difusão no tratamento posterior de solubilização, para a formação de uma camada em solução sólida, livre de nitretos e com melhor resistência à corrosão. Na solubilização utilizam-se temperaturas acima de 727°C, capazes de desestabilizar os nitretos e dissolvê-los na matriz austenítica. O resfriamento é feito em água para não haver a possibilidade de nova precipitação dos nitretos (Reis, Maliska e Borges, 2011).

Borges e Rocha (2011) utilizaram o SHTPN para fazer com que o nitrogênio precipitado na forma de  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e CrN fosse colocado em solução sólida em alta concentração na superfície com o objetivo de conferir boa resistência à corrosão por *pitting* ao aço 15-5PH. Nesse tratamento, a nitretação tem como objetivo formar uma camada densa em nitretos para funcionar como fonte de nitrogênio no SHT (*Solution Heat Treatment*), processado em três temperaturas: 1100, 1200 e 1275°C.

Após o SHTPN, quatro camadas foram observadas:

- Região com poros, trincas e precipitados não solubilizados;
- Região austenítica;
- Região martensítica com alto teor de nitrogênio;
- Substrato.

Várias camadas do aço foram expostas através de lixamento e foi determinada uma temperatura (1200°C) que gerou a camada de nitrogênio de maior resistência à corrosão, em que foi observada a menor quantidade de precipitados através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Com o aumento da temperatura de solubilização, a camada de austenita tornou-se mais profunda: aproximadamente 300, 320 e 400µm para 1100, 1200 e 1275°C, respectivamente. Houve também diminuição da quantidade e tamanho dos precipitados com o aumento da temperatura. Para solubilização a 1100°C, a dureza superficial foi de aproximadamente 450HV devido aos precipitados, decai para 225HV na região austenítica e volta a subir para 475HV após 270µm na região martensítica de alto nitrogênio. Na solubilização a 1200°C a dureza é de aproximadamente 250HV na austenita superficial e reduz-se até a profundidade de aproximadamente 375µm (com a redução do teor de nitrogênio) e posteriormente aumenta (441 HV) com a formação da martensita até a profundidade de 680µm.

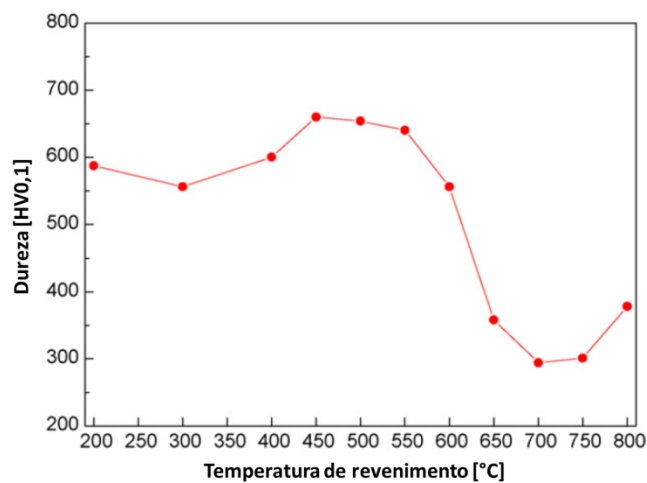
Reis, Maliska e Borges (2011) estudaram duas condições de SHTPN do aço inoxidável austenítico ISO 5832-1:

- Nitretação a plasma a 630°C por 3h e SHT por 30 min.
- Nitretação a plasma a 750°C por 3h e SHT por 45 min.

Ambas as condições de SHT foram a 1200°C. Foi verificado que para a maior temperatura de nitretação, a profundidade da camada foi maior devido à difusão, mas o teor de nitrogênio na superfície foi menor. Para ambas as condições de tratamento, ocorreu a presença de CrN e  $\gamma'$  na superfície, devido à alta temperatura (Borgioli *et al.*, 2005). No trabalho de Reis, Maliska e Borges (2011), a temperatura maior de nitretação (630°C) formou a camada que requisitou maior tempo de solubilização para completa dissolução, já que os precipitados de CrN eram maiores. Após ambas as condições de SHTPN as microestruturas formadas foram completamente austeníticas, mostrando completa dissolução dos precipitados. Apesar de um grande crescimento de grão (159 $\mu$ m após o tratamento contra 7,72 $\mu$ m no estado inicial), houve aumento da dureza para aproximadamente 270HV contra 210HV no estado inicial em ambas as condições. A diferença foi na profundidade que essa dureza atingiu, de aproximadamente 150 $\mu$ m para a amostra tratada a 630°C e 200 $\mu$ m para a tratada a 750°C. Essas espessuras de camada foram obtidas com tempos menores que os necessários para camadas similares obtidas por HTGN.

Sung *et al.* (2008) realizaram HTGN no aço inoxidável ferrítico AISI 430 nas temperaturas de 1100°C por 15min, 1100°C por 10h e 1050°C por 10h e resfriados rapidamente. Nas amostras que passaram por HTGN de 10h foram obtidas camadas martensíticas ricas em nitrogênio até uma profundidade de 1,2mm. Foi observado que com o aumento da temperatura de HTGN, a quantidade de precipitados diminuiu. A microestrutura detectada por difração de raios-X foi mista de ferrita e martensita, ainda com austenita retida após a têmpera, devido à diminuição da linha  $M_s$  pelo aumento do  $Cr_{eq}+N$ . Através de microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi detectado Cr<sub>2</sub>N nas superfícies mais externas do tratamento de 1100°C por 10h. Para os HTGN de 10h, a dureza foi mantida acima de 500HV até 200 $\mu$ m abaixo da superfície. Para 15min de tratamento, a dureza decaiu de 500HV na superfície para aproximadamente 200HV a 100 $\mu$ m, permanecendo nesse valor até o

núcleo. Analogamente ao SHT, foi feito um tratamento mantendo os aços por 2h a 1100°C (HTGN-SA – *High Temperature Gas Nitriding - Solution Annealed*) nas amostras que passaram por HTGN a 1100°C por 10h. A microestrutura resultante foi completamente martensítica. Em seguida foi feito um revenimento em temperaturas de 200°C a 800°C por 1h, resultando em uma dureza máxima de 650HV a 450°C (explicado como efeito secundário de endurecimento) e mínima abaixo de 300HV a 700°C (Figura 8). Para revenimento a 450°C, a microestrutura continha (CrFe)N. Para as condições de revenimento a 650°C e 700°C, houve a presença de precipitados de nitretos  $\xi$  (Fe, Cr)<sub>2</sub>N e nitretos- $\epsilon$  (Cr, Fe)<sub>2</sub>N.



**Figura 8 – Curva de revenido para o aço AISI 430 após HTGN.**

**Fonte: Adaptado de Sung *et al.* (2008)**

Foi observado por Frandsen, Christiansen e Somers (2006) que com o aumento da concentração superficial de nitrogênio próximo ao limite de solubilidade da fase  $\alpha'_N$ , há tendência de formação de  $\gamma_N$ . Porém, a formação de  $\gamma_N$  está condicionada à presença de sítios de nucleação, como por exemplo locais com austenita retida. Quando a concentração de nitrogênio excede o limite de solubilidade na matriz  $\gamma_N$ , há precipitação de CrN e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, gerando tensões residuais desiguais entre esse dois precipitados, causando trincas na superfície (Jeong e Myung, 2001).

Após nitretação do aço AISI 316L a 703K por 5h, Borgioli *et al.* (2005) observou levantamento de material (alívio) entre os contornos de grão austenítico. Isso foi atribuído às altas tensões compressivas causadas pela formação da camada

nitretada, que causam deformação plástica. Esse efeito se agrava com o aumento da temperatura de nitretação e causa o aumento da rugosidade (Ra) medida.

Jeong e Myung (2001) avaliaram o efeito da frequência de pulsação em nitretações a plasma a 400 e 500°C para o aço inoxidável austenítico 316L. Foi constatada a formação de  $\gamma_N$  apenas na temperatura mais baixa. Na temperatura mais alta ocorreu a formação de CrN e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N. A rugosidade (Ra) foi mais alta para as altas frequências e maior para a maior temperatura: aproximadamente 0,17 $\mu$ m para 500°C e aproximadamente 0,11 $\mu$ m para 400°C.

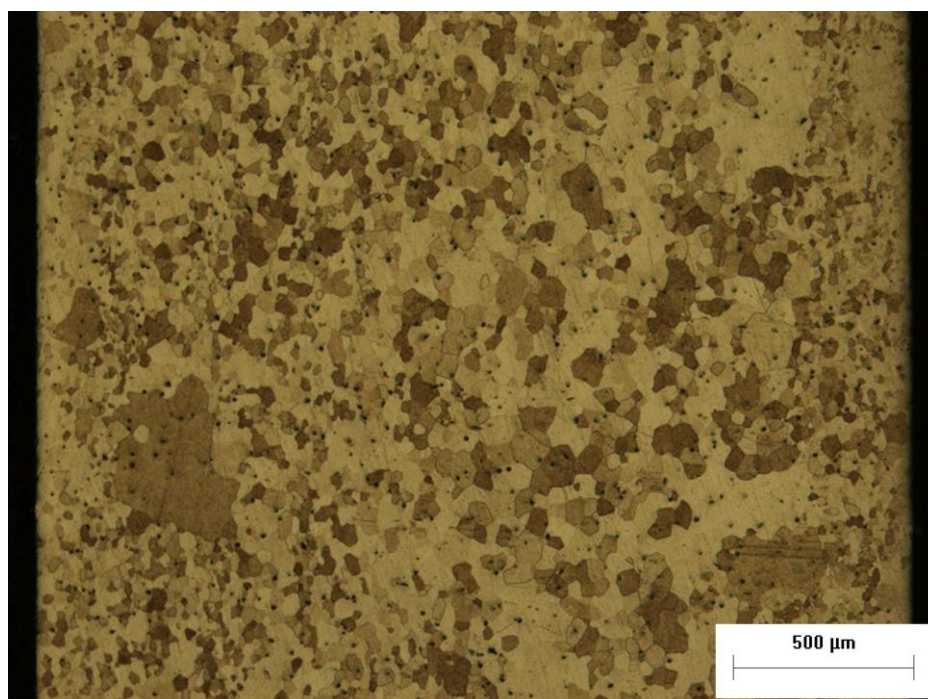
As tensões compressivas presentes na fase  $\gamma_N$  pela presença do nitrogênio conferem: elevada dureza (Yetim *et al.*, 2008) e boa resistência ao desgaste por deslizamento, com baixa perda de massa em ensaios tribológicos esfera contra disco em relação ao material não tratado. A dureza maior das fases CrN e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N faz com que as amostras tratadas a temperaturas mais altas tenham melhor comportamento em ensaios tribológicos, mas a precipitação deteriora a resistência à corrosão (Samandi *et al.*, 1993).

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 Material

O aço utilizado neste estudo é o AISI 409. As amostras foram obtidas a partir de uma chapa laminada a frio de aproximadamente 2,5mm de espessura.

Sua microestrutura no estado de fornecimento é ferrítica. A Figura 9 mostra a microestrutura analisada na direção perpendicular ao sentido de laminação.



**Figura 9 – Microestrutura do aço AISI 409 no estado de fornecimento, perpendicular à direção de laminação. (ataque: Vilella)**

A composição química do aço 409, avaliada por espectrometria de absorção atômica, é mostrada na Tabela 1. A análise foi feita pela empresa Spectroscan.

**Tabela 1 – Composição química do aço AISI 409.**

| Elementos (% wt) |      |       |       |      |       |       |       |       |
|------------------|------|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|
| C                | Ni   | Cr    | Al    | Mn   | Si    | P     | Cu    | V     |
| 0,001            | 0,30 | 10,26 | 0,005 | 0,07 | 0,597 | 0,036 | 0,064 | 0,031 |

O cálculo do Níquel e Cromo equivalentes de acordo com DeLong *et al.* (1956) *apud* ASM HANDBOOK (1993) resultam em:

- $Cr_{eq} = (\%Cr) + (\%Mo) + 1,5(\%Si) + 0,5(\%Nb) = 11,23$
- $Ni_{eq} = (\%Ni) + 0,5(\%Mn) + 30(\%C) + 30(\%N) = 0,37$

Ao plotar esses valores no diagrama de Schaeffler, nota-se que no estado de fornecimento o material está no campo M+F (Martensita + Ferrita). Porém, após o SHTPN, há a possibilidade de formação de martensita pela elevação do teor de nitrogênio em solução sólida, que causará elevação do  $Ni_{eq}$  (Figura 10). Embora o diagrama de Schaeffler seja usado para estimativa da microestrutura resultante após resfriamento rápido em soldagem de aços inoxidáveis, utiliza-se aqui como uma aproximação para a escolha do aço a ser estudado. Sendo o resfriamento rápido o suficiente, haverá a formação de martensita, já que o nitrogênio permite a formação de austenita no aço ferrítico. Esse efeito foi comprovado em estudos recentes do GrMaTS (Assumpção *et al.*, 2012).

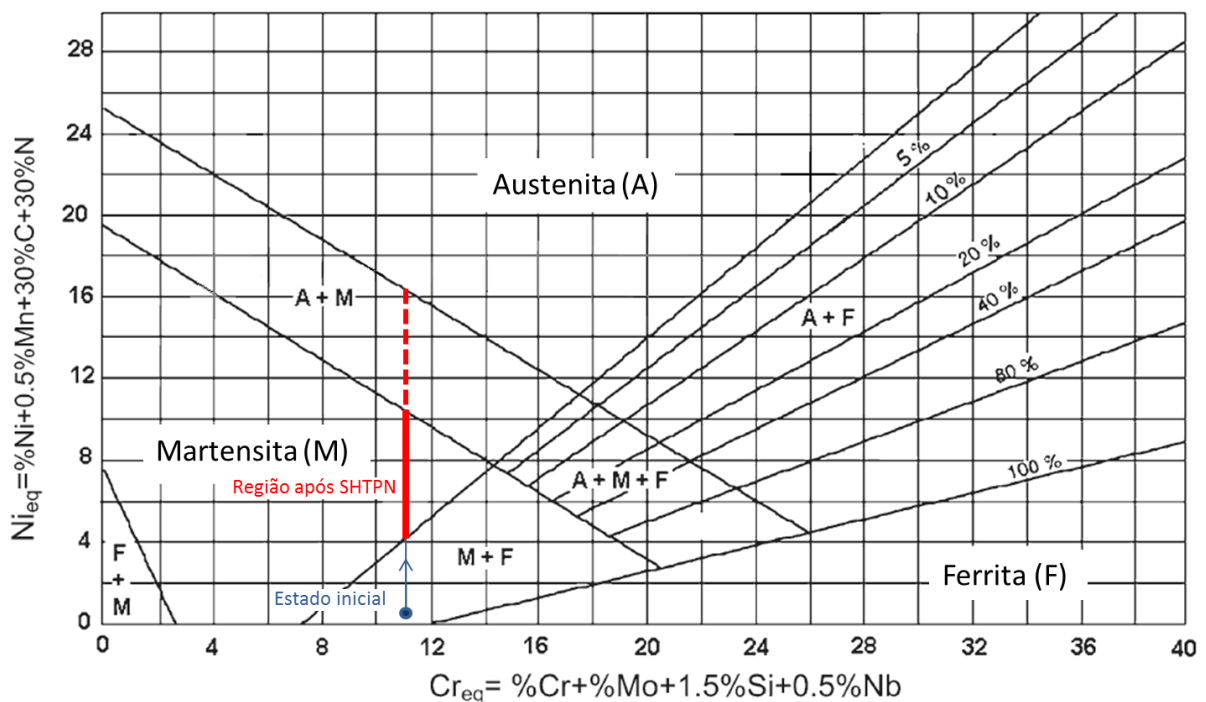


Figura 10 – Diagrama de Schaeffler mostrando o ponto no qual se encontra o aço AISI 409 no estado de fornecimento e a possibilidade de obtenção de martensita após o SHTPN.

Fonte: Adaptado de Reis, Maliska e Borges (2011)

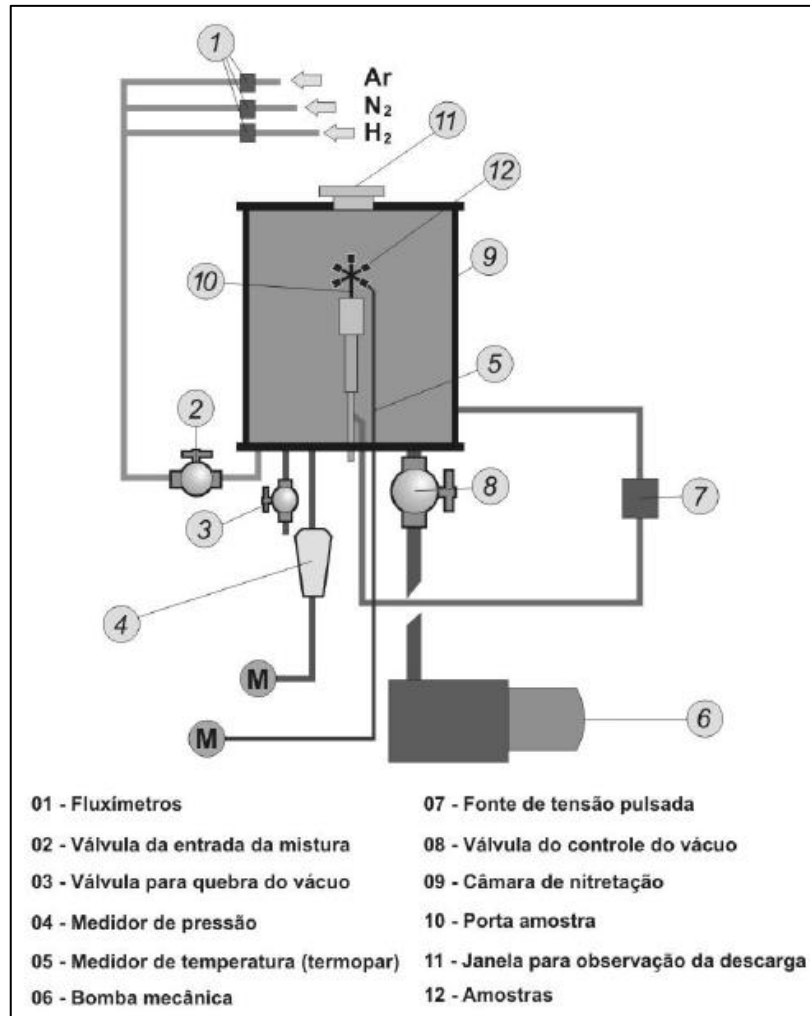


### 3.2 Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação a Plasma (SHTPN)

O tratamento de SHTPN no aço AISI 409 foi realizado com o objetivo de se obter martensita na superfície do material pela elevação do  $Ni_{eq}$ .

#### 3.2.1 Nitretação a plasma

Para a nitretação a plasma foi utilizado o reator de plasma da UTFPR, que consiste em uma câmara de aproximadamente 297mm de diâmetro por 300mm de altura. As paredes são feitas de borossilicato e a tampa e a base são feitas de aço inoxidável. A pressão é medida por um medidor de membrana capacitiva da marca Barocel<sup>®</sup> e ajustada por duas válvulas: sendo uma de ajuste fino. A temperatura é medida por um termopar posicionado no centro do suporte das amostras. Foi utilizada uma fonte de tensão pulsada com ajuste de tensão para polarizar a amostra (cátodo) durante as etapas de *sputtering* e nitretação. Os tempos de tensão “ligada” e “desligada” da tensão podem variar de 25 a 1000 $\mu$ s, podem ser controlados na fonte e determinam a largura de pulso de tensão aplicada na amostra. Através deles é possível ajustar a temperatura do processo. As paredes de reator atuam como ânodo. A base e a tampa são ligadas no potencial neutro (Terra). A alimentação de argônio (Ar), hidrogênio (H<sub>2</sub>) e nitrogênio (N<sub>2</sub>) foi feita por fluxímetros que permitem vazões de 200 SCCM para o argônio e 500 SCCM para nitrogênio e hidrogênio. A câmara fica continuamente ligada a uma bomba de vácuo. O desenho esquemático do reator de plasma é mostrado na Figura 11, o mesmo que foi usado por Itai (2008), Reis (2007) e Borges e Rocha (2011).



**Figura 11 – Reator de Plasma da UTFPR.**

**Fonte: Ital, 2008**

As amostras com dimensões de 15x20mm foram cortadas com disco abrasivo lubrificado e refrigerado com emulsão, em uma máquina de corte Delta Automatic Abrasive Cutter, da marca Buehler®. As amostras foram retificadas em uma retificadora tangencial plana Ferdimat® na empresa Artis Matriz®, antes do SHTPN para obtenção de uma rugosidade de Ra 0,3µm. O processo foi de retificação plana tangencial de passagem. No reator de plasma, as amostras foram posicionadas radialmente de forma a ficarem equidistantes do termopar, garantindo a permanência de todas na mesma temperatura durante a nitretação. Além disso, para minimizar a diferença de temperatura entre a leitura do termopar e a temperatura efetiva das amostras, são adicionadas blindagens de aço inoxidável, que impedem a troca de calor por radiação, minimizando o gradiente térmico. A Figura 12 mostra o

posicionamento das amostras no reator de plasma sobre uma base de aço AISI 304 lixada até grana 600.

Foi deixado um espaço entre as amostras para evitar a formação de cátodos ocos e arcs elétricos entre elas. Desse modo foi possível realizar o tratamento com apenas 8 amostras de cada vez e, portanto, foi necessária a realização de duas nitreções (denominadas N1 e N2), ambas nas mesmas condições.

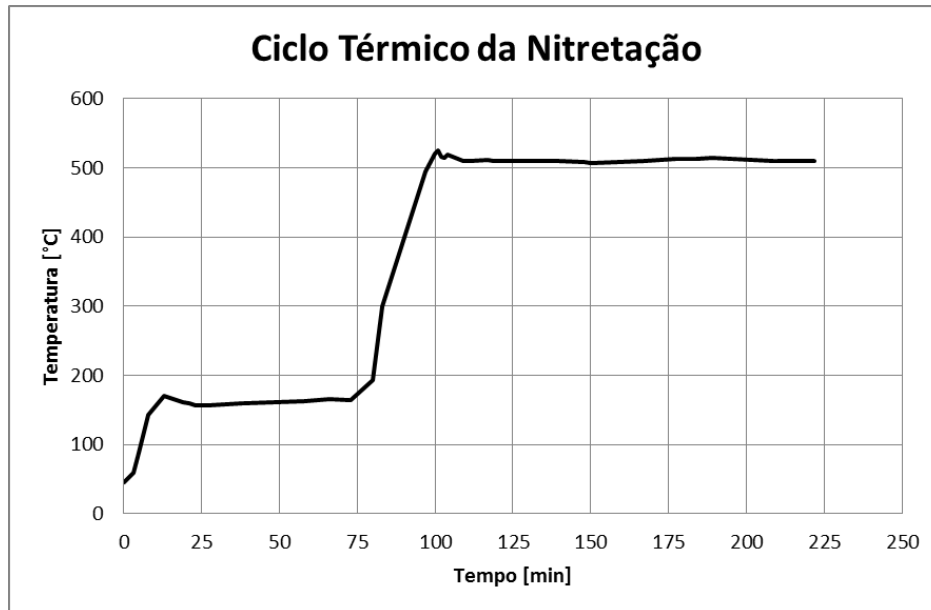


**Figura 12 – Posicionamento das amostras no reator de plasma sobre a base de AISI 304 e abaixo da saída de gases.**

Logo antes de serem montadas no reator, as amostras passaram por lavagem com detergente e 30min em limpeza por ultrassom, imersas em etanol. As condições de tratamento são mostradas na Tabela 2. Antes da nitreção, é necessária ainda uma limpeza por sputtering. Após a nitreção, as amostras foram resfriadas até a temperatura ambiente com o reator vedado, para não ocorrer oxidação da superfície. O ciclo térmico de nitreção é representado graficamente na Figura 13.

