

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

PATRICIA FANINI DA ROCHA PEREIRA

**CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS OBTIDOS PELO
TRATAMENTO SUPERFICIAL DE OXIDAÇÃO NEGRA EM
AMOSTRAS DE AÇO AISI H13 COM DIFERENTES TIPOS DE
ACABAMENTOS SUPERFICIAIS**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

(Tcc 2 – nº 5)

CURITIBA

2016

PATRICIA FANINI DA ROCHA PEREIRA

**CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS OBTIDOS PELO
TRATAMENTO SUPERFICIAL DE OXIDAÇÃO NEGRA EM
AMOSTRAS DE AÇO AISI H13 COM DIFERENTES TIPOS DE
ACABAMENTOS SUPERFICIAIS**

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

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova

CURITIBA

2016

TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos o Projeto de Pesquisa “CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS OBTIDOS PELO TRATAMENTO SUPERFICIAL DE OXIDAÇÃO NEGRA EM AMOSTRAS DE AÇO AISI H13 COM DIFERENTES TIPOS DE ACABAMENTOS SUPERFICIAIS”, realizada pela aluna PATRICIA FANINI DA ROCHA PEREIRA, como requisito final 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. Rodrigo Lupinacci Villanova
DAMEC, UTFPR
Orientador

Prof. Dr. Ricardo Fernando dos Reis
DAMEC, UTFPR
Avaliador

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

Curitiba, 05 de julho de 2016

i

Dedico esse trabalho ao meu pai, Carlos Gil da Rocha Pereira, sem cujos esforços eu jamais teria logrado êxito. Obrigada por sempre ter acreditado em mim, me incentivado e me apoiado. Obrigada por dedicar sua vida a educar seus filhos. Sou muito abençoada em tê-lo como meu pai.

Em memória da minha irmã Vivian Fanini da Rocha Pereira. Para sempre no meu coração e nos meus pensamentos. Saudades eternas.

Dedico este trabalho, também, em memória da minha avó, Vassilina Galagan Fanini. Para sempre na minha memória.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por ter me possibilitado sobrepujar os momentos de infortúnios que me acometeram durante este período, por não me ter permitido fraquejar diante das dificuldades que me foram apresentadas e por ter adquirido paciência e força interna nas horas derradeiras.

Agradeço a toda a minha família, em especial, ao meu pai, pelo apoio e amor incondicionais. Por ter me erguido das quedas e por me dado a mão para que eu pudesse me orientar diante de todas as intempéries. Agradeço aos meus amigos pela compreensão nos momentos que me fiz ausente e pela torcida ano após ano.

Agradeço aos mestres por terem transmitido seu conhecimento ao longo da minha formação. Por terem norteado meus pensamentos, moldado minhas idéias e desenvolvido meu raciocínio. Certamente que sem cujos seus esforços, o desenvolvimento deste trabalho não seria possível.

Sou extremamente grata ao Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova pela sua orientação, dedicação e amizade ao longo deste estudo. Por ter direcionado o desenvolvimento deste trabalho de forma a alcançarmos os objetivos previamente expostos. Ao Prof. Dr. Carlos Henrique da Silva, pelo apoio em etapas decisivas deste trabalho e, certamente, por ter aceitado o convite para a participação desta banca. Ao Prof. Dr. Ricardo Reis por ter aceitado o convite para participar desta banca e contribuir com seus conhecimentos na área de materiais.

Não poderia deixar de mencionar as empresas parceiras que possibilitaram a execução deste trabalho. Empresa Aços Favorit por ceder a matéria-prima. Empresa Normatic por realizar o tratamento térmico das amostras. Empresa Oerlikon Balzers por ter realizado o acabamento superficial de microjateamento e a desmagnetização das amostras. Empresa Metalfim por ter realizado de modo muito cortês o tratamento superficial de oxidação negra. A todos os estagiários que me auxiliaram em etapas intermediárias nos laboratórios de Fabricação mecânica, LIM, LASC e LAMEC.

Sem vocês nada disso seria possível.

“Não os critiquem; são eles exatamente o que nós seríamos sob idênticas condições”

(Abraham Lincoln)

“Embora ninguém possa voltar atrás e fazer um novo começo, todo mundo pode começar agora e fazer um novo fim”

(Chico Xavier)

RESUMO

PEREIRA, Patricia Fanini da Rocha. CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS OBTIDOS PELO TRATAMENTO SUPERFICIAL DE OXIDAÇÃO NEGRA EM AMOSTRAS DE AÇO AISI H13 COM DIFERENTES TIPOS DE ACABAMENTOS SUPERFICIAIS, 97 f. Trabalho de Conclusão de Curso – TCC2 (Engenharia Industrial Mecânica) – Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2016.

Este estudo tem como objetivo analisar as propriedades de amostras de aço AISI H13 apresentadas com três acabamentos superficiais distintos submetidas ao tratamento superficial de oxidação negra.

A fim de caracterizar esses revestimentos nas diferentes condições de acabamentos superficiais antes e após o tratamento superficial de oxidação negra, foram utilizadas técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para caracterizar a morfologia da superfície das amostras, medição de rugosidade com uso de interferômetro para determinação do perfil de rugosidades (2D) em duas direções perpendiculares e da rugosidade superficial (3D), medição de dureza antes e de microdureza da camada após a aplicação do revestimento, medição do coeficiente de atrito estático para determinar a variação desse coeficiente para os diferentes tipos de acabamentos antes e após a oxidação negra.

Com isso, foi possível determinar quais as influências nas propriedades acima mencionadas quando temos como matéria-prima um aço AISI H13 e se a aplicação deste revestimento aliado a acabamentos superficiais pode, de fato, trazer benefícios e aplicações coerentes com a realidade de empresas que tem por objetivo a fabricação de peças fundidas ou injetadas em moldes de aço ferramenta AISI H13.

Palavras-chave: Tratamento superficial. Oxidação negra. Aço AISI H13. Revestimento de conversão. Dureza. Microdureza. Tribologia. Espessura. Rugosidade. Morfologia da superfície.

ABSTRACT

PEREIRA, Patricia Fanini da Rocha. CHARACTERIZON OF COATINGS OBTAINED BY THE SURFACE TREATMENT OF BLACK OXIDIZING APPLIED IN SAMPLES OF TOOL STEEL AISI H13 WITH DIFFERENT SURFACE FINISHINGS, 97 p. – TCC2 (Engenharia Industrial Mecânica) – Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2016.

This study presents as a main objective to analyze the properties in the samples of tool steel H13 with three different surface finishings when a surface treatment of black oxidizing is applied.

In order to characterize this coating in three different surface finishing before and after the black oxidizing, were used sweeping electronic microscopy (SEM) techniques to characterize the samples surface morphology, roughness measurements with interferometer machine to determine the roughness profile (2D) and the surface roughness chosen randomly areas on the sample's surface, hardness before black oxidizing and layer micro hardness after treatment, coefficient of static friction to determine how this properties may vary depending on the three surface finishings before and after the black oxidizing process.

After all tests have been done, it was possible to determine how and how much the properties above mentioned were influenced by the black oxidizing treatment and if the application of this coating with different surface finishings might, in fact, bring benefits with coherent applications with the reality within companies which are interested in manufacture casted and injected parts into the H13 tool steel molds.

Key-words: Surface treatment. Black oxidizing. Tool Steel AISI H13. Coating. Hardness. Microhardness. Tribology. Layer width. Roughness. Surface Morphology.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Molde para trabalho a quente em Aço AISI H13	14
Figura 2: Detalhe da região com canto vivo e presença de descarbonetação. Ataque: Nital 4%, aumento de 200x	14
Figura 3: Presença de defeito com superfície irregular e de grande extensão lateral, média de 500 μm	15
Figura 4: Sequência de fotos mostrando em a), b) e c) a face da fratura e a região de retirada de corpos de prova para análise, e em d) o detalhe para análise fractográfica.	15
Figura 5: Curva de revenimento após tratamento térmico do aço H13	20
Figura 6: Perfil de rugosidade R_z	28
Figura 7: Esquema do fenômeno de interferência.....	29
Figura 8: O interferômetro de Mireau	30
Figura 9: Plano inclinado para determinação do coeficiente de atrito estático, μ	31
Figura 10: Sistema Tribológico ou tribossistema.....	32
Figura 11: Geometria e dimensões aproximadas das amostras	34
Figura 12: Durômetro EMCOTEST (LIM)	35
Figura 13: Microdurômetro SHIMADZU (LIM)	36
Figura 14: Faces em que os acabamentos superficiais foram realizados	37
Figura 16: Aspecto retificado das amostras (a)	38
Figura 15: Sentido da retificação realizada nas amostras	38
Figura 17: Aspecto microjateado das amostras (a)	39
Figura 18: Aspecto polido das amostras (a)	40

Figura 19: Interferômetro 3D Taylor Hobson do Laboratório de Metrologia da UTFPR (LAMEC)	42
Figura 20: Detalhe da lente do interferômetro utilizada para medição das rugosidades 2D e 3D e seu feixe sobre a amostra	42
Figura 21: Medidas aleatórias realizadas nas amostras	43
Figura 22: Sistema de coordenadas para medição de perfil de rugosidade.....	43
Figura 23: Área obtida quando da incidência do feixe sobre a amostra e seu sistema de referência	44
Figura 24: Parâmetros de rugosidade fornecidos pelo interferômetro.....	45
Figura 25: Contra corpo amostra a etapa A	45
Figura 26: Perfil de rugosidade 2D em x do contra corpo amostra a etapa A e seus parâmetros de rugosidade	46
Figura 27: Perfil de rugosidade 2D em y do contra corpo amostra a etapa A e seus parâmetros de rugosidade	46
Figura 28: Visão geral do equipamento de ensaio LASC da UTFPR.	47
Figura 29: Detalhe do sistema óptico	48
Figura 30: Amostra em $t=0$ (início do experimento)	48
Figura 31: Amostra em $t>0$ (durante o experimento).....	49
Figura 32: Esquema para medição da espessura de camada das amostras.....	51
Figura 33: Micrografia via MEV de superfície retificada	52
Figura 34: Micrografia via MEV de superfície retificada	53
Figura 35: Micrografia via MEV de superfície retificada	53
Figura 36: Micrografia via MEV de superfície microjateada	54
Figura 37: Micrografia via MEV de superfície microjateada	54
Figura 38: Micrografia via MEV de superfície microjateada	55
Figura 39: Micrografia via MEV de superfície microjateada	55
Figura 40: Micrografia via MEV de superfície polida	56

Figura 41: Micrografia via MEV de superfície polida	56
Figura 42: Micrografia via MEV de superfície polida	57
Figura 43: Amostras após oxidação negra	57
Figura 44: Micrografia via MEV de superfície retificada	58
Figura 45: Micrografia via MEV de superfície retificada	58
Figura 46: Micrografia via MEV de superfície retificada	59
Figura 47: Micrografia via MEV de superfície microjateada	59
Figura 48: Micrografia via MEV de superfície microjateada	60
Figura 49: Micrografia via MEV de superfície microjateada	60
Figura 50: Micrografia via MEV de superfície microjateada	61
Figura 51: Micrografia via MEV de superfície polida	61
Figura 52: Micrografia via MEV de superfície polida	62
Figura 53: Micrografia via MEV de superfície polida	62
Figura 54: Micrografia via MEV de superfície polida	63
Figura 55: Superfície obtida (Retificadas, 1a etapa A)	68
Figura 56: Superfície obtida (Microjateadas, 1a etapa A)	69
Figura 57: Superfície obtida (Polidas, 1a etapa A)	69
Figura 58: Superfície obtida (Retificadas, 1a etapa B)	70
Figura 59: Superfície obtida (Microjateadas, 1a etapa B)	70
Figura 60: Superfície obtida (Polidas, 1a etapa B)	71
Figura 61: Superfície obtida (Retificadas, 1a etapa C)	73
Figura 62: Superfície obtida (Microjateadas, 1a etapa C)	73
Figura 63: Superfície obtida (Polidas, 1a etapa C)	74
Figura 64: Parâmetro Sq nas etapas A, B e C	74
Figura 65: Parâmetro Sa nas etapas A, B e C	75
Figura 66: Parâmetro Sz nas etapas A, B e C	75

Figura 67: Coeficiente de atrito estático antes e depois do tratamento de oxidação negra.....	80
Figura 68: Relação entre a rugosidade Sq e o coeficiente de atrito estático após a oxidação negra.....	81
Figura 69: Relação entre a rugosidade Sa e o coeficiente de atrito estático após a oxidação negra.....	81
Figura 70: Relação entre a rugosidade Sz e o coeficiente de atrito estático após a oxidação negra.....	82
Figura 71: Comparativo de microdurezas para os 3 grupos após ON.....	84
Figura 72: Relação entre a microdureza superficial da camada de conversão e o coeficiente de atrito estático.....	84
Figura 73: Micrografia óptica da amostra após oxidação negra.....	85

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Composição química do aço VH13ISO (equivalente ao AISI H13)	19
Tabela 2: Composição química do aço ORVAR SUPERIOR	21
Tabela 3: Parâmetros do processo de oxidação negra da empresa METALFIM	27
Tabela 4: Identificação dos Grupos por acabamento superficial	35
Tabela 5: Número de medições de microdureza pós oxidação negra.....	36
Tabela 6: Densidade granulométrica das lixas	39
Tabela 7: Propriedades analisadas em dois momentos do estudo	40
Tabela 8: Diferentes ampliações utilizadas	41
Tabela 9: Medições de rugosidade durante o estudo.....	44
Tabela 10: Número de medições de coeficiente de atrito ao final do estudo	49
Tabela 11: Sistema de identificação dos grupos	50
Tabela 12: Sistema de identificação das amostras	50
Tabela 13: Sistema geral de identificação.....	51
Tabela 14: Morfologia superficial das amostras antes e após o tratamento de oxidação negra (aumento de 1000x).....	64
Tabela 15: Valores de rugosidades das amostras obtidos em (A)	65
Tabela 16: Valores de rugosidades do contra corpo obtidos em (A).....	66
Tabela 17: Valores de rugosidades das amostras obtidos em (B)	67
Tabela 18: Valores de rugosidades do contra corpo obtidos em (B).....	68
Tabela 19: Valores de rugosidades das amostras obtidos em (C)	72
Tabela 20: Coeficientes de atrito estático para as Retificadas (pré-oxidação).....	77

Tabela 21: Coeficientes de atrito estático para as Microjateadas (pré-oxidação)	77
Tabela 22: Coeficientes de atrito estático para as Polidas (pré oxidação)	78
Tabela 23: Coeficientes de atrito estático para as Retificadas (pós-oxidação)	78
Tabela 24: Coeficientes de atrito estático para as Microjateadas (pós-oxidação).....	78
Tabela 25: Coeficientes de atrito estático para as Polidas (pós-oxidação)	79
Tabela 26: Redução percentual do coeficiente de atrito estático	80
Tabela 27: Medições de dureza em uma das amostras após tratamento térmico	82
Tabela 28: Medições de microdureza <i>Vickers</i> nos três diferentes grupos	83

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÔNIMOS

ABM – Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração.

AISI – American Iron and Steel Institute

ASM – American Society for Metals

ASTM – American Society for Testing Materials

COF – *Coefficient of Friction* (Coeficiente de atrito)

CNC – Comando Numérico Computadorizado

CVD – Chemical Vapor Deposition

CIMM – Centro de Informação Metal Mecânica

HRC – Hardness Rockwell C

LAMEC – Laboratório Acadêmico de Metrologia Mecânica

LASC – Laboratório de Superfícies e Contato

LIM – Laboratório Integrado de Materiais

MB – Material base

NADCA – North America Die Casting Association

OCDE – Organização para Cooperação Econômica e Desenvolvimento

ON – Oxidação negra

PVD – Physical Vapor Deposition

SAE – Society of Automotive Engineers

SAE Brasil – Sociedade dos Engenheiros da Mobilidade – Brasil

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	18
2.1	Aços para trabalho a quente	18
2.2	Tratamentos superficiais	21
2.3	Revestimentos de conversão	22
2.4	Oxidação negra	23
2.5	Rugosidade	27
2.5.1	Rugosidade Rz	28
2.5.2	Rugosidade Ra	28
2.5.3	Rugosidade Rq	29
2.6	Interferometria	29
2.7	Tribologia	30
3	MATERIAIS E MÉTODOS	33
3.1	Materiais	33
3.2	Metodologia experimental	33
3.2.1	Obtenção das amostras	33
3.2.2	Tratamento térmico das amostras	34
3.2.3	Retificação das amostras	36
3.2.4	Desmagnetização das amostras	37
3.2.5	Obtenção dos acabamentos superficiais	37
4	Resultados e discussões	52
4.1	MEV	52
4.1.1	Pré oxidação	52
4.1.2	Pós oxidação	57
4.2	Interferometria	65
4.2.1	Pré oxidação	65
4.2.2	Pós oxidação	71
4.3	Coeficiente de atrito	77
4.4	Dureza e microdureza	82
4.5	Espessura de camada	85
5	Conclusões	86
6	Bibliografia	88

1 INTRODUÇÃO

O aço ferramenta AISI H13 é caracterizado por ser um material amplamente utilizado na indústria como matéria-prima para fabricação de moldes e matrizes para injeção a quente de alumínio. Em geral, estes ferramentais possuem algum tipo de tratamento térmico, termoquímico e/ou superficial, cujo objetivo é aumentar a vida útil e melhorar alguns parâmetros do processo de injeção, como um preenchimento mais uniforme com o metal líquido facilitando seu escoamento dentro de moldes com cavidades mais complexas para a fabricação de peças com geometria e aplicações mais específicas. Dentre estes tratamentos, podem-se citar a nitretação, o PVD (*physical vapour deposition*), os tratamentos duplex (PVD sobre nitretação) e os tratamentos de pós-oxidação. (Plasmar Tecnologia, 2013).

Defeitos em produtos fundidos são comumente encontrados e um das causas mais significativas para essas não conformidades é a qualidade inferior do molde em que esse metal fundido é vazado. Um molde defeituoso pode resultar em um produto fundido com uma grande quantidade de defeitos, sejam eles de natureza interna, superficial ou dimensional. O controle de qualidade de fundidos costuma ser rigoroso quanto à presença desses defeitos, resultando em retrabalhos e, na maioria das vezes, refugos que, por sua vez, irão gerar custos indesejados, horas de retrabalho e queda de produtividade.

Também, é válido ressaltar que um tratamento térmico e superficial quando realizado da forma apropriada resulta em um aumento significativo da vida útil do molde e sua durabilidade. Moldes com cavidades complexas e de grandes dimensões possuem um custo extremamente elevado pelo alto valor agregado: matéria-prima, ferramental para conformação, usinagem do molde, custo de ferramentas de corte, horas de ferramental para sua fabricação (centros de usinagem CNC), tratamentos térmicos (têmpera a laser, têmpera por indução, têmpera por chama, aplicados em moldes de grandes dimensões), tratamentos termoquímicos (nitretação e cementação) e posteriores tratamentos superficiais (*shot peening*, PVD, CVD, oxidação negra, etc).

Minimizar os retrabalhos nos moldes e prolongar sua vida útil é de grande interesse e de suma importância tanto para as empresas que fornecem este ferramental quanto para as que são os clientes, que esperam que seus produtos atendam às especificações desejadas e recomendadas por rigorosas normas internas e externas de controle de qualidade como a ISO9000 e ISO9001. Sendo que se os produtos não estiverem em conformidade com as normas de qualidade, a empresa que adota esta norma como padrão pode perder sua certificação, perdendo, por conseguinte, *marketshare*¹.

Com isto intimamente relacionado ao controle da qualidade, pelo alto valor agregado (característico de máquinas e ferramentais especiais e dedicados) e pelo alto custo de manutenção, um molde ou matriz deve atender às seguintes propriedades: elevada dureza, alta resistência mecânica, elevada resistência à fluência (devido ao tempo de injeção, elevadas temperaturas e grandes pressões), elevada resistência a fadiga térmica, ductilidade, baixo coeficiente de atrito e boa estabilidade dimensional.

É da natureza das ferramentas e inerente à sua construção que ocorra o desgaste e posterior falha quando o material é submetido a processos contínuos de produção. Entretanto, faz-se útil prolongar a duração destes moldes e, por conseguinte, adiar a falha. (HADDAD, 2011)

Consoante abordado por Haddad (2011) no workshop “Análise de falhas de ferramentas”, MOLDES ABM – Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração – para a VILLARES METALS, acerca do assunto sobre vida de ferramentas, o qual contextualiza adequadamente com o presente estudo.

Quando a falha do molde ocorre é de extrema importância que seja realizada uma análise desta falha minuciosamente para que futuros erros de projeto possam ser evitados readequando-os às etapas de fabricação e tratamentos a que esses moldes serão submetidos. Compreendem algumas etapas básicas para a investigação e obtenção da causa raiz de falhas em materiais, proceder com os seguintes testes, a saber:

¹ Fatia de mercado: é o termo que denomina a participação de uma empresa em algum ramo de atuação e que objetiva se tornar o modelo de referência dentre as outras do mesmo setor (ser o *benchmarking*).

- Análise química;
- Análise metalográfica;
- Fractografia;
- Ensaios mecânicos (destrutivos e não destrutivos).

De acordo com a “The Tool Steel Troubshooter” (1964), foram realizados estudos de 107 modos de falha diferentes em ferramentas editado pela “BETHLEHEM STEEL CORPORATION”, indicando os cinco principais fatores causadores de falha, são eles:

- Erro de projeto;
- Defeito de matéria-prima;
- Desvio ou erro no tratamento térmico;
- Acabamento inadequado;
- Fatores operacionais e mecânicos.

Por outro lado, o que se procura relevar para o sucesso na obtenção da qualidade final desejada em ferramentas, são os seguintes aspectos:

- Projeto adequado;
- Material correto e com boa qualidade;
- Correto tratamento térmico;
- Acabamento adequado;
- Aplicação apropriada da ferramenta.

Não serão abordados nesse trabalho parâmetros do processo de fundição sob pressão, tais como velocidade de vazamento, pressão de vazamento, temperatura do molde e do metal a ser vazado, etc., por ser um trabalho essencialmente voltado à área de tratamentos superficiais e suas posteriores implicações.

A Figura 1 mostra um molde para injeção de alumínio fabricado em aço ferramenta AISI H13 pela empresa Metalli:



Figura 1: Molde para trabalho a quente em Aço AISI H13
Fonte: Metalli

Na Figura 2 e Figura 3 são mostrados alguns defeitos comuns que ocorrem em moldes e matrizes, enquanto que na Figura 4 observa-se uma trinca em um molde fraturado.

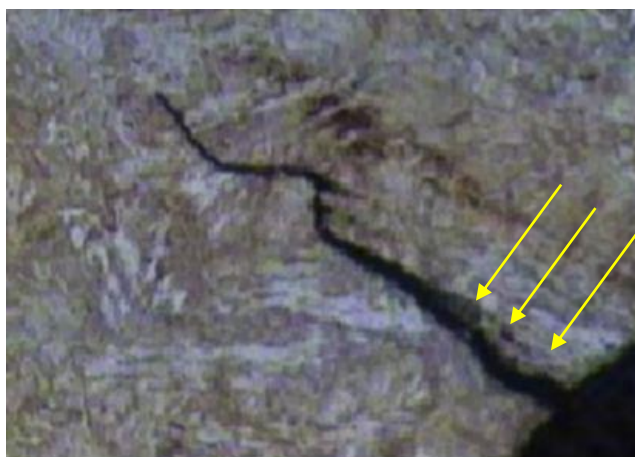


Figura 2: Detalhe da região com canto vivo e presença de descarbonetação². Ataque: Nital 4%, aumento de 200x
Fonte: Adaptado de Haddad, 2011

² A matéria prima para construção da ferramenta pode apresentar em uma das suas superfícies relativo empobrecimento do elemento químico carbono. Esse empobrecimento recebe o nome de descarbonetação.

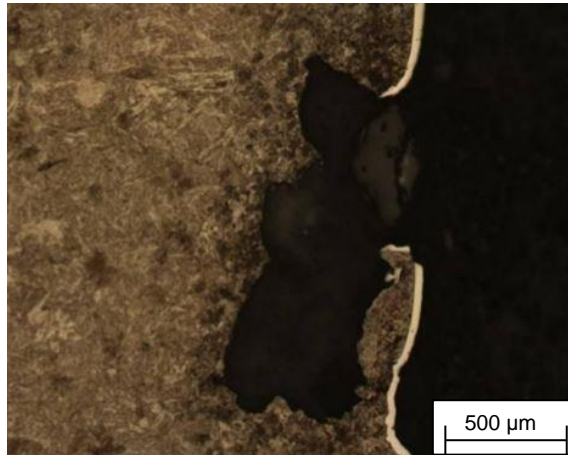


Figura 3: Presença de defeito com superfície irregular e de grande extensão lateral, média de 500 µm

Fonte: Adaptado de Haddad, 2011

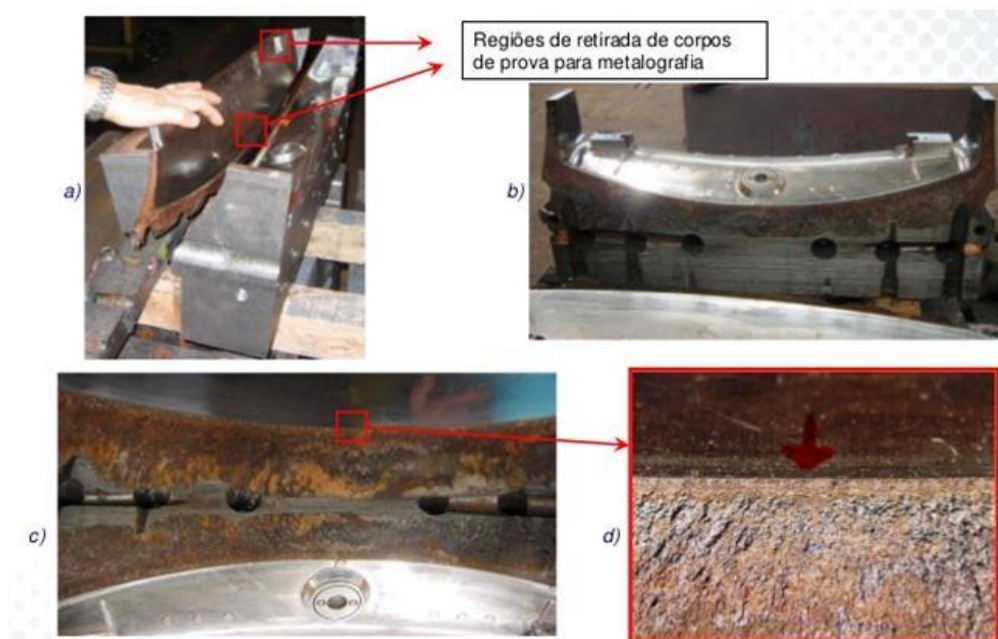


Figura 4: Sequência de fotos mostrando em a), b) e c) a face da fratura e a região de retirada de corpos de prova para análise, e em d) o detalhe para análise fractográfica.

