UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA BACHARELADO EM ENGENHARIA MECÂNICA

> EDUARDO HOFFMANN MARTINS MARCELLO FEDALTO

Análise de resistência ao desgaste em aço 15-5PH nitretado a plasma

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC 2)

CURITIBA 2019 UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA BACHARELADO EM ENGENHARIA MECÂNICA

> EDUARDO HOFFMANN MARTINS MARCELLO FEDALTO

Análise de resistência ao desgaste em aço 15-5PH nitretado a plasma

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

Orientador: Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli Co-Orientador: Prof. Dr. Julio Cesar Klein das Neves

CURITIBA 2019

TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa "ANÁLISE DE RESISTÊNCIA AO DESGASTE EM AÇO 15-5PH NITRETADO A PLASMA", realizado pelos alunos Eduardo Hoffmann Martins e Marcello Fedalto, como requisito para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli Departamento, DAMEC - UTFPR Orientador

Prof. Dr. Julio Cesar Klein das Neves Departamento, DAMEC - UTFPR Co-Orientador

Prof. Dr. Giuseppe Pintaude Departamento, DAMEC - UTFPR Avaliador

Prof. Dr. Marcio Mafra Departamento, DAMEC-UTFPR Avaliador

Prof. Dr. Luiz Eloi Vieira Junior Departamento de Mecânica - FURB Avaliador

Curitiba, 07 de maio de 2019

AGRADECIMENTOS

É certo que as palavras proferidas nesta página não conseguiram enaltecer a participação de todos que nos incentivaram e nos auxiliaram na elaboração deste trabalho. Sendo assim, me desculpo desde então com os que aqui não estiverem contemplados.

Enalteço aqui a participação dos professores Dr. Euclides Alexandre Bernardelli e Dr. Julio Cesar Klein das Neves pela orientação deste trabalho e pelos inúmeros auxílios com conceitos, testes e interpretações de dados, mesmo fora dos horários de trabalho. Por meio do agradecimento aos senhores, agradeço a toda comunidade da UTFPR pelo apoio não só neste trabalho, mas em toda nossa caminhada acadêmica.

Agradeço em especial a toda a equipe do Laboratório de Análises de Superfície e Contato e do Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais, em especial aos alunos Isaac Ramon Silva dos Santos, Heloisa Colli Moreira, Alexandre José Gonçalves e Thiago Yamamoto, pelas incontáveis ajudas e eterna paciência em nos ajudar na elaboração dos ensaios e caracterizações.

Por fim, agradecemos aos nossos familiares e amigos por todo o suporte emocional incondicional e financeiro, permitindo que focássemos no projeto sem outras preocupações de natureza adversa.

RESUMO

FEDALTO, Marcello; MARTINS, Eduardo Hoffmann. **Análise de resistência ao desgaste em aço 15-5PH nitretado a plasma**. 64p. Trabalho de conclusão de curso – Tcc2, Bacharelado em Engenharia Mecânica, Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2019.

O material de estudo deste trabalho foi o aco inoxidável 15-5PH, que possui alta resistência mecânica e à corrosão. Para aumentar ainda mais essas características, comumente realiza-se tratamento termoquímico de nitretação a plasma. Neste trabalho foi realizado o estudo de resistência ao desgaste deste material, visando determinar qual tempo e temperatura de nitretação a plasma conferem melhores resultados sob este aspecto. Para tal, foram utilizadas amostras e alguns resultados (dureza do núcleo e camada composta, perfil de microdureza da camada nitretada, dentro outros) da dissertação de mestrado do Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli, o que realizou a nitretação por tempos de 2,4 e 6 horas e temperaturas de 663, 713 e 763K, sendo que a amostra a 713K só foi analisada com 4 horas de nitretação. Este estudo também se baseou na elaboração de testes de riscamento (Scratch Test) nas amostras nitretadas e em estado de fornecimento, a fim de determinar a carga crítica, coeficiente de atrito, volume desgastado, fator de abrasão e perfis 3D e 2D dos sulcos de riscamento através de interferometria ótica e análise em microscópico eletrônico de varredura. Em relação a resultados, foi obtido que, exceto para a amostra com menor tempo e temperatura de tratamento, todas as amostras nitretadas obtiveram melhores resultados de desgaste em relação ao fornecimento. Com a aumento de tempo e temperatura de nitretação os mecanismos de desgaste evoluíram de deformações plásticas e adesão para corte.