**Tabela 2 – Parâmetros de *sputtering* e nitretação a plasma.**

| Parâmetro             | <i>Sputtering</i> | Nitretação a plasma                    |
|-----------------------|-------------------|--|
| Temperatura T (°C)    | 160 ± 15          | 510 ± 10                               |
| T <sub>on</sub> (µs)  | 300 a 800         | 50 a 200                               |
| T <sub>off</sub> (µs) | 50 a 650          | 700 a 900                              |
| Tensão (V)            | 400               | 600                                    |
| Pressão (Torr)        | 1,5 ± 0,2         | 3,0 ± 0,2                              |
| Tempo (h)             | 1                 | 2                                      |
| Atmosfera gasosa      | H <sub>2</sub>    | 80% N <sub>2</sub> + 20%H <sub>2</sub> |



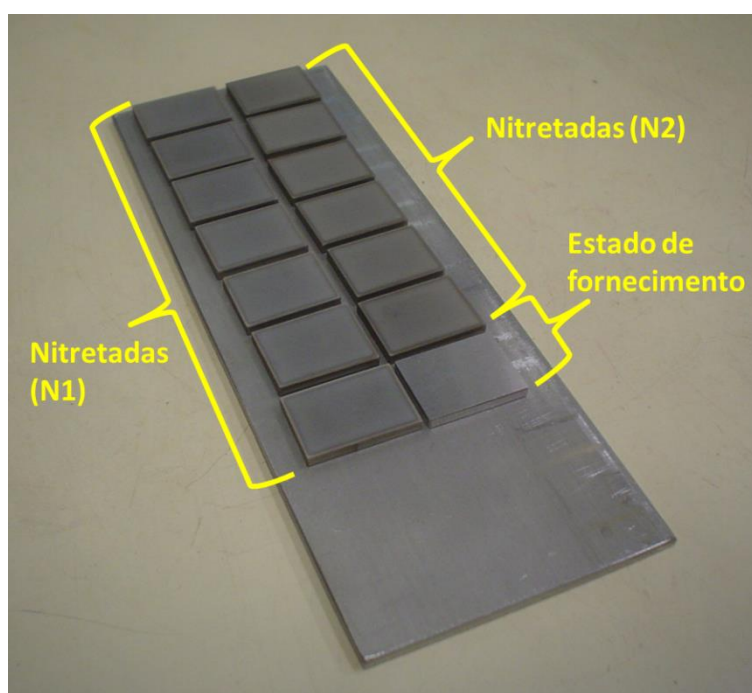
**Figura 13 – Ciclo térmico de nitretação.**

O tempo de 2h à temperatura de 510°C foi considerado adequado como fonte de nitrogênio após ensaios preliminares, pois os resultados de camada martensítica após a solubilização foram satisfatórios. As condições de nitretação foram similares a Assumpção *et al.* (2012), que visava também obter camada martensítica no aço AISI 409.

### 3.2.2 Tratamento térmico de solubilização

As amostras foram solubilizadas em um forno com atmosfera controlada da marca EDG<sup>®</sup>, equipado com vedação por mangueira plástica refrigerada com fluxo de água, termopar ligado ao painel do forno, manômetro analógico, bomba de vácuo e alimentação por argônio para que não haja oxidação das amostras. O procedimento consiste em posicionar a base de aço AISI 409 contendo as amostras

(Figura 14) sobre um tijolo refratário e uma chapa de fibra cerâmica de forma que fique em uma altura próxima a do termopar, para evitar erro na temperatura efetiva das amostras (Figura 15). Arames recozidos foram utilizados para evitar a adesão da chapa de AISI 409 no tijolo refratário, comportamento observado durante ensaios preliminares, devido à fusão de óxidos entre os dois materiais. Em seguida fecha-se o forno e aciona-se a bomba de vácuo até pressão negativa de 600mmHg e, na sequência, com a bomba desligada, é adicionado argônio até que a pressão se torne positiva, evitando entrada de oxigênio no forno.



**Figura 14 – Posicionamento das amostras antes do tratamento térmico de solubilização.**

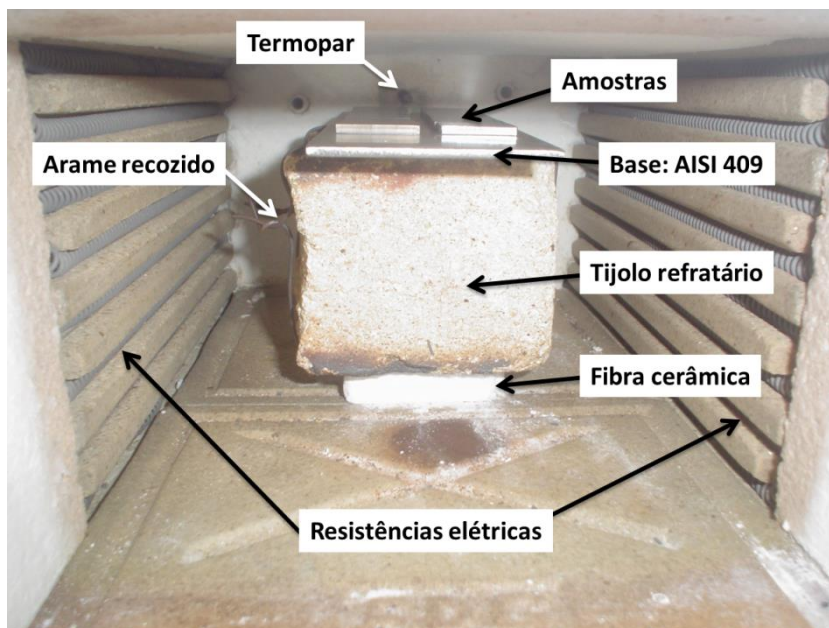


Figura 15 – Montagem das amostras para solubilização no forno EDG.

O aquecimento durou em torno de 1h e 40min até atingir o patamar de 1200°C. Após atingido o patamar, as amostras foram mantidas por 1h na temperatura de solubilização de 1200°C, em seguida foram removidas do forno e resfriadas ao ar. O intervalo entre a retirada do forno e o atingimento da temperatura ambiente causou oxidação nas amostras, o que afetou basicamente a camada nitretada que não difundiu. O ciclo térmico aplicado às amostras durante a solubilização é mostrado na Figura 16.

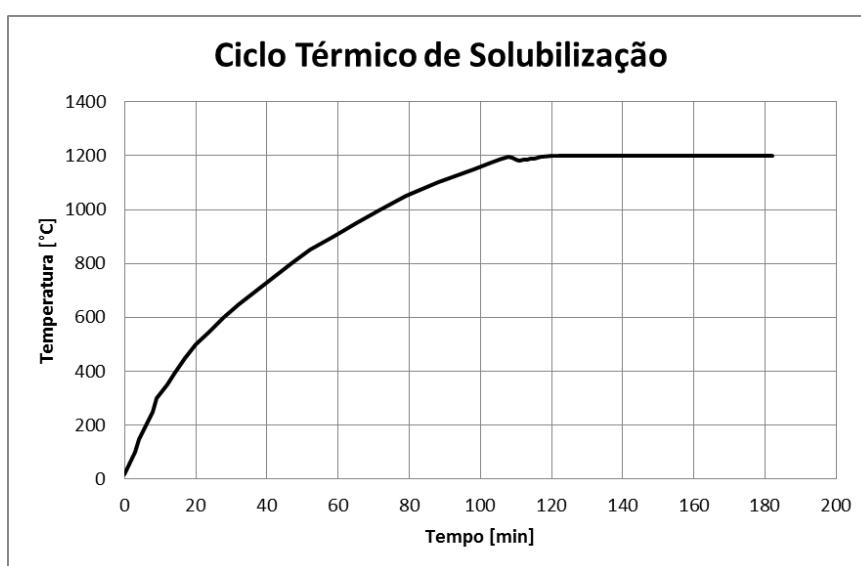


Figura 16 – Ciclo térmico do tratamento de solubilização.

### 3.2.3 Tratamento térmico de revenimento

Os revenimentos foram feitos a 300°C, 400°C, 500°C e 600°C por 1h no mesmo forno com atmosfera controlada, também com posterior resfriamento ao ar. O procedimento para controle de atmosfera foi semelhante ao tratamento de solubilização e as amostras foram mantidas por 1h na temperatura de revenimento após atingirem o patamar. O ciclo térmico para essa etapa é mostrado para cada revenimento na Figura 17.

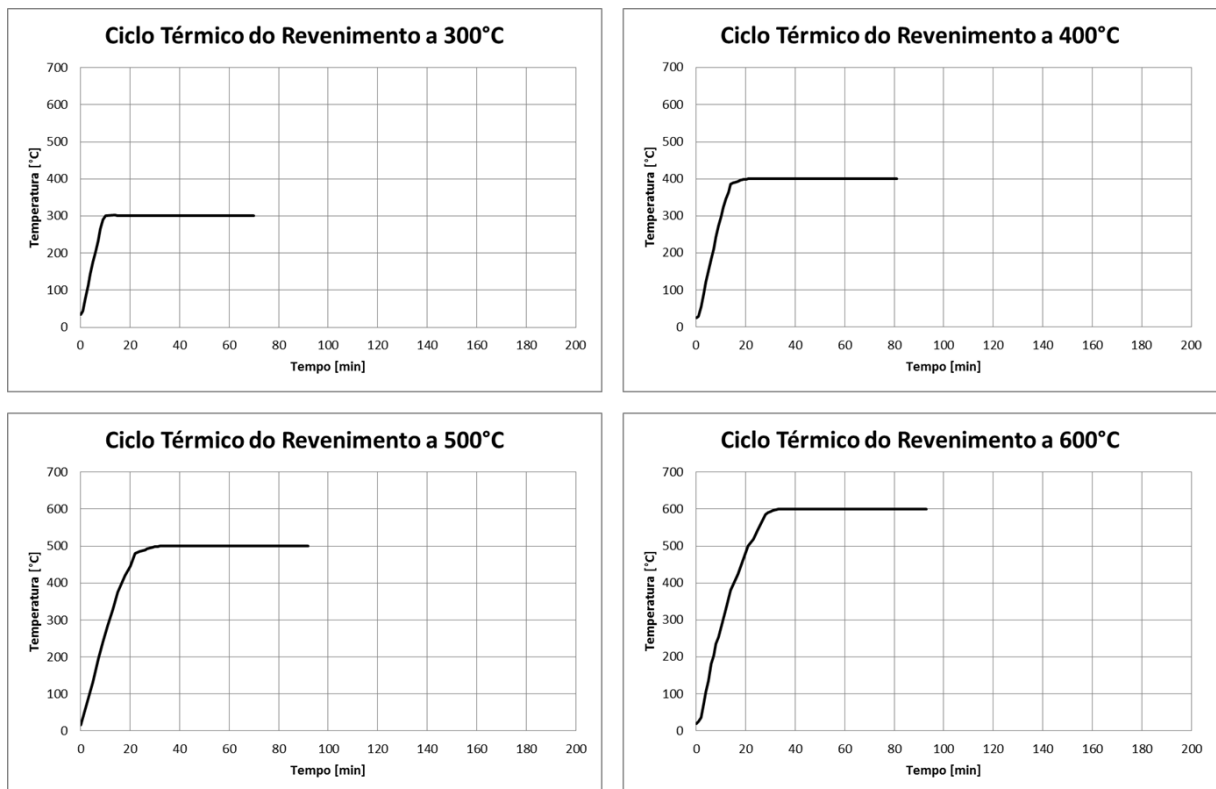


Figura 17 – Ciclo térmico dos tratamentos de revenimento a 300°C, 400°C, 500°C e 600°C.

### 3.3 Análise metalográfica

Para determinação da microestrutura obtida após os tratamentos, amostras de cada condição de revenimento e de cada etapa intermediária do processo – nitretação e solubilização – foram embutidas em baquelite em uma máquina de embutimento PREDOPRESS da marca Struers® e lixadas progressivamente em granas 220, 320, 400, 600 e 1200. O polimento de desbaste durou 8 minutos em um pano Struers® MD-MOL, utilizando diamante 3µm como abrasivo e álcool isopropílico como lubrificante. O polimento fino de acabamento durou 10 minutos em

um pano Struers® OP-NAP, utilizando diamante 1µm como abrasivo e também álcool isopropílico como lubrificante. Ambas as etapas de polimento foram feitas em uma politriz automática EcoMet 250 Grinder-Polisher da marca Buehler®, com carga normal de 10N aplicada às amostras, rotação de 130rpm do pano de polimento e rotação de 30rpm do cabeçote porta amostras no mesmo sentido.

O ataque químico foi durante 60 segundos em reagente Vilella, preparado conforme ASM HANDBOOK (2004). O procedimento de preparação metalográfica foi determinado com amostras preliminares em estado de fornecimento e solubilizadas, em que se fixaram os tempos de polimento e tempo de ataque químico ideais. As amostras foram fotografadas por um microscópio ótico BX51M da marca Olympus® equipado com câmera CCD CoolSNAP-procf da marca Media Cybernetics® e software analisador de imagens Image-Pro Plus versão 4.0, com o qual é possível a medição das espessuras de camadas.

### **3.4 Perfis de microdureza**

Para caracterizar as camadas e associar com as fases formadas, temperatura de revenimento e comportamento em desgaste, os perfis de microdureza foram determinados pelo microdurômetro HMV-2, da marca Shimadzu®. Foram feitos ensaios de microdureza Vickers com carga 0,05kgf e tempo de aplicação 10s, a distâncias incrementais da superfície, definidas de acordo com a característica de cada camada.

### **3.5 Retificação das amostras: preparo para o ensaio de desgaste**

Para remover a camada oxidada durante o resfriamento ao ar na solubilização, basicamente a camada nitretada remanescente, que não difundiu, foi feita retificação plana tangencial de passagem, na retificadora Ferdimat, realizada na empresa Artis Matriz®, após o tratamento térmico de revenimento. A profundidade de corte de aproximadamente 300µm permitiu a remoção da camada de óxidos superficial expondo a camada martensítica formada pelo tratamento de SHTPN.



### 3.6 Ensaios de desgaste

A avaliação do comportamento sob desgaste consiste em um ensaio tribológico com movimento recíproco utilizando uma esfera de carboneto de tungstênio de 4mm de diâmetro como contra corpo. Para determinação dos parâmetros de ensaio, testes preliminares foram realizados com a amostra no estado de fornecimento retificadas com Ra 0,13 $\mu$ m no sentido da retificação e Ra 0,32 $\mu$ m transversal às marcas de retificação, valores obtidos com o rugosímetro 3D, apresentado na Seção 3.7.

O tribômetro utilizado é da marca CETR<sup>®</sup>, modelo UMT Multi-Specimen Test System, que possui uma célula de carga para controle das forças normal e tangencial aplicadas, para cálculo automático do coeficiente de atrito durante o teste. A base possui um mecanismo de biela-manivela acionado por um motor elétrico e ajustada para um curso de 5,5mm, dimensionado para que a pista de desgaste permaneça aproximadamente no centro da largura de 15mm da amostra. A amostra é presa por um parafuso excêntrico, conforme mostra a Figura 18, de forma que a esfera utilizada como contra corpo se movimenta transversalmente ao sentido de retificação. A esfera é fixada em um porta-esfera parafusado em uma suspensão (mola plana) de 10N de carga limite. A suspensão tem a função de absorver vibrações excessivas durante o ensaio.

Inicialmente foram realizados dois ensaios, chamados T1 e T2, em que duas amostras foram utilizadas para 5 ensaios em cada uma. O objetivo era determinar a frequência de troca da calota útil da esfera contra corpo para que não houvesse alteração nos resultados. Para tanto, as 5 pistas de T1 foram feitas com a esfera na mesma posição, e para as 5 pistas de T2 a esfera foi limpa em ultrassom por 30min imersa em etanol e girada, de forma que uma nova calota fosse utilizada a cada pista. A carga utilizada foi de 5N, em ensaios de 1 minuto, com frequência de 20Hz, resultando em 1200 ciclos.

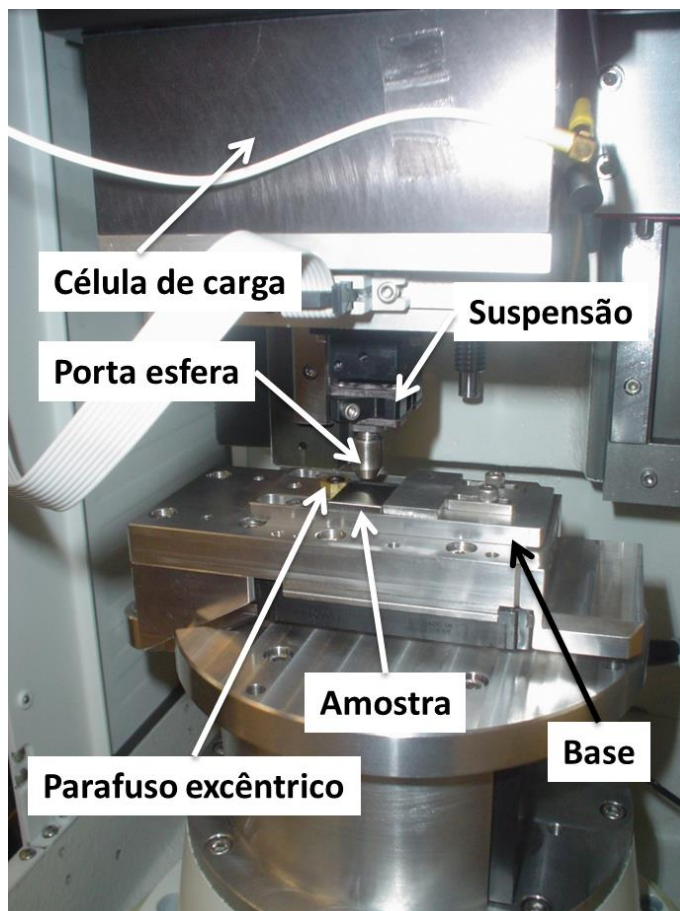
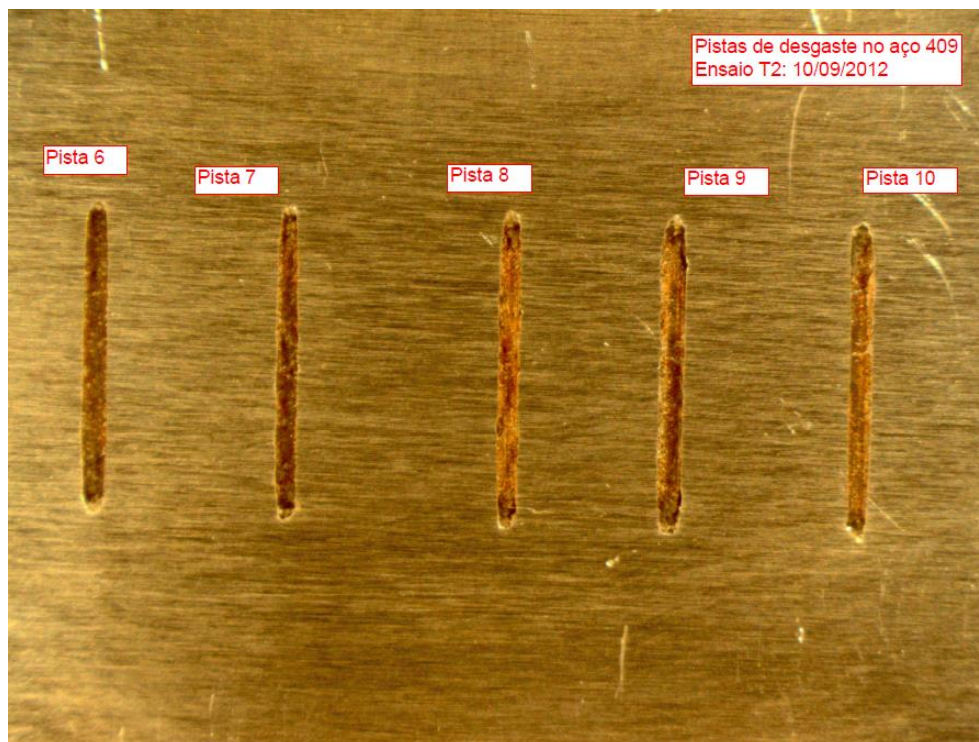


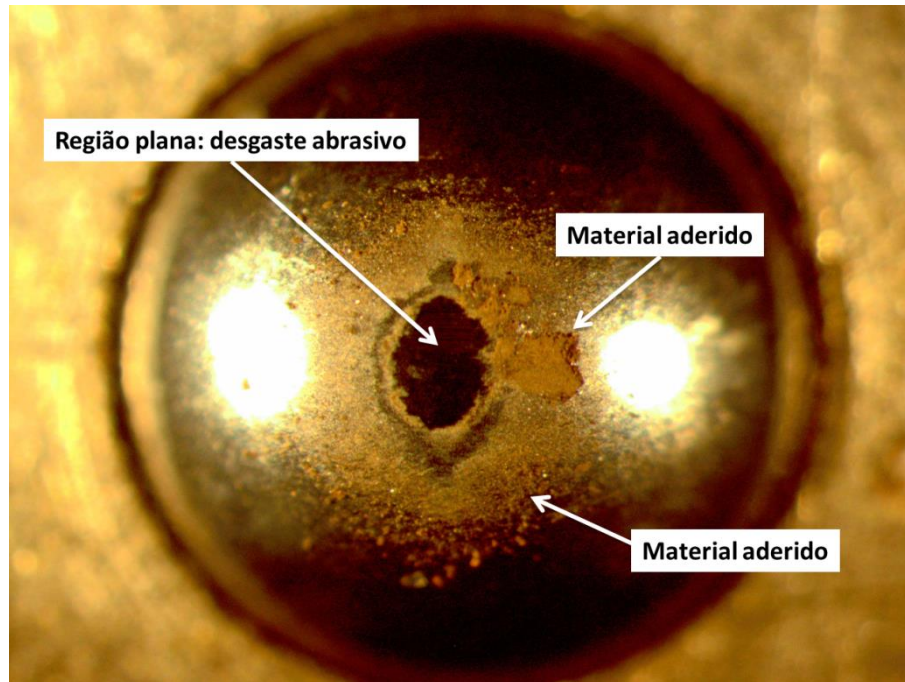
Figura 18 – Montagem do tribômetro para os ensaios.

Devido à imprecisão no ajuste do curso de teste, o comprimento da pista foi medido após o ensaio T1 através do microscópio ótico Olympus® BX51M, resultando no curso médio de 5,54mm, variando  $\pm 0,06$ mm entre as 5 pistas ensaiadas. A Figura 19 mostra as pistas resultantes do ensaio T2. Para essas imagens foi utilizado o estereoscópio Olympus® SZX10.



**Figura 19 – Pistas de ensaio na amostra utilizada em T2.**

Um terceiro ensaio preliminar (T3) foi realizado com a amostra no estado de fornecimento para se determinar o tempo total adequado para o ensaio. Optou-se por manter os parâmetros de carga e frequência e mudar o tempo para 15min (900 segundos). Foram realizadas duas pistas, cada uma com uma calota nova da esfera após processo de limpeza, e comparadas as curvas de coeficiente de atrito obtidas. A esfera utilizada em T3 é mostrada na Figura 20. Nota-se uma região central plana desgastada por abrasão e material da amostra aderido ao redor.



**Figura 20 – Superfície da esfera de WC desgastada após ensaio em uma pista de T3.**

Como mostra a Figura 21, a curva de coeficiente de atrito levou 400 segundos para se estabilizar e houve boa concordância entre as duas curvas obtidas. Desse modo, foram estabelecidos os seguintes parâmetros para os ensaios tribológicos deste trabalho: carga de 5N, frequência de 20Hz, comprimento da pista de desgaste de 5,5mm e tempo total de ensaio de 900 segundos após a aproximação da esfera, totalizando 18000 ciclos e distância de deslizamento de 198m. O valor de 400 segundos ficou estabelecido para início do regime permanente em todos os ensaios deste trabalho. Em cada amostra foram feitas 5 pistas de desgaste, e o valor do coeficiente de atrito e desvio padrão é a média entre esses 5 ensaios.

A taxa de aquisição para o coeficiente de atrito é de 1000 pontos por segundo, resultando em uma curva de coeficiente de atrito com dispersão muito alta, devido ao fato de serem feitas várias aquisições ao longo do curso da esfera, em que é natural a variação do coeficiente de atrito pela variação de aceleração. A determinação das curvas de coeficiente de atrito para comparação entre as amostras desse trabalho foram feitas através da ferramenta “Compress” do Software Use Viewer version 2.20.107+, que acompanha o tribômetro e permite a análise dos dados. O procedimento consiste em reduzir o número de pontos deixando-os em

intervalos de 0,726 segundos, calculando cada valor de coeficiente de atrito pela média dos 726 valores do intervalo, a partir dos dados adquiridos com taxa de 0,001 segundos. Além do software de análise de dados, o tribômetro possui um software de controle CETR<sup>®</sup> UMT version 1.138.259.