Fonte: Adaptado de Haddad, 2011

Visando minimizar defeitos como os mostrados anteriormente e proteger o molde prolongando sua vida útil, são necessários que os tratamentos térmicos e superficiais sejam corretamente selecionados e aplicados.

Existem muitas opções as quais se pode recorrer atualmente que têm se mostrado corresponder satisfatoriamente aos fins a que são destinadas. Por outro lado, a seleção desses tratamentos correlacionados à aplicação requer um estudo de viabilidade e fim a que se destina determinado componente o qual, quando realizado adequadamente, conferirá maior disponibilidade e confiabilidade ao ferramental.

Com diversas opções de tratamentos disponíveis no mercado, é de suma importância que se saiba optar pelo que mais atende ao processo e as características que se deseja impor ao produto final.

Recomenda-se seguir algumas etapas, descritas abaixo, para que seja possível a obtenção de um resultado satisfatório na seleção, aplicação e manutenção do tratamento superficial:

- Estabelecer as finalidades desejadas do tratamento de acordo com as condições de serviço da peça a ser tratada - considerando o ambiente de uso da peça, temperatura, substâncias químicas, custo do tratamento, etc.;
- Executar o tratamento preliminar de limpeza e remoção de outras impurezas. Nesta etapa é fundamental garantir que todos os elementos depositados ou incrustados na superfície da peça a tratar sejam removidos, de forma a garantir a eficiência do tratamento de proteção e sua durabilidade;
- Aplicar o tratamento desejado.

(CIMM - Centro de Informação Metal Mecânica, 2013)

O objetivo geral deste trabalho é a análise dos revestimentos obtidos após a aplicação do tratamento superficial de oxidação negra aplicado sobre amostras de aço AISI H13 com diferentes acabamentos superficiais prévios. Assim, as seguintes propriedades foram medidas quantitativa e qualitativamente em dois momentos do processo (antes e após a oxidação negra):

- a) Caracterização da morfologia da superfície (via MEV) antes e após o tratamento superficial;
- b) Medição da dureza após o tratamento térmico (para verificação da efetividade do tratamento) e da microdureza da camada obtida após o tratamento superficial;

- c) Caracterização das propriedades tribológicas (coeficiente de atrito estático) das amostras antes e após o tratamento superficial;
- d) Medição da Rugosidade 2D e 3D das amostras antes do coeficiente de atrito, após o coeficiente de atrito e após o tratamento superficial;
- e) Determinação da espessura do revestimento após o tratamento superficial.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Aços para trabalho a quente

Aços ferramenta para trabalho a quente (*Hot Work*) são aços que foram desenvolvidos para resistir a altas temperaturas e esforços mecânicos, ou seja, condições severas de trabalho e são geralmente utilizados na fabricação de ferramentas para processos de conformação a quente tais como extrusão, laminação e forjamento e como material base em moldes e matrizes para injeção a quente de alumínio.

Esses aços são designados pela AISI e SAE com letras H e subdividem-se em quatro grupos:

- Ao Cr-Mo – tipos H11, H12, H13 e H15;
- Ao Cr-W – tipos H14 e H16;
- Ao W – tipos H20, H21, H22, H24 e H26;
- Ao Mo – tipos H41, H42 e H43.

Os primeiros caracterizam-se por apresentarem baixo carbono, entre 0,35 e 0,40%, baixo manganês, entre 0,25 e 0,30%, silício entre 0,50 e 1,00%, cromo em torno de 5,00%, molibdênio entre 1,50 e 5,00%, eventualmente vanádio de 0,40 a 1,00%, tungstênio em torno de 1,50%.

Estes aços ferramenta apresentam, em geral, boa tenacidade, boa resistência ao desgaste, boa usinabilidade, boa resistência ao amolecimento pelo calor, boa propriedade de indeformabilidade e grande profundidade de endurecimento.

Os aços ao Cr-Mo são os mais utilizados. Entre as aplicações mais significativas contam-se: matrizes para fundição sob pressão, matrizes de forjamento, mandris para trabalho a quente, ferramental para extrusão a quente, lâminas de tesoura para corte a quente, punções, etc. (CHIAVERINI, 2001)

A Tabela 1 mostra a composição química para o aço ferramenta AISI H13:

Tabela 1: Composição química do aço VH13ISO (equivalente ao AISI H13)

Fonte: VILLARES METALS (2006)

C	Si	Mn	Cr	Mo	V
0,40%	1,00%	0,35%	5,20%	1,50%	0,90%

(% em massa)

Normas similares:

- ASTM A 681 Tipo H13;
- ABNT H13;
- AISI H13;
- DIN 40CrMoV5 e WNr 1.2344;
- BS 4659: 1971 Tipo BH 13;
- JIS G 4404-72 Tipo SKD 61.

De acordo com o catálogo VILLARES METALS®, o aço VH13ISO é caracterizado por apresentar:

- Alta resistência a trincas por fadiga térmica;
- Excelentes propriedades mecânicas;
- Boa tenacidade, polibilidade e usinabilidade;
- Boa estabilidade dimensional durante o tratamento térmico;
- Pouco sensível a choques térmicos quando resfriado por água;
- Boa resistência ao desgaste.

E suas aplicações típicas são:

- Matrizes e punções de forjamento em prensa;
- Punção para extrusão de ligas não ferrosas;
- Moldes para fundição por gravidade de ligas leves, especialmente Al;
- Facas para corte a quente;

- Matrizes para fundição sob pressão de ligas de alumínio, em peças de menor porte ou pouco complexas.

O tratamento térmico recomendado para este aço nesta aplicação consiste nas seguintes etapas:

- Temperatura de austenitização entre 1010°C e 1030°C, com recomendação de pré-aquecimento das ferramentas;
- Resfriamento em óleo aquecido entre 40°C e 70°C, com agitação, ou em banho de sais mantido entre 500°C e 550°C.

Conforme recomendação da empresa Villares Metals (2006), as ferramentas devem ser revenidas imediatamente após a têmpera, tão logo atinjam 60°C. Fazer, no mínimo, dois revenimentos e entre cada revenimento, as peças devem resfriar lentamente até a temperatura ambiente. Temperaturas de revenimento entre 550 a 650°C, conforme a dureza desejada de acordo com a curva de revenimento mostrada na Figura 5. O tempo de cada revenimento deve ser de, no mínimo, 2 horas. Para peças maiores que 70 mm, deve se calcular o tempo em função da sua dimensão, considerando-se 1 hora para cada polegada de espessura.

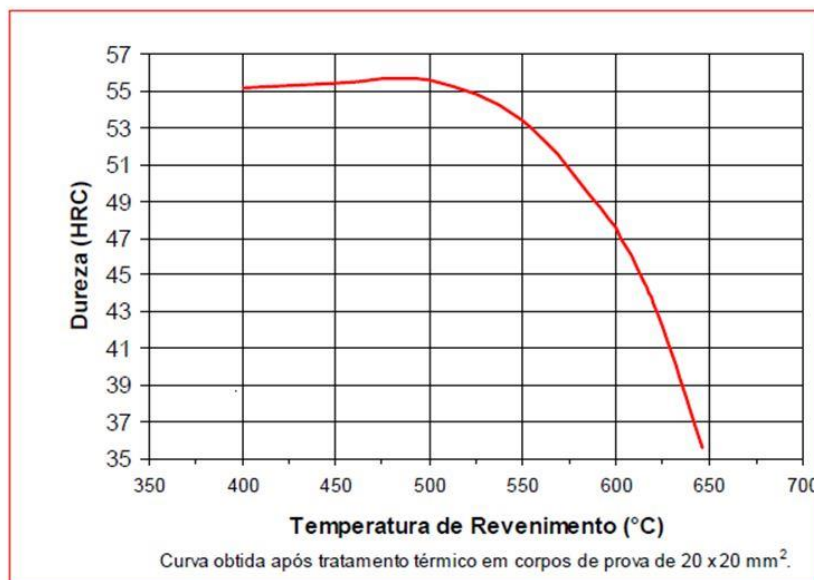


Figura 5: Curva de revenimento após tratamento térmico do aço H13
Fonte: VILLARES METALS (2006)

Outra empresa também responsável pela produção dessa classe de aço ferramenta é a UDDEHOLM, onde o H13, - comercializado como ORVAR SUPERIOR -, apresenta as seguintes propriedades:

- Elevada resistência e dureza a quente;
- Elevada resistência à fadiga térmica (*Heat checking*);
- Excelente temperabilidade;
- Boa estabilidade dimensional;
- Boa usinabilidade e polibilidade.

Sua composição química está apresentada na Tabela 2:

Tabela 2: Composição química do aço ORVAR SUPERIOR

Fonte: UDDEHOLM, 2007, Ed. 1

C	Si	Mn	Cr	Mo	V
0,39%	1,00%	0,40%	5,30%	1,40%	0,90%

De acordo com a UDDEHOLM, a dureza de trabalho recomendada para esse tipo de aço é de 44 a 48 HRC.

2.2 Tratamentos superficiais

Tratamentos superficiais são tratamentos de regiões da superfície e próximas à superfície do material de maneira que estas regiões possam exercer funções diferentes daquelas exigidas pelo material como um todo.

Propriedades/características de superfícies tratadas incluem:

- Maior resistência à corrosão;
- Maior resistência ao desgaste;
- Menor desgaste resultante do menor coeficiente de atrito;
- Melhores propriedades mecânicas como, por exemplo, uma maior resistência à fadiga e tenacidade à fratura;
- Melhores propriedades elétricas;
- Melhor isolamento térmico;
- Melhor estética da superfície.

Basicamente, estas propriedades podem ser atingidas das seguintes maneiras:

- Alterações metalúrgicas da superfície;
- Processos mecânicos;
- Processos químicos/eletroquímicos;
- Adição de revestimentos.

Nos materiais metálicos que são suscetíveis de sofrerem ataque corrosivo, a aplicação de revestimentos superficiais constitui a técnica mais comum.

Muitas vezes, os revestimentos superficiais atuam também no sentido de conferir um aspecto decorativo à superfície metálica e, eventualmente, aumentar sua resistência ao desgaste.

A eficiência dos revestimentos protetores depende grandemente do preparo prévio da superfície, de modo a torná-la isenta de oxidação, graxas, óleos e contaminantes em geral.

Dentre a grande variedade de tratamentos superficiais e revestimentos disponíveis atualmente no mercado, faz-se útil a correta escolha do revestimento ou a combinação de revestimentos mais adequada para a aplicação em questão. A correta seleção do tratamento de superfície representará uma diferença significativa nas propriedades de durabilidade, resistência à corrosão, resistência ao desgaste, entre outros, para os materiais em que serão aplicados. (ASM Metals Handbook, 1994)

2.3 Revestimentos de conversão

Revestimentos de conversão são aqueles obtidos através de reações químicas entre o substrato e o meio no qual ele está imerso, com a produção de fosfatos, cromatos e óxidos complexos na superfície do material, com ou sem a aplicação de corrente elétrica externa. Dependendo do tipo do banho utilizado e do material do substrato (alumínio, zinco, cádmio, aço, cobre e suas ligas, ligas de magnésio, prata, etc.) os revestimentos podem ter propriedades, composição e cores diferentes. A espessura dos revestimentos varia de poucos micrometros a centenas de micrometros.

Além de aumentar a resistência à corrosão, os revestimentos de conversão também são utilizados para:

- Melhorar a aderência de tintas às superfícies do aço, zinco e alumínio;

- Melhorar as propriedades de outros revestimentos;
- Reduzir o coeficiente de atrito a seco, facilitando a conformação a frio;
- Isolar eletricamente o substrato;
- Embelezamento da superfície (revestimentos decorativos).

A aplicação mais ampla é encontrada em revestimento de fosfato quando estes são aplicados anteriormente à pintura (eletroforese, cataforese ou *electrocoating*) e óxidos (oxidação de elementos de máquinas, ferramentas e armas de fogo). (ASM Metals Handbook, 1994)

2.4 Oxidação negra

De acordo com Hager e Evans (2015), o termo “oxidação negra” refere-se a conversão da superfície do aço em Fe_3O_4 ou magnetita pela imersão do material base (neste caso, o aço) em um banho alcalino quente.

Até o presente momento, diferentes tecnologias têm sido desenvolvidas para produzir revestimentos protetivos nas superfícies de aços-carbono como pinturas, *plating*³ e *blackening*⁴ (oxidação negra). A tecnologia de *blackening* (método de oxidação por imersão em banho de nitrato alcalino quente) foi, primeiramente, desenvolvida a fim de produzir revestimentos de magnetita (Fe_3O_4) no início dos anos 90 na Alemanha. Devido ao seu baixo custo, a oxidação negra é, ainda, um dos processos mais amplamente utilizados para revestimentos de superfícies e proteção até os dias atuais. (ZHU et al, 2008)

É sabido que a magnetita (Fe_3O_4), - um minério ferromagnético -, é uma das formas do óxido de ferro, assim como a hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) e wustita (FeO). A magnetita é, também, o material magnético mais antigo conhecido pela humanidade, e apresenta propriedades bem interessantes por causa da presença de cátions de ferro (Fe) em duas diferentes valências (Fe^{2+} e Fe^{3+}). Devido a estas interessantes propriedades magnéticas, a magnetita (Fe_3O_4) tem importantes aplicações em pigmentos, gravação de materiais, foto catálise⁵,

3 Refere-se a tratamentos em que a peça é imersa no metal que se quer conferir a proteção (podem-se citar processos de plating como cromação, zincagem)

4 Termo em inglês para oxidação negra

5 refere-se ao aumento da velocidade de uma fotoreação pela ação de um catalisador

tecnologia ferrofluida⁶ e refrigeração magnética. Recentemente, magnetita na forma de filmes finos tem atraído grandes interesses em pesquisas devido a sua aplicação em dispositivos magnéticos modernos. (MACHMUDAH et al, 2015)

O revestimento de conversão químico de oxidação negra em superfícies de aço foi, originariamente, desenvolvido como uma alternativa de baixo custo para melhorar as propriedades de resistência a corrosão do material base. Nesse ínterim, o tratamento superficial foi introduzido em componentes tribológicos a fim de creditar a esse processo uma melhora significativa nas resistências ao *galling*⁷ e *smearing*⁸. Em elementos de máquinas como mancais de rolamentos, danos por *smearing* podem ocorrer durante eventos de deslizamentos altamente transientes entre os elementos rolantes e a pista onde estão acomodados os elementos rolantes (também denominada pista de rolamentos), e o tratamento superficial de oxidação negra têm sido, recentemente, recomendado como uma solução para este tipo de desgaste adesivo. (HAGER; EVANS, 2015)

O processo conhecido industrialmente como oxidação negra consiste em produzir um filme de óxido de ferro preto uniforme e aderente à superfície, o qual apresenta uma proteção média contra corrosão e não altera as dimensões e propriedades físicas ou mecânicas da peça tratada. A oxidação negra possui certas propriedades e características que a tornam ideal para determinadas aplicações, incluindo a combinação de propriedades e acabamento com o menor preço do mercado. (ZEMPULSKI, 2008)

Trata-se de um dos mais antigos processos de passivação, que confere à superfície uma camada de conversão proveniente da reação química de oxidação com o ferro na superfície, formando seletivamente a magnetita (Fe_3O_4), o óxido negro de ferro que ocupa o mesmo volume do metal reduzido.

De acordo com Foldes (1973), a oxidação negra pode ser obtida por processos térmicos e/ou químicos. Basicamente, a obtenção do revestimento pelo processo térmico consiste na exposição do material à temperatura em torno de 565°C em

⁶ Líquido que pode reagir a campos magnéticos, substância líquida de cor preta feita a partir de nanopartículas de ferro misturadas a um óleo e outras substâncias surfactantes, usado como redutor de atrito.

⁷ Desgaste adesivo severo.

⁸ Desgaste decorrente de lubrificação inadequada: transferência de material da superfície do elemento formando caminhos visíveis para outra localização na superfície de contato e possivelmente de volta à superfície inicial.

atmosfera oxidante permitindo que a superfície reaja com o ar atmosférico, até formar a camada de óxido com a aparência desejada, a peça então é resfriada ao ar ou em um banho de óleo, ou pelo processo químico em que a peça é imersa em banho de hidróxido de sódio e nitrato de sódio a uma temperatura de 140°C (285°F) por, aproximadamente, 5 a 20 minutos. Esses tratamentos resultam em uma camada oxidada negra menor que 5 µm de espessura. Esta camada não irá deslocar ou rachar, ainda que a ferramenta seja dobrada ou cortada.

O acabamento reduz a reflexão da luz nas peças minimizando a fadiga ocular⁹.

Pelo método químico a oxidação negra é obtida imergindo a peça em uma série de banhos químicos que produzirão o filme de óxido. Comercialmente, existem diversas patentes industriais para este processo. Apesar de este processo ser mais prático e eficiente que a oxidação térmica, possui o inconveniente de produzir rejeitos químicos, uma vez que utiliza soluções altamente alcalinas no banho de oxidação. (FOLDES, 1973)

Um revestimento de oxidação negra pelo processo químico pode ser obtido por meio da imersão em solução “a quente” ou “a frio”. O processo “a frio” para obtenção dos óxidos negros é aplicado em temperaturas ambientes ou em temperaturas ligeiramente acima da temperatura ambiente e não produzem óxidos verdadeiros, mas sim depósitos macios que oferecem menor resistência a corrosão e a abrasão que o processo de obtenção dos óxidos negros “a quente”.

Os óxidos negros obtidos pelo processo “a frio” freqüentemente apresentam variações de coloração ao longo da extensão da peça. O processo “a frio” não atende as especificações automotivas e militares para revestimentos de oxidação negra. (PREMIER FINISHING INC., 2005)

Ainda, de acordo com o catálogo da Premier Finishing Inc.® (2005), alguns dos inúmeros benefícios que este revestimento proporciona são:

- a) Estabilidade dimensional;
- b) *Anti-galling*;
- c) Aumenta a lubricidade;
- d) Acabamento decorativo;
- e) Proteção contra corrosão;

⁹ elementos de máquinas, ferramentas manuais e instrumentos cirúrgicos revestidos com oxidação negra refletem menos a luz reduzindo a fadiga ocular quando o manuseio é feito sob luzes intensas.

- f) Redução do brilho intenso;
- g) Baixo custo.

De acordo com a especificação MIL-DTL-13924D (1999), - norma militar americana -, os revestimentos de óxidos negros são classificados da seguinte maneira:

- Classe 1 – Processo de oxidação alcalina (para ferro fundido, forjado e ferro fundido maleável, aços baixa liga e ao carbono);
- Classe 2 – Processo de oxidação por cromato alcalino (usados em determinados aços-liga resistentes à corrosão, temperados abaixo de 900°F (482°C));
- Classe 3 – Processo de oxidação por sais fundidos (usados em determinados aços-liga resistentes à corrosão, temperados acima de 900°F (482°C));
- Classe 4 – Processo de oxidação alcalina (para outros tipos de aços resistentes a corrosão).

A oxidação negra é um processo bem estabelecido usado para aços ferramenta e aços rápidos. Aumentos de mais 100% na vida de ferramentas podem ser alcançados, na maioria das vezes devido à redução do atrito, pela formação do óxido duro e sua habilidade de reter lubrificante, auxiliando na interface entre ferramenta e material. (DURRFERRIT, 2013)

O brilho do filme de óxido depende do estado prévio da superfície da peça. Superfícies polidas produzirão filmes pretos brilhantes; superfícies foscas permanecerão foscas após o tratamento. Embora o filme propicie uma proteção média, após a oxidação deve ser feito um tratamento com óleo, cera ou verniz, para aumentar a resistência à corrosão em peças que forem expostas a ambientes externos.

A empresa METALFIM fornece este tipo de revestimento e foi parceira escolhida para a realização deste estudo. Na Tabela 3 está o processo simplificado de oxidação negra oferecido por esta empresa, bem como alguns parâmetros utilizados para a obtenção do revestimento.

Tabela 3: Parâmetros do processo de oxidação negra da empresa METALFIM
 Fonte: METALFIM (adaptado)

Etapa	Processo	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Método
1	Desengraxe	60 a 80	~ 30	Solução alcalina
2	Enxague	25	~ 2	Água corrente
3	Decapagem	25	~ 5	Solução ácida
4	Enxague	25	~ 2	Água corrente
5	Neutralização	25	~ 5	Solução alcalina
6	Oxidação	120	~ 5 a 30	Solução alcalina (NaOH/NaNO ₃)
7	Enxague	25	~ 2	Água corrente
8	Oleamento	25	~ 1	Óleos/Vernizes/Graxas
9	Inspeção	-	~ 5	Inspeção visual
10	Estocagem	-	-	-
11	Expedição	-	-	-

2.5 Rugosidade

A rugosidade de uma superfície é o conjunto de desvios microgeométricos caracterizados pelas pequenas saliências e reentrâncias presentes uma superfície. (FILHO, 2011)

A norma brasileira que define termos para especificação da rugosidade é a NBR ISO 4287/2002 - Especificações geométricas do produto - termos, definições e parâmetros da rugosidade;

Existem dois sistemas para medição da rugosidade:

- Sistema M – Linha média: determinar a linha média que divide as áreas do perfil de rugosidade (mais usado). No Brasil, a Norma NBR ISO 4287/2002 indicam o uso do sistema M;
- Sistema E – Linhas envoltórias determinadas por dois círculos que rolam sobre a superfície da peça.

A medição da rugosidade de uma superfície é realizada por instrumentos denominados rugosímetros.

Fontes de erro em medição:

- Diâmetro da ponta da agulha;

- Carga aplicada pela ponta da agulha;
- Velocidade da agulha;
- Deslocamento lateral devido às irregularidades;
- Danos causados pela sapata ou calço;
- Elasticidade da superfície.

(FILHO, 2011)

2.5.1 Rugosidade R_z

A rugosidade R_z (norma ISO 4287/1-1984) é numericamente igual à média da diferença da altura entre os 5 picos mais altos e os 5 vales mais profundos medidos dentro do comprimento de avaliação, L_m . A distância horizontal entre o vale mais profundo e o pico mais alto é denominada L_e . (veja a Figura 6). (WHITEHOUSE, 2002)

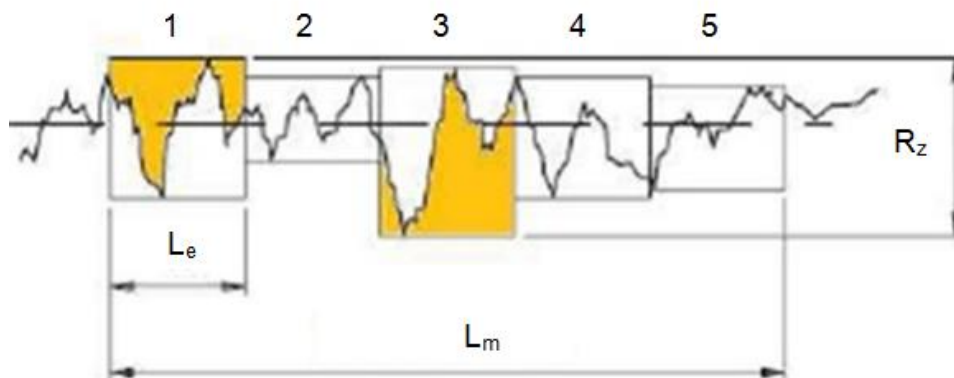


Figura 6: Perfil de rugosidade R_z

Fonte: FILHO, 2011 (adaptado)

De acordo com Filho (2011), a avaliação pode levar a resultados errôneos, por exemplo, devido à presença de vales profundos ou de picos muito elevados ao longo do comprimento de avaliação, L_m .

2.5.2 Rugosidade R_a

Segundo Gasvik (2002), o parâmetro de rugosidade R_a é universalmente reconhecido e o mais utilizado parâmetro entre todos. É a média aritmética do desvio do perfil a partir da linha média.

R_a (ou qualquer outro parâmetro) sozinho não é suficiente para descrever a rugosidade numa ampla faixa de diferentes acabamentos existentes.

2.5.3 Rugosidade R_q

Ainda de acordo com Gasvik (2002), R_q é o parâmetro RMS (*root mean square*) correspondente ao R_a e, por causa disso, é mais facilmente relacionado ao desempenho funcional que determinada superfície pode apresentar.

2.6 Interferometria

Os interferômetros têm sido empregados com sucesso em muitas aplicações atualmente para medição das rugosidades em duas e em três dimensões.