Palavras-chave: endurecimento por precipitação, nitretação a plasma, resistência ao desgaste, ensaio de riscamento.

ABSTRACT

FEDALTO, Marcello; MARTINS, Eduardo Hoffmann. **Wear resistance analysis of 15-5PH plasma nitrided steel.** 64 p. Undergraduate Thesis, Mechanical Engineering, Academic Mechanical Engeneering Department, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2019.

The study material of this work was stainless steel 15-5PH, which has high mechanical strength and corrosion. To further enhance these characteristics, thermochemical treatment of plasma nitriding is commonly performed. In this work the wear resistance study of this material was carried out, in order to determine the time and temperature of plasma nitriding to give better results in this aspect. For this, samples and some results (core hardness and composite layer, microhardness profile of the nitrided layer, in others) were used in the dissertation of Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli, who performed the nitriding for times of 2.4 and 6 hours and temperatures of 663, 713 and 763K, and the sample at 713K was only analyzed with 4 hours of nitriding. This study was also based on the elaboration of Scratch Test in the nitrided and supply state samples in order to determine the critical load, coefficient of friction, worn volume. abrasion factor and 3D and 2D profiles of the grooves of scanning through optical interferometry and scanning electron microscopic analysis. Regarding the results, it was obtained that, except for the sample with less time and temperature of treatment, all the nitrided samples obtained better results of wear in relation to the supply. With the evolution of time and temperature of nitriding the mechanisms of wear evolved from plastic deformations and adhesion to cutting.

Keywords: precipitation hardening, plasma nitriding, wear resistance, scratch test.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Gráfico Temperatura x Tempo para tratamentos térmicos de solubilização e endurecimento por precipitação (direita)
Figura 3 - precipitados de cu em 15-5ph com: a) estrutura 9r germinada (esquerda); b) aspecto de agulha (direita)
Figura 6 - Matriz martensítica após tratamento de supersaturação. Detalhe de região destacada: a) Carbeto de Ni; b) Ferrita
16horas
Figura 10 – Espessura e dureza de camada composta de aço 15-5PH nitretado a plasma por diferentes tempos e temperaturas de nitretação Fonte: BERNARDELLI (2007)
Figura 11 – Difractogrmas de raios-x para aço-15-5PH supersaturados a 1448K por duas horas (S1448) e nitretados por 2 horas a 663K (N6632), 713K (N7132) e 763K (N7632) Fonte: BERNARDELLI (2007)
Figura 14 – Três modos de desgaste abrasivo: a) corte; b) cunha; c) aragem. 28 Figura 15 - Diagrama esquemático do perfil deixado pelo desgaste abrasivo. Δ Vg: volume de ranhura, e Δ Vr: volume dos cumes das laterais
Figura 17- Coeficiente de atrito x Carregamento normal em discos de 15-5PH
Figura 18 - Volume desgastado x distância de deslizamento para aço 15-5PH
Indicador não definido. Figura 20 - Imagem de Rugosímetro 3D de uma pista de desgaste para: amostra