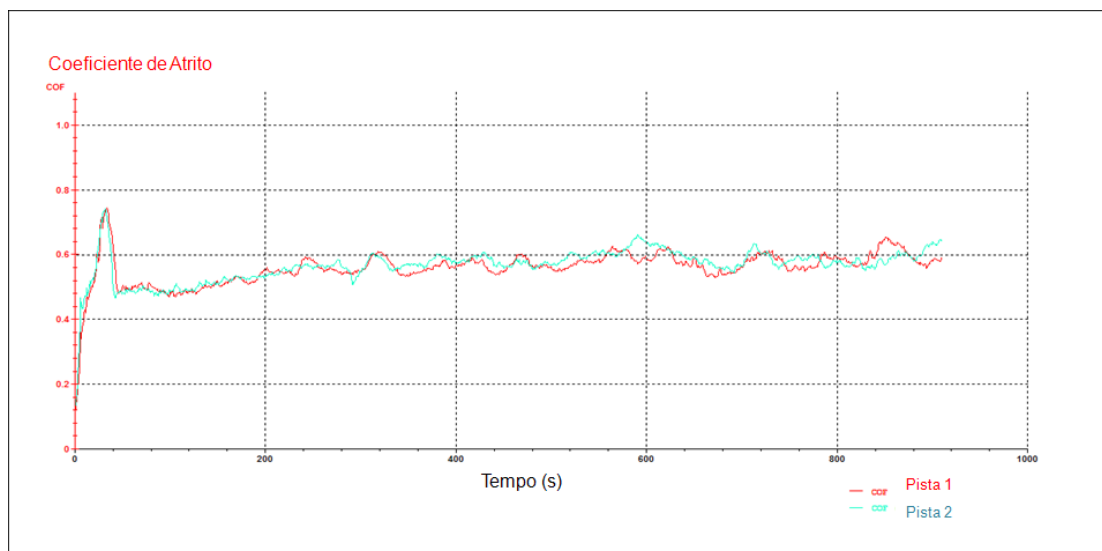


Figura 21 – Curvas de coeficiente de atrito para as duas pistas do ensaio T3.

### 3.7 Caracterização das superfícies

O mecanismo de desgaste em cada pista foi avaliado através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), com o equipamento TM3000, do fabricante Hytashi Technologies<sup>®</sup>.

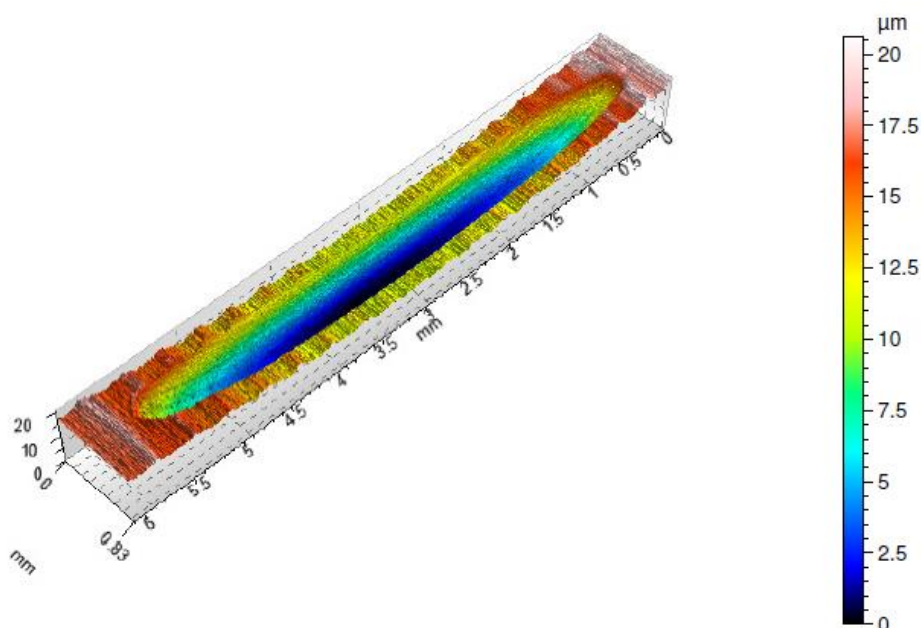
A rugosidade das amostras antes e depois do ensaio de desgaste, bem como a avaliação 3D da superfície foi realizada através do rugosímetro 3D Talysurf CCI Lite Non-contact 3D Profiler da marca Taylor Hobson<sup>®</sup>, disponível no Laboratório de Metrologia e Qualidade da UTFPR.

A cada medição, o rugosímetro 3D reproduz a superfície de um quadrado de 0,834mm de lado. A junção de várias medições ao longo da pista obtida no ensaio tribológico consegue capturar a superfície ao longo de todo o seu comprimento, exemplificado na Figura 22. A profundidade de cada pista de desgaste é avaliada de acordo com o valor de Pt, obtido a partir de um perfil 2D transversal ao comprimento da pista (Figura 23). O Pt é obtido através da distância entre o vale mais profundo e

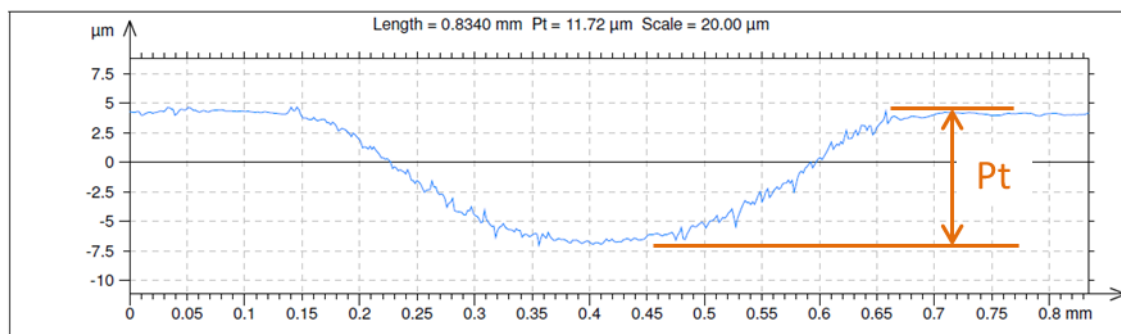
o pico mais alto registrados no perfil 2D perpendicular à pista de desgaste, após aplicado o filtro de forma para nivelar a superfície plana da amostra (região não ensaiada), entretanto sem a aplicação do filtro que removeria a ondulação através do cut-off. Assim, o perfil utilizado para cálculo do Pt é o chamado “primário”, pois remove erros de forma mas não de ondulação.

Em cada amostra, o valor de Pt foi medido para todas as 5 pistas, e o valor utilizado para comparação é a média desses 5 valores.

As medidas de Ra e Rz para avaliar a rugosidade após o processo de retificação das amostras são obtidas a partir de um perfil 2D transversal à direção de retificação, obtido da medição 3D, aproximadamente no centro da pista. São utilizados um filtro de dados gaussiano e cut-off de 0,25mm. O valor de cut-off recomendado pela norma ISO 4288 para o valor de Ra obtido ( $0,43\mu\text{m}$ ) é de 0,8. Porém, esse é o comprimento total obtido no perfil 2D e, portanto, é utilizado o próximo valor de cut-off permitido pela norma menor que o recomendado (0,25mm).



**Figura 22 – Exemplo de imagem da superfície de uma pista de desgaste obtida no rugosímetro 3D.**



**Figura 23 – Exemplo de perfil 2D retirado da imagem obtida no rugosímetro 3D utilizado para avaliar a profundidade da pista de desgaste (Pt).**

### 3.8 Nomenclatura das amostras

A seguinte nomenclatura será utilizada para identificar as amostras no texto:

- F → Estado de fornecimento
- N → Nitretada
- NS → Após SHTPN
- R300 → Após SHTPN e revenimento a 300°C
- R400 → Após SHTPN e revenimento a 400°C
- R500 → Após SHTPN e revenimento a 500°C
- R600 → Após SHTPN e revenimento a 600°C

## 4 RESULTADOS

### 4.1 Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação a Plasma (SHTPN)

Como descrito na Seção 3.2.1, a nitretação foi realizada em dois lotes (N1 e N2), nas mesmas condições. A condição de nitretação com temperatura baixa (510°C) e tempo curto (2h), acompanhada de atmosfera rica em nitrogênio, favorece a formação de camada de nitretos (camada branca) em detrimento da camada de difusão. O objetivo é obter uma camada rica em nitretos para servir de fonte de nitrogênio durante a solubilização. A camada deve ser suficiente para não se esgotar até o final da solubilização, já que se isso ocorrer pode haver diminuição de dureza superficial pela difusão do nitrogênio em direção ao núcleo. Borges e Rocha (2011), conforme já discutido na Seção 2.5, utilizaram nitretação a plasma para introduzir nitrogênio como fonte para a solubilização, etapa final do SHTPN. Sabe-se também que para o aço ISO 5832-1 a microdureza superficial e a profundidade da camada de compostos cresce até 3h de tratamento, estacionando para tempos maiores (Reis, Maliska e Borges, 2008).

Os perfis de microdureza para uma amostra de cada lote são mostrados na Figura 24.

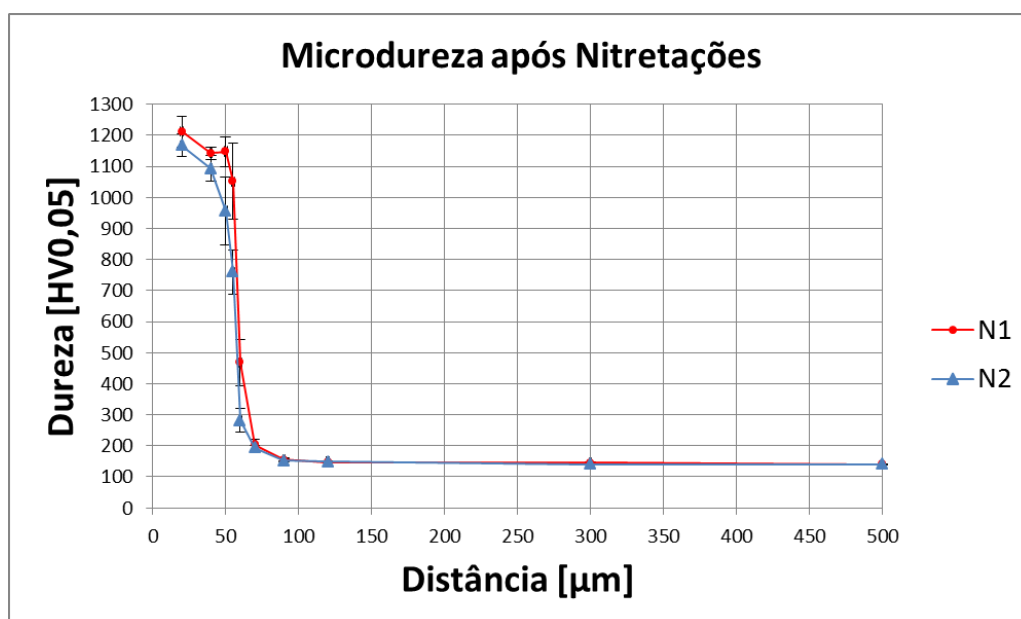
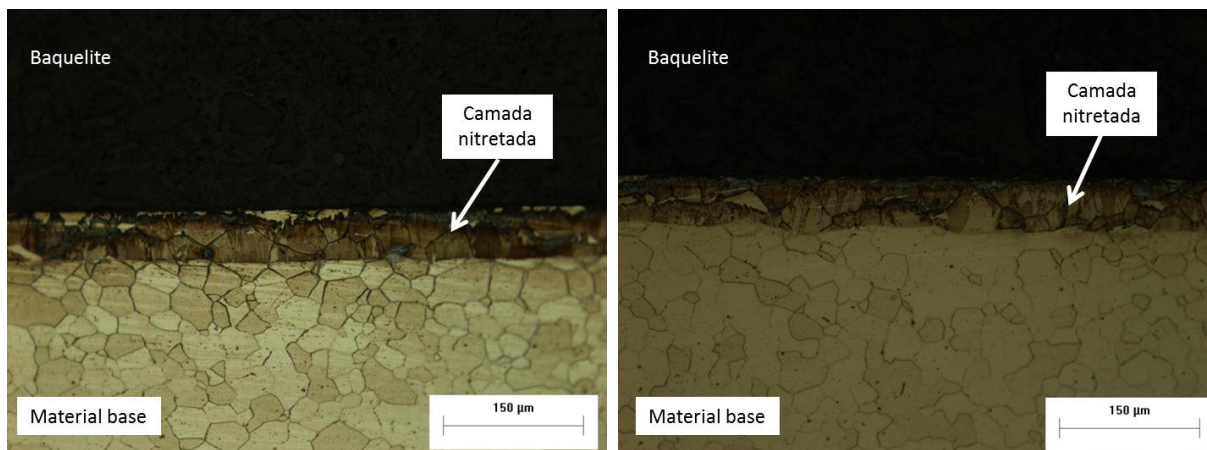


Figura 24 – Perfis de microdureza obtidos após as nitretações N1 e N2.



Os maiores valores de dureza medidos foram a uma distância de 20 $\mu$ m da superfície, sendo 1212 $\pm$ 49 HV0,05 para a amostra N1 e 1167 $\pm$ 37 HV0,05 para a amostra N2. A nitretação N1 resultou em uma camada nitretada de 56 $\pm$ 2  $\mu$ m de espessura e a nitretação N2 em uma camada de 51 $\pm$ 1  $\mu$ m de espessura, medidas a partir da análise metalográfica das amostras (Figura 25), utilizando o software analisador de imagens descrito na seção 3.3.



**Figura 25 – Metalografia após nitretações N1 (esquerda) e N2 (direita). (Ataque: Vilella)**

Uma análise adicional em microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando o equipamento EVO MA15 da marca Zeiss<sup>®</sup>, é mostrada no Apêndice D.

O tratamento térmico de solubilização posterior à nitretação foi realizado em apenas um lote, com as amostras de N1 e N2, como já descrito na seção 3.2.2. O perfil de microdureza da camada martensítica obtida após a etapa de solubilização do tratamento de SHTPN para as duas condições de nitretação anteriores é mostrado na Figura 26. Pode-se observar que os dois lotes de nitretação após a etapa de solubilização possuem comportamento similar do perfil de microdureza ao longo da camada martensítica. Portanto, as nitretações N1 e N2 poderão ser consideradas iguais ao longo do trabalho e chamadas de N.

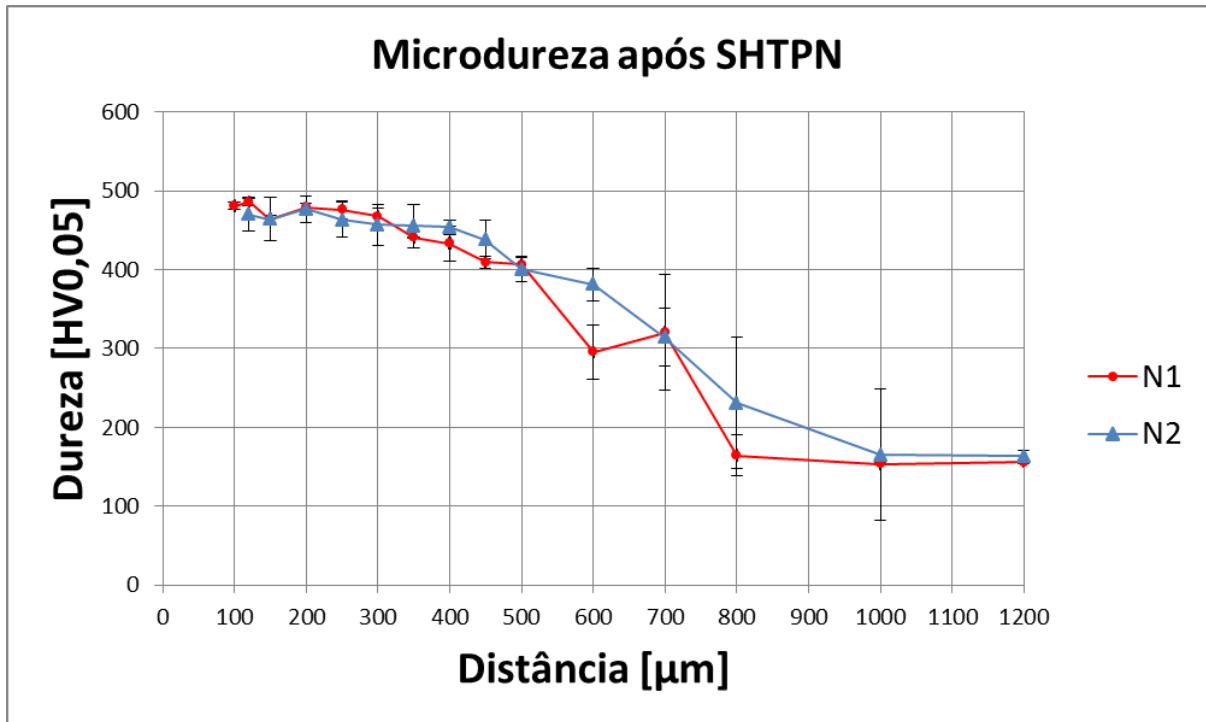
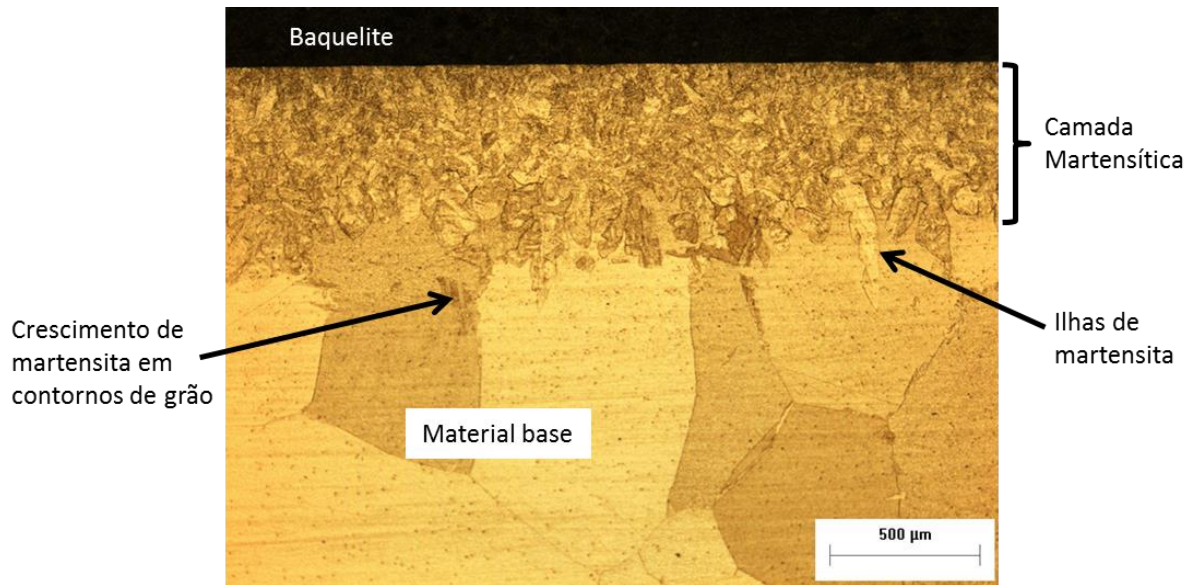


Figura 26 – Perfis de microdureza da camada martensítica obtida após etapa de solubilização do tratamento de SHTPN para as condições de nitretação N1 e N2.

Reis, Maliska e Borges (2011) resfriaram amostras do material ISO 5832-1 em água para evitar precipitação de nitretos. Entretanto, para o aço AISI 409 nas condições geométricas e dimensionais das amostras, estudos preliminares mostraram que o resfriamento ao ar é rápido o suficiente para evitar precipitações e transformar a camada austenítica em martensita. A Figura 27 mostra a microestrutura resultante do processo de SHTPN. Houve formação completa de martensita e crescimento de martensita nos contornos de grão ferrítico, na transição com o material base, além de “ilhas” de martensita no centro dos grãos ferríticos. O crescimento de martensita nos contornos de grão está associado à maior energia presente nessa região, que possivelmente potencializa a difusão do nitrogênio durante o tratamento de solubilização.



**Figura 27 – Microestrutura resultante do processo de SHTPN.**

Devido ao longo tempo a uma temperatura elevada, houve crescimento do grão ferrítico, que pode ser observado na comparação entre as metalografias da Figura 25 e Figura 27, na região identificada como “Material base”. A camada martensítica tem em torno de 500 $\mu$ m de profundidade. Entretanto a medição é imprecisa, pois a transição para o material base não é bem definida como uma linha, e sim uma área.

#### **4.2 Tratamentos térmicos de revenimento**

Os perfis de microdureza das amostras revenidas são mostrados na Figura 28. Os revenimentos a 300°C, 400°C e 500°C apresentaram comportamentos similares próximo à superfície, com dureza semelhante. No revenimento a 600°C o perfil de microdureza foi diferente, como mostra também a curva de revenido para a superfície (Figura 29).

A comparação entre as curvas de revenido para a superfície (topo) e as curvas a 100 $\mu$ m de profundidade e a 300 $\mu$ m de profundidade são mostradas na Figura 30, em que a dureza de topo foi medida em HV2 e as durezas a 100 $\mu$ m e a 300 $\mu$ m de profundidade em HV0,05. Observa-se que a 300 $\mu$ m a maior dureza foi obtida no revenimento a 500°C, enquanto para superfície e 100 $\mu$ m a maior dureza foi no revenimento a 400°C. O aumento de dureza após o revenimento pode ser

considerado endurecimento secundário, possivelmente devido à precipitação de nitretos, conforme reportado por Sung *et al.* (2008) para revenimento a 450°C da martensita de nitrogênio obtida por HTGN, além do efeito de decréscimo de dureza a partir de 550°C de temperatura de revenimento.

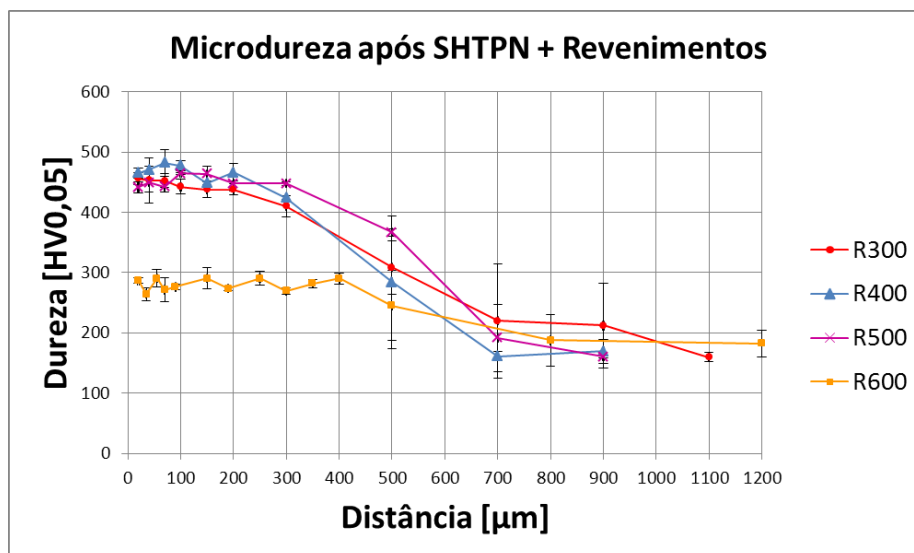


Figura 28 – Perfis de microdureza para as amostras após SHTPN e revenimentos a 300°C, 400°C, 500°C e 600°C.

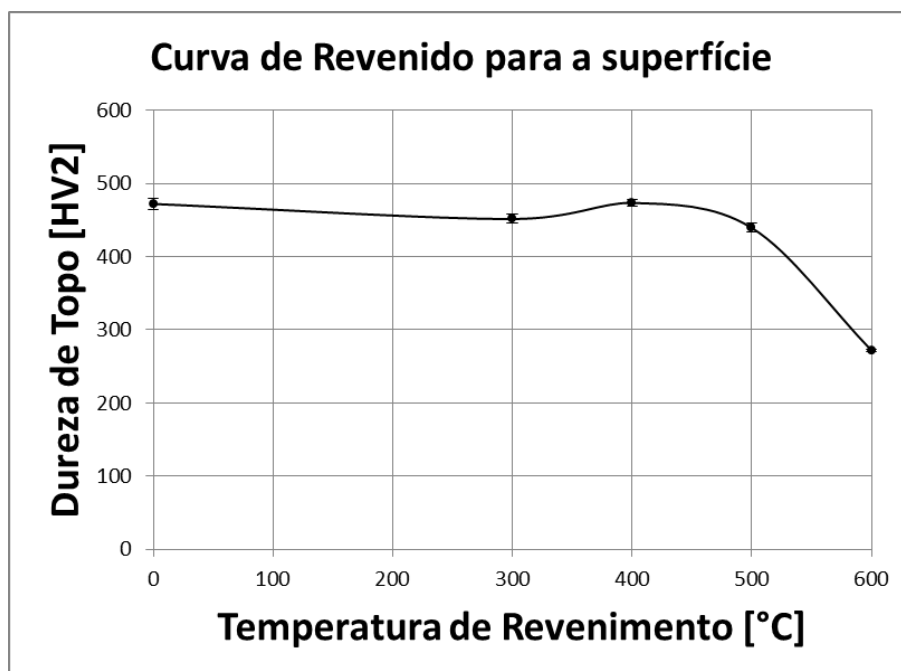


Figura 29 – Curva de revenido para a superfície para condições a 300°C, 400°C, 500°C e 600°C, mostrando também a condição sem revenido (NS).