Segundo Gasvik (2002), ondas de luz podem interferir se e somente se estas são emitidas pela mesma fonte e devem passar por um anteparo, o qual divide a onda de luz. Então é feita a introdução de uma diferença de fase e esta fase e a onda de luz são combinadas. Somente após esta combinação é que o observador pode verificar a interferência. A maioria dos interferômetros, portanto consistem nos elementos mostrados esquematicamente na Figura 7.

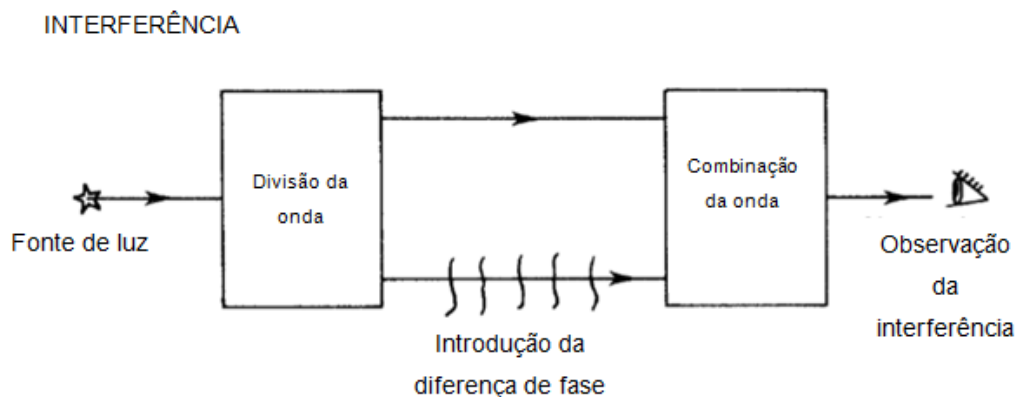


Figura 7: Esquema do fenômeno de interferência
Fonte: adaptado de Gasvik (2002)

Dependendo de como a onda de luz é dividida, interferômetros são comumente classificados em interferômetros para divisão frontal de ondas e interferômetros para divisão de amplitude, mas existem configurações que fogem a esta classificação.

Um dos mais utilizados é o interferômetro de Mireau. Os componentes ópticos estão mostrados na Figura 8. A superfície de teste é focada, o feixe então incide

sobre a superfície de referência que fica próxima a objetiva da lente. O sistema pode operar quer em *loop* aberto, onde as franjas podem ser vistas, quer em *loop* fechado, no caso em que o instrumento se torne um seguidor óptico.

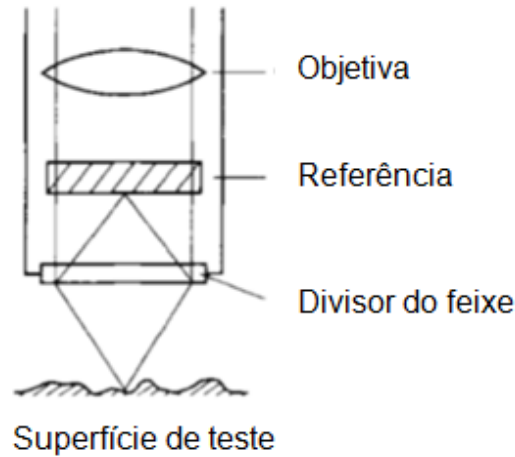


Figura 8: O interferômetro de Mireau
Fonte: adaptado de Gasvik (2002)

Os parâmetros superficiais S_a , S_z e S_q fornecidos quando da medição pelo interferômetro serão avaliados neste trabalho e sua diferença é que ao invés de abordar somente um perfil de rugosidade em duas dimensões, estes parâmetros abrangem as áreas de incidência do feixe de luz (veja Figura 23) não diferindo em termos técnicos dos parâmetros citados nas seções 2.5.1, 2.5.2 e 2.5.3, respectivamente.

2.7 Tribologia

Segundo Leal (2004), tribologia é a ciência que estuda a interação entre superfícies que se encontram ou em algum momento iniciarão um movimento relativo uma em relação à outra, incluindo o atrito, o desgaste e a lubrificação.

O atrito, o desgaste e a lubrificação são um trinômio com o qual o engenheiro sempre irá se deparar em todas as fases de desenvolvimento de um projeto. Compreender a natureza desses fenômenos, suas conseqüências e as formas de controlar seus efeitos são fundamentais ao engenheiro moderno. (LEAL, 2004, p. 72).

Atrito é a resistência ao deslocamento apresentada quando dois corpos em contato são forçados a iniciar um movimento relativo entre eles (Figura 9). Esse atrito é denominado de atrito estático.

A força de atrito estática está fortemente associada a mecanismos de desgaste que podem estar operando ou não com lubrificantes e/ou filmes finos de superfície previamente tratadas.

O aquecimento gerado como um resultado da dissipação da interação friccional pode afetar o desempenho dos lubrificantes, alterando as propriedades dos materiais de contato e/ou dos filmes presentes em suas superfícies e, em alguns casos, pode afetar as propriedades dos produtos serem processados. Qualquer um desses resultados provenientes do aquecimento gerado pelo atrito pode causar problemas de segurança severos devidos à falha de componentes mecânicos decorrentes da fragilização estrutural e desgaste severo.

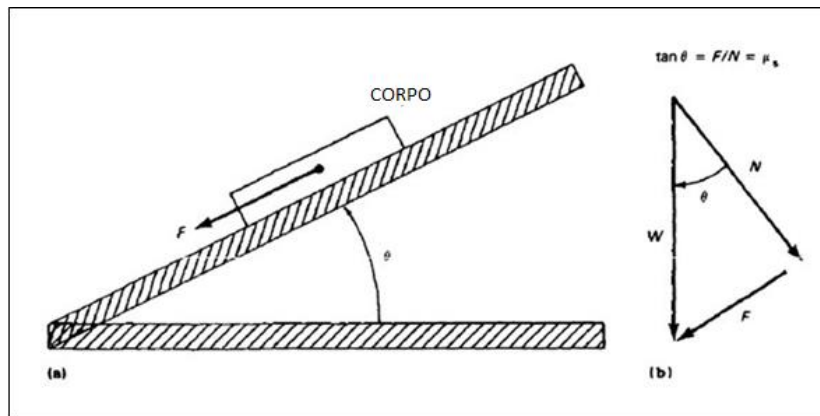


Figura 9: Plano inclinado para determinação do coeficiente de atrito estático, μ
Fonte: Adaptado de Metals Handbook

De forma geral o desgaste pode ser definido como uma mudança cumulativa e indesejável em dimensões causada pela remoção gradual de partículas discretas de superfícies em contato e com movimento relativo, devido, predominantemente, a ações mecânicas. Na realidade, a corrosão muitas vezes interage com o processo de desgaste modificando as características das superfícies sob desgaste, através da reação com o meio ambiente.

Segundo Astakhov (2007), a tribologia tem como escopo o estudo do contato físico e mecânico entre interfaces que possuem movimento relativo e que, geralmente, envolvem a dissipação de calor. Suas descobertas foram primeiramente aplicáveis no campo da engenharia mecânica, projeto e desenvolvimento de elementos mecânicos, onde interfaces tribológicas são utilizadas para transmitir,

distribuir e converter energia. O contato entre dois materiais e o atrito que um provoca no outro, causa um inevitável processo de desgaste.

Infelizmente no campo da engenharia mecânica, o desperdício de recursos (energia) pela falta de conhecimento no campo dos efeitos da tribologia faz com que o gasto seja estimado em, aproximadamente, um terço do consumo de energia do planeta, portanto, o estudo e a otimização dos sistemas tribológicos são considerados de grande importância não só do ponto de vista de uma maior produtividade e lucro, mas pela economia de recursos do planeta. (ASTAKHOV, 2007).

Um sistema tribológico ou tribossistema (Figura 10) consiste nas superfícies de dois componentes que se encontram em contato móvel um com outro e com a área adjacente. O tipo, evolução e extensão do desgaste são determinadas pelos materiais e acabamentos dos componentes, eventuais materiais intermediários, influências da área adjacente e condições de operação. (LEAL, 2004)

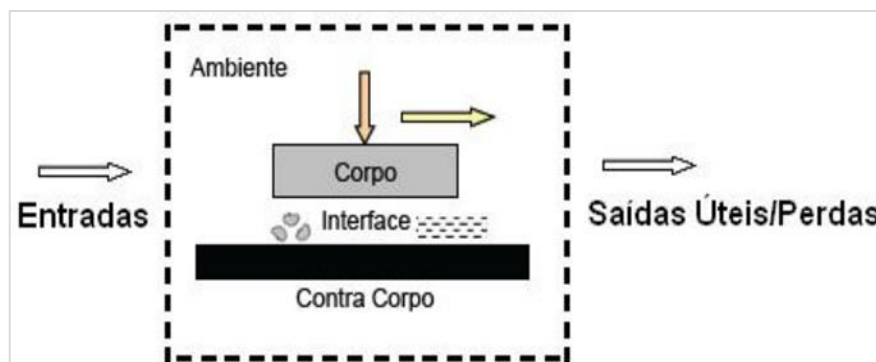


Figura 10: Sistema Tribológico ou tribossistema
Fonte: Adaptado (LEAL, 2004)

Para o estudo em questão, foram analisados no que concerne ao amplo universo da tribologia somente o quesito atrito. Também, é válido ressaltar que não houve lubrificação na interface amostra – contra-corpo, sendo as medições de coeficiente de atrito realizadas a seco. O desgaste não foi avaliado.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Na presente seção serão apresentados detalhadamente os materiais utilizados no estudo, bem como os métodos que foram realizados para a obtenção dos acabamentos superficiais prévios e para a caracterização dos revestimentos obtidos pelo tratamento superficial de oxidação negra.

3.1 Materiais

O material que foi utilizado como substrato para os tratamentos de oxidação negra é o aço AISI H13, que foi gentilmente cedido pela empresa Aços Favorit Distribuidora.

3.2 Metodologia experimental

A fim de melhor caracterizar os revestimentos obtidos e demonstrar de maneira a mais completa e abrangente possível a influência dos acabamentos superficiais nas amostras antes e após o tratamento de oxidação negra, foram realizadas as seguintes etapas, a saber:

3.2.1 Obtenção das amostras

O material do substrato - aço AISI H13 - das amostras foi gentilmente cedido pela empresa Aços Favorit Distribuidora em forma de bloco, e as amostras foram obtidas a partir do corte por meio de serra fita de uma parte deste bloco em várias amostras de tamanhos menores no total de 10 amostras com as dimensões mostradas na Figura 11:

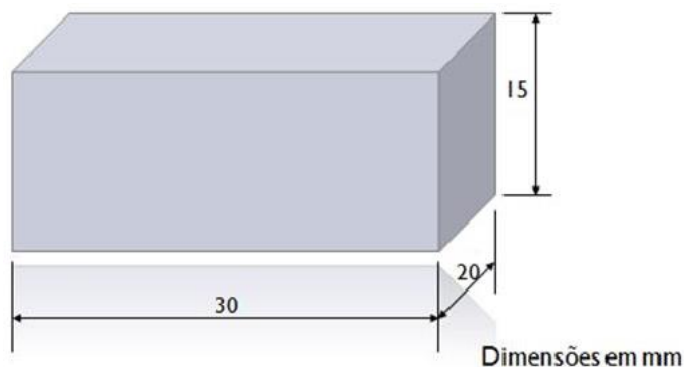


Figura 11: Geometria e dimensões aproximadas das amostras¹⁰

3.2.2 Tratamento térmico das amostras

O tratamento térmico das amostras para obtenção da microestrutura e dureza desejada foi uma cortesia realizada pela empresa Normatic – São José dos Pinhais.

Já foram mencionados os motivos de o tratamento térmico ser realizado neste tipo de material e qual sua finalidade. Ao final do tratamento térmico, a dureza desejada para as amostras e recomendada pelo catálogo da Villares Metals (Figura 5) é de 44 a 46 HRC, a qual foi medida em cinco pontos aleatórios na superfície de uma das dez amostras e verificada no laboratório de materiais (LIM) da UTFPR com o uso do durômetro EMCOTEST (Figura 12) e da escala de medição HRC (*Hardness Rockwell C*).

¹⁰ Figuras sem indicação de fonte são de autoria própria



Figura 12: Durômetro EMCOTEST (LIM)

A fim de facilitar a compreensão, iremos a partir deste momento, identificar as amostras segundo o acabamento superficial que foi conferido conforme a Tabela 4:

Tabela 4: Identificação dos Grupos por acabamento superficial¹¹

Grupos	Acabamentos Superficiais
1	Retificação
2	Microjateamento
3	Polimento

Após a oxidação negra foram medidas as microdurezas das amostras desta vez com o uso da escala de dureza HV (*Hardness Vickers*). Fez-se uso de microdurômetro Vickers SHIMADZU HMV-2 0,3 kgf (Figura 13) do Laboratório de materiais (LIM) da UTFPR.

¹¹ Tabelas sem indicação de fonte são de autoria própria



Figura 13: Microdurômetro SHIMADZU (LIM)

Foram feitas 5 medições de microdureza em 1 das 3 amostras de cada grupo. Obtendo ao final do processo 15 valores de microdureza *Vickers* como mostrado na Tabela 5. Foi usada uma carga de 0,3 kgf.

Tabela 5: Número de medições de microdureza pós oxidação negra

Grupos	Nº de Medições
1	5
2	5
3	5
Total	15

3.2.3 Retificação das amostras

Após o tratamento térmico, todas as nove amostras foram retificadas no laboratório de fabricação da UTFPR (retífica plana tangencial, rebolo de óxido de alumínio, o uso de fluido refrigerante com emulsões a base de água) para corrigir eventuais distorções decorrentes do tratamento térmico e garantir superfícies planas

para as medições de coeficiente de atrito estático, micrografia por meio do MEV e interferometria para medição da rugosidade das amostras.

3.2.4 Desmagnetização das amostras

Após o processo de retificação, as amostras foram desmagnetizadas, uma vez que qualquer magnetismo proveniente da retífica, pelo uso de placas magnéticas para a fixação das peças, pode interferir nas medidas do coeficiente de atrito. Essa desmagnetização foi realizada na empresa Oerlikon Balzers – São José dos Pinhais.

3.2.5 Obtenção dos acabamentos superficiais

A fim de obter os acabamentos superficiais desejados para a realização deste estudo, foram executadas diferentes técnicas, como serão mostradas nas seções a seguir. É válido ressaltar que os acabamentos superficiais foram realizados nas duas maiores faces das amostras. Porém, a fim de identificar a face em que todos os experimentos foram realizados, foi feito uma marca com punção para que fosse possível reconhecer a face de referência após a realização da oxidação negra. Para exemplificar o que foi descrito acima, observe a Figura 14:

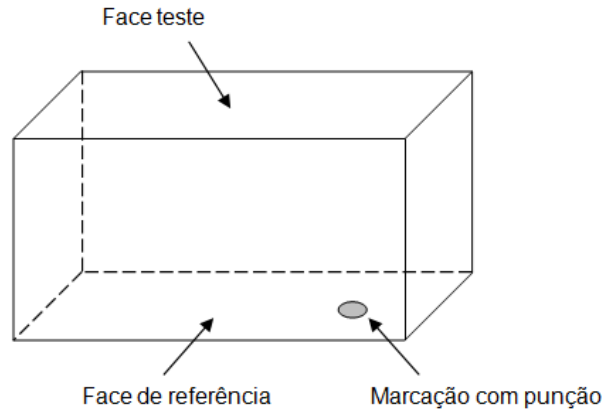


Figura 14: Faces em que os acabamentos superficiais foram realizados

3.2.5.1 Acabamento Retificado

O primeiro acabamento superficial que foi estudado é o acabamento superficial retificado. Como todas as amostras foram inicialmente retificadas, separaram-se três delas a fim de que fosse conferido este tipo de acabamento. As amostras retificadas apresentam acabamento de retífica perpendicular ao maior comprimento da amostra, como mostrado na Figura 15:

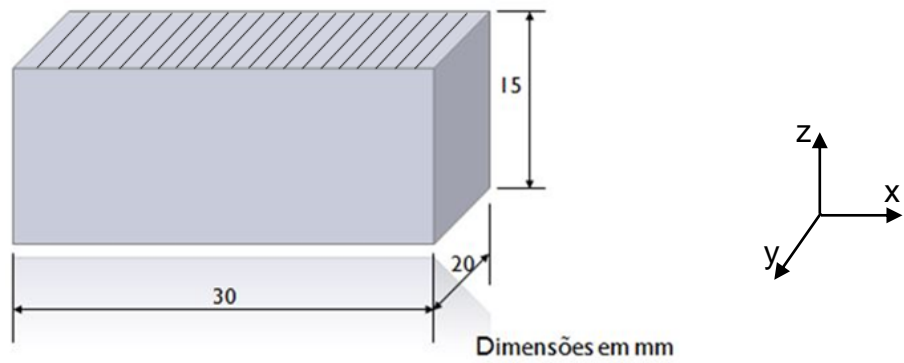


Figura 15: Sentido da retificação realizada nas amostras

O aspecto retificado das amostras está mostrado nas Figura 16.

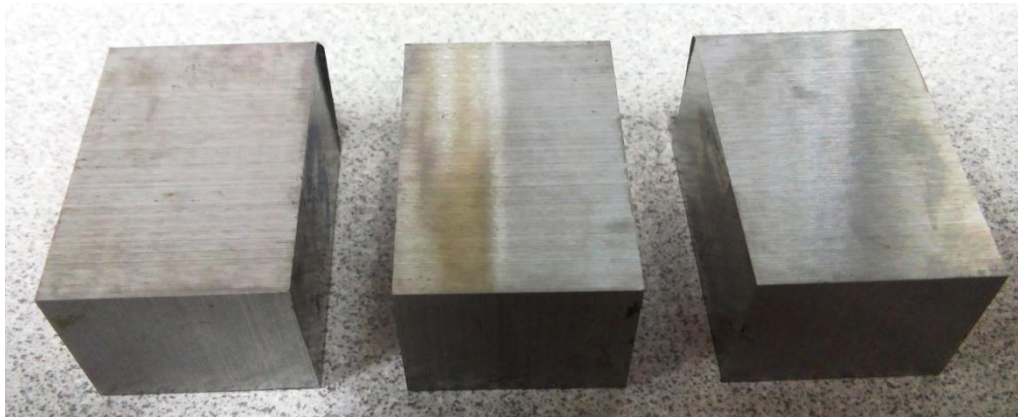


Figura 16: Aspecto retificado das amostras (a)

3.2.5.2 Acabamento Microjateado

Das seis amostras restantes, três delas receberam o acabamento microjateado, - em cima do já então acabamento retificado - que fora, também, realizado pela empresa Oerlikon Balzers – São José dos Pinhais. O processo de microjateamento foi realizado impelindo partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) da ordem de 20 a 40 μm contra a superfície das amostras, conferindo a estas um aspecto opaco, como mostrado na Figura 17.

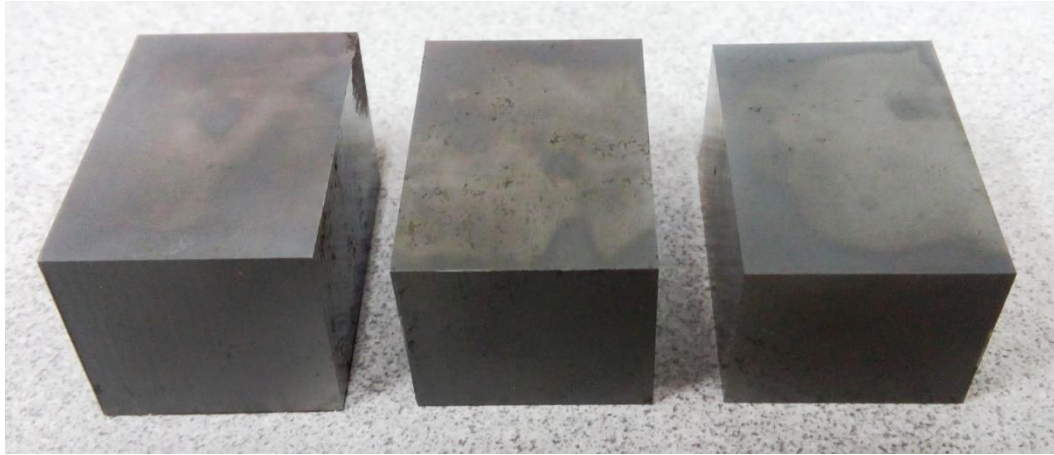


Figura 17: Aspecto microjateado das amostras (a)

3.2.5.3 Acabamento Polido

Para as três amostras restantes, foram realizados acabamentos superficiais de polimento, - em cima do já então acabamento retificado – no laboratório de materiais LIM da UTFPR. Para realizar o polimento das amostras, foi necessário, primeiramente, realizar o lixamento da superfície previamente retificada a fim de facilitar o polimento. Para que o lixamento fosse satisfatório, usaram-se lixas de granulometrias decrescentes, como mostradas na Tabela 6:

Tabela 6: Densidade granulométrica das lixas

Etapas	Lixas utilizadas
1	80
2	120
3	200
4	400
5	600

Após o lixamento, foram realizados os polimentos das amostras na politriz do laboratório de materiais com solução de óxido de alumínio (Al_2O_3) com tamanho de partícula de, aproximadamente, 2 μm .

Com o polimento, objetivou-se a eliminação da texturização (anisotropia) da superfície das amostras, propriedade esta que somente foi analisada após as medições de rugosidades em eixos perpendiculares **x** e em **y** no interferômetro.

O aspecto das superfícies das amostras após o acabamento superficial de polimento pode ser verificado na Figura 18:

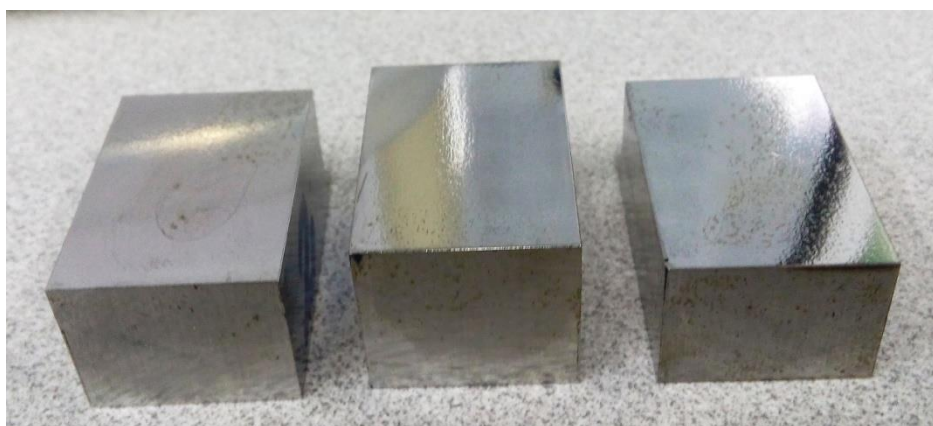


Figura 18: Aspecto polido das amostras (a)

Após a obtenção dos acabamentos superficiais pelos métodos já citados, fez-se necessário estabelecer quais os experimentos seriam responsáveis por conferir uma melhor caracterização dos revestimentos antes e após o tratamento superficial.

A fim de poder monitorar qualitativa e quantitativamente os resultados, os experimentos recomendados estão mostrados na Tabela 7.

Tabela 7: Propriedades analisadas em dois momentos do estudo

Propriedades pré oxidação	Propriedades pós oxidação
Dureza [HRC]	Micro dureza do revestimento [HV]
Morfologia da superfície (MEV)	Morfologia da superfície (MEV)
Rugosidade 3D (interferometria)	Rugosidade 3D (interferometria)
Coefficiente de atrito	Coefficiente de atrito
-	Espessura de camada

3.2.5.4 Caracterização via MEV (microscópio eletrônico de varredura)

Foi feito uso do microscópio eletrônico de varredura (MEV) em uma das três amostras de cada tipo de acabamento superficial a fim de caracterizar as superfícies

das amostras. Foram usadas diferentes ampliações (veja a Tabela 8) a fim de verificar os diferentes acabamentos superficiais que foram conferidos às amostras.

Tabela 8: Diferentes ampliações utilizadas

Ampliação	Retificadas	Microjateadas	Polidas
100x	OK	OK	OK
1000x	OK	OK	OK
2000x	-	OK	OK
3000x	OK	-	-
5000x	-	OK	-/OK ¹²

3.2.5.5 Interferometria (3D)

A fim de determinar qual a influência do tratamento superficial de oxidação negra na rugosidade superficial das amostras, fez-se o uso do interferômetro 3D (Figura 19 e Figura 20) do Laboratório de Metrologia (LAMEC) da UTFPR para determinar a rugosidade superficial antes e após o revestimento ser feito. O feixe que incide sobre as amostras compreende um quadrado de lado igual a 0,8 mm (Figura 23). Foram realizadas 3 medições de forma aleatória por amostra. Desta forma, pôde-se obter 9 medições por acabamento superficial segundo o sistema de referência mostrado na Figura 22.

¹² Não foi feito com aumento de 5000x antes da oxidação negra, somente após.