Microscopia eletrônica de varredura do centro (esqueda) e Figura 21 -Figura 22 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esqueda) e Figura 23 – Diferentes dispositivos de riscamento. (a) e (b) Linear; (c) Rotação; (d) Pendular (e) Tipo Esmeril Fonte: Jacobsson et al. (1992) apud ASM Figura 24 – Parâmetros encontrados no Scratch Test Fonte: adaptado de ASM Figura 25 - Coeficiente De Atrito X Força Normal Aplicada Em Scratch Test Figura 27 – Variação De Coeficiente De Atrito De Amostras Nitretadas 42 Figura 28 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N663.2 no ensaio Figura 29 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N763.2 no ensaio Figura 30 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N663.6 no ensaio Figura 31 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N713.4 no ensaio progressivo com Detalhe para Pontos da Trilha.. Erro! Indicador não definido. Figura 32 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N763.6 no ensaio progressivo com Detalhe para Pontos da Trilha.. Erro! Indicador não definido. Figura 33 - Análises em MeV com EHT=8,00 kV para desgastes de cargas Figura 34 – Evolução do Coeficiente de atrito para a amostra de fornecimento no ensaio com carga progressiva......48 Figura 35 - Riscamento variável (20-50N) em vista geral e detalhada para a amostra de fornecimento...... Erro! Indicador não definido. Figura 36 - Valores relacionados ao ensaio de desgaste em carga constante para as amostras nitretadas Erro! Indicador não definido. Figura 37 – Interferometria ótica para risco de carga constante para amostra N663.2.... Erro! Indicador não definido. Figura 38 - Interferometria ótica de amostra N663.6Erro! Indicador não definido. Figura 39 - Detalhe para mecanismos de desgaste encontrados nos ensaios de carga constante das amostras N663.6.....52 Figura 40 – Detalhe para mecanismos de desgaste encontrados nos ensaios de carga constante das amostras N713.4.....52 Figura 41 – Imagem de trincas para todos os riscos de carga constante 53 Figura 42 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N663.2 a 2,5mm do início......54 Figura 43 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N763.2 a 2,5mm do início......54

Figura 44 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N663.6 início	a 2,5mm do 54
Figura 45 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N713.4 início	a 2,5mm do 55
Figura 46 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N763.6 início	a 2,5mm do 55
Figura 47 – Trilha de desgaste para amostra de fornecimento constante de 23 N	com carga 56
Figura 48 - Trilha de desgaste para amostra de fornecimento constante de 31 N	com carga 56
Figura 49 – Interferometria Ótica de Amostra de Fornecimento constante de 31N	com carga 57

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química do Aço 15-5PH	18
Tabela 2 - Relação de amostras da tese de dissertação de mestrado	de
Bernardelli (2007)	39
Tabela 3 - Força crítica e constante para cada amostra nitretada	49
Tabela 4 - Valores relacionados ao ensaio de desgaste em carga constante pa	ara
as amostras nitretadas	50

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

2D	duas dimensões
3D	três dimensões
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AF	Amostra de fornecimento
AISI	Instituto Americano de Ferro e Aço (American Iron and Steel
	Institute)
ASTM	Sociedade Americana para Testes e Materiais (American Society
	for Testing and Material)
CCC	Cúbica de corpo centrado
CETR_UMT	Center for Tribology Research – Universal Materials Tester
CFC	Cúbica de fase centrada
COF	Coeficiente de atrito
EHT	Tensão extra alta - Extra High Tension
LASC	Laboratório de Superfícies e Contato
MEV	Microscópico eletrônico de varredura
PH	Endurecimento por precipitação (Precipitation Hardness)
SHTPN	Tratamento térmico de solubilização após nitretação por plasma
	(Solution heat treatment after plasma nitriding)
TCC	Tetragonal do corpo centrado
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná
wt	Percentual de massa (weight percent)

LISTA DE SÍMBOLOS

α	Partícula alfa (ferríta)
α'	Martensita
α'N	Martensita supersaturada em nitrogênio
β	Fase beta
Y	Partícula gama
Y'	Austenita
γ'N	Austenita supersaturada em nitrogênio
3	Nitreto de ferro (FE4N)