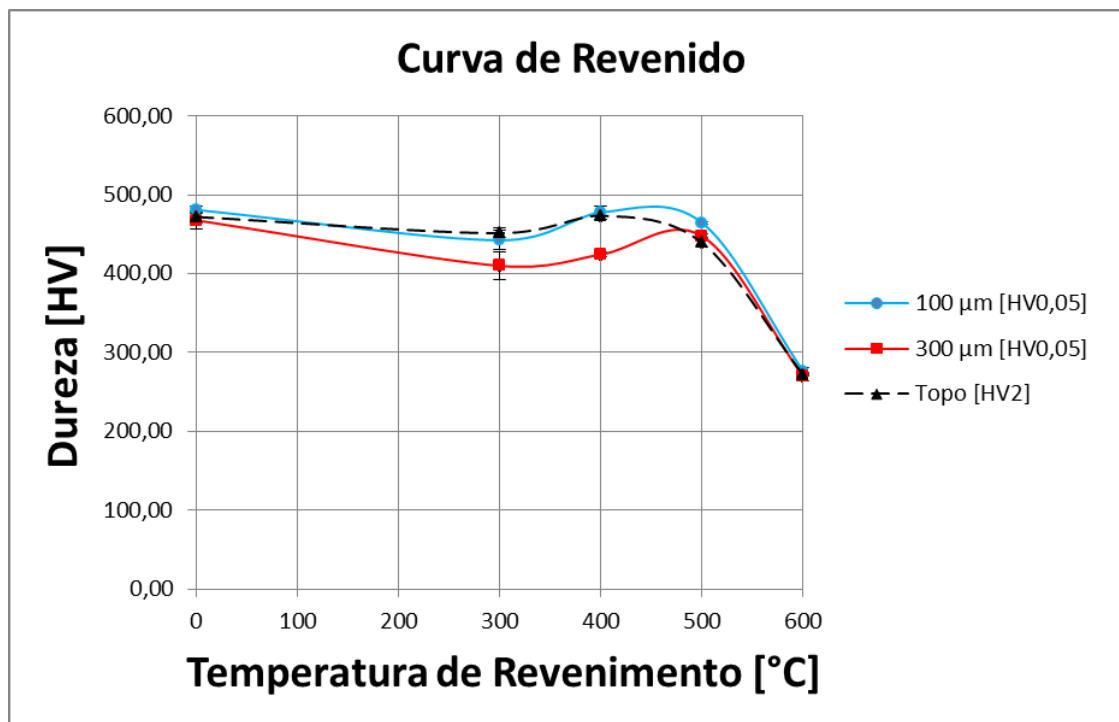
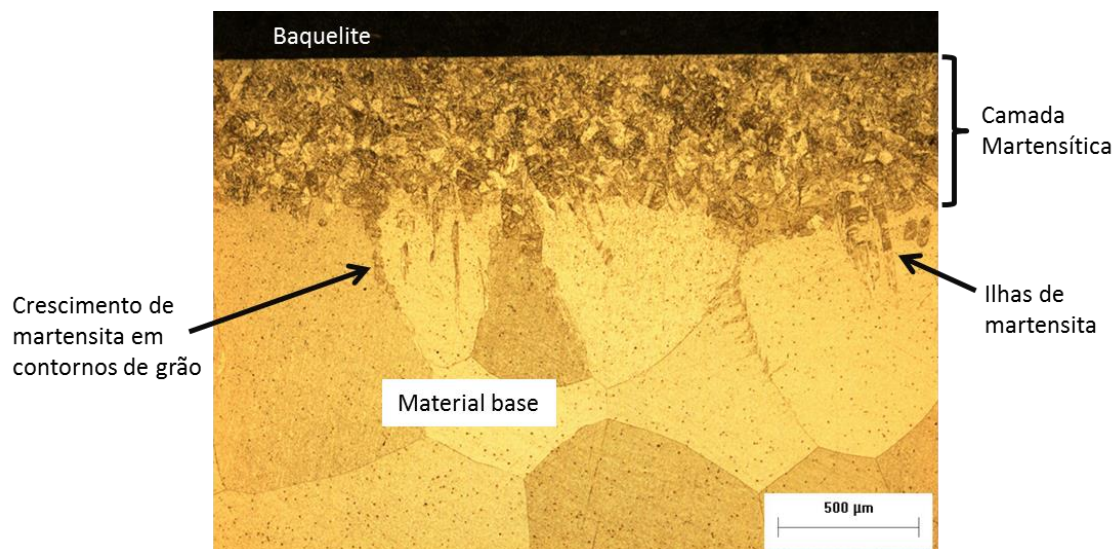


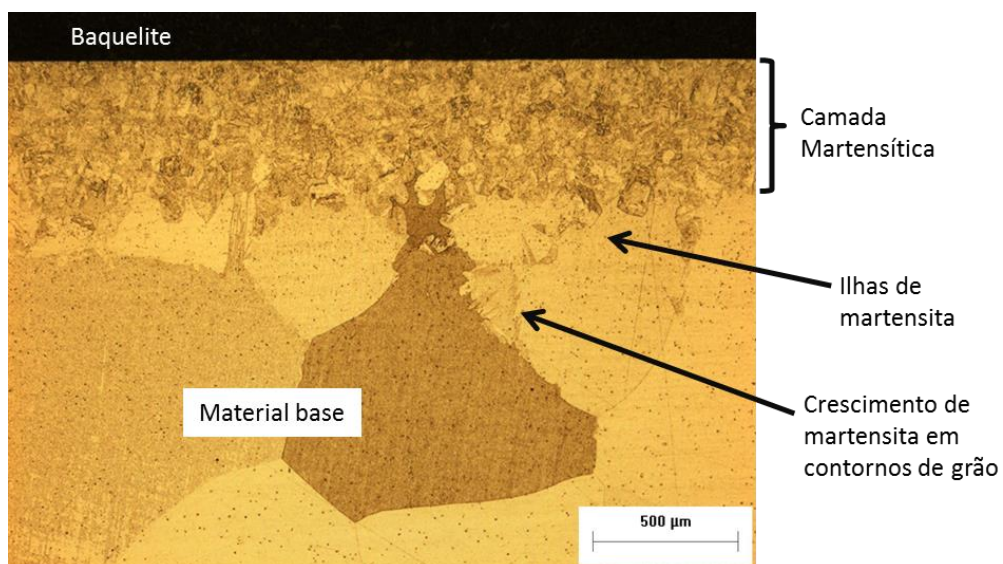
Figura 30 - Curvas de revenido para dureza de topo e profundidades de 100μm e 300 μm.

A Figura 31 mostra a microestrutura resultante da condição R300, em que se pode notar a camada martensítica, ilhas de martensita bem definidas na interface com o material base e quantidade similar de formação de martensita nos contornos de grão ferríticos, devido à difusão de nitrogênio. Essa transição de camada completamente martensítica para ilhas de martensita no material base resultou em maior desvio nas medições de dureza a partir de 500μm de profundidade, pois o ponto medido podia conter martensita ou não, o que varia muito o resultado.



**Figura 31 – Microestrutura resultante do revenimento a 300°C.**

Nas metalografias das condições R400 e R500 (Figura 32 e Figura 33), nota-se o mesmo aspecto de ilhas de martensita bem definidas e formação de martensita nos contornos de grão.



**Figura 32 - Microestrutura resultante do revenimento a 400°C.**

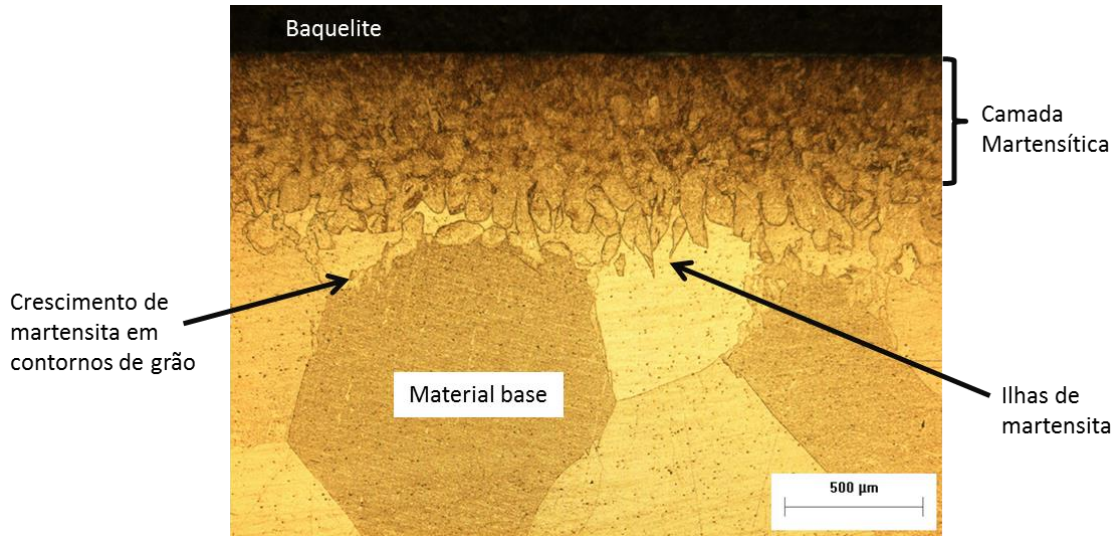


Figura 33 - Microestrutura resultante do revenimento a 500°C.

No revenimento a 600°C, cuja metalografia é mostrada na Figura 34, há maior difusão de nitrogênio através dos contornos de grão ferríticos.

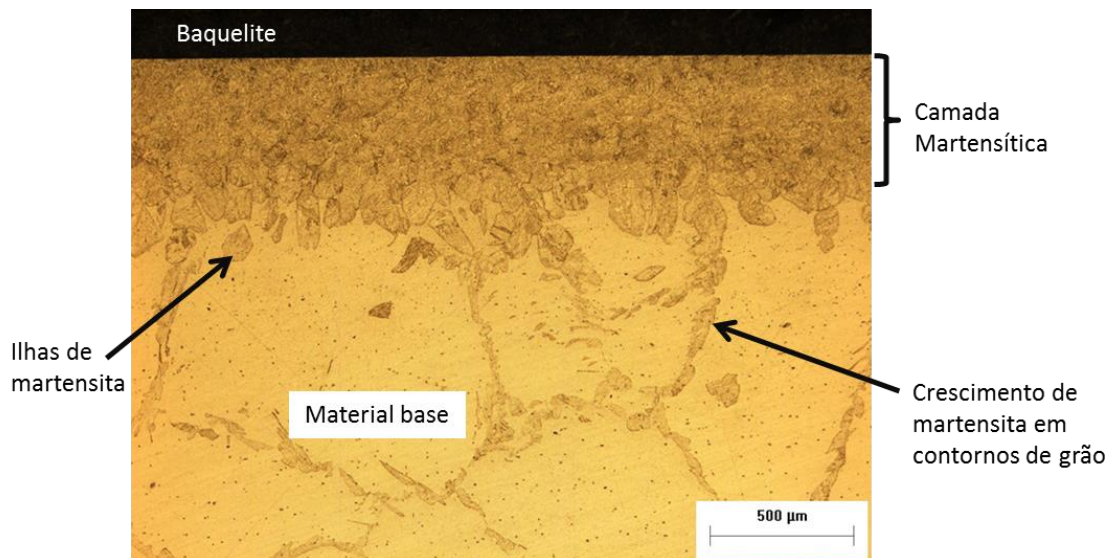


Figura 34 - Microestrutura resultante do revenimento a 600°C.

#### 4.3 Preparação das amostras para ensaio tribológico

A difusão do nitrogênio na microestrutura ferrítica do AISI 409 faz com que se forme austenita na superfície durante o processo de solubilização a 1200°C (Assumpção *et al.*, 2012), conforme discutido na Seção 3.1. Pelo fato de ser ferrítico, o aço AISI 409 não permitiria austenitização em qualquer temperatura sem a adição de um elemento estabilizador da austenita. Com o resfriamento ao ar, a austenita se

transforma em martensita, mudança de fase acompanhada de aumento de volume, causando instabilidade dimensional na peça (Chiaverini, 2008). Como apenas um lado das amostras foi nitretado, o aumento de volume ocorreu apenas nessa face, causando empenamento em forma de flexão nas amostras, o que dificultou a remoção uniforme de material no processo de retificação tangencial plana. Com a face tratada das amostras empenadas posicionada para cima verificou-se que o centro ficou mais alto do que as bordas em média 0,08mm, considerando a média de uma amostra por condição de tratamento. Dessa forma, o centro das amostras sofreu maior remoção de material que as laterais.

Após a retificação, foi feito um mapeamento de dureza de topo na área afetada pelas pistas no ensaio de desgaste para uma das amostras revenidas a 300°C, para assegurar que, mesmo com remoção diferente de material, a dureza permaneceu a mesma. Para determinação da carga aplicada na indentação Vickers foi utilizado o requisito da profundidade da indentação ser pelo menos 20 vezes maior que o valor de rugosidade Ra em  $\mu\text{m}$  (ISO 14577-1:2002). Para a amostra em questão o Ra era de 0,39 $\mu\text{m}$ , necessitando de uma indentação com profundidade de pelo menos 7,8 $\mu\text{m}$  e diagonal de pelo menos 54,6 $\mu\text{m}$ . Portanto, foi escolhida a carga de 2kgf para o mapeamento de dureza (HV2), que atinge com facilidade 87 $\mu\text{m}$  de diagonal e aproximadamente 12 $\mu\text{m}$  de profundidade, ordem de grandeza da profundidade das pistas no ensaio de desgaste (Seção 4.4).

As indentações foram feitas com espaçamento de 2mm na direção longitudinal e 1mm na direção transversal, totalizando 48 indentações. O desvio padrão máximo medido longitudinalmente foi de 12 HV2 e transversalmente foi de 13 HV2, mostrando uniformidade aceitável na dureza de topo e comprovando que a remoção não uniforme de material não afetou os ensaios de desgaste.

O Quadro 2 mostra as rugosidades Ra e Rz, bem como o parâmetro Pt, medidos a partir de um perfil 2D transversal à direção de retificação, como já explicado na Seção 3.7. As medições foram feitas em regiões não ensaiadas, entretanto pode-se assumir que a superfície da região ensaiada é similar, pois o rebolo utilizado na retificação é maior que a peça e com superfície uniforme. A amostra no estado de fornecimento retificada passou pela nitretação e foi medida em seguida, enquanto as outras (SHTPN e revenidas) foram novamente retificadas após



o processo completo. Observa-se o aumento da rugosidade na amostra após nitretação quando comparada ao estado de fornecimento.

**Quadro 2 – Valores de Ra e Rz para todas as condições ensaiadas.**

|                | Fornecimento | Nitretada | SHTPN | SHTPN<br>Revenido 300°C | SHTPN<br>Revenido 400°C | SHTPN<br>Revenido 500°C | SHTPN<br>Revenido 600°C |
|----------------|--------------|-----------|-------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| <b>Ra [μm]</b> | 0,28         | 0,55      | 0,28  | 0,26                    | 0,25                    | 0,30                    | 0,31                    |
| <b>Rz [μm]</b> | 1,89         | 3,52      | 1,85  | 1,82                    | 2,04                    | 2,16                    | 2,01                    |
| <b>Pt [μm]</b> | 2,71         | 4,95      | 2,69  | 2,69                    | 2,44                    | 3,31                    | 2,42                    |

Os valores de Pt para cada amostra na região não ensaiada foram usados para comparação com valores de Pt do perfil transversal da pista ensaiada, que informam sobre a profundidade da pista. Com isso, pode-se ter uma conclusão sobre a influência do acabamento superficial no resultado do ensaio tribológico. O parâmetro Pt foi utilizado por não remover a ondulação do perfil, possibilitando a comparação com o Pt medido na pista de desgaste ensaiada.

Para comparação e associação entre valor de dureza e resistência ao desgaste foi utilizada a média de 5 medições de dureza de topo HV2, com profundidade da indentação maior ou igual a 20 vezes o valor de Ra em μm (ISO 14577-1:2002).

#### 4.4 Comportamento sob desgaste

O comportamento tribológico foi analisado para as condições de fornecimento, nitretação, SHTPN sem revenimento posterior e após os revenimentos a 300°C, 400°C, 500°C e 600°C.

Os valores de coeficiente de atrito, profundidade de desgaste nas pistas, volume de perda de material por desgaste, volume de perda de material por distância de deslizamento (Q) (discutido na equação de Archard na Seção 2.1) e dureza de topo para cada condição ensaiada são mostrados no Quadro 3.

O volume de desgaste (V) foi calculado a partir da Equação 2, em função apenas da profundidade da pista (Pt). As constantes são: comprimento da pista (L = 5,5mm) e raio da esfera contra-corpo (R = 2mm).

$$V = L \cdot \left[ R^2 \cdot \text{acos} \left( \frac{R-Pt}{R} \right) - (R - Pt) \sqrt{2RPt - Pt^2} \right] \quad (2)$$

Os Apêndices B e C apresentam os perfis 2D de cada pista de desgaste e os coeficientes de atrito para cada ensaio, respectivamente.

**Quadro 3 - Valores médios relacionados ao ensaio de desgaste para amostras em diferentes condições.**

|                             | Coeficiente de atrito (COF) | Profundidade de desgaste Pt [ $\mu\text{m}$ ] | Volume desgastado [ $\text{mm}^3$ ] | Perda de material por distância de deslizamento (Q) [ $\text{mm}^3/\text{mm}$ ] | Dureza de topo [HV2] |
|-----------------------------|-----------------------------|---|-------------------------------------|---|----------------------|
| <b>Fornecimento</b>         | 0,53 $\pm$ 0,04             | 21 $\pm$ 1                                    | 0,045                               | 4,5E-07   | 150 $\pm$ 2          |
| <b>Nitretada</b>            | 0,55 $\pm$ 0,01             | 3,4 $\pm$ 0,2                                 | 0,003                               | 2,9E-08   | 1111 $\pm$ 5         |
| <b>SHTPN</b>                | 0,60 $\pm$ 0,02             | 13 $\pm$ 2                                    | 0,022                               | 2,2E-07   | 472 $\pm$ 8          |
| <b>SHTPN Revenida 300°C</b> | 0,60 $\pm$ 0,01             | 13 $\pm$ 1                                    | 0,021                               | 2,1E-07   | 451 $\pm$ 6          |
| <b>SHTPN Revenida 400°C</b> | 0,60 $\pm$ 0,01             | 12 $\pm$ 1                                    | 0,020                               | 2,0E-07   | 473 $\pm$ 5          |
| <b>SHTPN Revenida 500°C</b> | 0,58 $\pm$ 0,02             | 13 $\pm$ 2                                    | 0,021                               | 2,1E-07   | 439 $\pm$ 6          |
| <b>SHTPN Revenida 600°C</b> | 0,53 $\pm$ 0,04             | 24 $\pm$ 1                                    | 0,054                               | 5,5E-07   | 272 $\pm$ 2          |

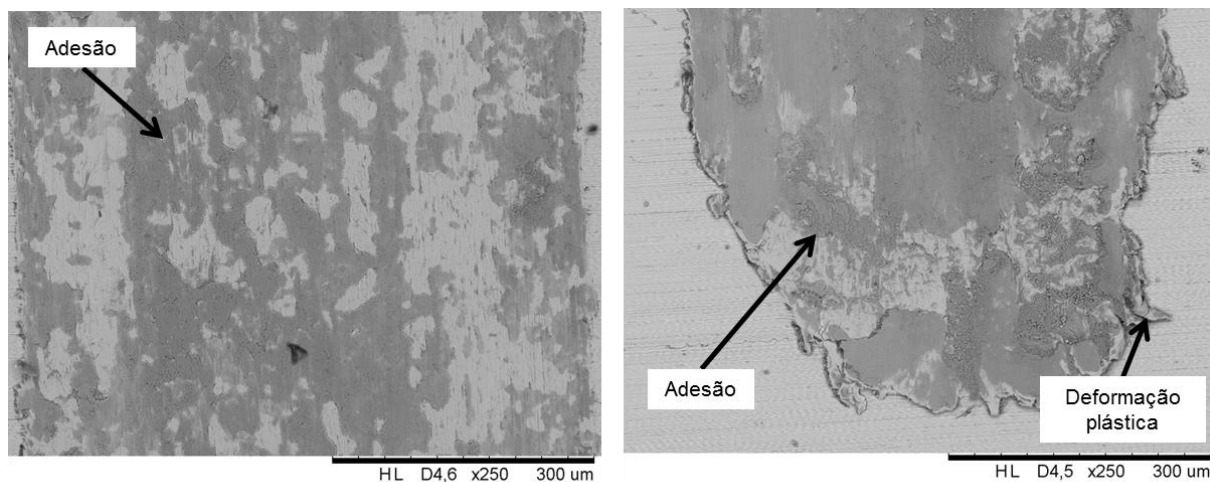
#### 4.4.1 Comportamento sob desgaste para a condição de fornecimento (F)

A profundidade da pista de desgaste no estado de fornecimento foi de  $21 \pm 1 \mu\text{m}$ . O coeficiente de atrito foi de  $0,53 \pm 0,04$ . Essa amostra é a que possui menor dureza: 150 HV2.

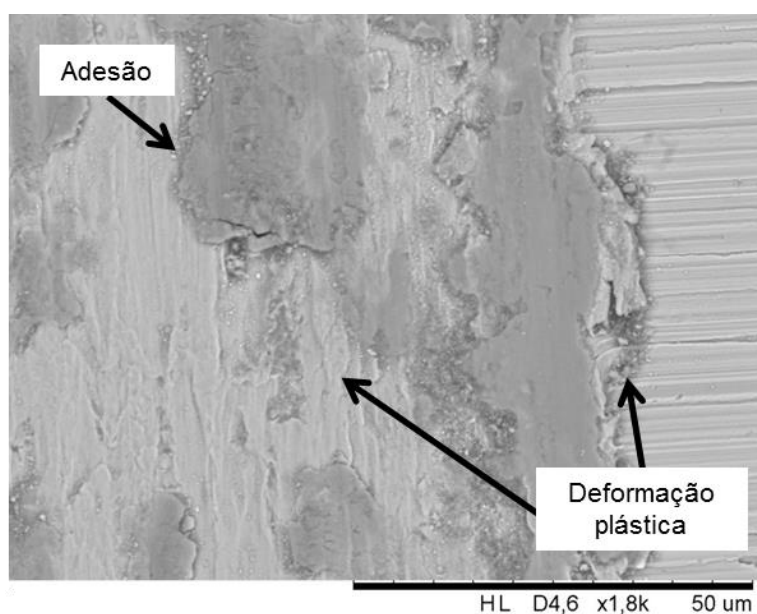
A pista de desgaste é mostrada na Figura 35. É possível notar que a pista é larga, ocupando toda a área da imagem. Observa-se a adesão como mecanismo predominante.

A adesão é responsável pelo maior desvio padrão médio do coeficiente de atrito (0,04), que quantifica as flutuações desse parâmetro ao longo do tempo de ensaio (Figura 39). Essas flutuações são causadas por um processo de constante adesão e desprendimento do material aderido à esfera.

A região de “Adesão” indicada na Figura 36 é mais escurecida devido à presença maior de óxidos, formados em maior quantidade no material aderido devido às temperaturas mais altas atingidas, pelo fato de não terem massa suficiente para uma dissipação de calor adequada.



**Figura 35 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra do estado de fornecimento. Mecanismo predominante: desgaste adesivo.**



**Figura 36 - Ampliação da região lateral da pista, mostrando a deformação plástica na amostra F.**

A deformação plástica nas laterais da pista é mostrada na ampliação da região (Figura 36). Devido à baixa dureza e alta ductilidade da amostra, ocorreu intensa deformação plástica e acúmulo de material nas extremidades da pista, regiões em que a velocidade da esfera contra corpo é nula, e onde se acumula o material deformado e aderido à esfera durante a passagem pela pista. Isso é observado também na imagem gerada pelo Rugosímetro 3D (Figura 37) e no perfil longitudinal da pista de desgaste (Figura 38), que detectaram regiões mais elevadas nas extremidades da pista.