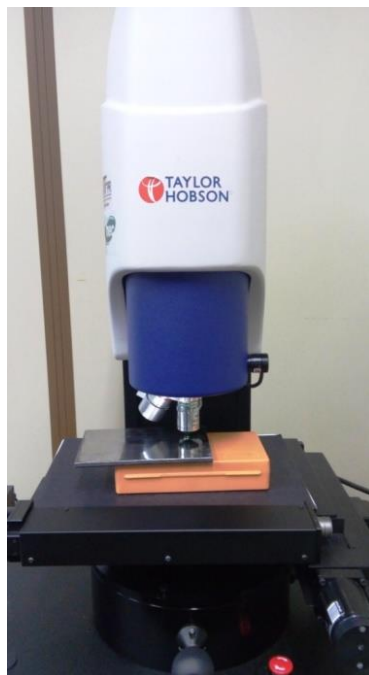
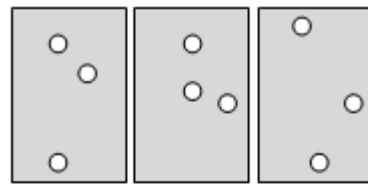


Figura 19: Interferômetro 3D Taylor Hobson do Laboratório de Metrologia da UTFPR (LAMEC)

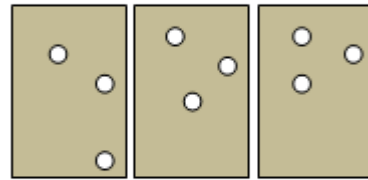


Figura 20: Detalhe da lente do interferômetro utilizada para medição das rugosidades 2D e 3D e seu feixe sobre a amostra

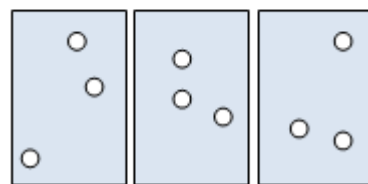
Foram medidos 3 pontos em cada amostra de maneira aleatória (Figura 21), portanto, foram encontrados 9 valores diferentes de rugosidade superficial (3D) para cada tipo de acabamento superficial.



Grupo 1 - Retificado



Grupo 2 - Microjateado



Grupo 3 - Polido

Figura 21: Medidas aleatórias realizadas nas amostras

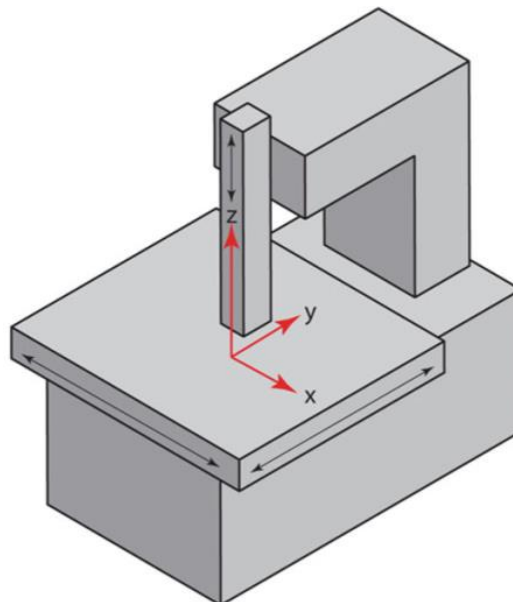


Figura 22: Sistema de coordenadas para medição de perfil de rugosidade
Fonte: LEACH, R. K (2013, p. 4)

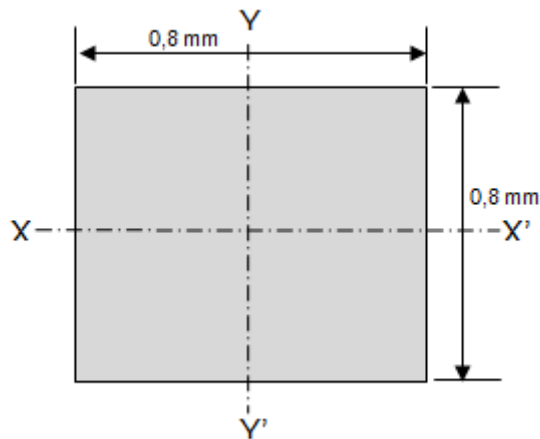


Figura 23: Área obtida quando da incidência do feixe sobre a amostra e seu sistema de referência

A fim de se avaliar se houve modificações nas rugosidades decorrentes de possíveis danificações às superfícies das amostras durante as medições de coeficientes de atrito estático, realizaram-se as medições em três momentos diferentes do estudo, como mostrado na Tabela 9.

Tabela 9: Medições de rugosidade durante o estudo

Pré oxidação negra		Pós oxidação negra
Pré coeficiente de atrito estático	Pós coeficiente de atrito estático	Pré coeficiente de atrito estático
(A)	(B)	(C)

A interferometria para determinação da rugosidade das amostras realizada em 3 momentos diferentes ao longo de todo o estudo forneceu inúmeros parâmetros de rugosidade, como estão mostrados na Figura 24.

Além disso, também foi fornecida uma imagem em 3D da superfície da amostra como está exemplificado pela Figura 25 (contra corpo amostra a etapa A).

Fazendo uso do mesmo exemplo citado na Figura 25, também são fornecidos pelo interferômetro os perfis de rugosidade em \underline{x} (Figura 26) e em \underline{y} (Figura 27) de

acordo com o sistema de referência adotado [veja Figura 22 (pág43) e Figura 23 (pág 44)] juntamente com todos os seus parâmetros de rugosidade 2D.

ISO 25178				
Height Parameters				
Sq	0.2795	μm		<i>Root mean square height</i>
Ssk	-0.9825			<i>Skewness</i>
Sku	6.766			<i>Kurtosis</i>
Sp	1.322	μm		<i>Maximum peak height</i>
Sv	2.861	μm		<i>Maximum pit height</i>
Sz	4.183	μm		<i>Maximum height</i>
Sa	0.2031	μm		<i>Arithmetic mean height</i>
Spatial Parameters				
Str	0.09641		$s = 0.2$	<i>Texture-aspect ratio</i>
Std	2.749	$^\circ$		<i>Texture direction</i>
Sal	0.00969	mm	$s = 0.2$	<i>Auto-correlation length</i>

Figura 24: Parâmetros de rugosidade fornecidos pelo interferômetro
Fonte: interferômetro Taylor Hobson

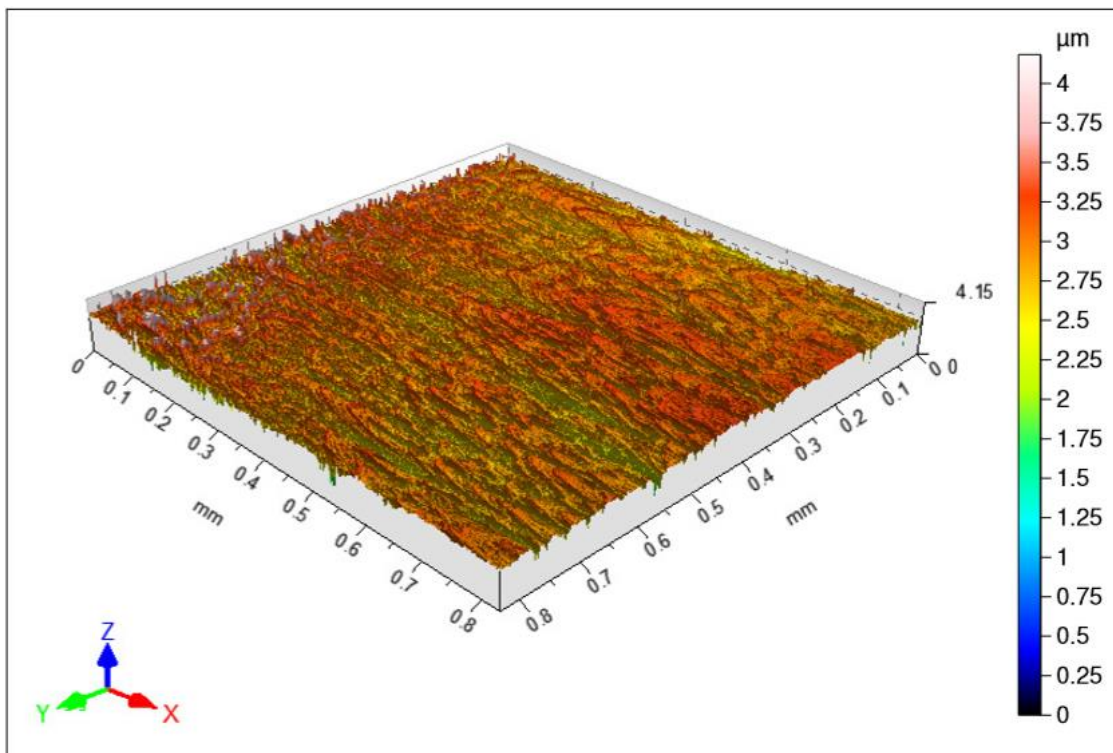
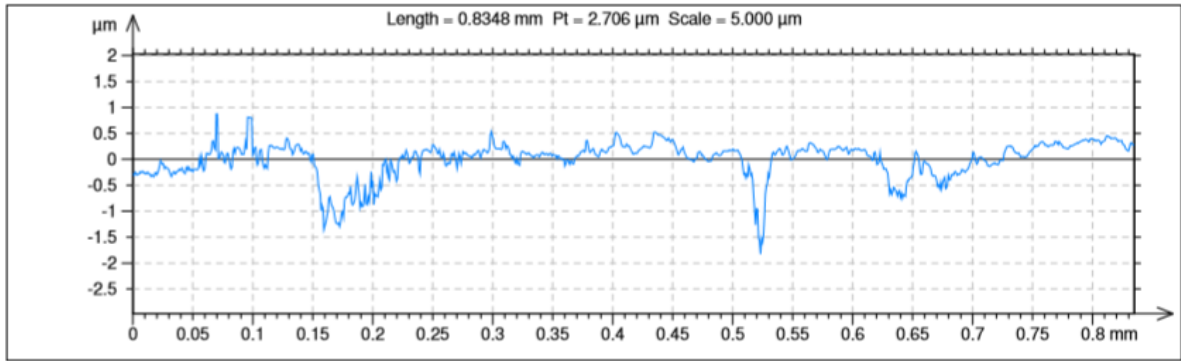


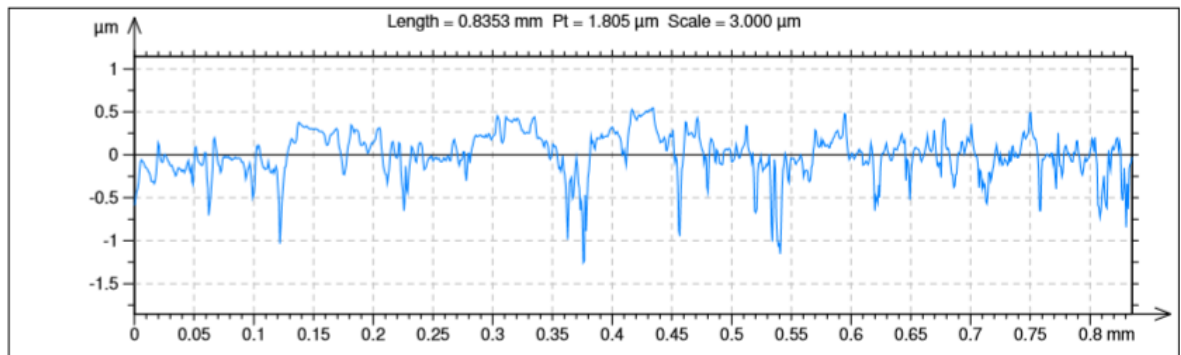
Figura 25: Contra corpo amostra a etapa A
Fonte: interferômetro Taylor Hobson



ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rq	0.3166	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
Rsk	-1.904		Gaussian filter, 0.25 mm	Skewness of the roughness profile.
Rku	8.670		Gaussian filter, 0.25 mm	Kurtosis of the roughness profile.
Rp	0.4712	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Maximum Peak Height of the roughness profile.
Rv	1.417	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Maximum Valley Depth of the roughness profile.
Rz	1.888	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Maximum Height of roughness profile.
Ra	0.2196	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.

Figura 26: Perfil de rugosidade 2D em x do contra corpo amostra a etapa A e seus parâmetros de rugosidade

Fonte: interferômetro Taylor Hobson



ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rq	0.2643	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
Rsk	-1.482		Gaussian filter, 0.25 mm	Skewness of the roughness profile.
Rku	6.179		Gaussian filter, 0.25 mm	Kurtosis of the roughness profile.
Rp	0.4157	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Maximum Peak Height of the roughness profile.
Rv	1.214	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Maximum Valley Depth of the roughness profile.
Rz	1.629	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Maximum Height of roughness profile.
Ra	0.1898	µm	Gaussian filter, 0.25 mm	Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.

Figura 27: Perfil de rugosidade 2D em y do contra corpo amostra a etapa A e seus parâmetros de rugosidade

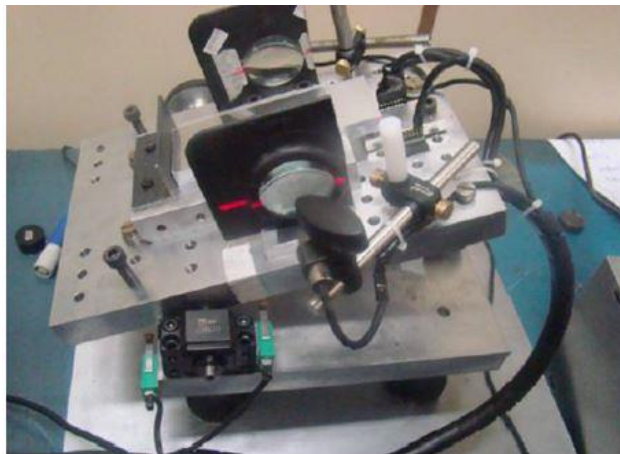
Fonte: interferômetro Taylor Hobson

3.2.5.6 Coeficiente de atrito estático

Para realizar o estudo em questão, fez-se uso do equipamento presente no laboratório LASC da UTFPR para determinação do coeficiente de atrito pré e pós-tratamento superficial de oxidação negra das amostras não oleadas a fim de mensurar o mais precisamente a influência que o revestimento impõe na variação do coeficiente de atrito estático das amostras.

O sistema de medição de inclinação é composto por um chip acelerômetro de três eixos modelo MMA7260QT. É lido com conversor A/D cada componente da aceleração da gravidade atuante sobre o sistema cartesiano interno do sensor, então, o ângulo relativo ao de repouso, inicial, é calculado por álgebra vetorial. O sistema mostrou-se de altíssima precisão e repetibilidade, pois conta com um sistema de referências absoluto que é a gravidade. (PASSOS; SILVA, 2012)

As Figura 28 e Figura 29 mostram o equipamento disponível no Laboratório de Superfícies e Contato (LASC) da UTFPR que será utilizado para a medição do coeficiente de atrito estático neste trabalho.



**Figura 28: Visão geral do equipamento de ensaio LASC da UTFPR.
Fonte: PASSOS; SILVA, 2012.**

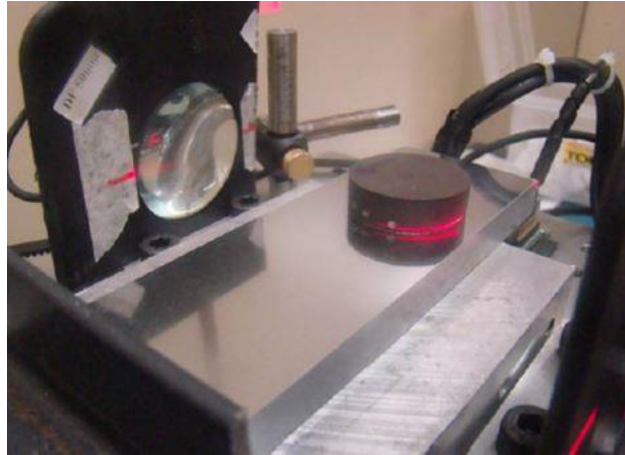


Figura 29: Detalhe do sistema óptico

Fonte: PASSOS; SILVA, 2012

O contra corpo (objeto da base) utilizado foi uma placa de material aço SAE 1045. A fim de verificar a influência do revestimento isoladamente (no que concerne a variações de coeficiente de atrito), não há material intermediário (filmes finos de lubrificantes), portanto as medições foram realizadas a seco.

No início do ensaio, cada amostra foi posicionada sobre o contra corpo na posição longitudinal (Figura 30). No momento em que o plano começa a se inclinar e a amostra (então em repouso) inicia seu movimento relativo, o sensor detecta o seu movimento, enviando um sinal para que o ensaio seja encerrado, fornecendo como dados de saída o ângulo exato em que a amostra iniciou seu movimento e o coeficiente de atrito estático, μ , encontrado para sistema tribológico amostra – contra corpo (Figura 31).

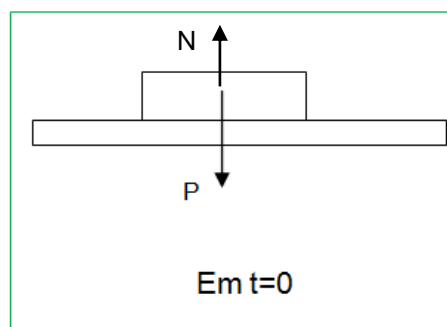


Figura 30: Amostra em t=0 (início do experimento)

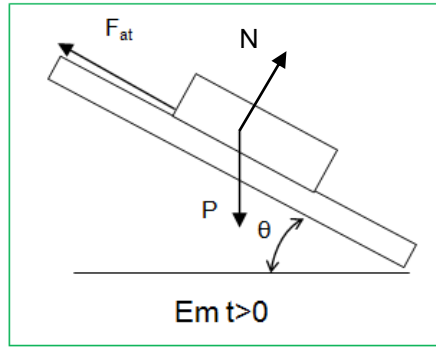


Figura 31: Amostra em $t > 0$ (durante o experimento)

Onde:

P: peso da amostra

N: reação normal;

F_{at} : força de atrito;

θ : ângulo de início do movimento relativo

Foram realizadas 5 medições por amostra antes e 5 medições por amostra após a oxidação negra.

A Tabela 10 mostra número de medições obtidas ao final do processo.

Tabela 10: Número de medições de coeficiente de atrito ao final do estudo

	Retificadas	Microjateadas	Polidas
Coeficiente de atrito estático (pré oxidação)	15	15	15
Coeficiente de atrito estático (pós oxidação)	15	15	15
Total	30	30	30

A fim de relacionar as amostras antes e depois do experimento, adotou-se um sistema de marcação feito por meio de um punção para facilitar a identificação das amostras após o tratamento de oxidação negra. Ou seja, a comparação para verificar se houve variação do coeficiente de atrito deu-se em cada amostra.

Na Tabela 11, está mostrado o sistema usado para a identificação das amostras.

Tabela 11: Sistema de identificação dos grupos

Grupo de amostras	Identificação
Retificadas	● ● ●
Microjateadas	● ●
Polidas	●

O mesmo foi feito para identificar cada amostra (Tabela 12):

Tabela 12: Sistema de identificação das amostras

Amostra	Identificação
1	●
2	● ●
3	● ● ●

Agrupando os dois sistemas, a identificação pelo acabamento superficial e pela amostra, ficou desta forma (Tabela 13):

Tabela 13: Sistema geral de identificação

Grupo de amostras	Identificação		
	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Retificadas	● ● ● ● ●	● ● ● ● ●	● ● ● ● ● ●
Microjateadas	● ● ●	● ● ● ●	● ● ● ● ●
Polidas	● ●	● ● ●	● ● ● ● ●

3.2.5.7 Espessura de camada

A fim de determinar qual a influência da ON na espessura da camada, foram realizadas medições via microscópio óptico em uma das três amostras de cada grupo. Todavia, para que isso fosse possível, as amostras foram cortadas com disco de corte, embutidas, lixadas e polidas seguindo todas as etapas básicas das técnicas metalográficas, deixando em evidência uma seção transversal que se deseja analisar após um ataque prévio de Nital¹³ (5%) ter sido aplicado por cerca de 5 segundos. Na Figura 32, está mostrada uma imagem ilustrativa da vista de topo da amostra embutida evidenciando as faces com o tratamento superficial.

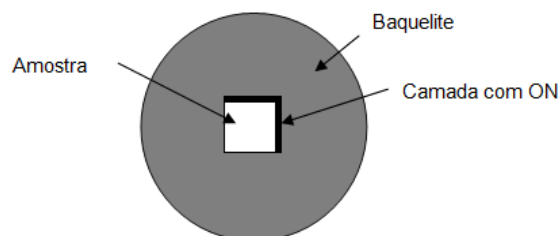


Figura 32: Esquema para medição da espessura de camada das amostras

¹³ Um dos reagentes mais usados é o NITAL, (ácido nítrico e álcool), que funciona para a grande maioria dos metais ferrosos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 MEV

A caracterização via MEV foi realizada antes e após a oxidação negra.

4.1.1 Pré oxidação

Antes de as imagens serem obtidas pelo MEV, foi realizada a limpeza com álcool na superfície de cada face teste de modo a remover quaisquer tipos de elementos orgânicos previamente depositados e sujidades decorrentes de manuseio, além de ser a de limpeza por ultrassom.

As imagens obtidas para os três acabamentos superficiais podem ser observadas da Figura 33 a Figura 42:

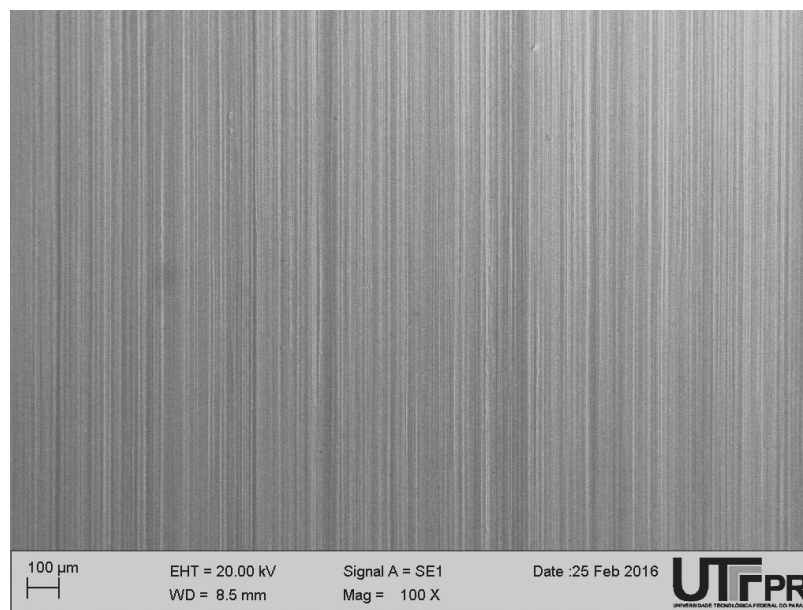


Figura 33: Micrografia via MEV de superfície retificada
Fonte: MEV

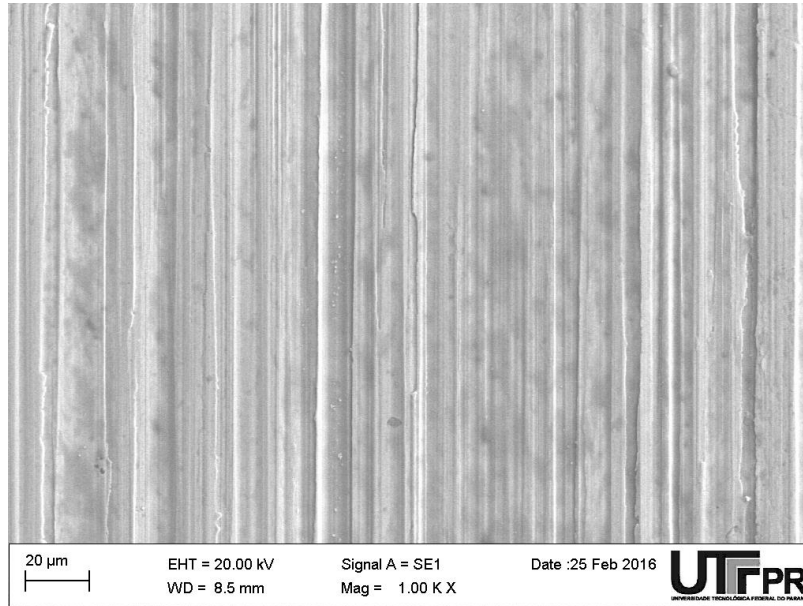


Figura 34: Micrografia via MEV de superfície retificada
Fonte: MEV

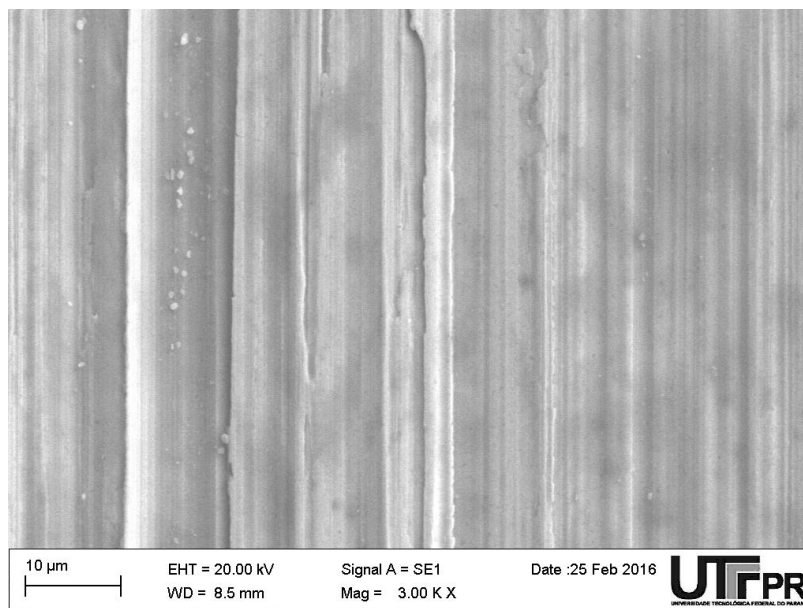


Figura 35: Micrografia via MEV de superfície retificada
Fonte: MEV

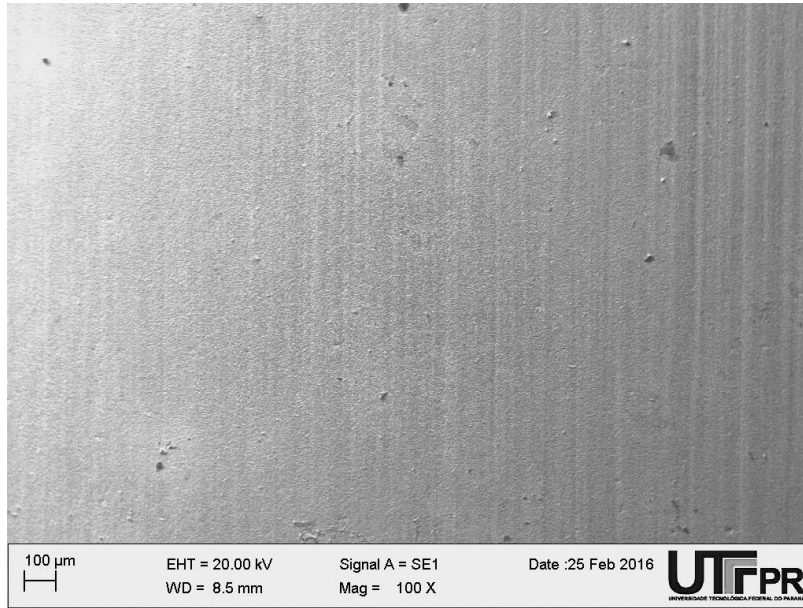


Figura 36: Micrografia via MEV de superfície microjateada
Fonte: MEV

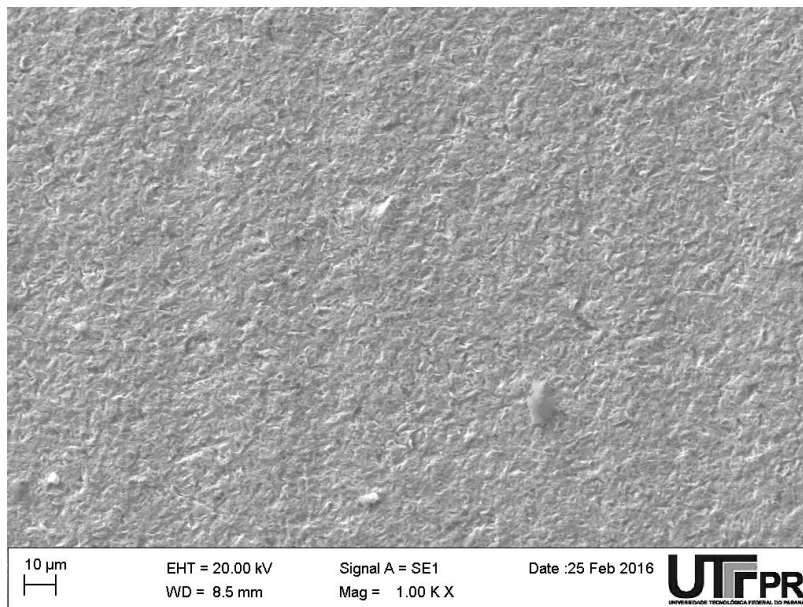


Figura 37: Micrografia via MEV de superfície microjateada
Fonte: MEV

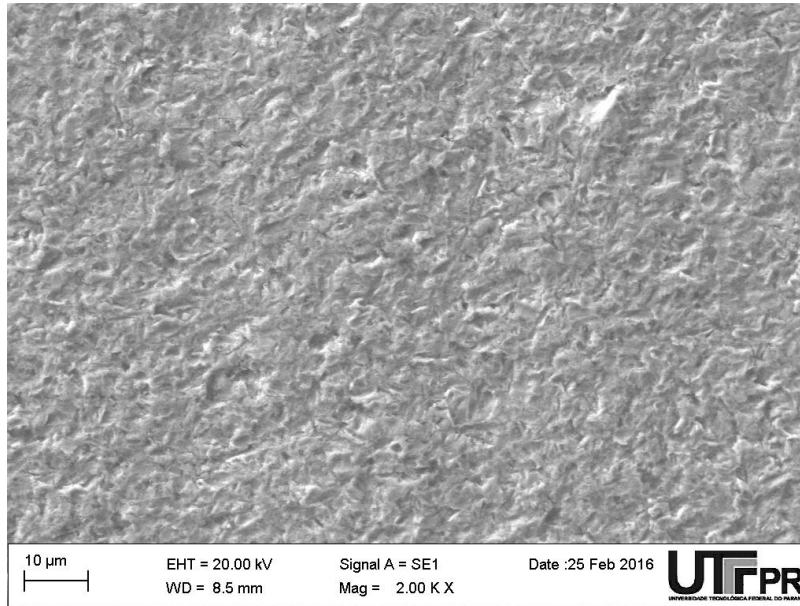


Figura 38: Micrografia via MEV de superfície microjateada
Fonte: MEV

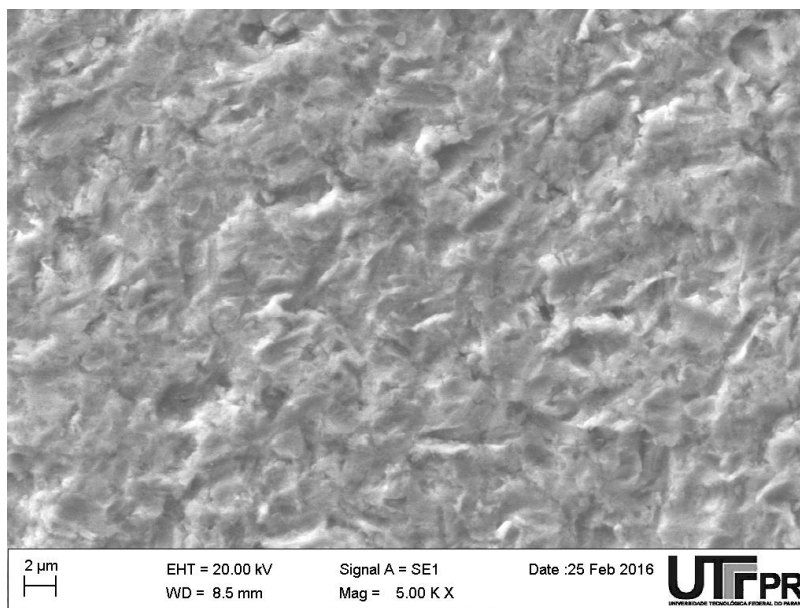


Figura 39: Micrografia via MEV de superfície microjateada
Fonte: MEV



Figura 40: Micrografia via MEV de superfície polida
Fonte: MEV

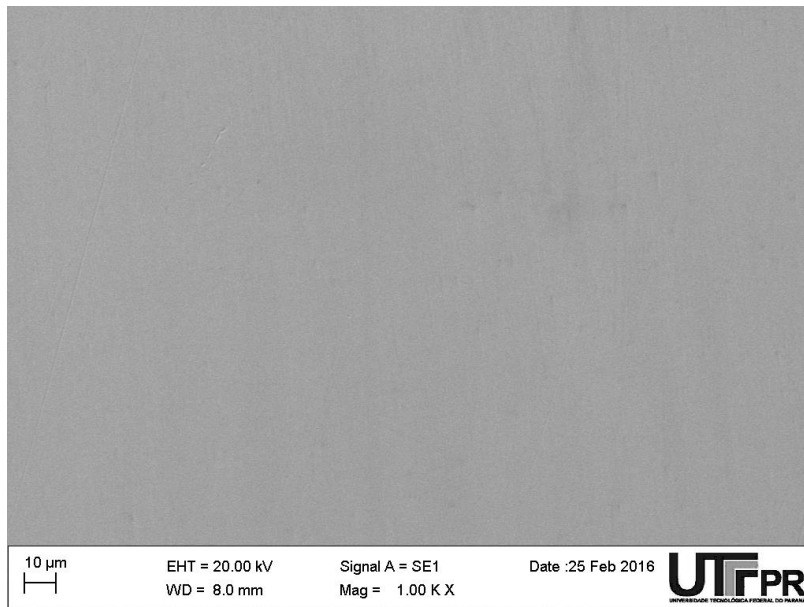


Figura 41: Micrografia via MEV de superfície polida
Fonte: MEV

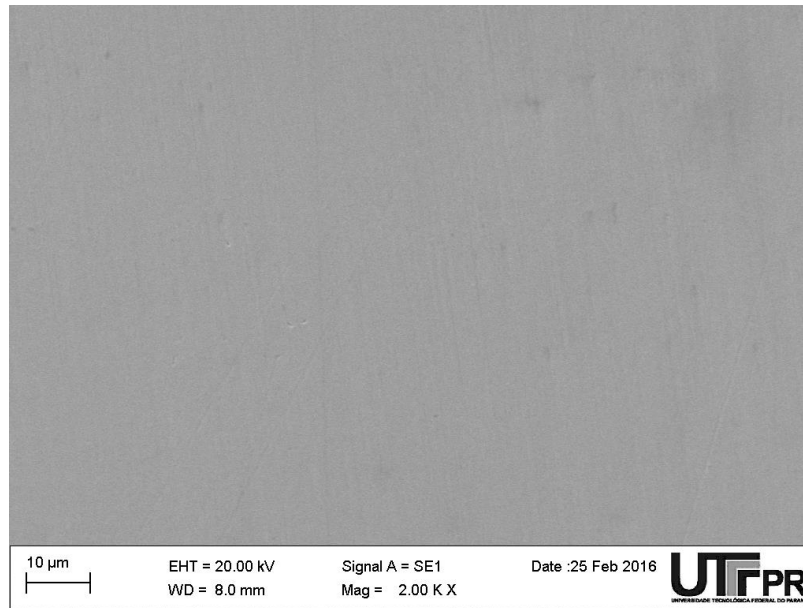


Figura 42: Micrografia via MEV de superfície polida
Fonte: MEV

4.1.2 Pós oxidação

A Figura 43 mostra as amostras após terem sido revestidas pelo tratamento superficial de oxidação negra.

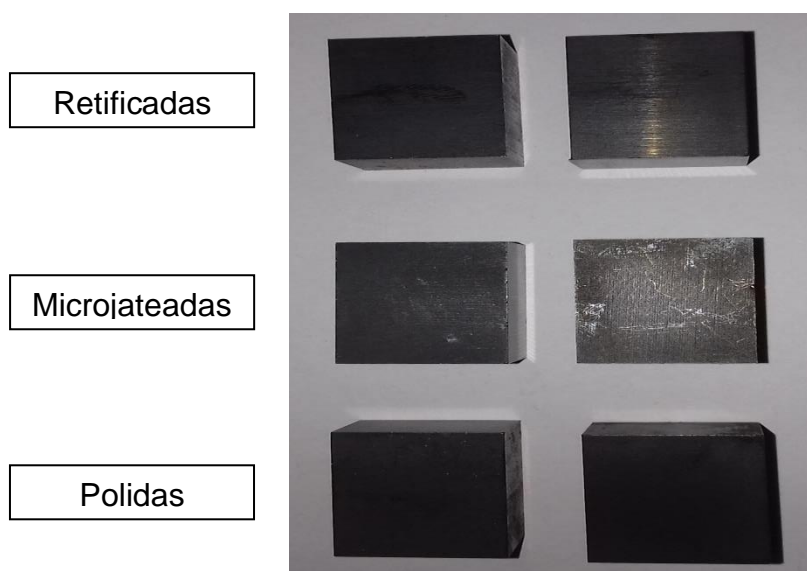


Figura 43: Amostras após oxidação negra¹⁴

¹⁴ Na Figura estão mostradas duas amostras de cada grupo pelo fato de que a terceira fora preparada para a medição da espessura de camada.

As imagens obtidas para os três acabamentos superficiais após a oxidação negra podem ser observadas da Figura 44 a Figura 54:

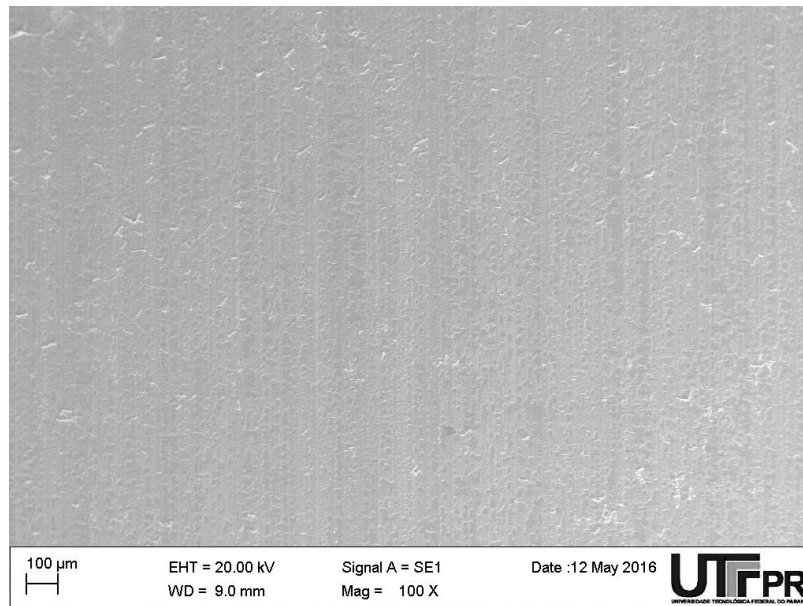


Figura 44: Micrografia via MEV de superfície retificada
Fonte: MEV

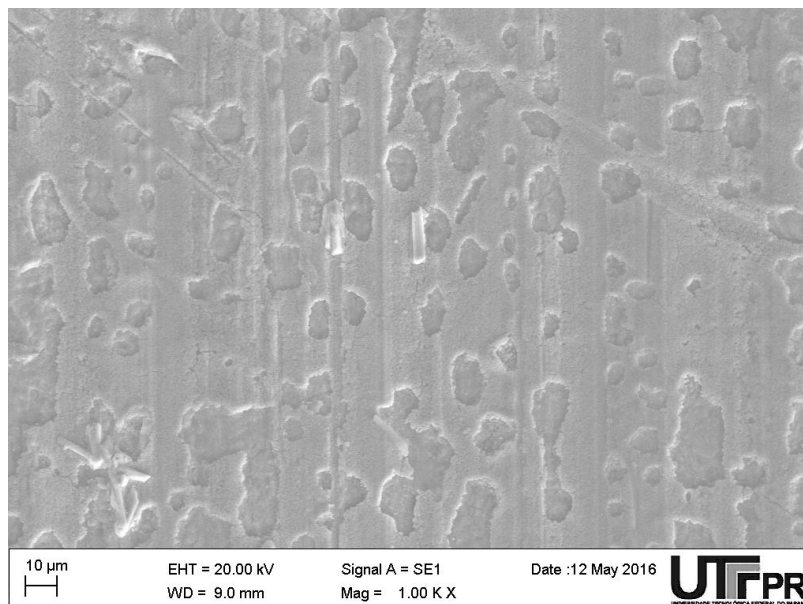


Figura 45: Micrografia via MEV de superfície retificada
Fonte: MEV

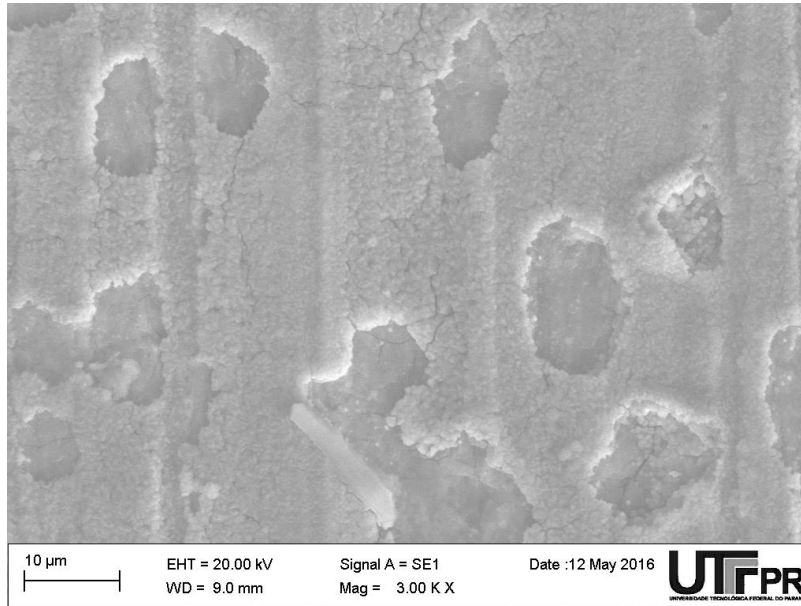


Figura 46: Micrografia via MEV de superfície retificada
Fonte: MEV

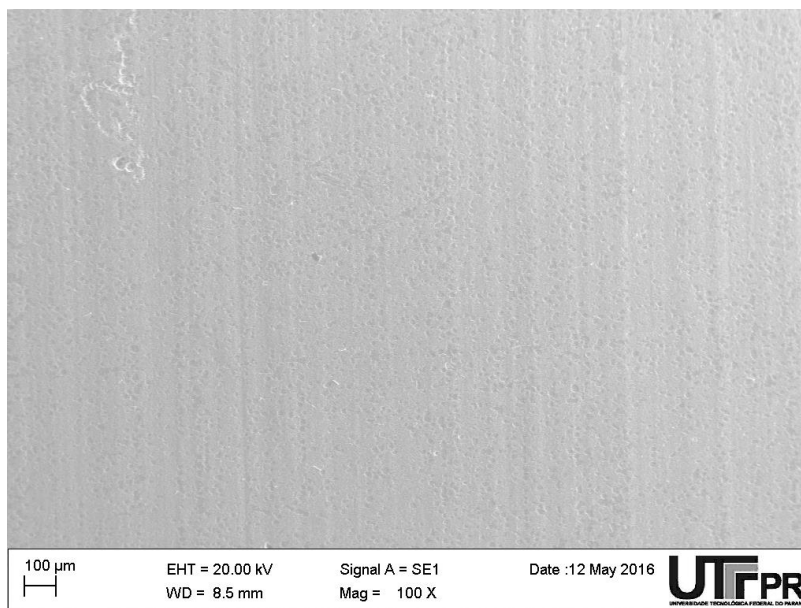


Figura 47: Micrografia via MEV de superfície microjateada
Fonte: MEV

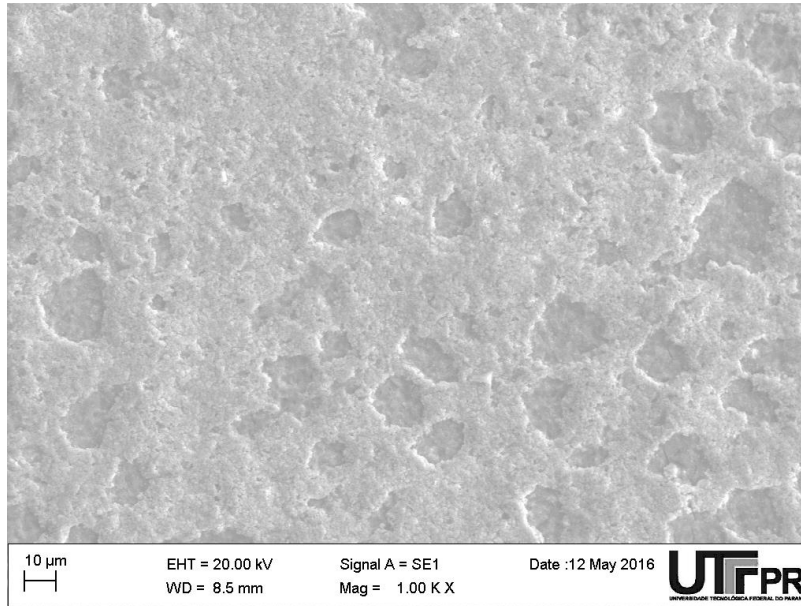


Figura 48: Micrografia via MEV de superfície microjateada
Fonte: MEV

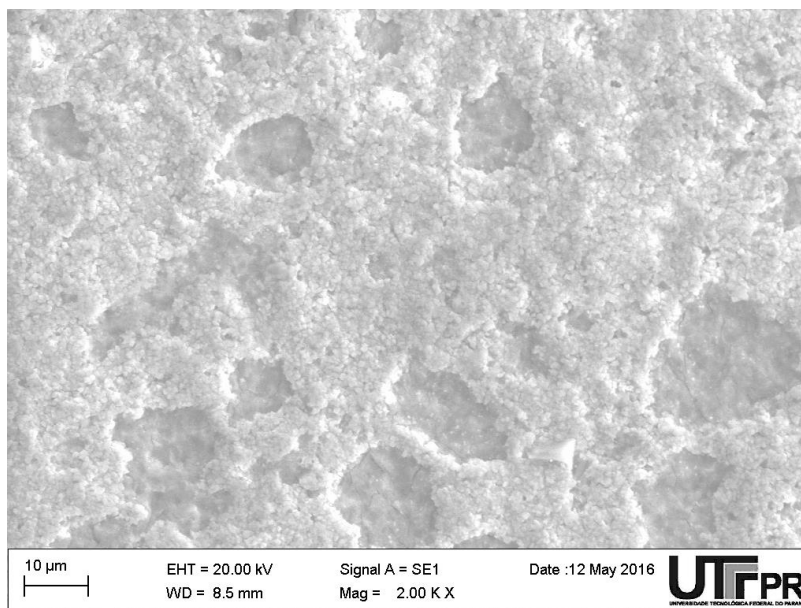


Figura 49: Micrografia via MEV de superfície microjateada
Fonte: MEV

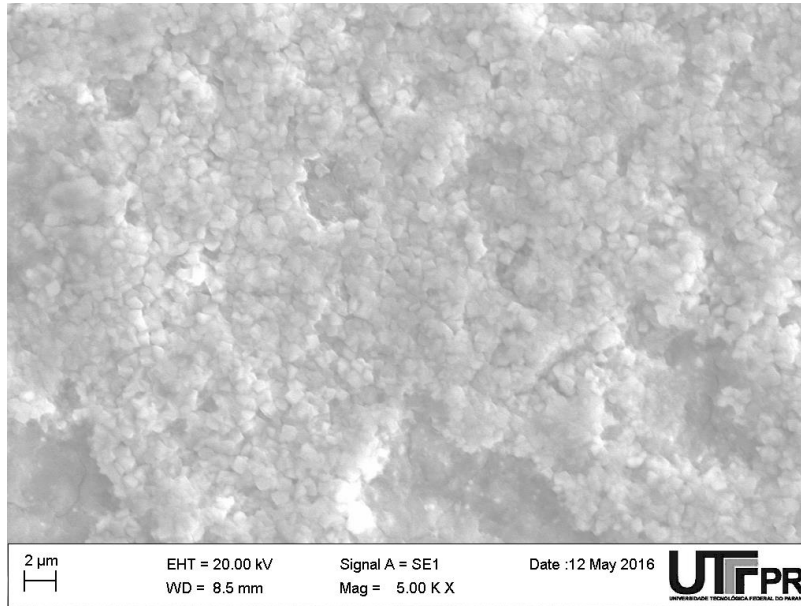


Figura 50: Micrografia via MEV de superfície microjateada
Fonte: MEV

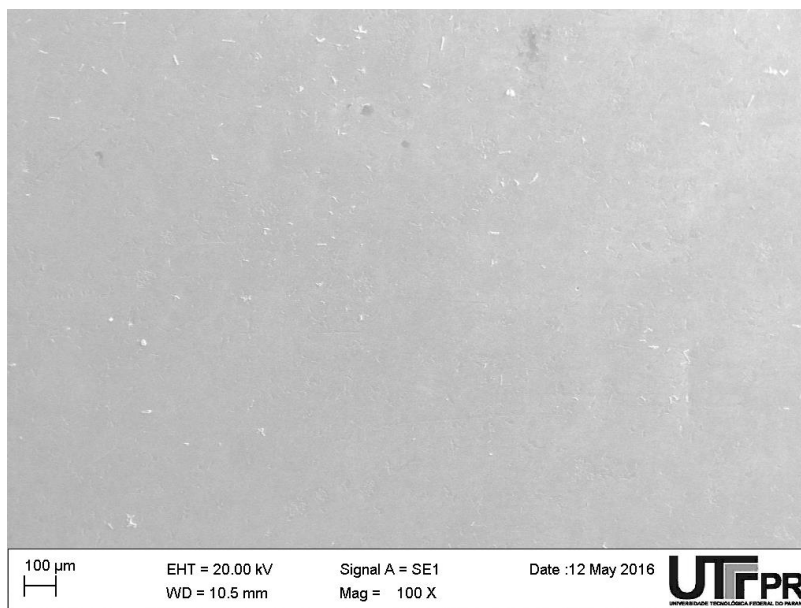


Figura 51: Micrografia via MEV de superfície polida
Fonte: MEV

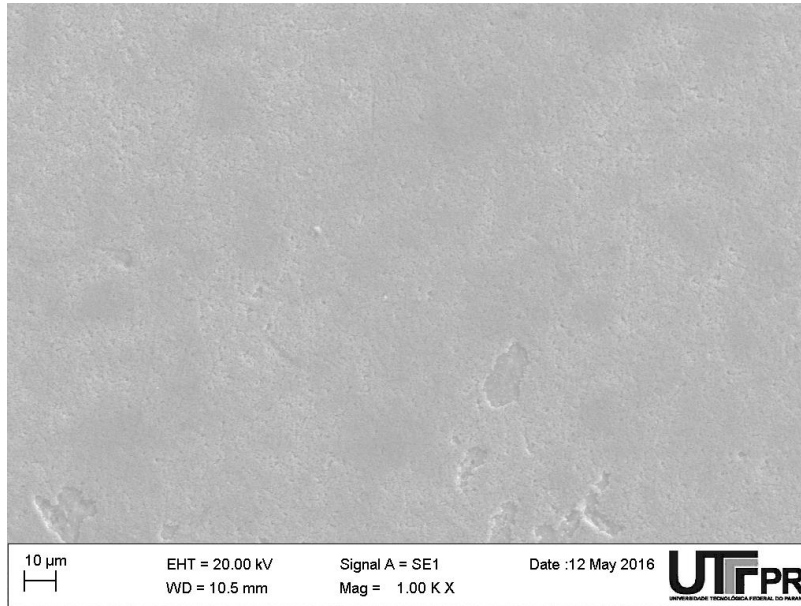


Figura 52: Micrografia via MEV de superfície polida
Fonte: MEV

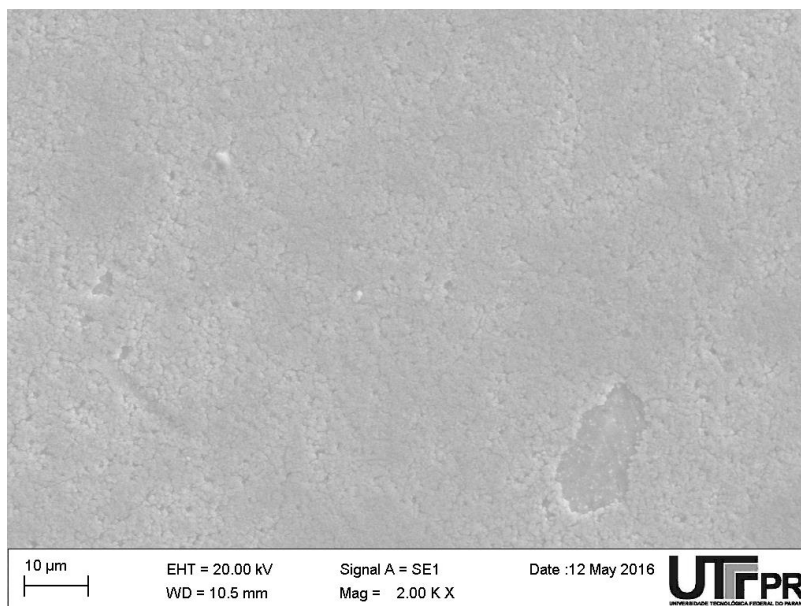


Figura 53: Micrografia via MEV de superfície polida
Fonte: MEV

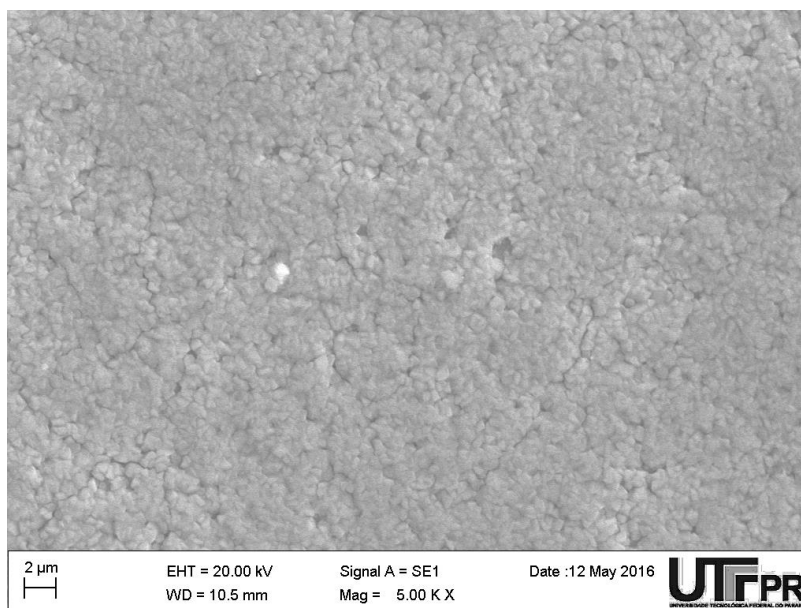


Figura 54: Micrografia via MEV de superfície polida
Fonte: MEV

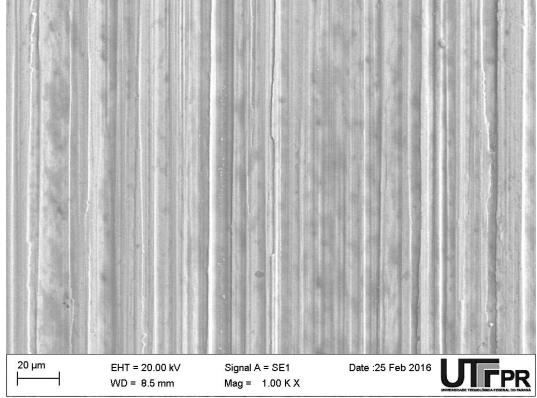
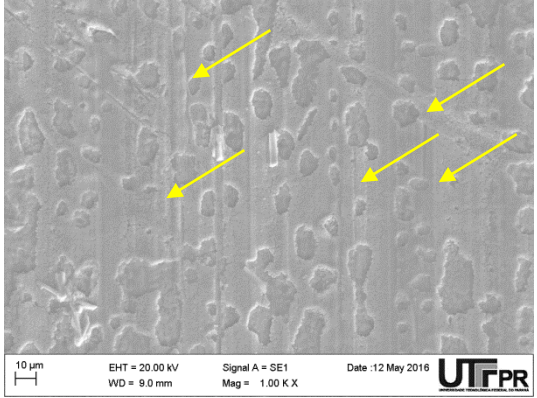
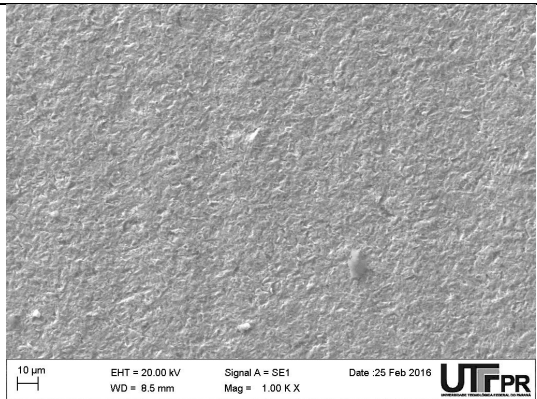
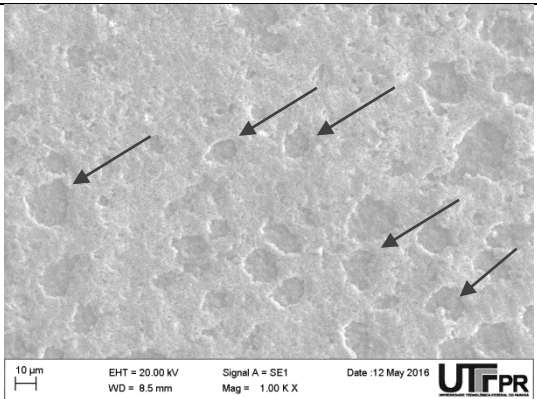
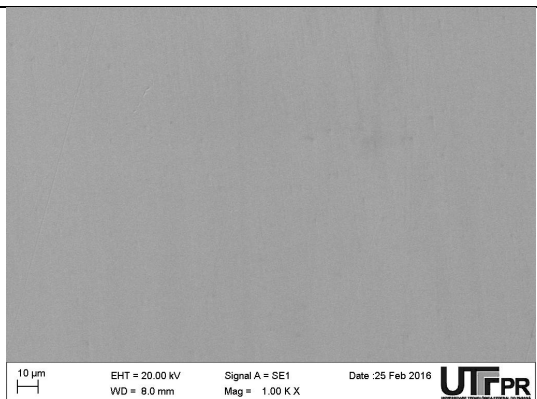
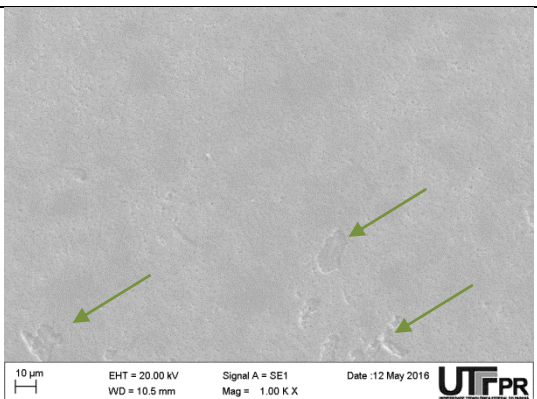
Através das micrografias de topo das amostras antes do tratamento de oxidação negra, é possível observar claramente a diferença de acabamento superficial de cada um dos pré-tratamentos. A morfologia superficial das amostras após o tratamento de oxidação negra também se mostrou diferente para cada tipo de pré-tratamento, mostrando que esta morfologia, bem como outras propriedades que serão discutidas mais adiante, depende do acabamento prévio do material.

Por tratar-se de um revestimento de conversão, no qual a superfície da amostra reage quimicamente com os elementos presentes no meio no qual o material está imerso, pois tanto a nucleação e o crescimento da camada de conversão serão influenciados pela morfologia superficial do substrato, alterando a cinética de formação da camada, como demonstrado pelas micrografias antes e depois do tratamento. Nas amostras retificadas, mesmo após a oxidação negra ainda é possível observar as marcas de retífica, que não foram totalmente eliminadas por este tratamento. Também se pode observar que a camada não é compacta, apresentando microporosidade, defeitos (“poros”) e trincas superficiais. A camada sobre as amostras previamente microjateadas apresenta-se similar em termos de defeitos e microporosidade, porém sem as marcas de retífica, que foram eliminadas previamente no microjateamento. A camada obtida sobre o acabamento

polido também apresenta microporosidades, mas com quantidade significativamente menor de defeitos e microtrincas.

A Tabela 14 mostra um resumo comparativo da morfologia das superfícies antes e depois do tratamento de oxidação negra.

Tabela 14: Morfologia superficial das amostras antes e após o tratamento de oxidação negra (aumento de 1000x).

	
Retificadas - pré-oxidação	Retificadas - pós-oxidação
	
Microjateadas - pré-oxidação	Microjateadas - pós-oxidação
	
Polidas - pré-oxidação	Polidas - pós-oxidação

4.2 Interferometria

4.2.1 Pré oxidação

A Tabela 15 todos os valores de rugosidade encontrados para os parâmetros analisados.

Tabela 15: Valores de rugosidades das amostras obtidos em (A)

Acabamento Superficial	Amostra	Parâmetros de Rugosidade (A)								
		Superficial			Eixo x			Eixo y		
		Sz (µm)	Sa (µm)	Sq (µm)	Rz (µm)	Ra (µm)	Rq (µm)	Rz (µm)	Ra (µm)	Rq (µm)
Grupo 1	1a	6,695	0,646	0,804	2,727	0,389	0,484	0,817	0,107	0,140
	1b	16,950	0,733	0,917	3,954	0,624	0,756	2,733	0,269	0,362
	1c	13,170	1,146	1,385	4,037	0,683	0,817	1,247	0,161	0,216
	2a	12,130	1,101	1,390	4,103	0,703	0,889	1,728	0,244	0,334
	2b	9,931	1,134	1,363	4,444	0,717	0,862	2,207	0,243	0,338
	2c	7,850	1,037	1,214	3,342	0,523	0,658	0,974	0,091	0,139
	3a	13,880	1,072	1,287	3,771	0,629	0,775	2,174	0,267	0,359
	3b	8,229	1,057	1,254	3,431	0,570	0,707	1,482	0,211	0,273
	3c	6,570	0,696	0,861	3,311	0,550	0,680	0,805	0,128	0,155
MÉDIA		10,601	0,958	1,164	3,680	0,599	0,736	1,574	0,191	0,257
DESVIO PADRÃO		3,625	0,204	0,237	0,524	0,104	0,123	0,686	0,071	0,096
Grupo 2	1a	33,010	1,188	1,608	7,884	0,369	0,616	16,080	0,804	1,279
	1b	28,160	0,866	1,224	8,268	0,354	0,612	8,902	0,530	0,747
	1c	15,790	0,719	0,959	5,444	0,330	0,485	5,716	0,487	0,671
	2a	19,900	0,830	1,038	3,431	0,310	0,416	3,324	0,512	0,628
	2b	15,090	0,793	1,006	3,696	0,286	0,387	3,276	0,463	0,570
	2c	14,870	0,828	0,997	2,931	0,277	0,366	2,748	0,387	0,483
	3a	18,450	0,747	0,965	6,185	0,719	0,912	4,582	0,364	0,509
	3b	18,590	1,019	1,286	5,012	0,593	0,751	3,096	0,307	0,408
	3c	12,740	0,981	1,167	4,182	0,549	0,698	2,751	0,332	0,423
MÉDIA		19,622	0,885	1,139	5,226	0,421	0,583	5,608	0,465	0,635
DESVIO PADRÃO		6,707	0,150	0,212	1,912	0,159	0,185	4,400	0,150	0,267
Grupo 3	1a	3,717	0,605	0,746	1,329	0,165	0,187	0,572	0,134	0,154
	1b	3,747	0,433	0,564	0,204	0,042	0,052	0,226	0,055	0,064
	1c	4,153	0,391	0,540	0,216	0,039	0,049	0,266	0,047	0,059
	2a	3,828	0,364	0,459	0,767	0,153	0,173	0,341	0,061	0,075
	2b	5,917	0,429	0,528	0,629	0,150	0,172	0,264	0,028	0,044
	2c	11,200	0,433	0,548	0,521	0,095	0,136	0,219	0,037	0,047
	3a	6,263	0,357	0,516	0,431	0,115	0,142	0,419	0,094	0,111
	3b	6,827	0,282	0,429	0,475	0,112	0,135	0,322	0,056	0,091
	3c	7,708	0,322	0,450	1,623	0,236	0,333	0,584	0,093	0,127
MÉDIA		5,929	0,402	0,531	0,688	0,123	0,153	0,357	0,067	0,152
DESVIO PADRÃO		2,477	0,092	0,094	0,486	0,062	0,084	0,140	0,033	0,206

As letras (a, b, c) antecedidas pelo número da amostra referem-se às diferentes medições feitas na superfície.

Também foram realizadas 5 medições (a,b,c,d,e) no contra corpo (acabamento polido) para verificar se houve alteração de rugosidade decorrente do contato entre as amostras e o contra corpo quando da realização dos experimentos para a

determinação do coeficiente de atrito. Os valores obtidos encontram-se na Tabela 16.

Tabela 16: Valores de rugosidades do contra corpo obtidos em (A)

Acabamento Superficial	Amostr a	Parâmetros de Rugosidade (A)								
		Superficial			Eixo x			Eixo y		
		Sz (μm)	Sa (μm)	Sq (μm)	Rz (μm)	Ra (μm)	Rq (μm)	Rz (μm)	Ra (μm)	Rq (μm)
Contra corpo	a	4,183	0,203	0,280	1,888	0,220	0,317	1,629	0,190	0,264
	b	4,998	0,203	0,280	0,493	0,077	0,098	1,408	0,209	0,285
	c	4,510	0,236	0,314	1,249	0,146	0,199	2,046	0,235	0,310
	d	3,818	0,199	0,265	0,666	0,078	0,114	1,269	0,187	0,241
	e	3,771	0,197	0,268	0,842	0,146	0,176	1,343	0,181	0,235
MÉDIA		4,256	0,207	0,281	1,028	0,133	0,181	1,539	0,200	0,267
DESVIO PADRÃO		0,512	0,016	0,020	0,557	0,059	0,087	0,314	0,022	0,031

Do mesmo modo, os valores de rugosidades obtidos após o ensaio para determinação do coeficiente de atrito das amostras estão mostrados na Tabela 17.

Tabela 17: Valores de rugosidades das amostras obtidos em (B)

Acabamento Superficial	Amostra	Parâmetros de Rugosidade (B)								
		Superficial			Eixo x			Eixo y		
		Sz (µm)	Sa (µm)	Sq (µm)	Rz (µm)	Ra (µm)	Rq (µm)	Rz (µm)	Ra (µm)	Rq (µm)
Grupo 1	1a	8,091	1,054	1,296	3,659	0,675	0,817	1,212	0,197	0,242
	1b	13,140	1,041	1,293	3,630	0,638	0,780	1,422	0,112	0,165
	1c	11,250	0,889	1,075	3,557	0,523	0,683	0,565	0,065	0,082
	2a	9,861	0,925	1,120	3,140	0,546	0,651	1,113	0,099	0,143
	2b	10,650	1,066	1,249	3,020	0,542	0,656	1,875	0,176	0,235
	2c	11,560	0,711	0,906	3,236	0,509	0,619	1,518	0,191	0,252
	3a	10,780	0,792	0,959	3,068	0,502	0,609	0,584	0,072	0,104
	3b	8,928	0,8576	1,041	2,491	0,468	0,559	1,164	0,153	0,197
	3c	8,993	0,680	0,838	2,388	0,420	0,519	1,623	0,111	0,180
MÉDIA		10,361	0,895	1,086	3,132	0,536	0,655	1,231	0,131	0,178
DESVIO PADRÃO		1,563	0,155	0,168	0,461	0,079	0,096	0,443	0,050	0,061
Grupo 2	1a	11,270	0,896	1,106	2,910	0,444	0,543	2,350	0,245	0,317
	1b	25,750	1,185	1,381	4,106	0,535	0,667	3,288	0,263	0,359
	1c	10,610	1,000	1,166	3,820	0,576	0,693	3,487	0,293	0,404
	2a	10,030	0,893	1,059	2,321	0,236	0,309	3,045	0,448	0,544
	2b	8,027	0,605	0,769	2,506	0,250	0,329	4,090	0,496	0,636
	2c	9,576	0,675	0,832	2,348	0,241	0,321	3,196	0,461	0,572
	3a	8,531	0,664	0,851	2,753	0,246	0,330	3,229	0,477	0,593
	3b	20,630	0,602	0,766	3,071	0,245	0,345	3,970	0,410	0,538
	3c	11,120	0,914	1,136	2,645	0,259	0,338	3,712	0,429	0,538
MÉDIA		12,838	0,826	1,007	2,942	0,337	0,430	3,374	0,391	0,500
DESVIO PADRÃO		6,104	0,201	0,213	0,632	0,140	0,158	0,526	0,097	0,112
Grupo 3	1a	8,349	0,221	0,294	1,190	0,122	0,202	0,667	0,098	0,124
	1b	10,270	0,261	0,372	0,339	0,032	0,045	0,795	0,119	0,149
	1c	9,117	0,324	0,426	0,359	0,069	0,083	0,416	0,092	0,108
	2a	11,910	0,366	0,548	0,344	0,090	0,101	0,419	0,062	0,080
	2b	13,410	0,547	0,699	0,299	0,082	0,097	0,910	0,056	0,105
	2c	8,513	0,357	0,475	0,765	0,077	0,107	1,637	0,144	0,269
	3a	11,650	0,425	0,564	0,348	0,066	0,078	0,237	0,046	0,054
	3b	12,410	0,460	0,584	1,179	0,184	0,240	0,416	0,038	0,050
	3c	11,060	0,414	0,521	0,450	0,094	0,108	0,480	0,119	0,134
MÉDIA		10,743	0,375	0,498	0,586	0,091	0,118	0,664	0,086	0,119
DESVIO PADRÃO		1,794	0,100	0,122	0,367	0,043	0,062	0,422	0,037	0,066

Foram realizadas 5 medições novamente no contra corpo a fim de verificar se a rugosidade medida anteriormente sofreu alguma alteração após terem sido realizados os movimentos relativos das amostras sobre a superfície do contra corpo e podem ser verificados na Tabela 18.

Tabela 18: Valores de rugosidades do contra corpo obtidos em (B)

Acabamento Superficial	Amostra	Parâmetros de Rugosidade (B)								
		Superficial			Eixo x			Eixo y		
		Sz (μm)	Sa (μm)	Sq (μm)	Rz (μm)	Ra (μm)	Rq (μm)	Rz (μm)	Ra (μm)	Rq (μm)
Contra corpo	a	4,177	0,155	0,212	1,149	0,178	0,223	1,125	0,141	0,186
	b	3,425	0,189	0,254	1,237	0,147	0,192	1,003	0,142	0,186
	c	3,469	0,185	0,250	1,328	0,157	0,205	1,269	0,146	0,197
	d	6,633	0,197	0,277	1,088	0,127	0,168	1,927	0,175	0,253
	e	3,797	0,196	0,263	0,977	0,126	0,162	1,576	0,176	0,237
MÉDIA		4,300	0,184	0,251	1,156	0,147	0,190	1,380	0,156	0,212
DESVIO PADRÃO		1,339	0,017	0,024	0,135	0,022	0,026	0,373	0,018	0,031

As Figura 55 (Retificadas, 1a etapa A), Figura 56 (Microjateadas, 1a etapa A) e Figura 57 (Polidas, 1a etapa A), mostram as superfícies das amostras para os diferentes acabamentos superficiais fim de exemplificar as diferentes imagens obtidas.

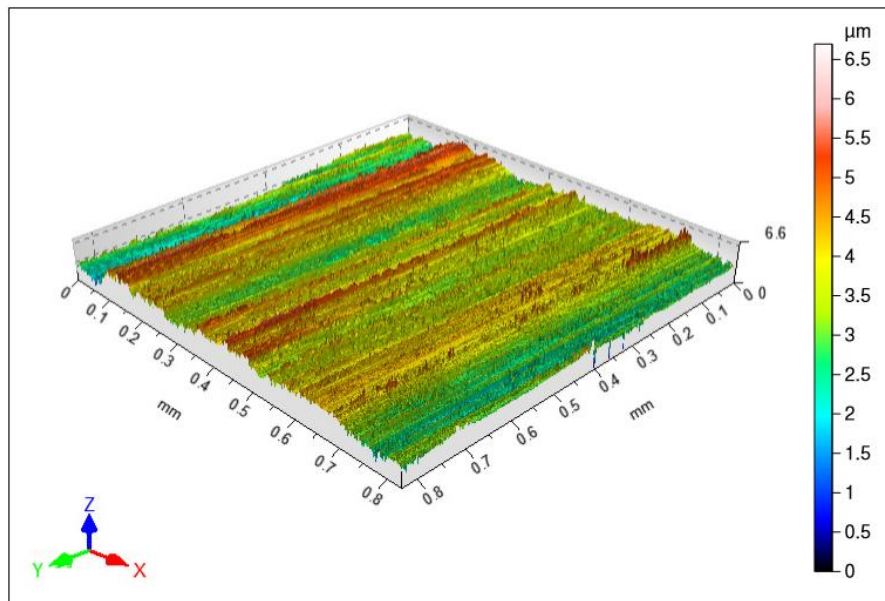


Figura 55: Superfície obtida (Retificadas, 1a etapa A)

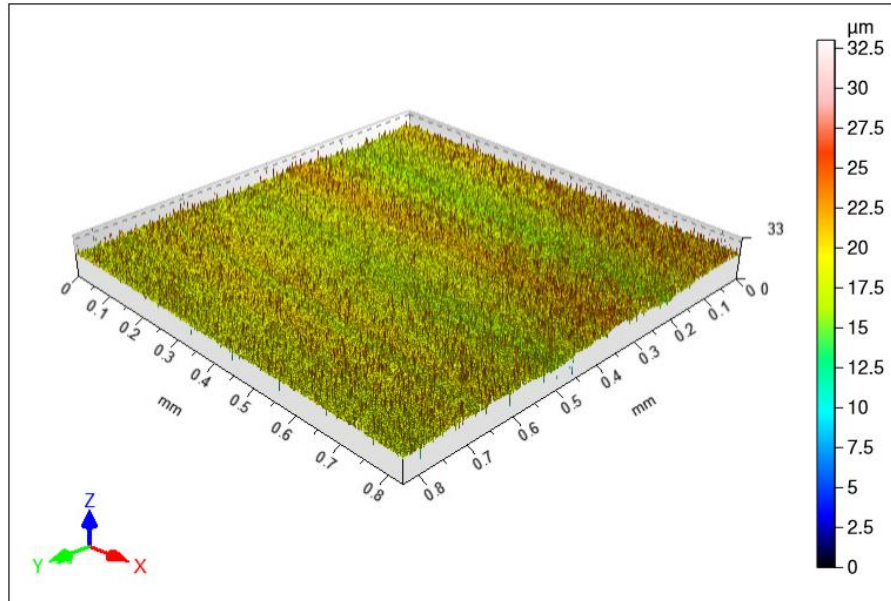


Figura 56: Superfície obtida (Microjateadas, 1a etapa A)

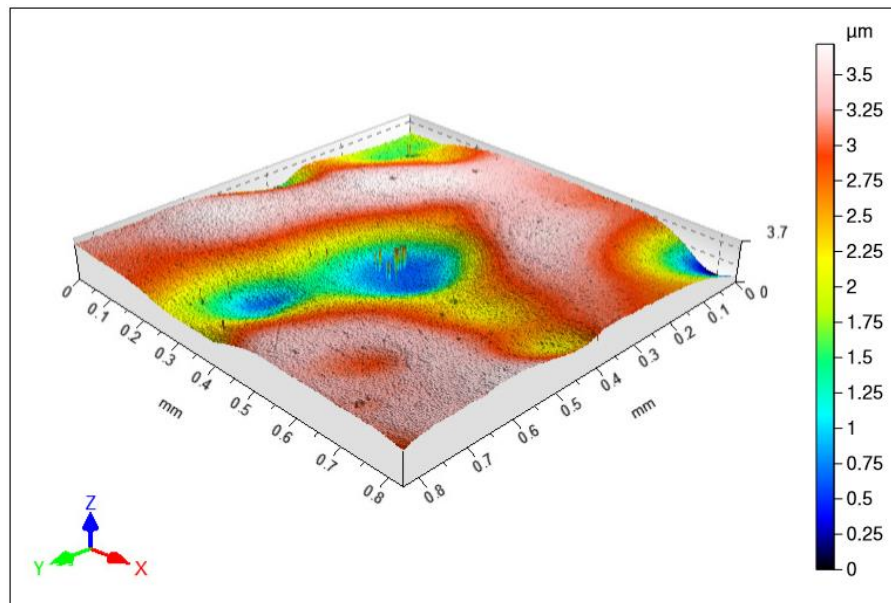


Figura 57: Superfície obtida (Polidas, 1a etapa A)

A Figura 58 (Retificadas, 1a etapa B), Figura 59 (Microjateadas, 1a etapa B) e Figura 60 (Polidas, 1a etapa B), mostram as superfícies das amostras para os diferentes acabamentos superficiais fim de exemplificar as diferentes imagens obtidas.