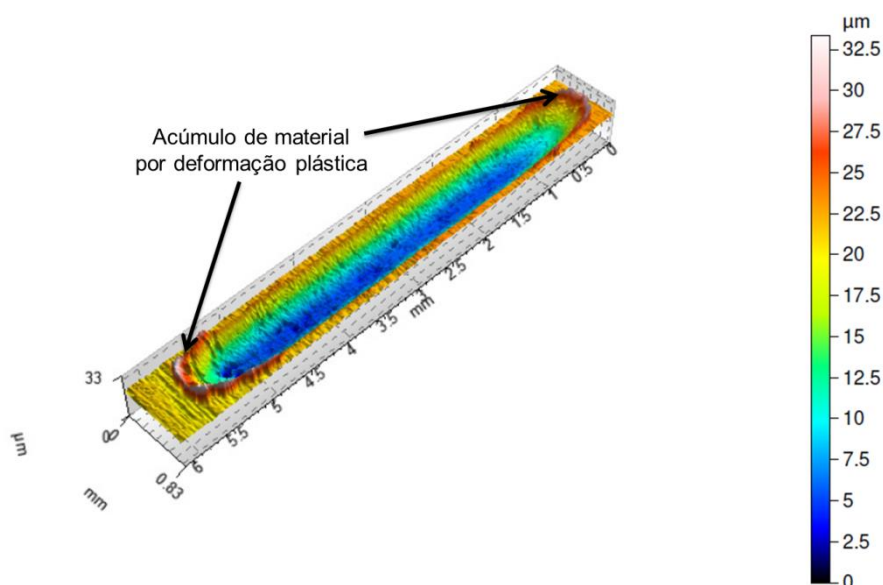


Figura 37 - Imagem do Rugosímetro 3D de uma das pistas de desgaste na amostra F.

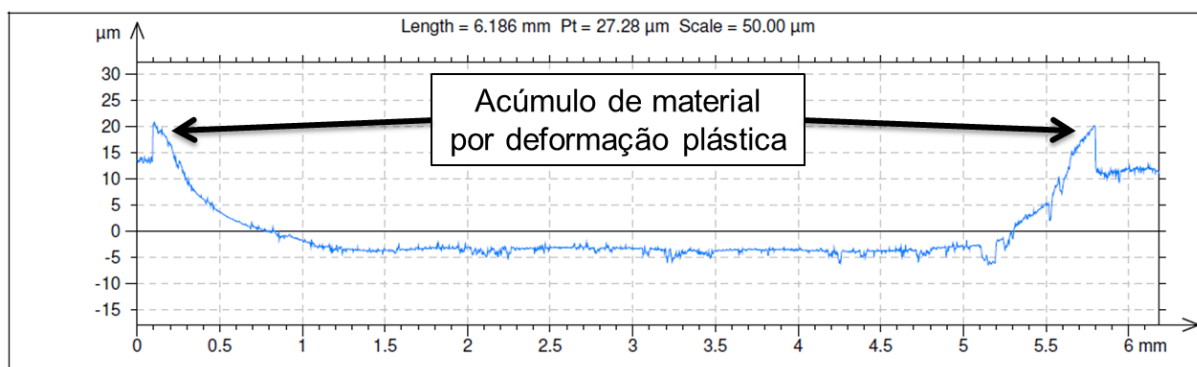
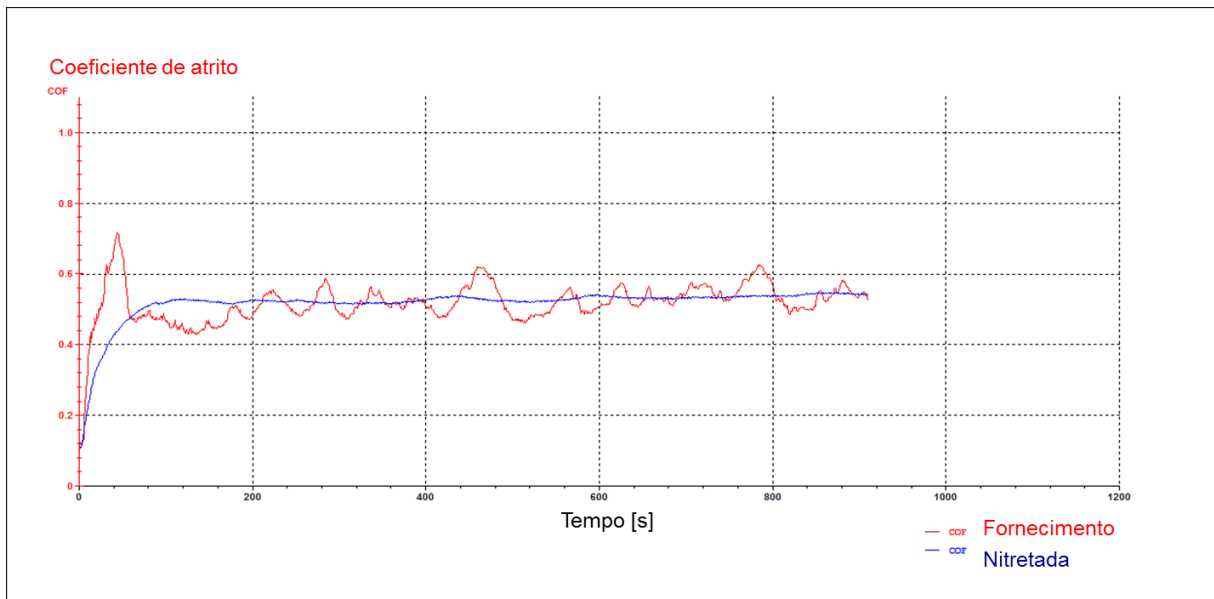


Figura 38 – Perfil longitudinal da pista de desgaste na amostra F.

#### 4.4.2 Comportamento sob desgaste para a condição nitretada (N)

Nota-se que a amostra ensaiada logo após a nitretação foi a que sofreu menor desgaste, com profundidade média da pista de apenas  $3,4 \pm 0,2 \mu\text{m}$  contra  $21 \pm 1 \mu\text{m}$  para a amostra no estado de fornecimento, uma redução de 84%.

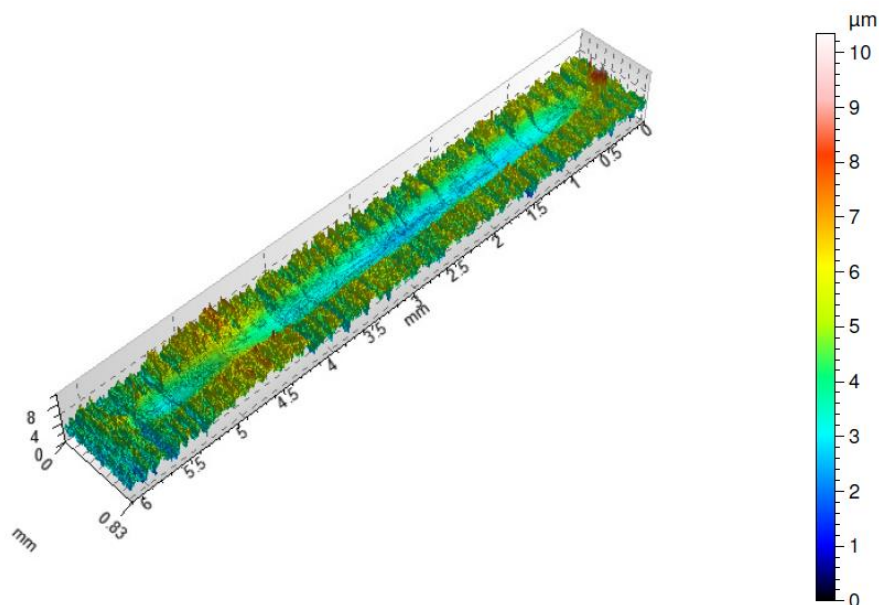
Nessa condição também foi verificada maior estabilidade no valor do coeficiente de atrito durante o ensaio. Enquanto o desvio padrão do coeficiente de atrito ao longo do tempo é de 0,04 para o estado de fornecimento, para a condição nitretada esse valor cai para 0,01. Esse comportamento pode ser mais facilmente visualizado na Figura 39, que mostra a variação do coeficiente de atrito com o tempo de ensaio para essas duas condições. A condição nitretada não apresentou flutuações ao longo do tempo de ensaio por não ocorrer desgaste adesivo, como constatado nas imagens da Figura 41 obtidas em microscopia eletrônica de varredura.



**Figura 39 – Gráfico de coeficiente de atrito por tempo de ensaio mostrando a maior variação desse parâmetro para a amostra no estado de fornecimento em relação à nitretada.**

A diferença entre as pistas nas amostras N e F fica ainda mais clara quando se compara a imagem obtida da medição no Rugosímetro 3D para as duas amostras, Figura 37 e Figura 40. Nota-se que na amostra N a profundidade é menor e há regiões em que o desgaste não atingiu uma profundidade suficiente para vencer a

rugosidade. Isso está de acordo com os valores de  $P_t$  obtidos para avaliar as pistas e o acabamento superficial da amostra nitretada. Enquanto observa-se uma profundidade média entre as 5 pistas de  $3,4\mu\text{m}$ , a rugosidade apresentou  $4,95\mu\text{m}$  de profundidade (Quadro 2).

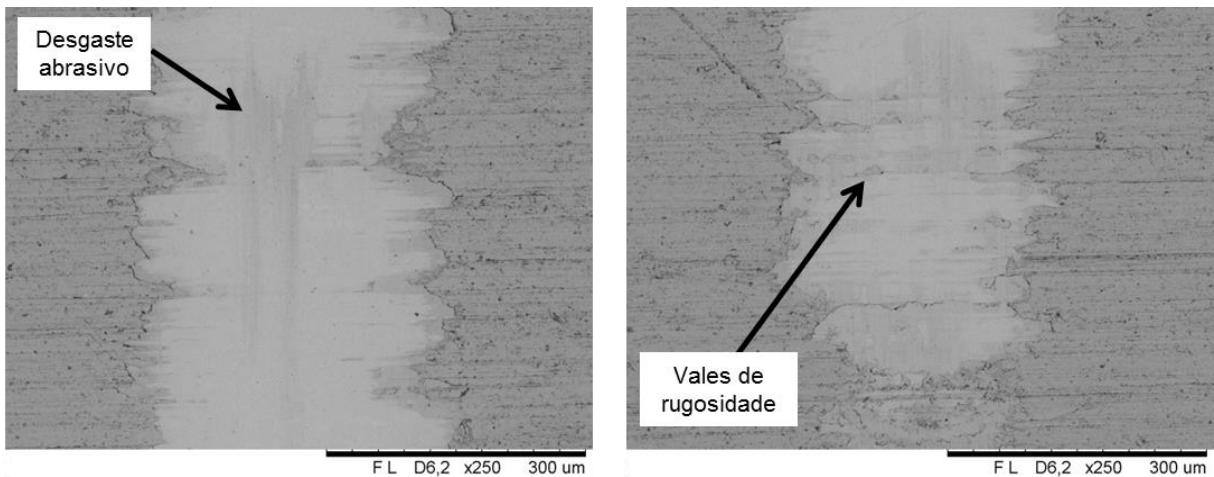


**Figura 40 - Imagem do Rugosímetro 3D de uma das pistas de desgaste na amostra N.**

A melhora no comportamento sob desgaste do aço AISI 409 após a nitretação ocorre devido ao aumento de dureza superficial resultante da formação de nitretos pela inserção de nitrogênio no material. A equação de Archard discutida na Seção 2.1 justifica a menor perda de volume de material em função da maior dureza. Como mostra o Quadro 3, essa condição foi a que apresentou maior dureza de topo ( $1111\text{ HV}_2$ ), sendo o material no estado de fornecimento o que possui a superfície de menor dureza ( $150\text{ HV}_2$ ).

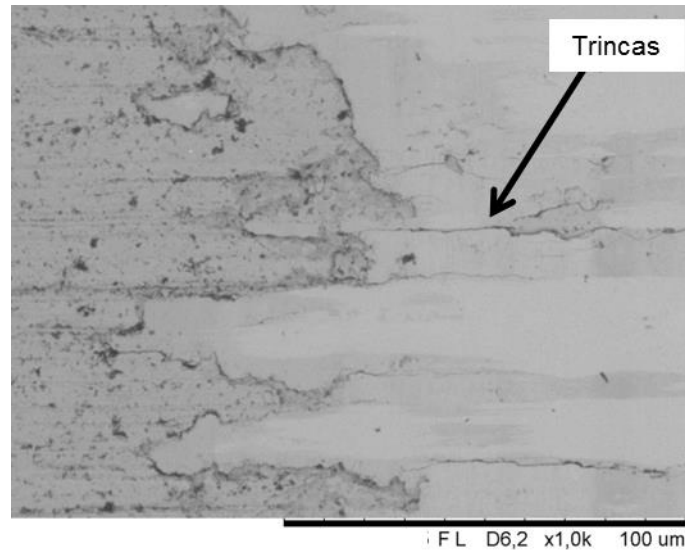
Na imagem obtida pelo microscópio eletrônico de varredura (Figura 41 - esquerda) nota-se que a pista desgastada é estreita, resultando em baixa perda de material por desgaste. Em algumas regiões, como na extremidade da pista mostrada na Figura 41 (direita), há outra evidência de que o desgaste não atingiu profundidade suficiente para vencer a rugosidade da amostra, ilustrada pelos vales de rugosidade destacados na imagem.

O mecanismo predominante na amostra N é o polimento, que consiste em romper as asperezas de forma a homogeneizar a superfície. É possível observar que houve ainda desgaste abrasivo no centro, devido ao desprendimento de partículas duras de nitretos da camada que permanecem na região da pista durante o ensaio tribológico, assim como em Yetim *et al.* (2008).



**Figura 41 – Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra nitretada. Mecanismo predominante: polimento.**

A alta fragilidade da camada nitretada ocasionou trincas na pista de desgaste, como pode ser visto na Figura 42. Trincas similares ocorreram em Yetim *et al.* (2008) e Jeong e Myung (2001). As trincas surgiram possivelmente devido à deformação causada pela carga do ensaio e pelo fato de a amostra ter uma queda de dureza severa (Figura 24). Há uma transição abrupta entre a camada dura e frágil (camada de compostos) e o substrato mole (material base), dessa forma a camada de compostos não é capaz de absorver a deformação e as trincas se formam, no chamado “efeito casca de ovo”. Este efeito decorre do gradiente de dureza existente nesta amostra, sendo que as tensões de contato provavelmente não foram suficientemente sustentadas pelo substrato de muito menor dureza do que a da camada superficial.



**Figura 42 – Microscopia eletrônica de varredura da borda da pista de desgaste na amostra nitretada com maior ampliação mostrando a formação de trincas.**

Com base nos mecanismos de desgaste apresentados, conclui-se que a semelhança nos valores de coeficiente de atrito para as amostras F e N é apenas uma coincidência experimental, não sendo justificada pelas diferenças de propriedades mecânicas e mecanismos de desgaste.

#### **4.4.3 Comportamento sob desgaste para a condição após SHTPN (NS)**

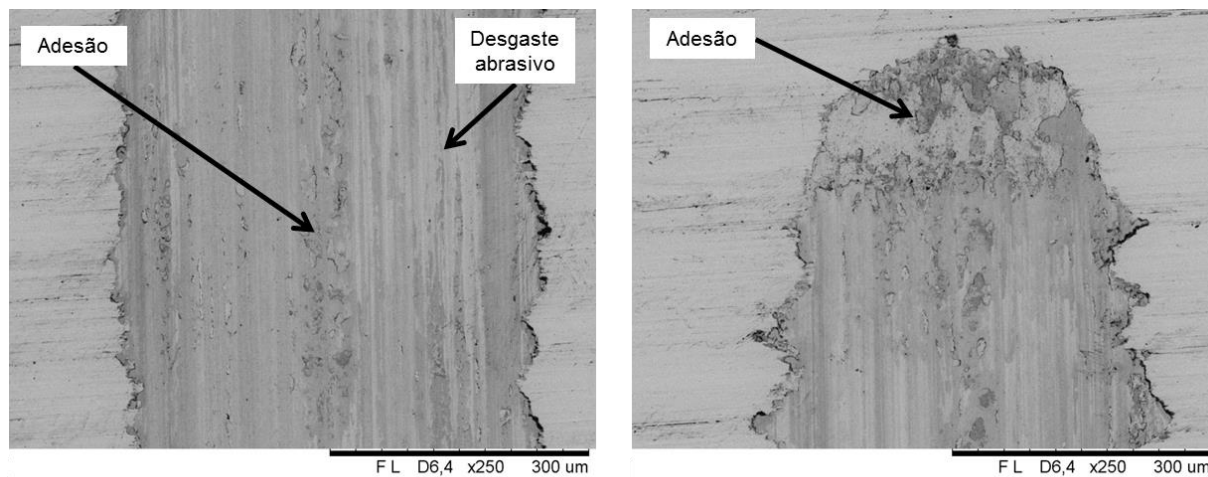
Com a amostra ensaiada após a solubilização, etapa final do tratamento térmico de SHTPN, obteve-se um maior coeficiente de atrito e maior perda de material devido ao desgaste em relação à amostra após a etapa intermediária de nitretação.

A profundidade das pistas desgastadas da amostra NS foi  $13 \pm 2 \mu\text{m}$ . Esse aumento deve-se à redução da dureza superficial, de 1111 HV2 na nitretada para 472 HV2 após a solubilização, ocorrida pela difusão do nitrogênio em direção ao núcleo do material, com dissolução da camada de compostos.

Em relação à amostra no estado de fornecimento, a profundidade de material removido no ensaio tribológico para a condição solubilizada foi 38% menor, já que a superfície foi endurecida no processo de SHTPN.



Pelo aspecto geral da pista (Figura 43), o mecanismo predominante foi de desgaste abrasivo. Além desse fenômeno, há também o aparecimento de desgaste por adesão, concentrado no centro da pista e nas extremidades.



**Figura 43 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após SHTPN. Mecanismo predominante: desgaste abrasivo.**

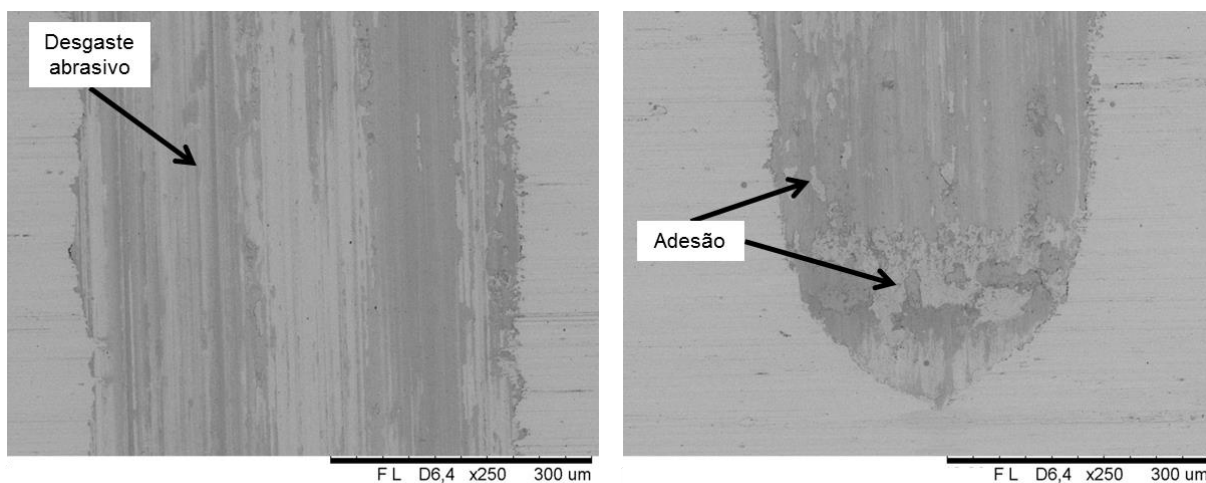
#### **4.4.4 Comportamento sob desgaste para as condições após revenimentos a 300°C, 400°C e 500°C (R300, R400 e R500)**

As temperaturas de 300°C, 400°C e 500°C utilizadas para revenimento das amostras após o SHTPN não apresentaram diferenças consideráveis entre si nos parâmetros de coeficiente de atrito e profundidade da pista, sendo também muito próximos aos obtidos logo após a solubilização das amostras. Em todas essas condições foi observada uma redução em torno de 40% de profundidade de material desgastado em relação ao estado de fornecimento. Os valores de dureza superficial tiveram uma pequena variação, na faixa de 473 HV2 da amostra R400 para 439 HV2 da amostra R500, a que apresentou a menor dureza entre as três temperaturas consideradas nessa seção.

Apesar dos valores numéricos serem semelhantes, observou-se que os mecanismos de desgaste diferiram entre as temperaturas de revenimento e em relação à amostra NS.

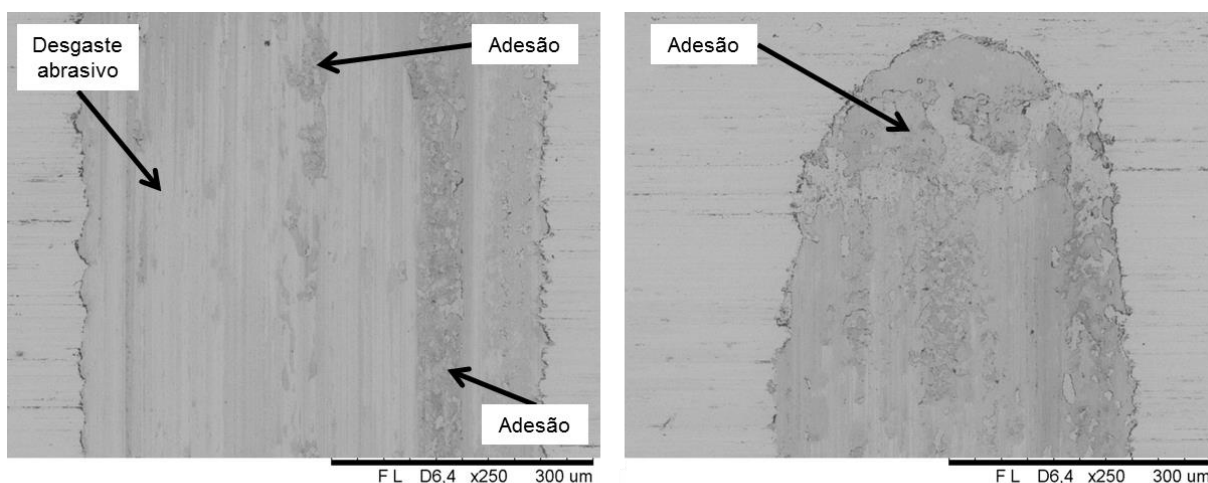
Uma das pistas de desgaste da amostra R300 é apresentada na Figura 44. As regiões com adesão são mais raras na amostra R300 que na NS, apesar da dureza

sensivelmente mais baixa. Assim, tem-se a abrasão como mecanismo de desgaste predominante na R300.



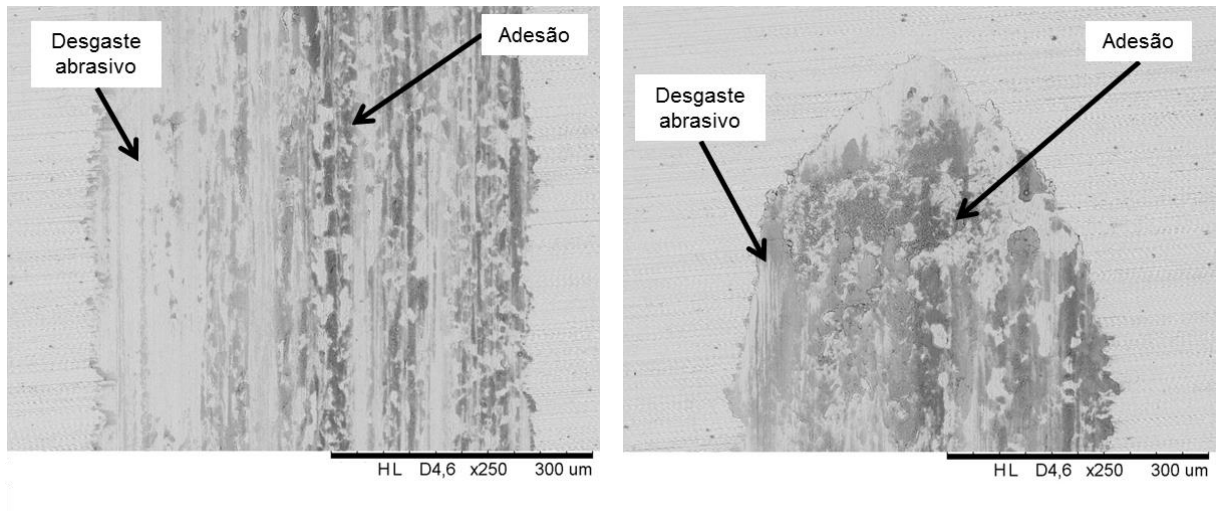
**Figura 44 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após revenimento a 300°C. Mecanismo predominante: desgaste abrasivo.**

Na amostra R400 o mecanismo de adesão se tornou mais notável que na R300, com intensidade semelhante à amostra NS. Ainda assim, o mecanismo predominante foi o desgaste abrasivo (Figura 45). A semelhança com a amostra NS no modo de desgaste coincide com a semelhança de dureza entre as amostras.



**Figura 45 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após revenimento a 400°C. Mecanismo predominante: desgaste abrasivo.**

O mecanismo de desgaste predominante na amostra R500 foi de adesão, com algumas regiões marcadas por abrasão. Apesar da dureza próxima às condições de R300, R400 e NS, a amostra R500 mostrou características de desgaste intermediárias entre as amostras NS e F.



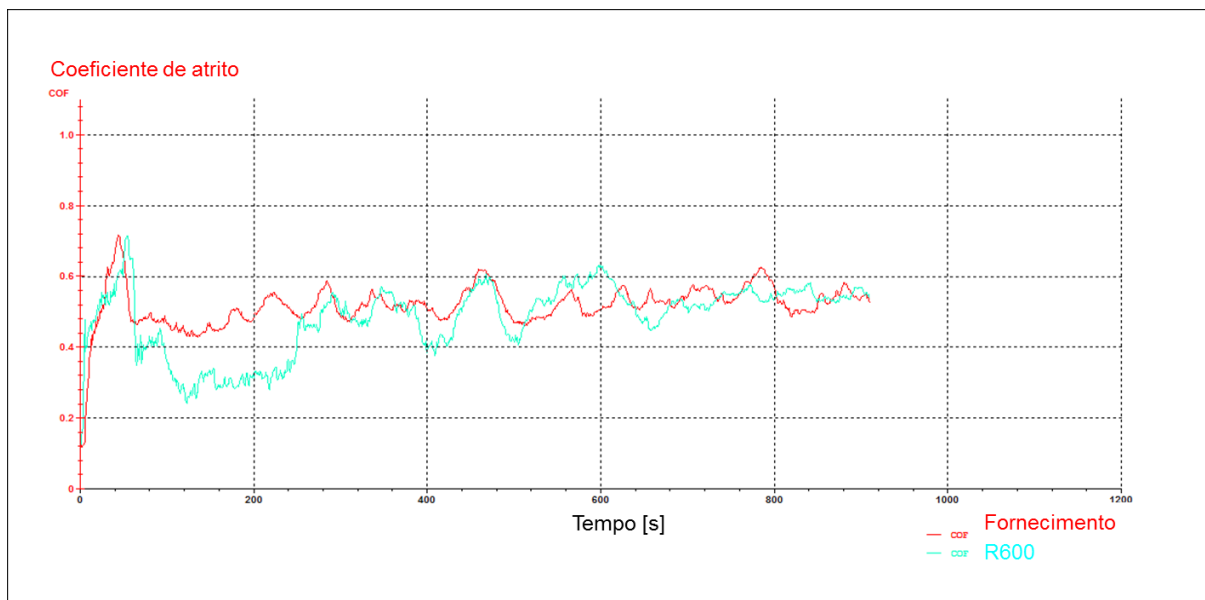
**Figura 46 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após revenimento a 500°C. Mecanismo predominante: desgaste adesivo.**

#### **4.4.5 Comportamento sob desgaste para a condição após revenimento a 600°C (R600)**

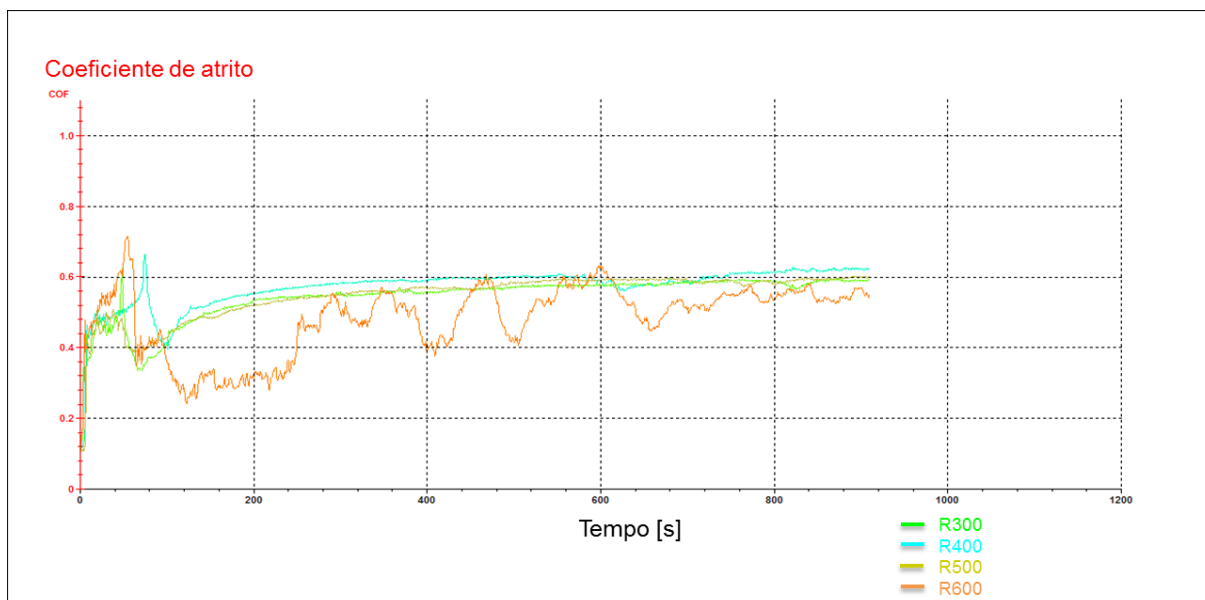
Enquanto os revenimentos realizados a temperaturas de 300°C a 500°C mantiveram a dureza da camada martensítica próxima à obtida no tratamento térmico de SHTPN, em torno de 450 HV2, o aumento dessa temperatura para 600°C resultou em uma queda de dureza para 272 HV2. Devido a isso, o desgaste observado para essa condição de revenimento foi mais severo e provocou  $24 \pm 1$   $\mu\text{m}$  de profundidade na pista desgastada. Esse valor é muito próximo ao observado para o material no estado de fornecimento ( $21 \pm 1$   $\mu\text{m}$ ), no qual a dureza de topo foi avaliada em 150 HV2.

Os valores de coeficiente de atrito para as amostras R600 e F também foram iguais e a similaridade na flutuação desse parâmetro ao longo do tempo de ensaio pode ser verificada na Figura 47. O desvio padrão do coeficiente de atrito calculado foi de 0,04, indicando que a similaridade com a amostra F ocorre também no mecanismo de desgaste, com presença muito maior de adesão em relação às amostras NS, R300, R400 e R500. A comparação da variação do coeficiente de

atrído com o tempo para todas as temperaturas de revenimento (Figura 48) também revela esse aumento de desgaste adesivo na amostra R600, considerando-se que as maiores flutuações ao longo desta figura são decorrentes do mecanismo de adesão. A ocorrência de desgaste adesivo é evidenciada na Figura 49 e na Figura 50, obtidas por microscopia eletrônica de varredura.

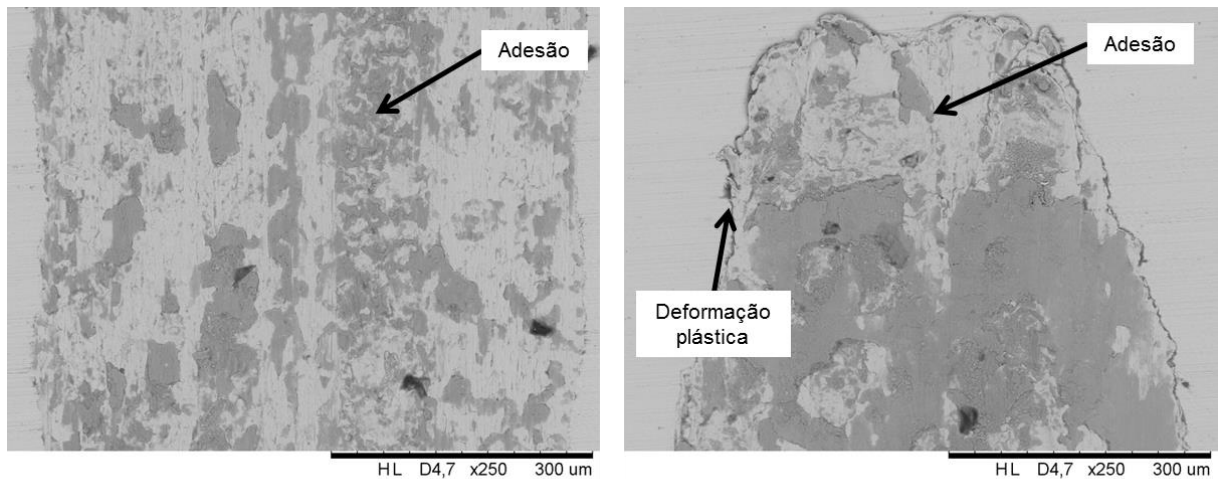


**Figura 47 – Coeficiente de atrito por tempo de ensaio para as amostras no estado de fornecimento e revenida a 600°C.**



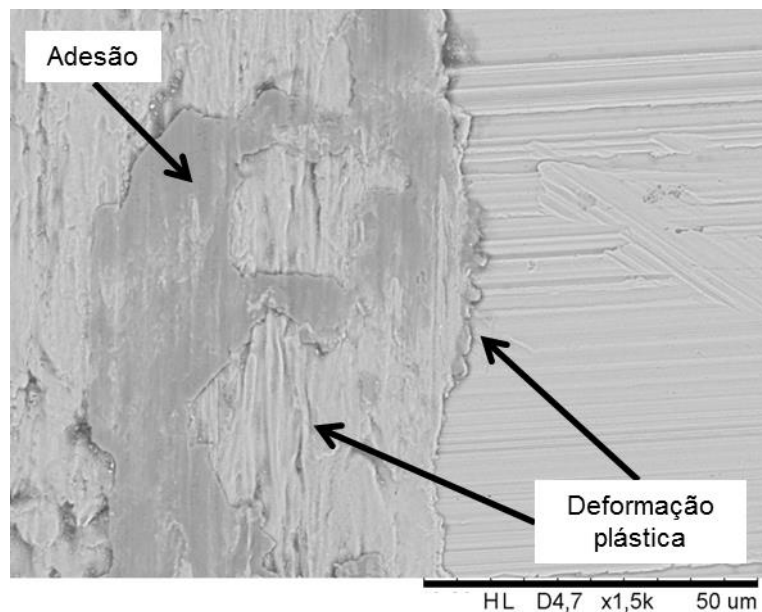
**Figura 48 - Gráfico de coeficiente de atrito por tempo de ensaio mostrando a maior variação desse parâmetro para a amostra R600 em relação às amostras R300, R400 e R500.**

Esse comportamento é esperado devido à dureza consideravelmente inferior da amostra R600 (Figura 29). Analogamente à condição F, a amostra R600 não possui gradiente de dureza ao longo da profundidade, fato que deve ter algum efeito no comportamento das demais amostras. A deformação plástica nas laterais da pista também é um fator de semelhança entre R600 e F. Nas extremidades da pista nota-se um grande acúmulo de material, também semelhante ao ocorrido na amostra F. A amostra R600 apresenta uma pista muito mais larga do que as observadas para as amostras N, NS, R300, R400 e R500, fato que pode ser observado qualitativamente na comparação entre as imagens de MEV (Figura 41, Figura 43, Figura 44, Figura 45 e Figura 46).



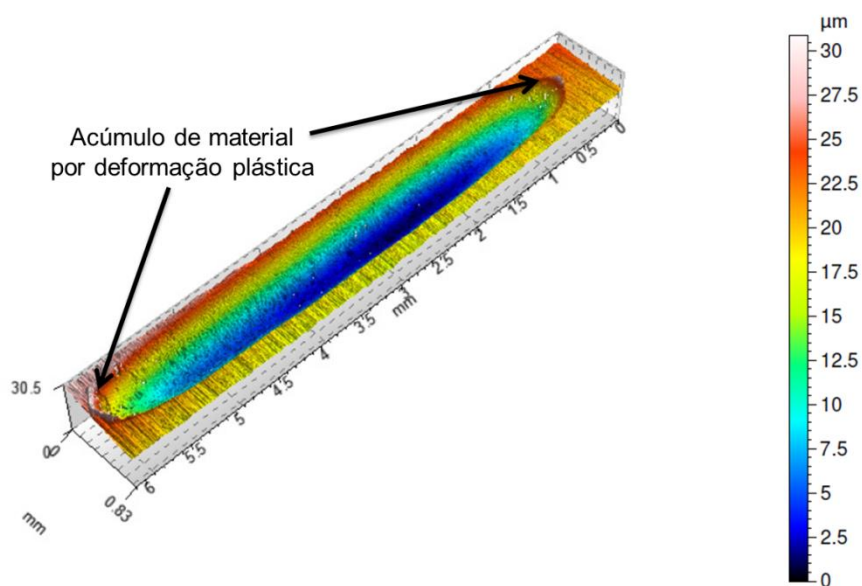
**Figura 49 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esquerda) e extremidade (direita) da pista de desgaste na amostra após revenimento a 600°C. Mecanismo predominante: desgaste adesivo.**

A Figura 50 mostra uma ampliação da região deformada plasticamente na lateral da pista, bem como região com adesão e deformação plástica na pista.



**Figura 50 – Ampliação da região lateral da pista, mostrando a deformação plástica na amostra R600.**

Assim como na amostra F, o acúmulo de material foi detectado pelo Rugosímetro 3D e evidenciado na imagem da medição, mostrada na Figura 51. A quantidade de material acumulado é menor, devido à menor ductilidade da martensita presente na R600 em comparação à ferrita presente na F.



**Figura 51 – Imagem do Rugosímetro 3D obtida na medição de uma das pistas de desgaste na amostra R600.**

## 5 CONCLUSÕES

Sobre o processo de SHTPN e revenimento, pode-se concluir que:

- Com o tratamento térmico de SHTPN foi possível a transformação da microestrutura ferrítica da superfície em austenita pela adição e difusão de nitrogênio e, posteriormente por resfriamento rápido da região austenítica, a obtenção de uma camada martensítica de nitrogênio de aproximadamente 500µm de profundidade e 450 HV0,05 de microdureza superficial no aço inoxidável ferrítico AISI 409.
- Os tratamentos térmicos de revenimento foram realizados na camada martensítica obtida por SHTPN. Os revenimentos a temperaturas de 300°C, 400°C e 500°C resultaram em perfil de microdureza muito similares entre si, com maior dureza de topo no revenimento a 400°C, possivelmente devido à precipitação de nitretos. Houve uma queda considerável de dureza superficial para a condição a 600°C, de aproximadamente 450 HV2 para 270 HV2.
- As microestruturas das amostras NS, R300, R400, R500 e R600 mostraram estrutura martensítica na camada superficial, ilhas de martensita nos grãos de ferrita na interface com o material base e crescimento de martensita nos contornos de grão da ferrita, fenômeno observado muito mais intensamente para a condição R600.

Sobre o comportamento em desgaste das condições testadas, pode-se concluir que:

- Após o processo de SHTPN, o aço AISI 409 apresentou melhor desempenho sob desgaste por deslizamento em relação ao estado de fornecimento, com profundidade desgastada aproximadamente 40% menor. Isso se repete para as condições R300, R400 e R500.
- A única condição que não resultou em melhor desempenho sob desgaste foi a R600, devido à queda significativa de dureza superficial observada para a temperatura de 600°C.

- A condição após a etapa de nitretação foi a que resultou em melhor desempenho sob desgaste devido a sua alta dureza superficial em comparação com as outras condições. Entretanto, essa condição pode não ser a melhor para aplicação industrial, pois a resistência à corrosão da camada de compostos é baixa, devido à retirada do cromo do estado de solução sólida.
- A formação de trincas na amostra nitretada se deve a um alto gradiente de dureza entre camada e substrato. A queda severa de dureza na transição da camada de compostos causa o “efeito casca de ovo”. À medida que esse gradiente diminui nas condições solubilizada e revenidas, e com a menor fragilidade da superfície com microestrutura martensítica, o mecanismo de desgaste predominante torna-se adesão, sendo maior para as amostras R600 e F.
- A flutuação do coeficiente de atrito ao longo do tempo está relacionada à ocorrência de desgaste adesivo, observado para as amostras de menor dureza: F e R600, que têm comportamento sob desgaste semelhante entre si. Essa flutuação do coeficiente de atrito ocorre menos intensamente à medida que se tem menos adesão, não ocorrendo na amostra nitretada, em que ocorreu apenas abrasão.
- De acordo com os mecanismos de desgaste observados, a semelhança nos valores de coeficiente de atrito para as amostras F e N é apenas uma coincidência experimental, pois as propriedades mecânicas das amostras são diferentes e os mecanismos de desgaste resultantes não foram os mesmos.
- A diferença de dureza das amostras F e R600 não afetou o comportamento sob desgaste, já que R600 tem 272 HV2 e F tem 150 HV2 de dureza de topo. Uma hipótese é que o encruamento devido à carga de ensaio aumentou a dureza na pista em ambas as amostras, e a dureza final pode ter se tornado similar.
- As amostras R300 e R400 são equivalentes quanto ao coeficiente de atrito, profundidade e mecanismo predominante de desgaste: abrasão. Nesse caso a diferença de dureza de topo não teve forte correlação (451 HV2 e 473 HV2 respectivamente).



- A condição R500 pode ser considerada uma transição entre os comportamentos observados em R300/R400 (abrasão) e R600/F (adesão). Nela os dois mecanismos coexistiram, com leve predominância da adesão.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Para se obter o mínimo gasto necessário de energia na nitretação industrial, otimização do tempo de nitretação para obter a camada de compostos mínima necessária para que não se esgote durante a solubilização.
- Para minimizar os custos da solubilização e evitar o crescimento de grão, otimização do tempo e da temperatura de solubilização para formar a camada de espessura adequada. Pode-se construir uma curva de espessura de camada x temperatura de solubilização.
- Análise aprofundada das fases formadas após os tratamentos de nitretação, solubilização e revenimentos e determinação dos precipitados que causam aumento de dureza na condição R400.
- Realização de revenimentos a temperaturas intermediárias para determinação mais precisa da curva de revenido do aço AISI 409 com alto teor de nitrogênio.
- Estudar o efeito da retempera na microestrutura e propriedades do aço AISI 409.
- Investigação do comportamento sob cavitação do material AISI 409 tratado com SHTPN e revenimento para se obter mais informações sobre a influência desse tratamento no aço AISI 409 sob diversas condições de uso.
- Investigação da resistência à corrosão e, com os resultados obtidos, encontrar um compromisso em uma condição de boa resistência ao desgaste e boa resistência à corrosão, para uso comercial, pois a que mostrou melhor resistência ao desgaste (N) provavelmente não apresentará boa resistência à corrosão devido à remoção do cromo da solução sólida.
- Analisar etapas intermediárias do ensaio de desgaste para determinar em que momento há a ruptura total das asperezas e a transição para outros mecanismos de desgaste.
- Analisar a morfologia dos *debris* resultantes do ensaio.
- Analisar o material aderido e o desgaste da esfera de WC para cada condição de tratamento.

- Realizar ensaios de desgaste com cargas maiores e com lubrificação, para verificar a partir de que carga a fadiga de contato se torna o mecanismo predominante.
- Medição da temperatura durante o ensaio de desgaste e caracterização de dureza e microestrutura das amostras, para avaliação das transformações de fase locais causadas pelo aumento de temperatura devido ao atrito.
- Realizar ensaios de desgaste com diversas cargas para determinação do valor do coeficiente de desgaste  $K$  mostrado na Equação 1.

## REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY OF MATERIALS INTERNATIONAL (ASM). Heat Treating. In: **Metals Handbook**, vol. 4, 1991.

AMERICAN SOCIETY OF MATERIALS INTERNATIONAL (ASM). Metallography and Microstructures. In: **Metals Handbook**, vol. 9, p.1534, 2004.

AMERICAN SOCIETY OF MATERIALS INTERNATIONAL (ASM). Properties and Selection: Irons Steels and High Performance Alloys. In: **Metals Handbook**, vol. 1, p.900, 1990.

AMERICAN SOCIETY OF MATERIALS INTERNATIONAL (ASM). Welding Brazing and Soldering. In: **Metals Handbook**, vol. 6, p.1176, 1993.

ASSUMPÇÃO, R. L.; BORGES, P. C.; MARTINEZ, V. A.; SANTOS, L. O. **Martensita de nitrogênio obtida pelo processo de SHTPN em aços inoxidáveis ferríticos**. VII Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 2012.

BERNARDELLI, E. A.; BORGES, P. C.; FONTANA, L. C.; FLORIANO, J. B. **Role of plasma nitriding temperature and time in the corrosion behaviour and microstructure evolution of 15-5 PH stainless steel**. Kovove Mater, vol. 48, 2010, p.1-11.

BORGES, P. C.; ROCHA, L. A. **Solution heat treatment of plasma nitrided 15-5PH stainless steel Part I. Improvement of the corrosion resistance**. Kovove Mater, vol. 49, 2011, p.107-117.

BORGIOLI, F.; FOSSATI, A.; GALVANETTO, E.; BACCI, T. **Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature**. Surface and Coatings Technology, vol 200, 2005, p.2474-2480.

CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos** – 7.ed.ampl e rev. – São Paulo, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2008.

EL-RAHMAN, A.M.A. **An investigation on the microstructure, tribological and corrosion performance of AISI 321 stainless steel carbonitrided by RF plasma process**. Surface and Coatings Technology, vol 205, 2010, p.647-681.

GARZÓN, C. M.; THOMAS, H.; SANTOS, J. F.; TSCHIPTSCHIN, A. P. **Cavitation erosion resistance of a high temperature gas nitrided duplex stainless steel in substitute ocean water**. Wear, vol. 259, 2005, p.145-153.

GARZÓN, C. M.; TSCHIPTSCHIN, A. P. **Nitreção Gasosa em alta Temperatura de Aços Inoxidáveis**. Revista Matéria, vol. 10, No.4, 2005, p.502-525.

HECKER, R.L.; LIANG, S.Y. **Predictive modeling of surface roughness in grinding.** Machine Tools and Manufactur, vol. 43, 2003, p.755-761.

HUTCHINGS, I. M. **Tribology, Friction and Wear of Engineering Materials.** B.H - Butterworth-Heinemann, 1992.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDIZATION (ISO). **ISO 14577-1:2002, Metallic Materials - Instrumented indentation test for hardness and athermal parameters - Part 1: Test method.**

ITAL, T.C., **Processo de enriquecimento de nitrogênio e seu efeito na microestrutura e dureza do aço inoxidável 15-5PH,** 2008. Tese (Mestrado). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba-PR.

JEONG, B.; MYUNG, K. **Effects of pulse frequency and temperature on the nitride layer and surface characteristics of plasma nitrided stainless steel.** Surface and Coatings Technology, vol. 137, 2001, p. 249-254.

FRANSEN, R. B.; CHRISTIANSEN, T.; SOMERS, M. A. J. **Simultaneous surface engineering and bulk hardening of precipitation hardening stainless steel.** Surface and Coatings Technology, vol. 200, 2006, p. 5160-5169.

FRUTOS, A.; ARENAS, M.A.; FUENTES, G.G.; RODRÍGUEZ, R.J.; MARTÍNEZ, R.J.; AVELAR-BATISTA, J.C.; DAMBORENEA, J.J. **Tribocorrosion behavior of duplex surface treated AISI 304 stainless steel.** Surface and Coatings Technology, vol. 204, 2010, p. 1623-1630.

LI G.; WANG, j.; LI, C.; PENG, Q.; GAO, J. SHEN, B. **Microstructure and dry-sliding wear properties of DC plasma nitrided 17-4 PH stainless steel.** Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Vol. B 266, 2008, p. 1964-1970.

LIANG, W.; BIN, X; ZHIWEI, Y; YAQIN, S. **The wear and corrosion properties of stainless steel nitrided by low-pressure plasma-arc source ion nitriding at low temperatures.** Surface and Coatings Technology, vol. 130, 2000, p. 304-308.

LIU, R.L.; YAN, M.F. **The microstructure and properties of 17-4PH martensitic precipitation hardening stainless steel modified by plasma nitrocarburizing.** Surface and Coatings Technology, vol. 204, 2010, p.2251-2256.

RIGNEY, D. A. **Comments on the sliding wear on metals.** Tribology International, vol. 30 No.5, 1997, p. 361-367.

REIS, R.F. **Elevação do teor superficial de nitrogênio no aço inoxidável austenítico ISO 5832-1,** 2007. Tese (Doutorado em Ciências). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba-PR.

REIS, R. F.; MALISKA, A. M.; BORGES, P. C. **Nitreção a plasma do aço ISO 5832-1: influência do tempo de tratamento.** Revista Matéria, vol. 13, No. 2, 2008, p.304-315.

REIS, R. F.; MALISKA, A. M.; BORGES, P. C. **Nitreção a plasma do aço ISO 5832-1: influência de temperaturas elevadas de processamento.** Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, vol. 26, No. 4, 2007, p. 205-210.

REIS, R. F.; MALISKA, A. M.; BORGES, P. C. **Nitrogen surface enrichment of austenitic stainless steel ISO 5832-1.** J Mater Sci, vol. 46, 2011, p. 846-854.