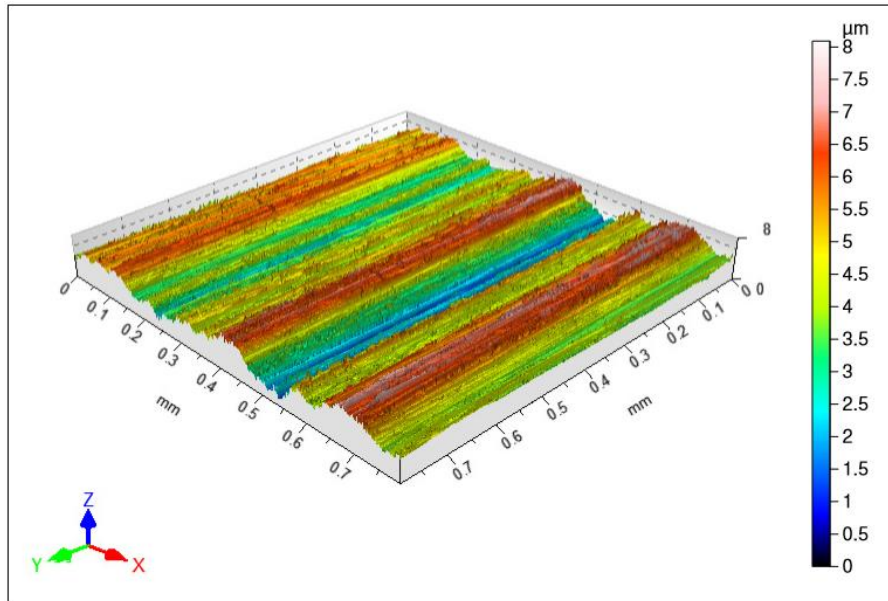


Figura 58: Superfície obtida (Retificadas, 1a etapa B)

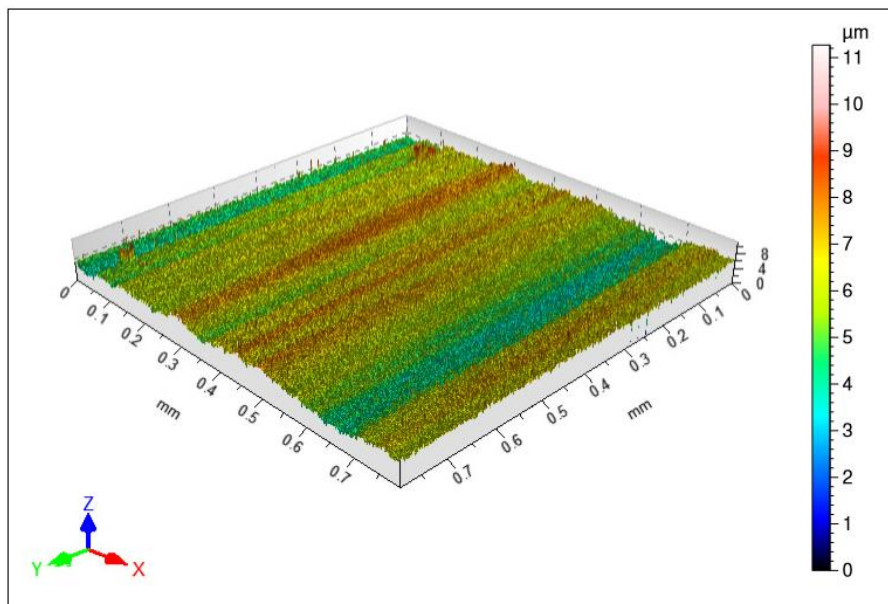


Figura 59: Superfície obtida (Microjateadas, 1a etapa B)

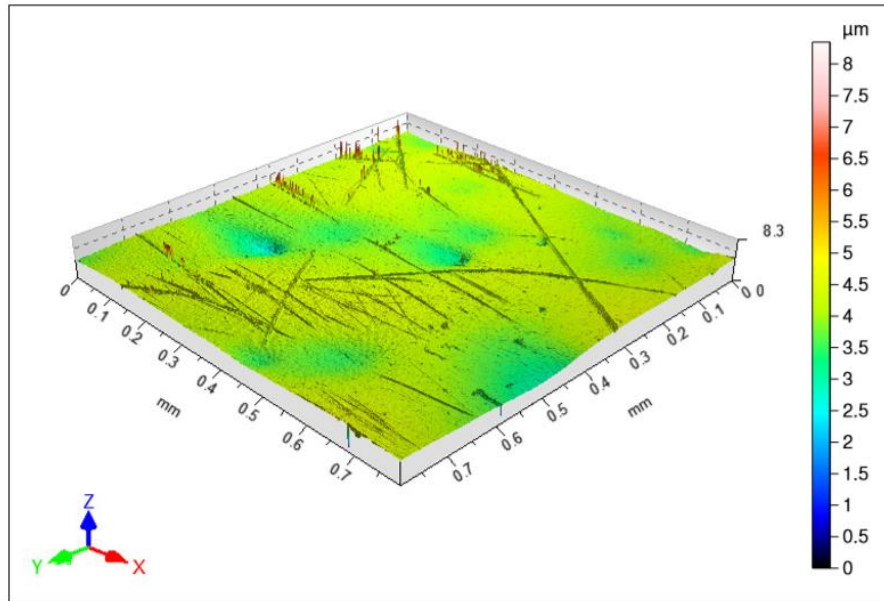


Figura 60: Superfície obtida (Polidas, 1a etapa B)

4.2.2 Pós oxidação

Após a realização do tratamento superficial de oxidação negra, foram realizadas as medições de rugosidade nas amostras novamente como estão mostradas na Tabela 19:

Tabela 19: Valores de rugosidades das amostras obtidos em (C)

Acabamento Superficial	Amostra	Parâmetros de Rugosidade (C)								
		Superficial			Eixo x			Eixo y		
		Sz (µm)	Sa (µm)	Sq (µm)	Rz (µm)	Ra (µm)	Rq (µm)	Rz (µm)	Ra (µm)	Rq (µm)
Grupo 1	1a	13,410	0,762	0,912	5,862	0,507	0,756	3,100	0,292	0,382
	1b	14,790	1,030	1,252	4,954	0,602	0,767	3,772	0,399	0,522
	1c	18,430	0,847	1,060	3,777	0,447	0,580	2,719	0,399	0,500
	2a	15,450	0,922	1,142	4,457	0,633	0,777	3,241	0,471	0,576
	2b	7,412	0,656	0,841	5,004	0,543	0,703	3,966	0,406	0,521
	2c	15,610	0,890	1,120	6,699	0,544	0,772	5,681	0,469	0,639
	3a	14,800	0,818	1,010	3,734	0,608	0,742	3,246	0,350	0,457
	3b	18,360	0,724	0,928	4,805	0,551	0,693	6,575	0,319	0,494
	3c	14,670	0,661	0,858	4,750	0,486	0,632	4,879	0,443	0,587
MÉDIA		14,770	0,812	1,014	4,894	0,547	0,714	4,131	0,394	0,520
DESVIO PADRÃO		3,230	0,125	0,141	0,937	0,061	0,069	1,310	0,063	0,076
Grupo 2	1a	27,560	1,058	1,541	11,980	0,743	1,126	13,010	0,568	1,033
	1b	32,910	1,443	2,114	17,430	0,787	1,339	13,560	0,843	1,457
	1c	28,760	1,171	1,647	13,210	0,622	1,050	13,860	0,834	1,390
	2a	18,580	0,728	0,945	4,890	0,490	0,675	4,359	0,471	0,616
	2b	18,190	0,802	1,037	4,706	0,523	0,696	4,404	0,549	0,722
	2c	26,190	0,988	1,327	6,593	0,573	0,750	11,150	0,708	1,092
	3a	13,250	1,115	1,344	4,129	0,292	0,406	5,029	0,423	0,547
	3b	17,230	0,725	0,920	4,214	0,313	0,431	6,395	0,460	0,629
	3c	15,050	0,625	0,799	3,837	0,269	0,383	4,040	0,443	0,584
MÉDIA		21,969	0,962	1,297	7,888	0,512	0,762	8,423	0,589	0,897
DESVIO PADRÃO		6,955	0,264	0,423	5,012	0,191	0,343	4,358	0,166	0,356
Grupo 3	1a	21,970	0,631	0,875	6,826	0,428	0,694	5,538	0,443	0,645
	1b	17,800	0,549	0,777	4,450	0,394	0,549	3,810	0,400	0,524
	1c	16,500	0,567	0,792	6,081	0,375	0,570	6,040	0,363	0,536
	2a	12,230	0,478	0,636	2,102	0,279	0,340	2,277	0,200	0,273
	2b	6,865	0,385	0,520	2,836	0,309	0,422	1,919	0,251	0,321
	2c	7,412	0,484	0,652	1,913	0,206	0,283	1,949	0,226	0,289
	3a	16,560	0,902	1,160	5,305	0,848	1,017	5,262	0,614	0,818
	3b	16,920	0,697	0,973	5,318	0,584	0,764	3,641	0,369	0,515
	3c	9,927	0,595	0,796	3,581	0,370	0,496	2,586	0,295	0,376
MÉDIA		14,020	0,588	0,798	4,268	0,421	0,570	3,669	0,351	0,477
DESVIO PADRÃO		5,164	0,149	0,191	1,761	0,191	0,228	1,613	0,128	0,181

A Figura 61 (Retificadas, 1a etapa C), Figura 62 (Microjateadas, 1a etapa C) e Figura 63 (Polidas, 1a etapa C), mostram as superfícies das amostras para os diferentes acabamentos superficiais fim de exemplificar as diferentes imagens obtidas.

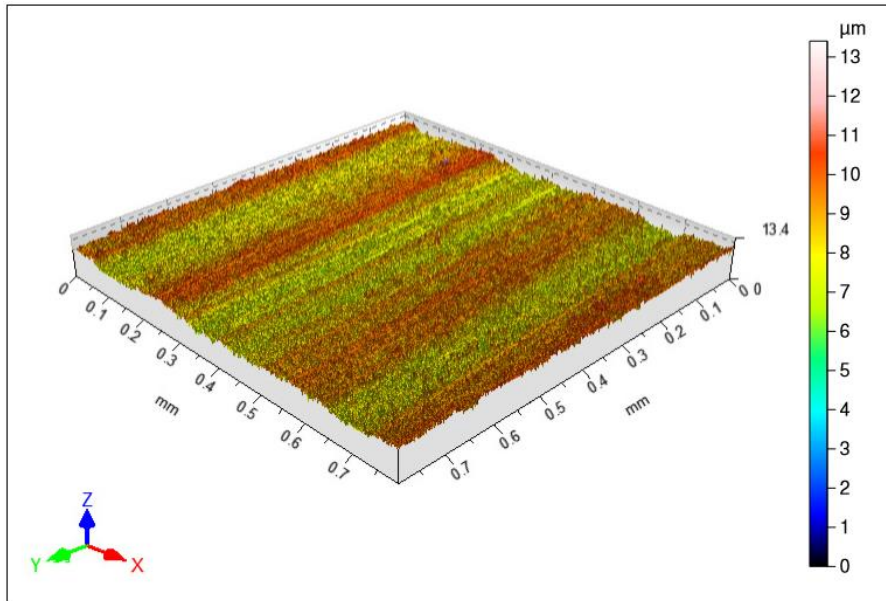


Figura 61: Superfície obtida (Retificadas, 1a etapa C)

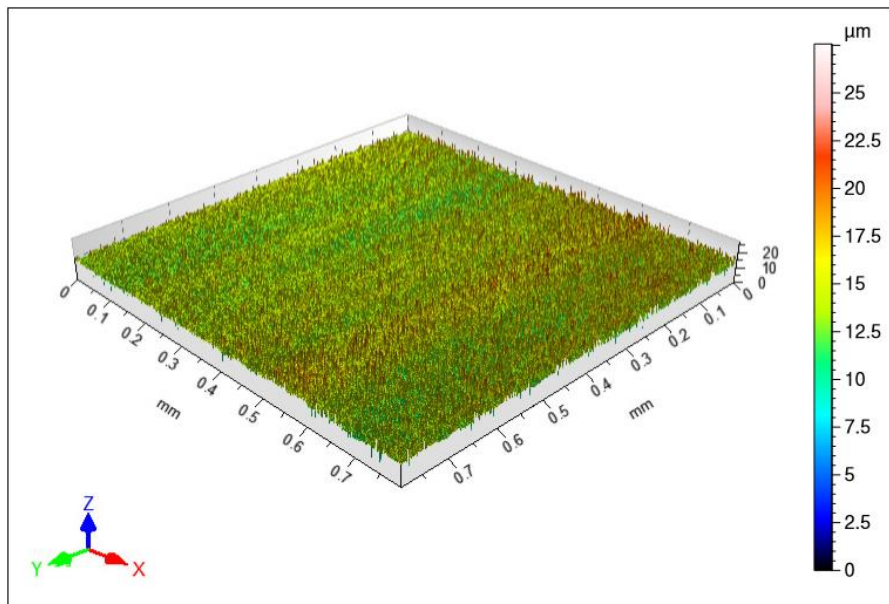


Figura 62: Superfície obtida (Microjateadas, 1a etapa C)

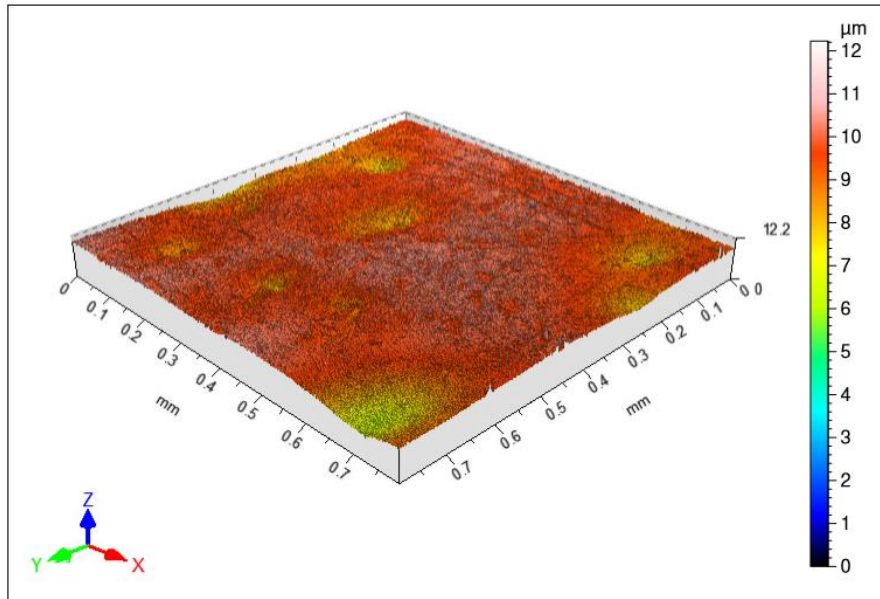


Figura 63: Superfície obtida (Polidas, 1a etapa C)

Após a tabulação dos valores de rugosidades nas 3 etapas do processo (A, B e C), foram gerados gráficos em função dos parâmetros Sq (Figura 64), Sa (Figura 65) e Sz (Figura 66), respectivamente a fim de melhor compreender sua variação ao longo do estudo.

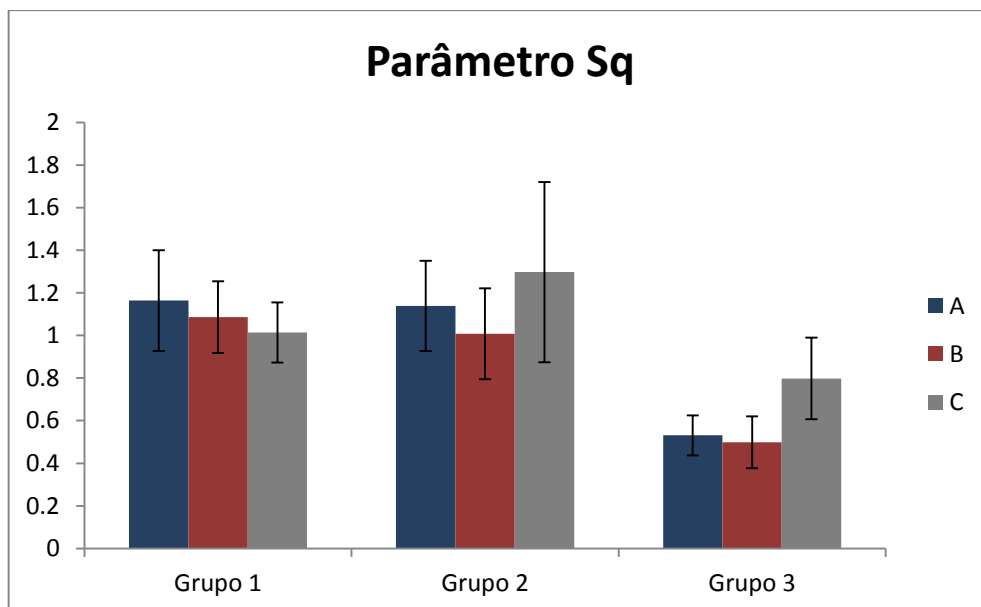


Figura 64: Parâmetro Sq nas etapas A, B e C

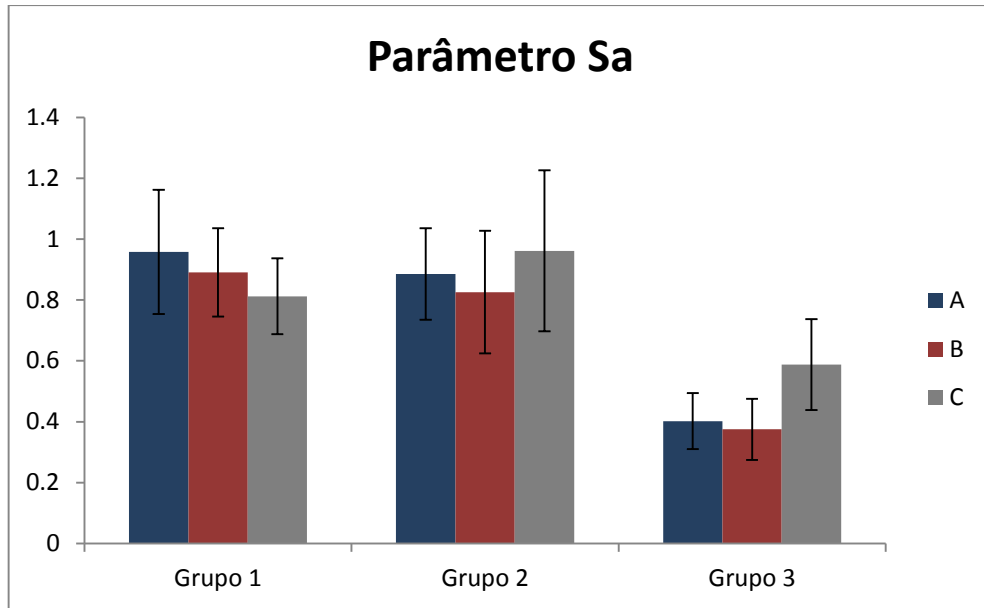


Figura 65: Parâmetro Sa nas etapas A, B e C

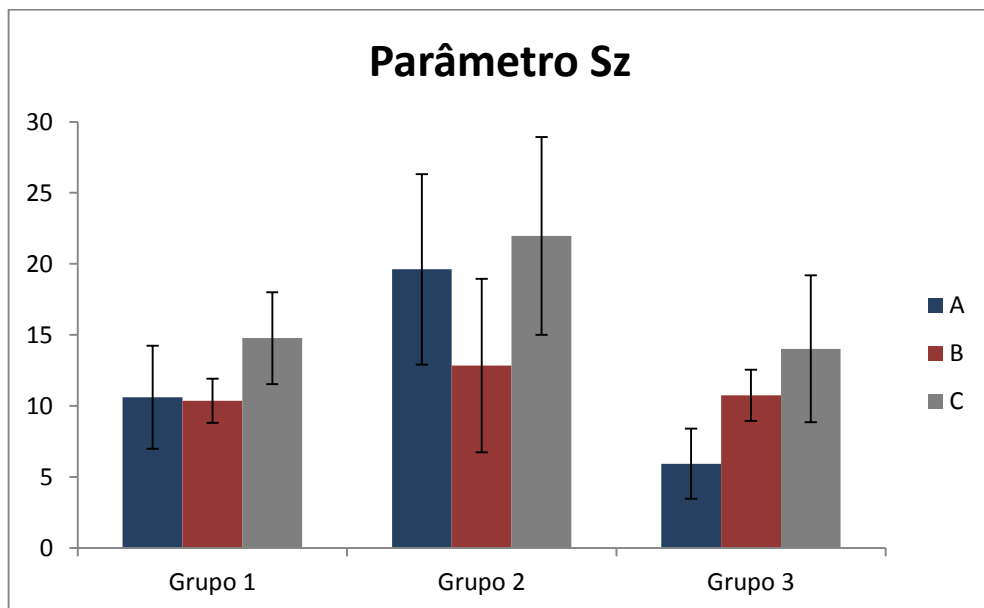


Figura 66: Parâmetro Sz nas etapas A, B e C

Em relação à rugosidade das amostras antes do tratamento de oxidação negra e antes da realização do ensaio para a medição do coeficiente de atrito, nota-se que as superfícies retificadas e microjateadas apresentaram diferenças significativas apenas no parâmetro Sz. Os parâmetros Sa e Sq são estatisticamente iguais. Isto indica que, nas amostras microjateadas, a altura máxima dos picos das asperezas é maior na superfície microjateada. Já a superfície polida apresentou os menores

valores de rugosidade para os três parâmetros. Após a medição do coeficiente de atrito estático, a rugosidade medida pelos parâmetros S_a e S_q permaneceu inalterada em todos os casos (não há diferenças estatísticas quando se considera o desvio-padrão), o mesmo acontecendo para o parâmetro S_z para as superfícies retificadas e microjateadas. No caso da superfície polida, houve um aumento significativo no parâmetro S_z . Sendo assim, ao se considerar os parâmetros de rugosidade S_a e S_z , pode-se afirmar que a menor rugosidade foi apresentada pela superfície polida, enquanto que as superfícies retificadas e microjateadas apresentaram valores estatisticamente semelhantes. Estes mesmos parâmetros não foram afetados significativamente pelo deslizamento dos corpos de prova contra a superfície de atrito durante a medição do coeficiente de atrito.

Após o tratamento de oxidação negra, pode-se observar que, em relação aos parâmetros S_q e S_a , apenas para a amostra polida houve uma variação significativa, com um aumento da rugosidade. Já em relação ao parâmetro S_z , houve um aumento estatisticamente significativo para as superfícies retificadas e microjateadas, mas é possível afirmar que houve uma tendência geral do aumento da rugosidade medida por este parâmetro para as três condições de pré-tratamento superficial. Esta tendência está em acordo com as micrografias obtidas por MEV, com a presença de defeitos (“poros”) na camada de conversão, o que causa um aumento na altura dos picos das asperezas e um aumento no valor de S_z .

4.3 Coeficiente de atrito

4.3.1 Pré oxidação

Foram realizados experimentos para a determinação do coeficiente de atrito estático no LASC da UTFPR. Foram feitas 5 medições por amostra separadas conforme indicado na Tabela 10 e seus valores encontram-se na

Tabela 20, Tabela 21 e Tabela 22 para os Grupos 1, 2 e 3, respectivamente.

Tabela 20: Coeficientes de atrito estático para as Retificadas (pré-oxidação)

<u>Retificadas</u>							
<u>Amostras</u>	Medições					Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5		
1	0,216	0,228	0,267	0,127	0,114	0,1904	0,0667
2	0,233	0,133	0,147	0,146	0,13	0,1578	0,0427
3	0,179	0,185	0,177	0,190	0,113	0,1688	0,0316
						<i>Média das médias</i>	0,1723

Tabela 21: Coeficientes de atrito estático para as Microjateadas (pré-oxidação)

<u>Microjateadas</u>							
<u>Amostras</u>	Medições					Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5		
1	0,208	0,157	0,182	0,155	0,118	0,164	0,0336
2	0,069	0,074	0,042	0,063	0,069	0,0634	0,0126
3	0,053	0,087	0,077	0,081	0,084	0,0764	0,0136
						<i>Média das médias</i>	0,1014

Tabela 22: Coeficientes de atrito estático para as Polidas (pré oxidação)

<u>Polidas</u>							
<u>Amostras</u>	Medições					Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5		
1	0,111	0,134	0,14	0,051	0,076	0,1024	0,0382
2	0,208	0,216	0,257	0,225	0,282	0,2376	0,0310
3	0,2	0,155	0,186	0,194	0,22	0,191	0,0237
						<i>Média das médias</i>	0,177

4.3.2 Pós oxidação

Os resultados obtidos após o tratamento de oxidação negra são mostrados nas Tabela 23, Tabela 24 e

Tabela 25 para os Grupos 1, 2 e 3, respectivamente.