SAMANDI, M.; SHEDDEN, B.A.; SMITH, D.I.; COLLINS, G.A.; HUTCHINGS, R. TENDYS, J. **Microstructure, corrosion and tribological behaviour of plasma immersion ion-implanted austenitic stainless steel.** Surface and Coatings Technology, vol. 59, 1993, p. 261-266.

SIMMONS, J. W. **Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels.** Materials Science & Engineering, vol. A 207, 1996, p.159-169.

SUNG, J. H.; KONG, J. H.; YOO, D. K.; ON, H. Y.; LEE, D. J.; LEE, H. W. **Phase changes of the AISI 430 ferritic stainless steels after high-temperature gas nitriding and tempering heat treatment.** Materials Science and Engineering, vol. A 489, 2008, p.38-43.

VELASCO, F.; MARTÍNEZ, M.A.; CALABRÉS, R.; BAUTISTA, A.; ABENOJAR, J. **Friction of PM ferritic stainless steels at temperatures up to 300°C.** Surface and Coatings Technology, vol. 42, 2009, p. 1199-1205.

XI, Y.; LIU, D.; HAN, D. **Improvement of corrosion and wear resistances of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature.** Surface and Coatings Technology, vol. 202, 2008, p.2577-2583.

YETIM, A.F.; YILDIZ, F.; ALSARAN, A.; ÇELIK, A. **Surface modification of 316L stainless steel with plasma nitriding.** Kovove Mater, vol. 46, 2008, p. 105-115.

## Apêndice A – Diferenças entre Proposta e Trabalho Final

As diferenças na metodologia e aspectos operacionais propostos e efetivamente realizados serão discutidas nessa seção.

As diferenças no cronograma do presente trabalho em relação ao proposto se devem principalmente à ocorrência de greve dos professores, que atrasou a entrega do Trabalho de Conclusão de Curso de novembro de 2012 para abril de 2013.

Outro fator que ocasionou um atraso considerável na execução do trabalho e não levada em consideração na elaboração da proposta foi a indisponibilidade do forno Jung para solubilização e revenimentos das amostras. Foram gastos dois meses para o conserto do forno, que falhou novamente no segundo dia de operação. O mau funcionamento do forno Jung é a justificativa para a mudança para o forno a vácuo EDG, utilizado para os tratamentos de solubilização e revenimentos de todas as amostras. Testes preliminares foram realizados nesse forno para verificar seu funcionamento e garantir a possibilidade de uso. Como lição aprendida, a decisão de usar o forno EDG deveria ter sido tomada antes, isso agilizaria o trabalho em aproximadamente 2 meses.

Outra diferença em relação ao cronograma é que os ensaios preliminares de desgaste foram realizados antes de todos os tratamentos térmicos, com a amostra no estado de fornecimento devidamente cortada e retificada.

Como citado no mapeamento de riscos da proposta do projeto, a retificação das amostras era a que oferecia maior índice de risco. Desse modo, a medida de contingência especificada foi utilizada e essa operação foi realizada na empresa Artis Matriz™. Entretanto, não se previu a deformação das amostras devido à transformação martensítica em uma das superfícies, o que obrigou um investimento de tempo para analisar retificações preliminares na empresa e obrigou uma nova ida à empresa para retificação das amostras restantes.

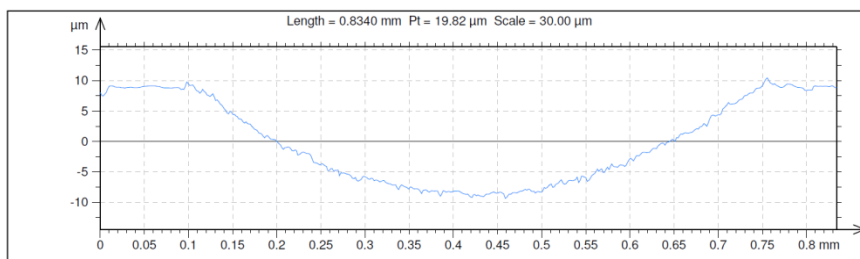
Uma diferença sutil foi a realização do corte das amostras antes da nitretação e na nova máquina de corte automática da Buehler disponível no Laboratório do GrMats. A nitretação do material já cortado em amostras pequenas facilitou seu posicionamento no reator de plasma, auxiliando a homogeneização do processo. Ainda para o posicionamento adequado das amostras, foi necessária a confecção de

uma nova base de aço inoxidável de geometria circular para apoiar as amostras no reator de plasma.

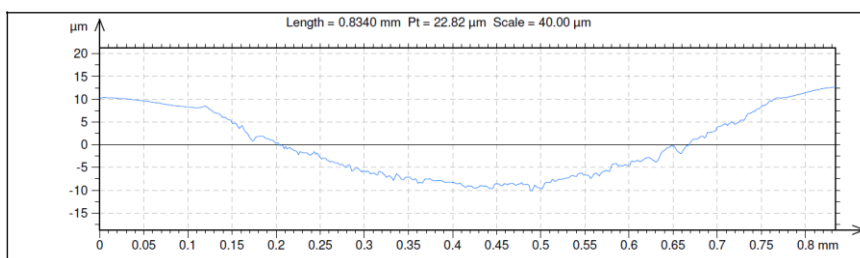
Para a avaliação do comportamento tribológico não foi necessária a utilização de rugosímetro convencional por apalpador, já que no tratamento dos dados obtidos com o Rugosímetro 3D foi possível retirar o perfil bidimensional necessário.



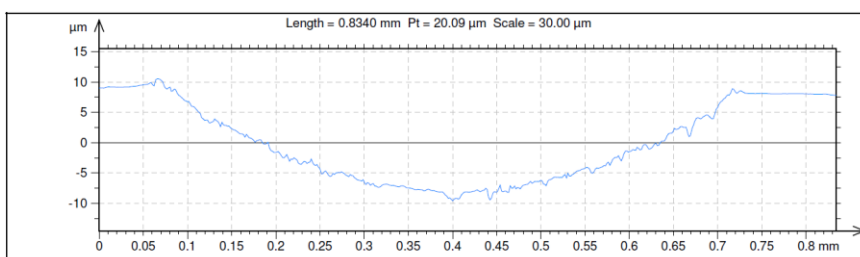
## Apêndice B – Perfis 2D das pistas de desgaste



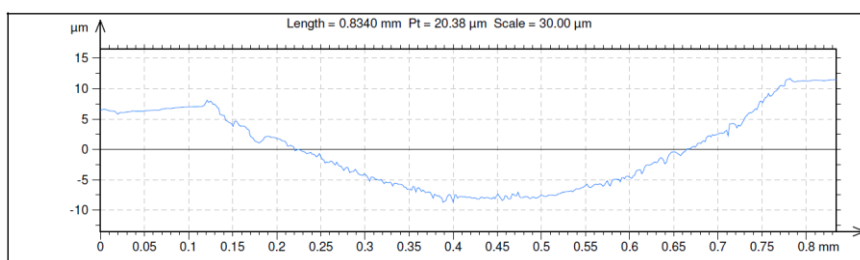
**Estado de fornecimento (F) – pista 1**



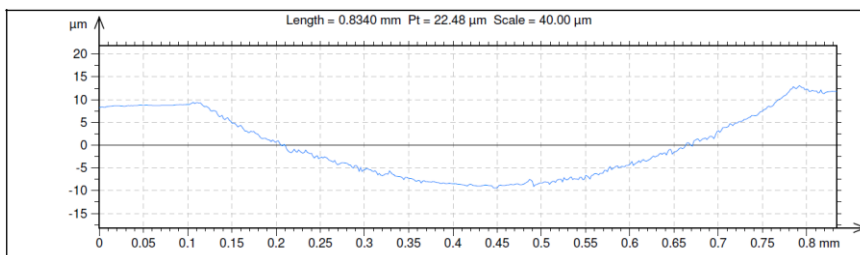
**Estado de fornecimento (F) – pista 2**



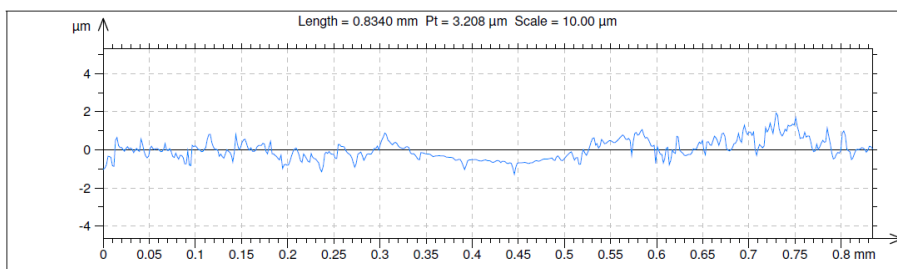
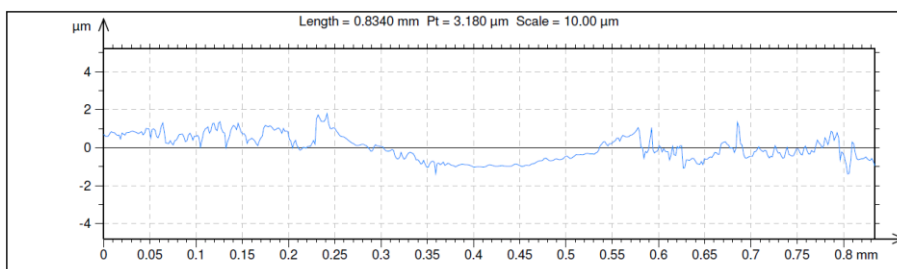
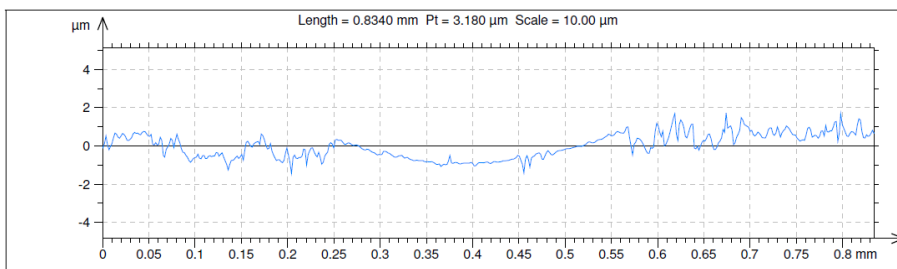
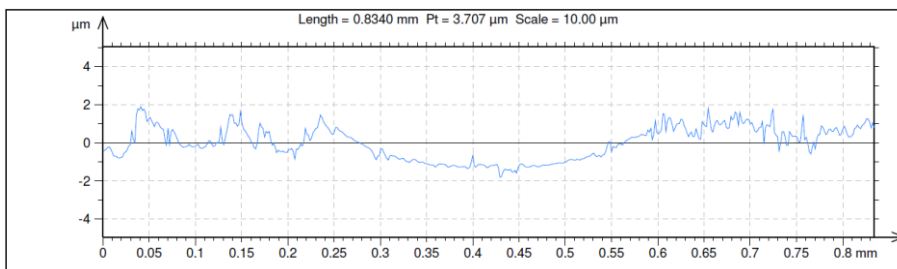
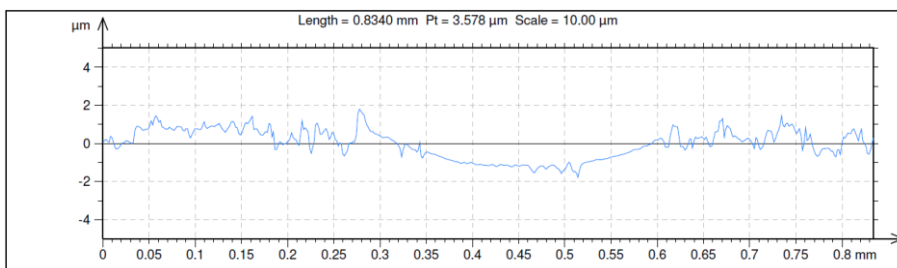
**Estado de fornecimento (F) – pista 3**

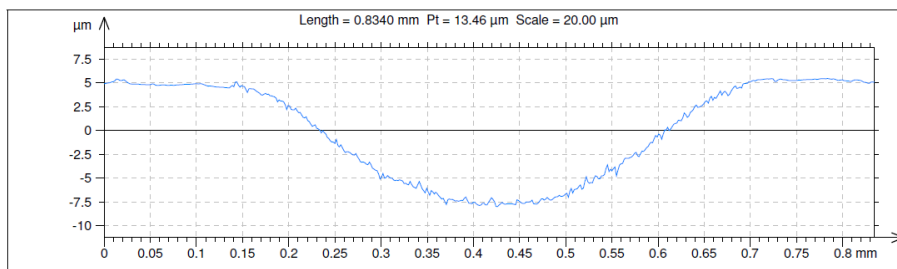


**Estado de fornecimento (F) – pista 4**

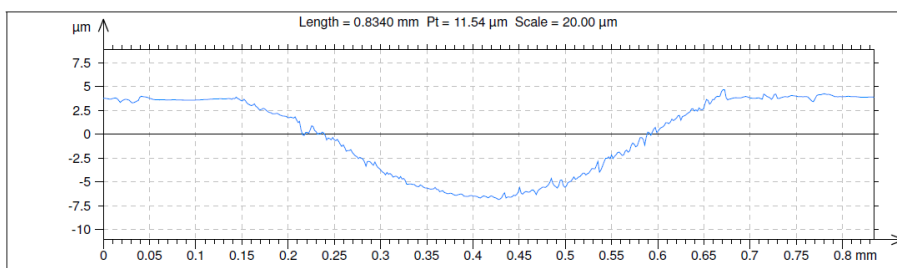


**Estado de fornecimento (F) – pista 5**

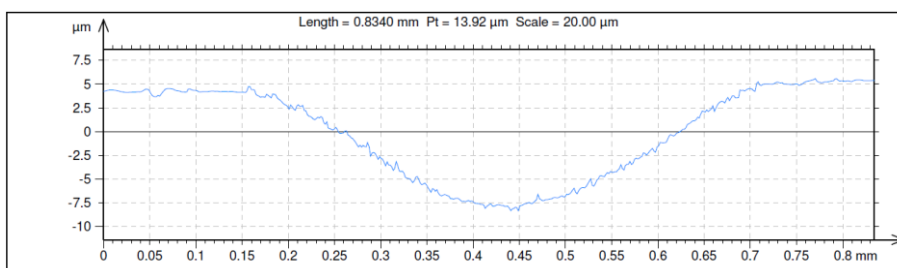
**Nitretada (N) – pista 1****Nitretada (N) – pista 2****Nitretada (N) – pista 3****Nitretada (N) – pista 4****Nitretada (N) – pista 5**