Tabela 23: Coeficientes de atrito estático para as Retificadas (pós-oxidação)

<u>Retificadas</u>							
<u>Amostras</u>	Medições					Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5		
1	0,092	0,092	0,086	0,080	0,079	0,0858	0,00626
2	0,085	0,084	0,082	0,063	0,126	0,0880	0,02308
3	0,068	0,069	0,060	0,059	0,090	0,0692	0,01248
						<i>Média das médias</i>	0,081

Tabela 24: Coeficientes de atrito estático para as Microjateadas (pós-oxidação)

<u>Microjateadas</u>							
<u>Amostras</u>	Medições					Média	Desvio Padrão
	1	2	3	4	5		
1	0,056	0,072	0,079	0,085	0,073	0,073	0,01084
2	0,040	0,079	0,063	0,047	0,076	0,061	0,01725
3	0,074	0,093	0,068	0,064	0,063	0,0724	0,0123

Média das médias 0,0688

Tabela 25: Coeficientes de atrito estático para as Polidas (pós-oxidação)

<u>Amostras</u>	<u>Polidas</u>					Média	Desvio Padrão
	Medições						
	1	2	3	4	5		
1	0,095	0,082	0,093	0,077	0,118	0,093	0,01586
2	0,141	0,107	0,110	0,151	0,111	0,124	0,02045
3	0,101	0,068	0,073	0,089	0,085	0,0832	0,01312
						<i>Média das médias</i>	0,10007

O gráfico da Figura 67 mostra os valores de coeficiente de atrito estático medidos antes e após o tratamento de oxidação negra, para as três condições superficiais prévias. Antes da oxidação, as amostras com o menor coeficiente de atrito foram as microjateadas, enquanto que as amostras polidas e retificadas apresentaram um coeficiente de atrito semelhante. Após o tratamento de oxidação negra, houve uma redução significativa no coeficiente de atrito para todas as condições superficiais, sendo que a maior redução percentual foi observada para a amostra retificada, de acordo com os dados mostrados na Tabela 26. Apesar do aumento da rugosidade, pode-se concluir que o tratamento de oxidação negra reduz o atrito estático, independentemente do acabamento superficial anterior ao tratamento.

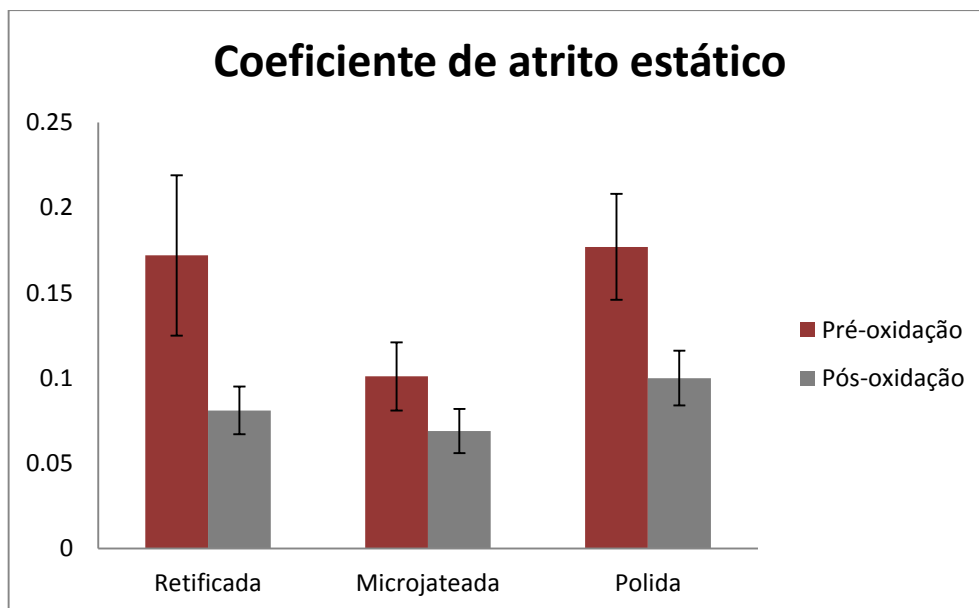


Figura 67: Coeficiente de atrito estático antes e depois do tratamento de oxidação negra.

Tabela 26: Redução percentual do coeficiente de atrito estático

Grupos	Pré	Pós	Redução (%)
1	0,172	0,081	53
2	0,101	0,069	31
3	0,177	0,100	44

Os gráficos das Figura 68, Figura 69 e Figura 70 mostram a relação entre o coeficiente de atrito e os valores de rugosidade medidos pelos parâmetros Sq, Sa e Sz, respectivamente. Observa-se que houve uma tendência geral de redução do coeficiente de atrito com o aumento da rugosidade, sendo que o menor valor medido, para todas as condições consideradas, foi o da amostra com tratamento de oxidação negra após o microjateamento, que também apresentou os maiores valores de rugosidade.

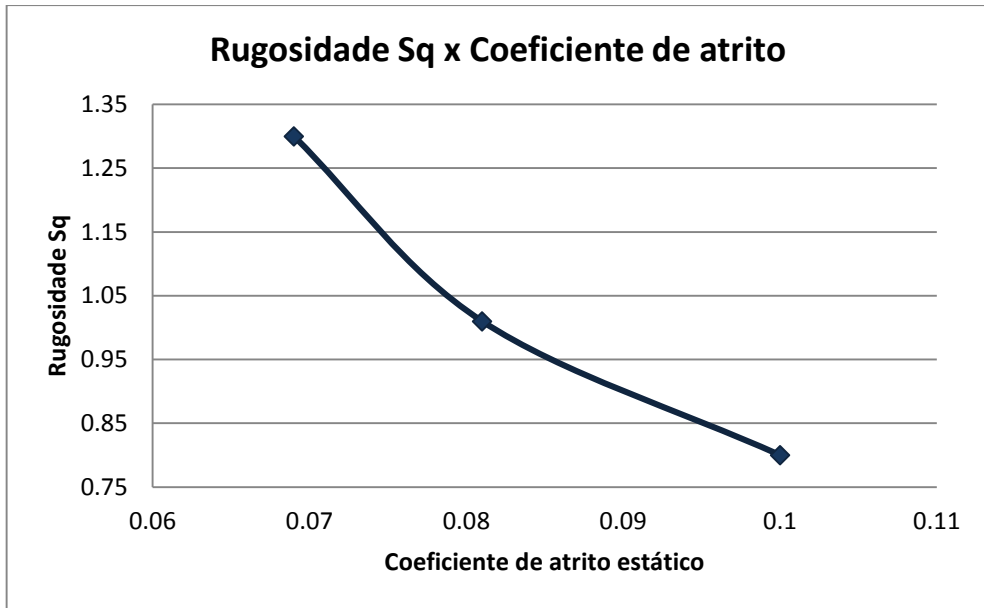


Figura 68: Relação entre a rugosidade Sq e o coeficiente de atrito estático após a oxidação negra.

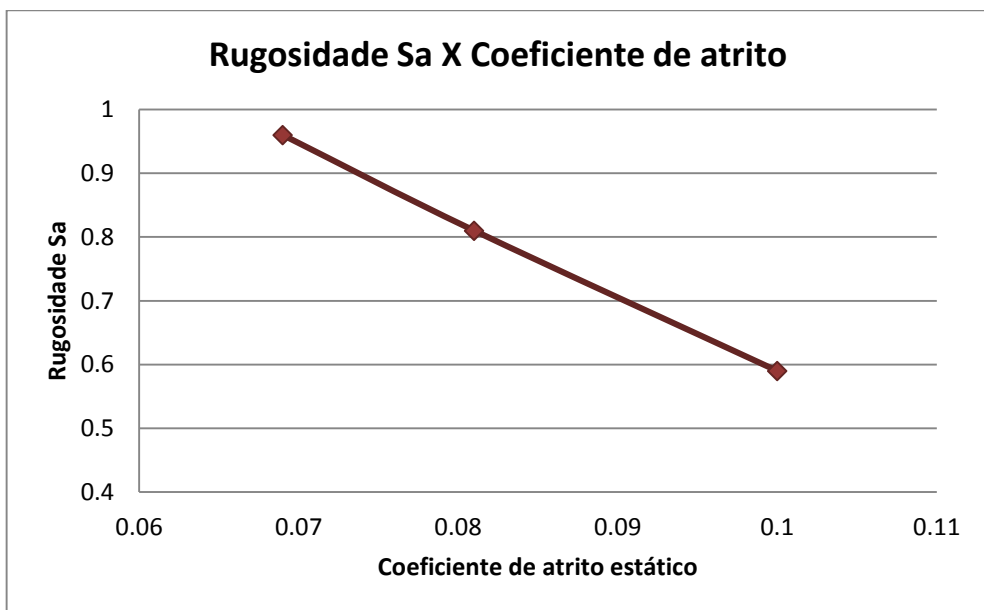


Figura 69: Relação entre a rugosidade Sa e o coeficiente de atrito estático após a oxidação negra.

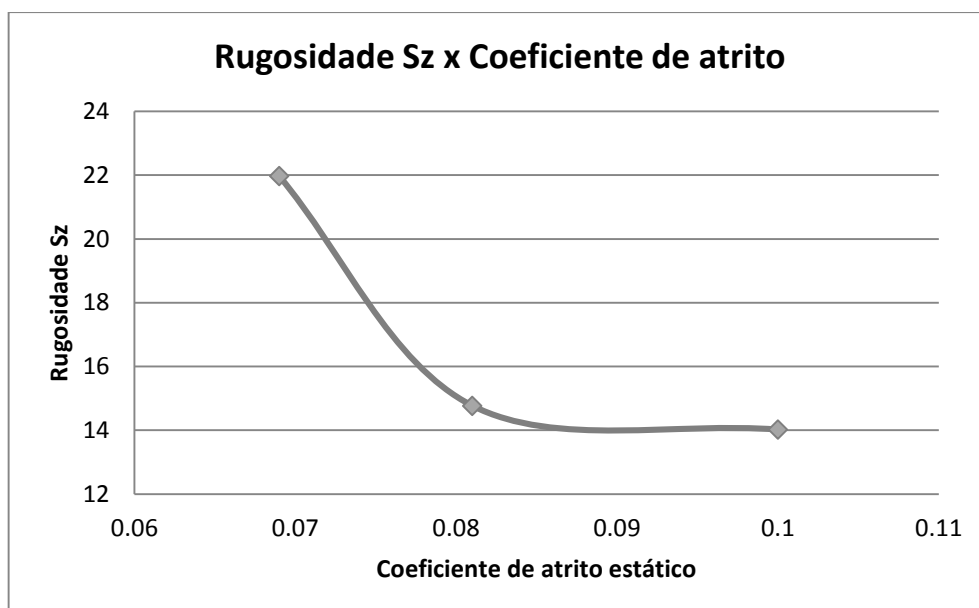


Figura 70: Relação entre a rugosidade Sz e o coeficiente de atrito estático após a oxidação negra.

4.4 Dureza e microdureza

Conforme mencionado na seção 3.2.2 foram realizadas medições de dureza após o tratamento térmico a fim de verificar se este foi efetivo e atendeu às especificações recomendadas pelo fabricante Villares Metals.

As medições estão apresentadas na Tabela 27.

Tabela 27: Medições de dureza em uma das amostras após tratamento térmico

Medições realizadas	Dureza (HRC)
1	43
2	43
3	44
4	43
5	44
Média	43,4
Desvio padrão	0,54

Com base nos valores de dureza obtidos (Tabela 27), verificou-se que o tratamento térmico foi satisfatório atingindo aproximadamente as recomendações de dureza desejadas para a aplicação em questão (44 – 46 HRC).

Após ser realizada a oxidação negra foram efetuadas 5 medições em 1 das 3 amostras de cada grupo. Os resultados estão mostrados na Tabela 28. Os valores de microdureza da superfície da camada de conversão são mostrados na Figura 71. A amostra retificada apresentou o menor valor, enquanto que os valores para as amostras microjateadas e polidas foi praticamente o mesmo. Assumindo-se que o óxido formado é o mesmo em todas as superfícies, uma vez que o material base é o mesmo e que todas as amostras foram tratadas simultaneamente no mesmo banho, atribui-se este menor valor de microdureza à presença de trincas na camada, como evidenciado pelas micrografias obtidas no MEV. O gráfico da Figura 72 mostra a relação entre a microdureza e o coeficiente de atrito, não sendo possível observar-se uma relação monotônica entre estas duas variáveis. Pode-se concluir que o coeficiente de atrito não é função da dureza da camada, mas sim da rugosidade, como discutido anteriormente.

Tabela 28: Medições de microdureza *Vickers* nos três diferentes grupos

<u>Grupo</u>	Medições (HV)					Média (HV)	Desvio Padrão (HV)
	1	2	3	4	5		
1	213	232	275	304	280	260,8	37,3
2	331	364	405	384	354	367,6	28,3
3	383	365	357	365	352	364,4	11,8

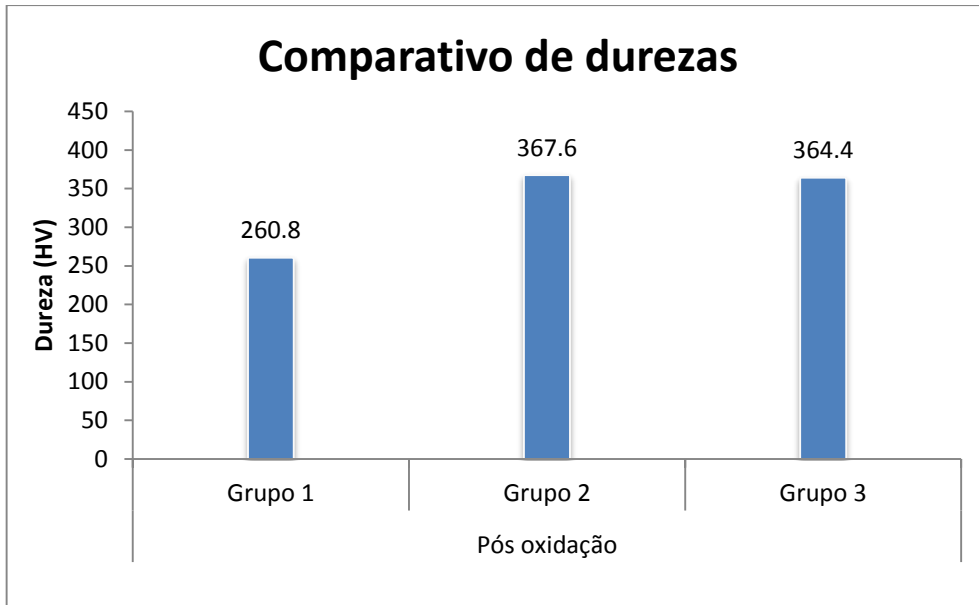


Figura 71: Comparativo de microdurezas para os 3 grupos após ON

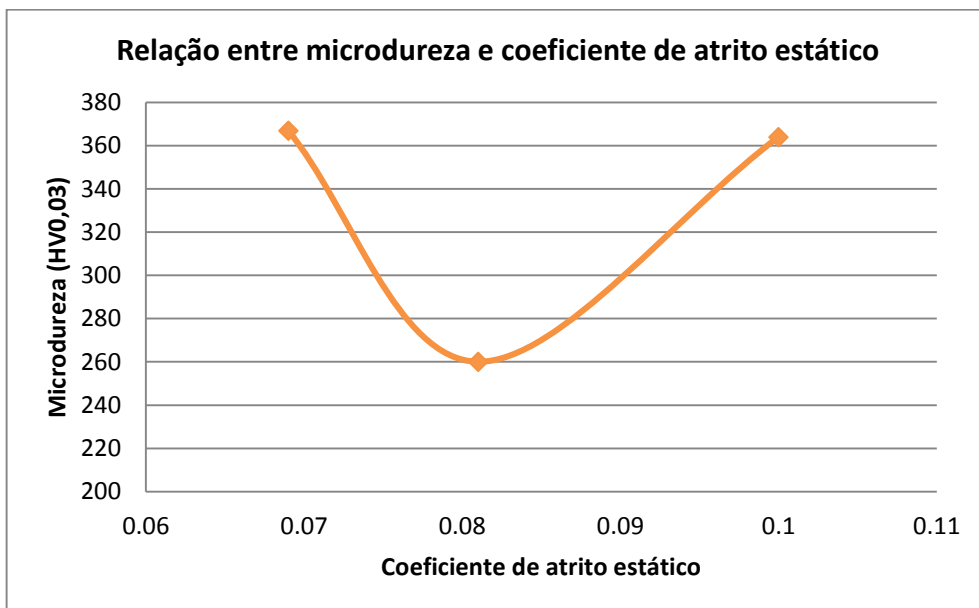


Figura 72: Relação entre a microdureza superficial da camada de conversão e o coeficiente de atrito estático.

4.5 Espessura de camada

A Figura 73 mostra uma micrografia óptica em seção transversal de uma amostra após a oxidação negra (ataque com nital 5%). Infelizmente, não foi possível realizar qualquer medição da espessura da camada, em função do procedimento para preparação das amostras e de uma provável pequena espessura da camada (de 2 a 5 μm , de acordo com a literatura). Sendo assim, este parâmetro não foi considerado na discussão dos resultados obtidos neste trabalho.

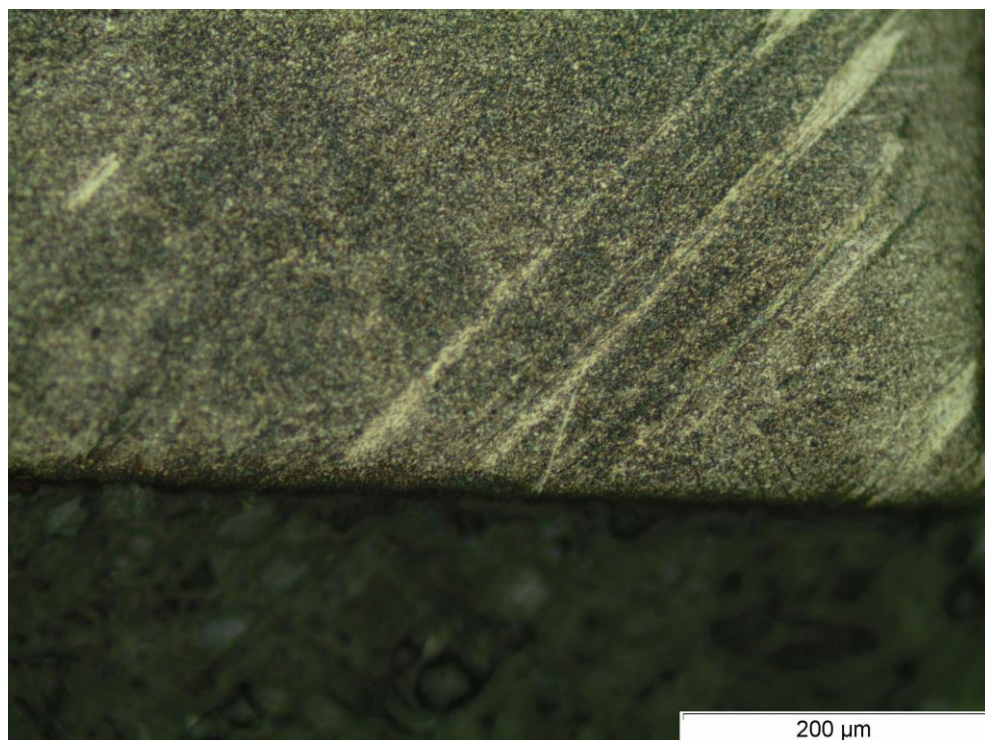


Figura 73: Micrografia óptica da amostra após oxidação negra

5 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos neste trabalho, é possível concluir que:

- A morfologia superficial da camada de conversão obtida pelo tratamento de oxidação negra depende do acabamento superficial prévio;
- Dentre os acabamentos superficiais antes do tratamento de oxidação negra, o que apresentou menor rugosidade foi o acabamento polido, enquanto que os acabamentos retificados e microjateados apresentaram valores de rugosidade semelhantes;
- Após o tratamento de oxidação negra, houve um aumento de rugosidade em todas as condições de acabamentos prévios, sendo que a amostra polida apresentou o maior aumento na rugosidade;
- Houve redução no coeficiente de atrito estático após o tratamento de oxidação negra em todas as condições de acabamento prévio;
- Após a oxidação negra, o coeficiente de atrito estático diminuiu com o aumento da rugosidade da camada de conversão formada.
- A condição que resultou no menor coeficiente de atrito foi acabamento microjateado seguido de oxidação negra.
- Não foi possível realizar a medição da espessura de camada em função do procedimento de preparação das amostras, o que gerou um abaulamento na interface amostra- baquelite e, pelo fato, de a camada apresentar uma espessura muito pequena de acordo com a literatura.

Sugestões para trabalhos futuros:

- Medir o coeficiente de atrito estático de outros processos de oxidação, tais como oxidação a vapor e oxidação por plasma;
- Caracterizar as fases presentes na camada por difração de raios X;
- Medir a espessura de camada por microscopia eletrônica de varredura;
- Medir o coeficiente de atrito estático do tratamento de oxidação negra em relação a outro material (alumínio, por exemplo).
- Medir o coeficiente de atrito dinâmico para as mesmas condições avaliadas neste trabalho.

6 BIBLIOGRAFIA

[1] ASM Metals Handbook. (1994). *Surface Engineering* (10 ed., Vol. 5). Reidenbach, Faith (edt) / ASM INTL.

[2] ASTAKHOV, V. P. *Tribology of metal cutting*. Tribology and interface engineering series. Vol. 52, (2006), 09 – 17.

[3] CHIAVERINI, V. (2001). *Tecnologia Mecânica, Vol III*.

[4] CIMM (2014). *Tratamentos Superficiais*. Disponível em: http://www.cimm.com.br/portal/material_didatico/6303#.V1GWI_krLIU. Acesso em 25 de maio de 2015.

[5] Durrferrit. (2013). *Catálogo de Produtos*. Disponível em: http://durferrit.com.br/downloads/Catalogo_Durferrit_baixa.pdf. Acesso em 21 de Maio de 2015.

[6] EVANS, R.; HAGER, C. *Friction and wear properties of black oxide surfaces in rolling/sliding contacts*. The Timken Company Classic, North Canton, OH 44720, USA. *Wear* 338 – 339 (2015) 221 – 231.

[7] FILHO, A. P. (2011). 3º Seminário de Metrologia. *Rugosidade Superficial*, (p. 41). Brasília.

[8] FOLDES, P. A. (1973). *Galvanotécnica Prática*. São Paulo: Editora Polígono - USP.

[9] GASVIK, K. J. *Optical Metrology*. Spectra Vision AS, Trondheim, Norway, Third Edition, 2002.

[10] HADDAD, Paulo. Análise de falhas de ferramentas. In: WORKSHOP MOLDES ABM – Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração –, Junho/2011.

[11] LEAL, L. C.(1981) Apostila de Tribologia. Departamento de Engenharia Mecânica, UF Santa Catarina.

[12] LEACH, R. K. *Characterisation of areal surface*. Engineering Measurement Division National Physical Laboratory, Teddington UK. Vol 1, 2013.

[13] MACHMUDAH, S; ZUHHIJAH, R.; SETYAWAN, H.; KANDA, H.; GOTO, M. *Magnetite thin film on mild steel formed by hydrothermal electrolysis for corrosion prevention*. *Chemical engineering journal* 268 (2015) 76 – 85.

[14] Metalli. (2007). *H13 - O aço para trabalho a quente da Metalli*. Acesso em 26 de Abril de 2015, disponível em Metalli: <http://www.metalli.net.br/br/produtos/11/H13>

[15] MIL-DTL-13924D. (18 de Março de 1999). Acesso em 04 de Maio de 2015, disponível em Every spec: <http://everyspec.com>

[16] PASSOS, A. G., & SILVA, C. H. (2012). *Desenvolvimento de tribômetro do tipo plano inclinado para medição do coeficiente de atrito estático*. VII Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, (p. 08). São Luis - Maranhão.

[17] Plasmar Tecnologia. (2013). *Tratamentos funcionais*. Acesso em 16 de Junho de 2015, disponível em Plasmar Tecnologia: <http://www.plasmartecnologia.com.br/tratamentos/pos-oxidacao>

[18] Premier Finishing Inc. *What is Black Oxide?*. Acesso em 02/04/2016, disponível em http://www.premierfinishinginc.com/wp-content/themes/filtered/images/Black_Oxide.pdf

[19] *Tratamento superficial de oxidação negra*. Disponível em: <http://www.metalfim.ind.br/oxidacao-negra/>. Acesso em 16/04/2015.

[20] *Tudo sobre ferrofluido*. Disponível em <http://www.pesquisa-unificada.com/tecnologias/ferrofluido/tudo-sobre-ferrofluido/>. Acesso em 25/05/2016.

[21] UDDEHOLM. (2007, Ed. 1). *Informativo Técnico ORVAR SUPERIOR*. Acesso em 24 de Abril de 2015, disponível em UDDEHOLM: http://www.uddeholm.com.br/br/files/Folheto_Orvar_Superior.pdf

[22] VILLARES METALS. (Abril de 2006). *Ficha Técnica VH13ISO*. Acesso em 21 de Março de 2015, disponível em Villares Metals: <http://www.villaresmetals.com.br/pt/Produtos/Acos-Ferramenta/Trabalho-a-quente/VH13ISO>

[23] WHITEHOUSE, D. J. *Surfaces and their measurement*. Hermes Penton Ltd, London UK. Vol 1, 2002.

[24] ZEMPULSKI, N. L. (Janeiro de 2008). *Dossiê Técnico*. Acesso em 09 de Junho de 2015, disponível em Resposta Técnica: <http://www.respostatecnica.org.br/dossie-tecnico/downloadsDT/Mjk4>

[25] ZHU, H.; CAO, F.; ZUO, D.; ZHU, L.; JIN, D.; YAO, K. *A new hydrothermal blackening technology for Fe₃O₄ coatings of carbon steel*. Applied Surface Science 254 (2008) 5905 – 5909.