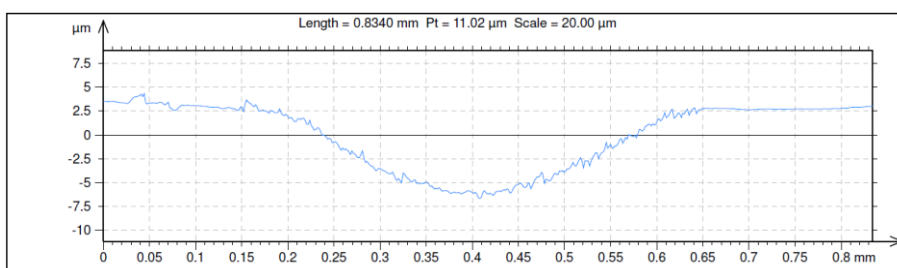
**Solubilizada (NS) – pista 1**



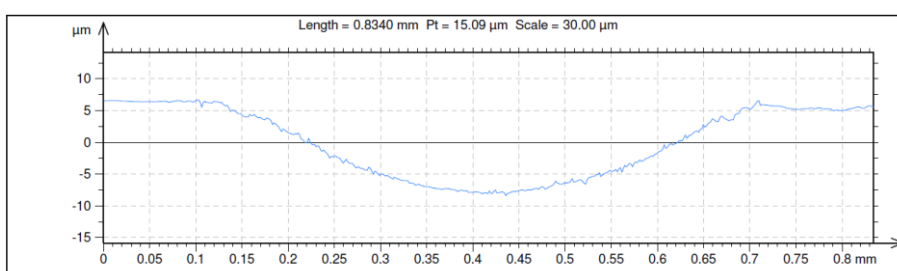
**Solubilizada (NS) – pista 2**



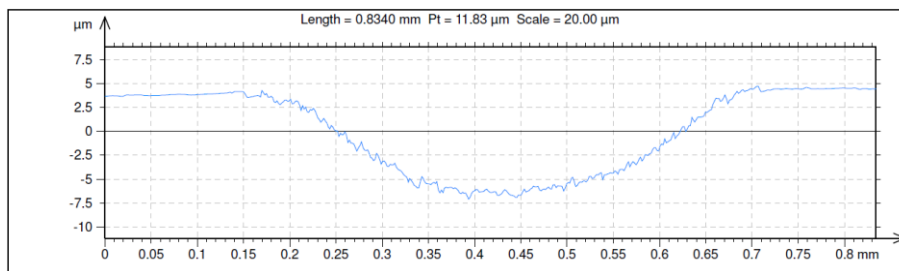
**Solubilizada (NS) – pista 3**



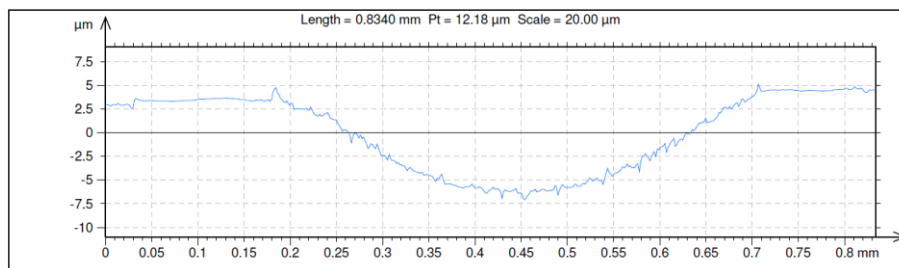
**Solubilizada (NS) – pista 4**



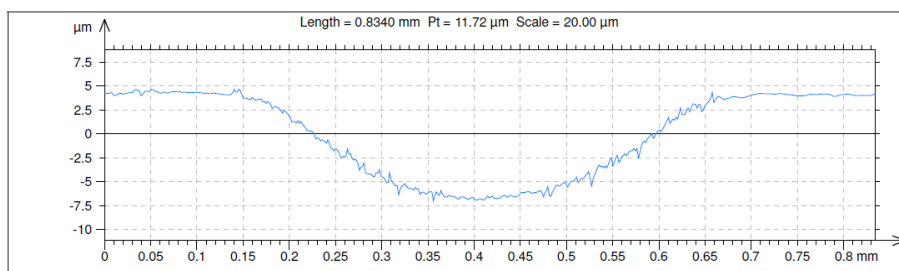
**Solubilizada (NS) – pista 5**



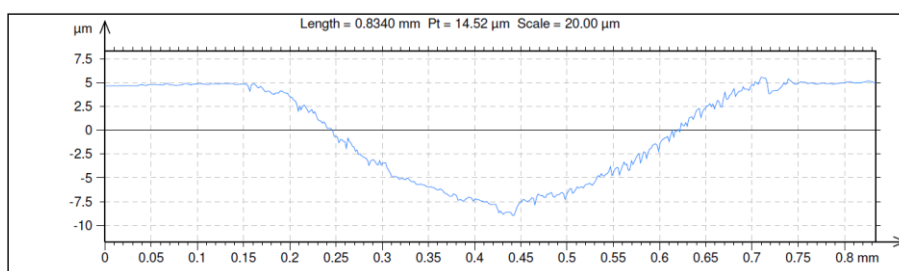
**Revenida a 300°C (R300) – pista 1**



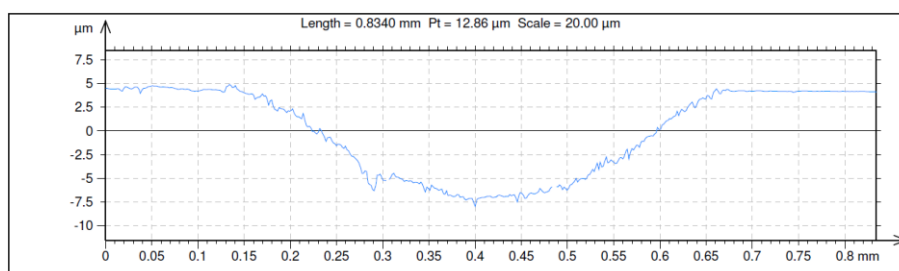
**Revenida a 300°C (R300) – pista 2**



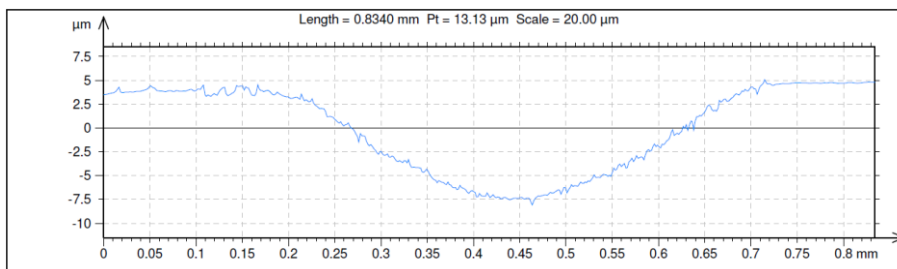
**Revenida a 300°C (R300) – pista 3**



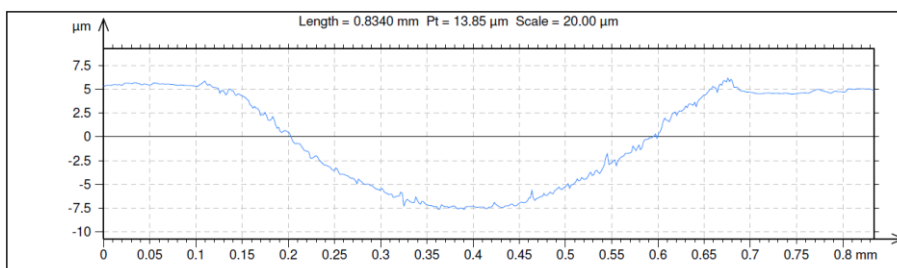
**Revenida a 300°C (R300) – pista 4**



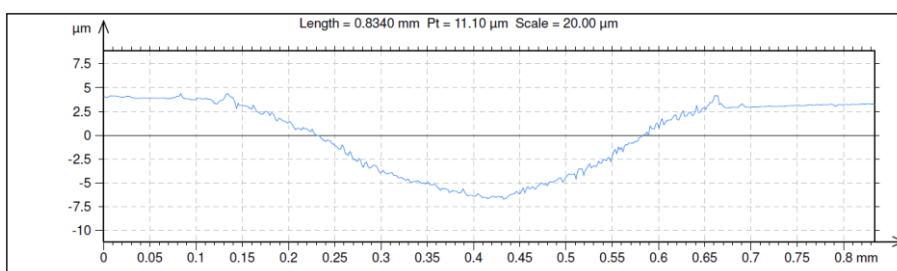
**Revenida a 300°C (R300) – pista 5**



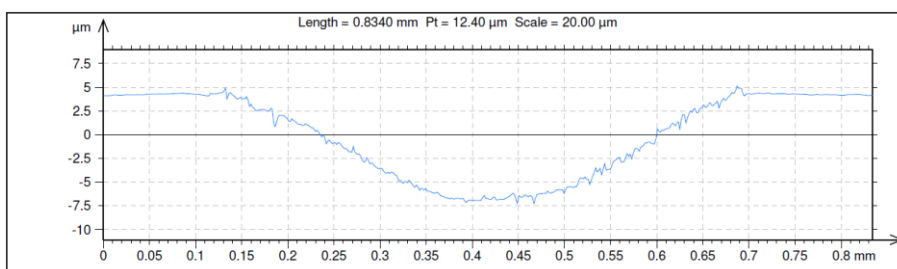
**Revenida a 400°C (R400) – pista 1**



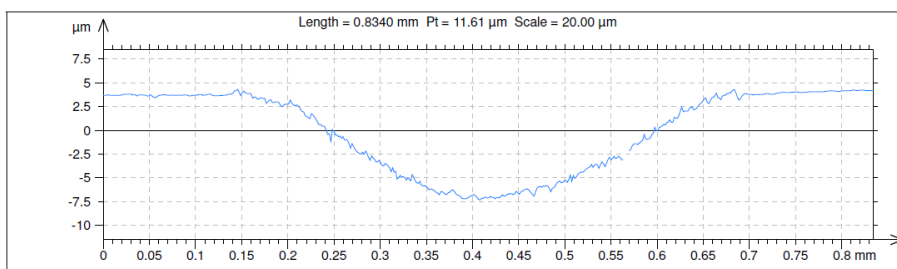
**Revenida a 400°C (R400) – pista 2**



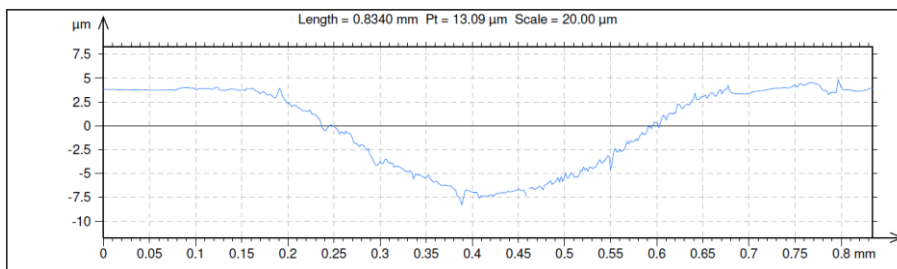
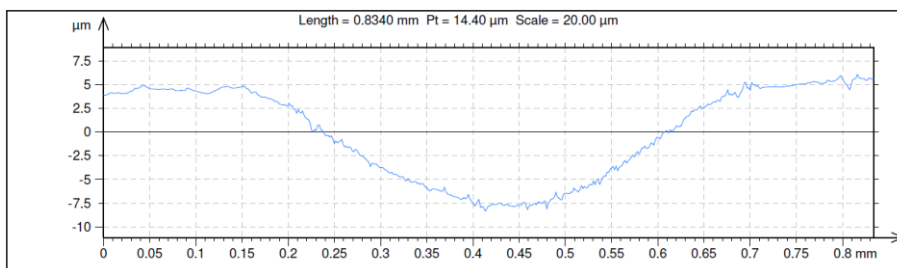
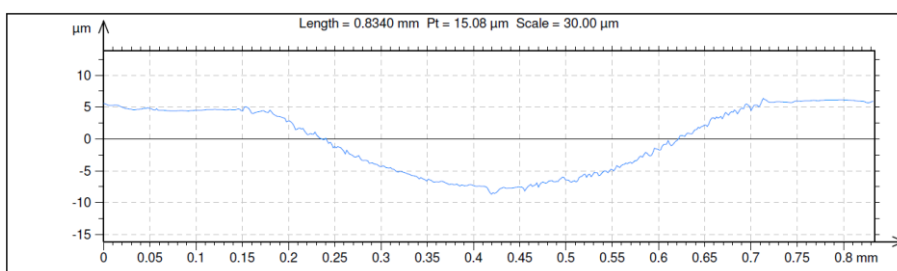
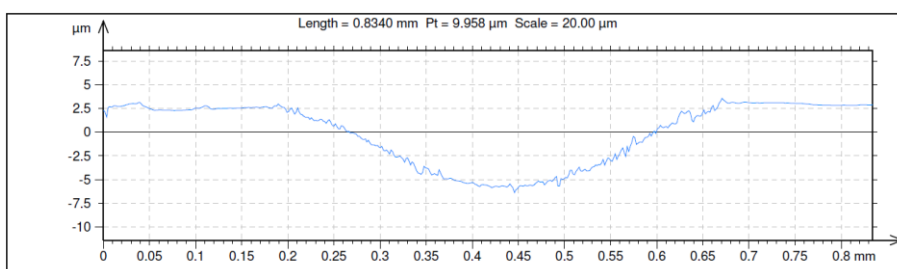
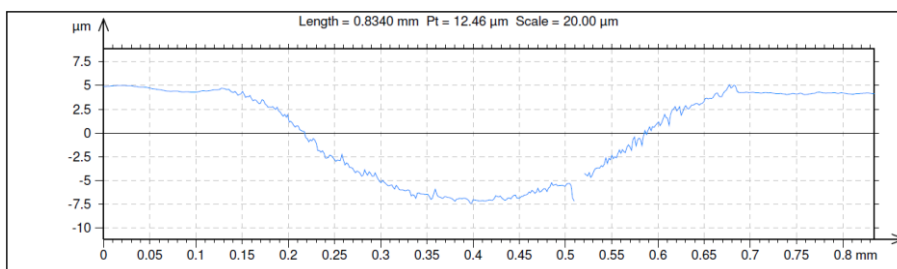
**Revenida a 400°C (R400) – pista 3**

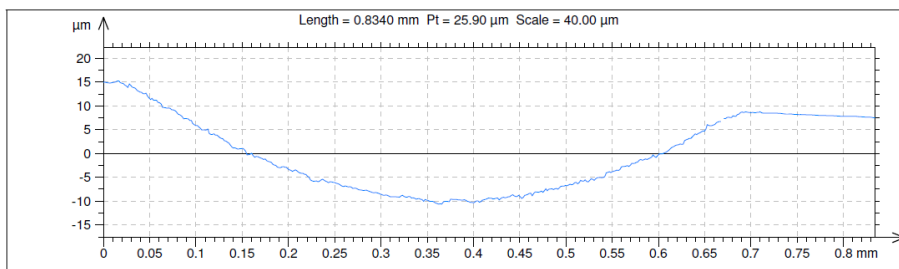


**Revenida a 400°C (R400) – pista 4**

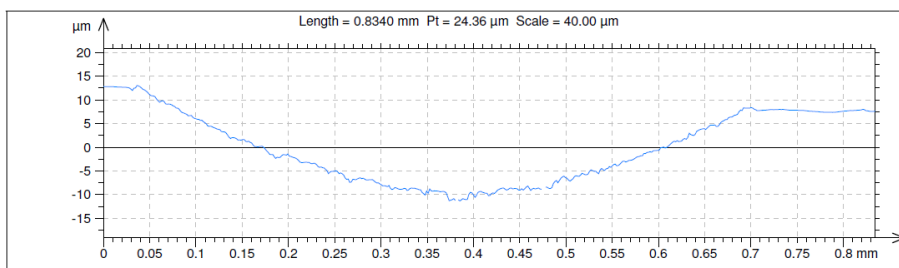


**Revenida a 400°C (R400) – pista 5**

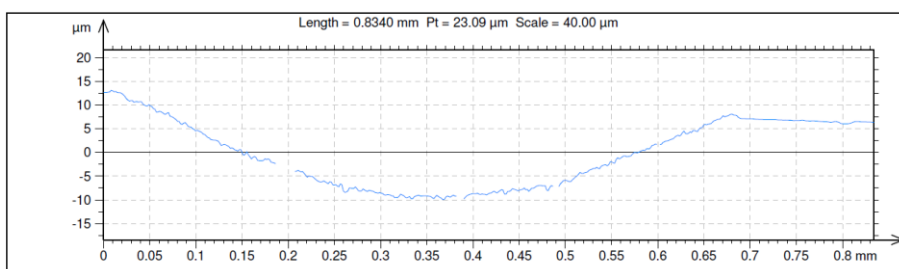
**Revenida a 500°C (R500) – pista 1****Revenida a 500°C (R500) – pista 2****Revenida a 500°C (R500) – pista 3****Revenida a 500°C (R500) – pista 4****Revenida a 500°C (R500) – pista 5**



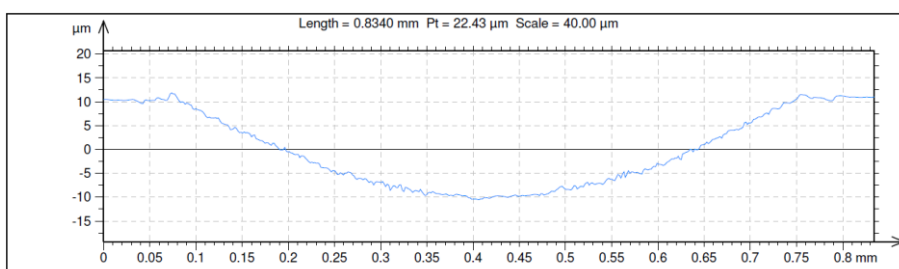
**Revenida a 600°C (R600) – pista 1**



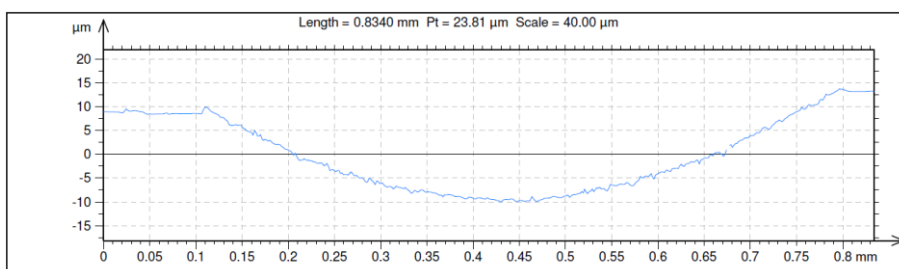
**Revenida a 600°C (R600) – pista 2**



**Revenida a 600°C (R600) – pista 3**

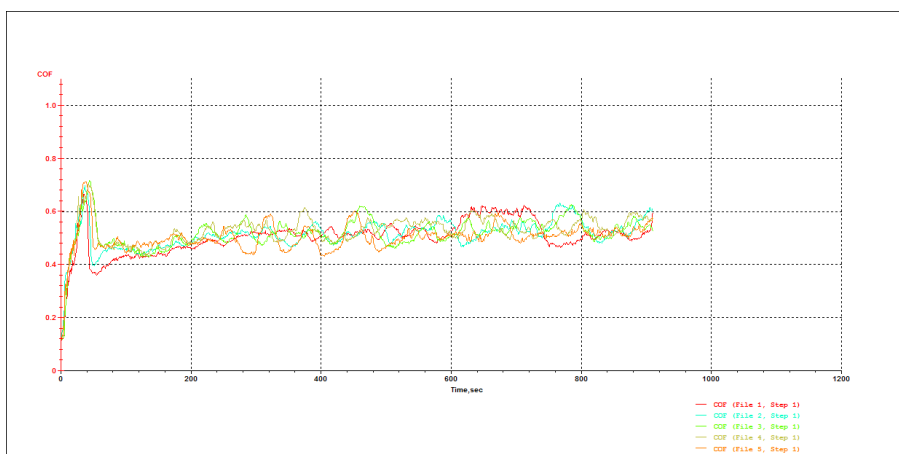


**Revenida a 600°C (R600) – pista 4**

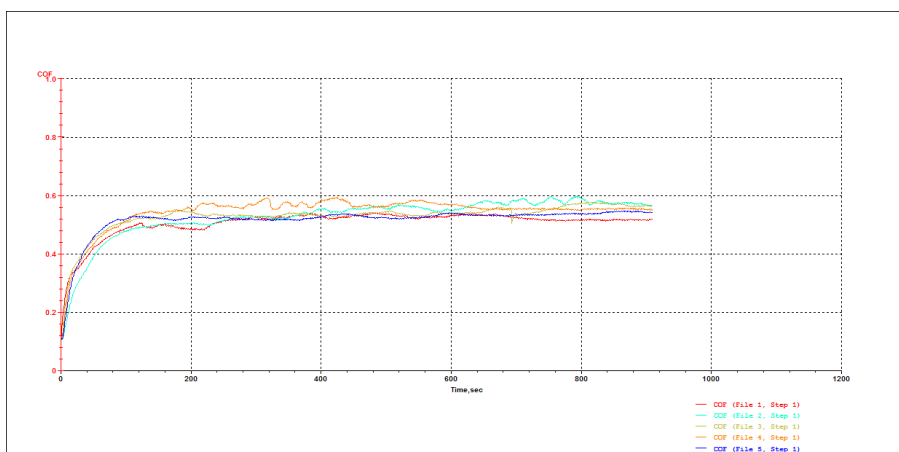


**Revenida a 600°C (R600) – pista 5**

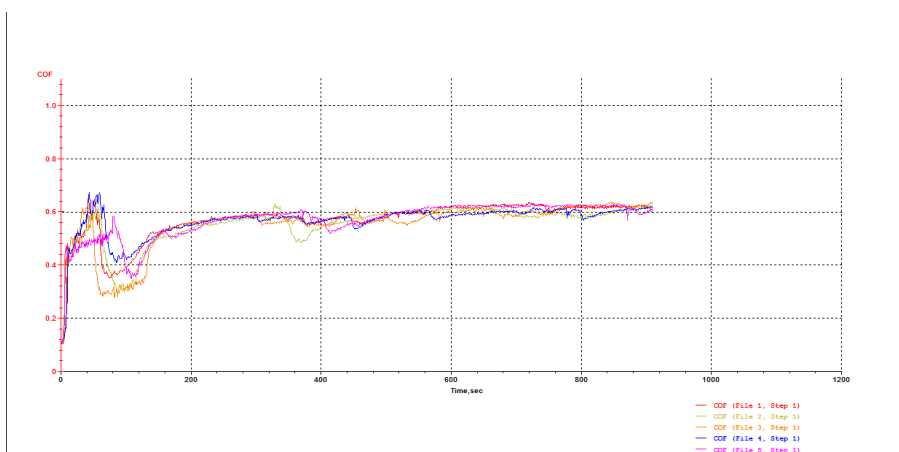
## Apêndice C – Gráficos do coeficiente de atrito por tempo



**Estado de fornecimento (F) – coeficiente de atrito para as 5 pistas de desgaste**

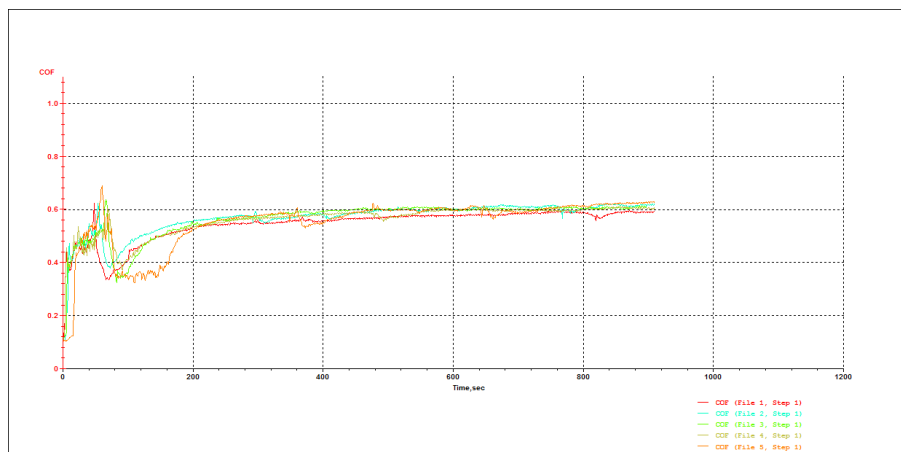


**Nitretada (N) – coeficiente de atrito para as 5 pistas de desgaste**

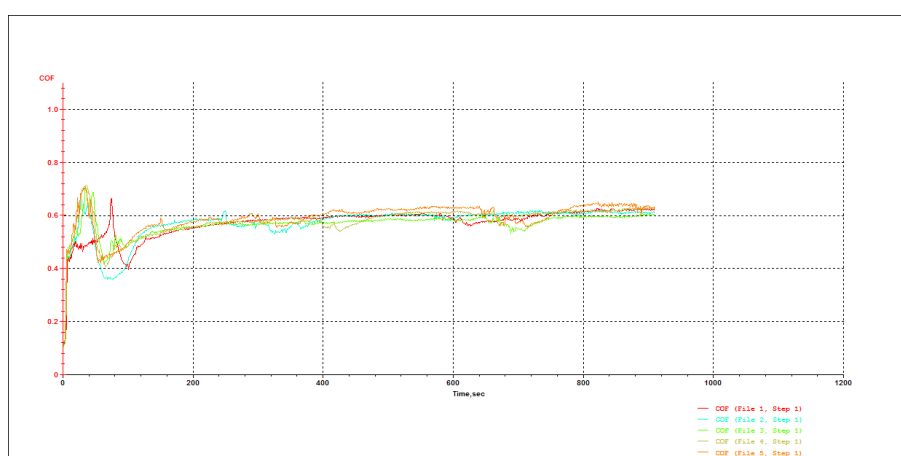


**Solubilizada (NS) – coeficiente de atrito para as 5 pistas de desgaste**

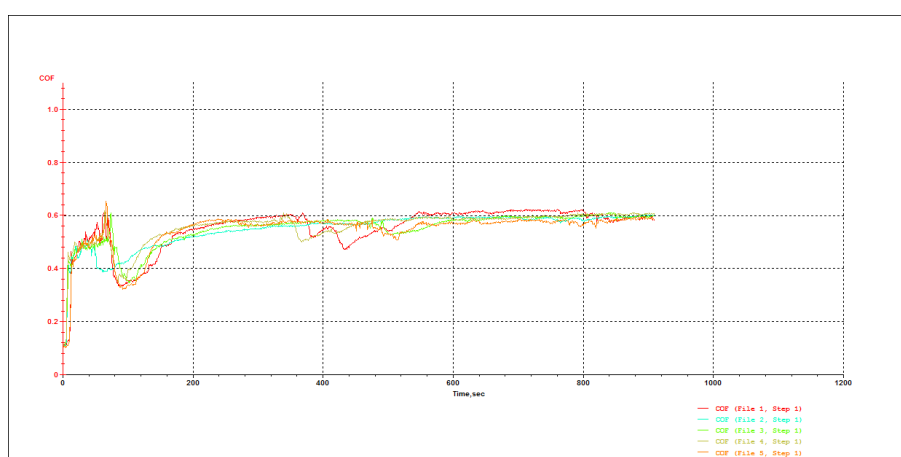




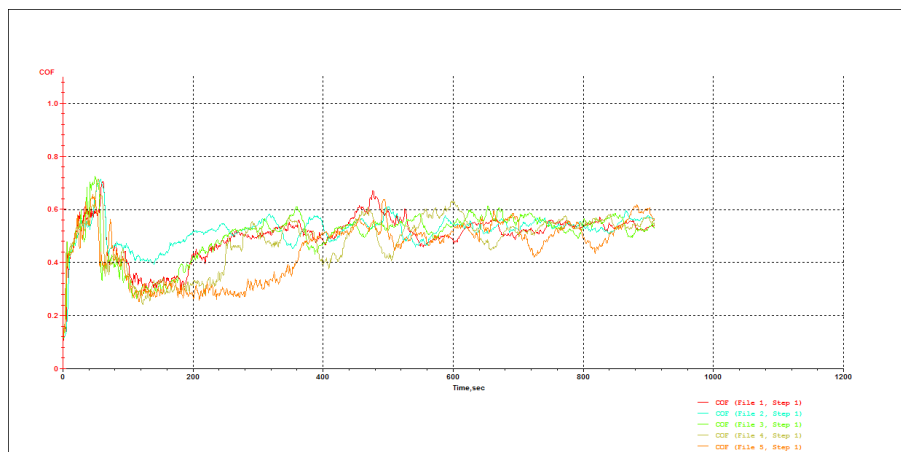
**Revenida a 300°C (R300) – coeficiente de atrito para as 5 pistas de desgaste**



**Revenida a 400°C (R400) – coeficiente de atrito para as 5 pistas de desgaste**

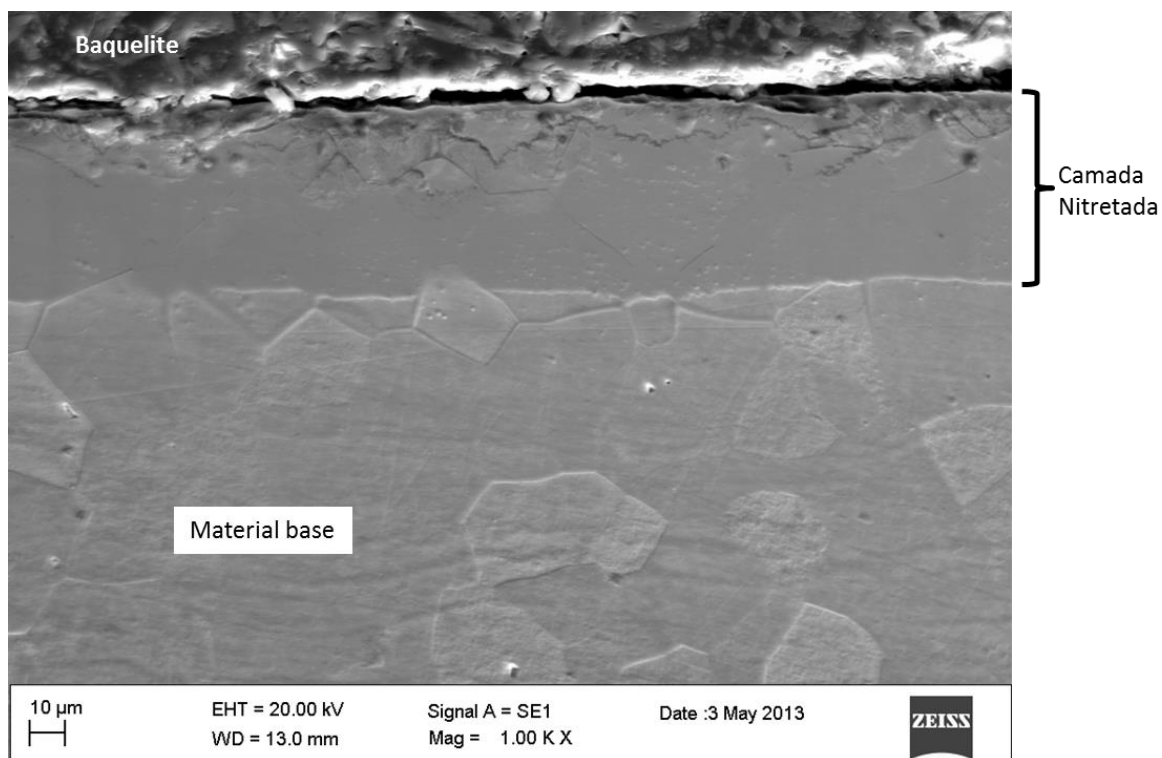


**Revenida a 500°C (R500) – coeficiente de atrito para as 5 pistas de desgaste**

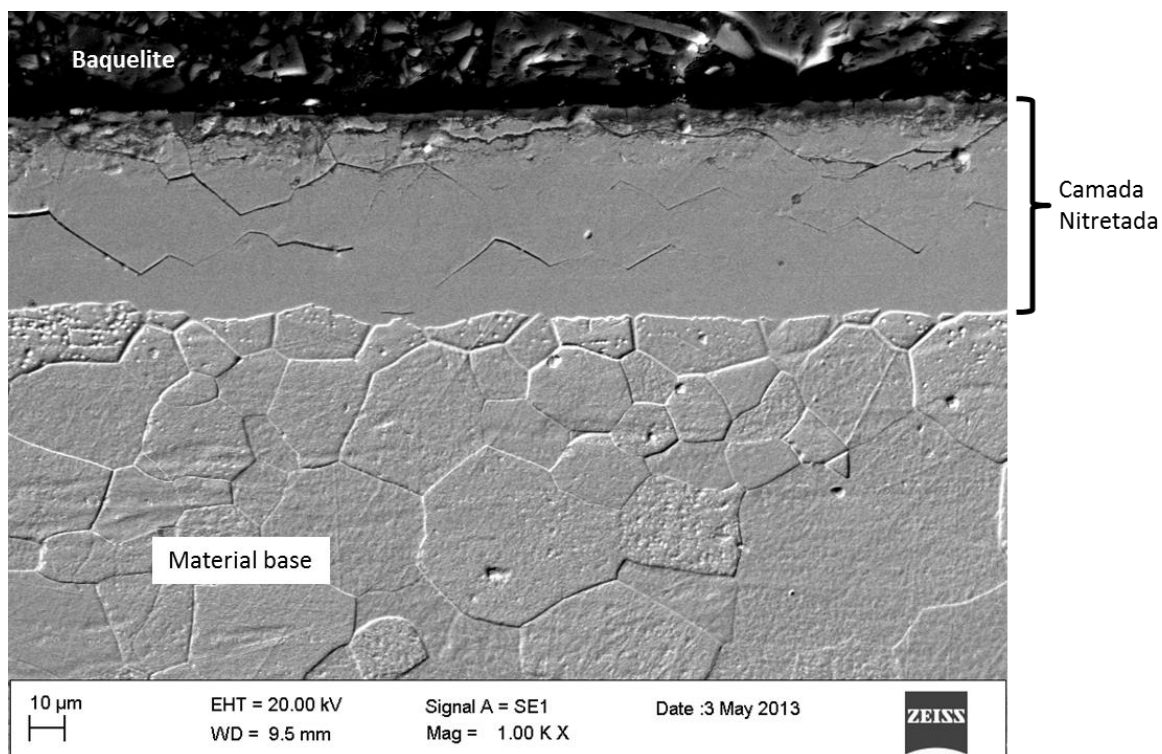


**Revenida a 600°C (R600) – coeficiente de atrito para as 5 pistas de desgaste**

## Apêndice D – Análise por MEV das amostras nitretadas



Microscopia eletrônica de varredura da amostra nitretada N1.



Microscopia eletrônica de varredura da amostra nitretada N2.