SUMÁRIO

1 INTRODUCÃO	13
1.1 OBJETIVOS	14
1.1.1 OBJETIVO GERAL	14
1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	14
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS	15
2.1.1 AÇOS INOXIDÁVEIS MARTENSÍTICOS	15
2.2 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO	16
2.2.1 SUPERSATURAÇÃO	16
2.2.2 MICROESTRUTURA DO AÇO 15-5 PH	17
2.2.2.1 FASES PRESENTES DURANTE ENVELHECIMENTO	18
2.3 EFEITO DA NITRETAÇÃO POR PLASMA EM AÇO 15-5PH	21
2.4 DESGASTE	27
2.4.1 DESGASTE ABRASIVO	27
2.4.2 DESGASTE EM AÇOS NITRETADOS	29
2.5 SCRATCH TEST	36
3 MATERIAIS E MÉTODOS	38
3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS (CORPOS DE PROVA)	38
3.2 MÉTODOS DE ENSAIO	39
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	42
4.1 COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO SOB CARGA VARIÁVEL	42
4.2 COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO SOB CARGA CONSTANTE	49
4.3 COMPARAÇÃO ENTRE RESULTADOS OBTIDOS PARA RESISTÊ AO DESGASTE E RESISTÊNCIA A CORROSÃO	NCIA 57
5 CONCLUSÕES	59
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	60
REFERÊNCIAS	61

1 INTRODUÇÃO

O 15-5PH é um aço inoxidável martensítico endurecido por precipitação que possui características muito atrativas a muitas aplicações, pois concilia boas propriedades em temperaturas de até 300°C, alta resistência mecânica, boa resistência à corrosão e boa tenacidade tanto em um metal base, quanto em possíveis juntas soldadas. É aplicado normalmente nas indústrias aeroespacial, química, petroquímica, de processamento de alimentos, papel e metalurgia geral. (A&K Steel, 2017). As letras PH presentes em sua nomenclatura se referem ao processo de endurecimento que a ele é aplicado a fim de promover o melhoramento das propriedades mecânicas. (BERNARDELLI,2007)

O processo de envelhecimento consiste em aquecer o material até uma temperatura suficiente para atingir a austenitização, onde há dissolução de elementos de liga. Posteriormente, o material é resfriado rapidamente para a formação de martensita. Então, é novamente aquecido em temperaturas intermediárias para que haja a formação dos precipitados. (BERALDO, 2013)

Somado ao envelhecimento, tratamentos superficiais são aplicados ao 15-5PH para conferir endurecimento superficial, aumento na resistência ao desgaste e o melhoramento de resistência à fadiga, devido ao desenvolvimento de tensões de compressão nas camadas superficiais. Dentre as técnicas existentes destaca-se a nitretação por plasma, a qual difunde nitrogênio na camada externa dos materiais através de um gás ionizado. Para esse processo, é importante que o ambiente seja de vácuo. (FIGUEROA, WISNIVESKY, ALVAREZ, 2007).

A nitretação por plasma tem como um de seus objetivos o melhoramento da resistência ao desgaste, visto que é possível reduzir em 20% os gastos em manutenção apenas aplicando o conhecimento existente em prevenção de desgaste (JOST, 1990 apud RADI *et al.*, 2007). Exemplificando, se considerarmos apenas a cidade de São Paulo por um ano, essa melhoria em 20% economizaria 37.500 toneladas de CO2 na atmosfera. (ANDERSON, 1991 apud RADI *et al.*, 2007)

O desgaste pode ser classificado em quatro mecanismos de ocorrência. O primeiro ocorre por adesão, quando a ligação adesiva e intensa o bastante para superar o deslizamento, gerando a deformação plástica. O segundo tem por ação a abrasão, o que ocorre dependente da dureza e formato dos materiais em contato.

Quando esse desgaste se dá por repetidos movimentos é chamado de desgaste por fadiga. Finalmente, pode ocorrer o desgaste corrosivo, ou triboquímico, quando o material desgastado é posto em meios corrosivos líquidos ou gasosos (KATO; ADASHI, 2001)

Tendo em vista os fatores apresentados, este trabalho buscou definir quais tempos e temperaturas de nitretação por plasma caracterizam melhor resistência ao desgaste por riscamento, visto que permitirá um conhecimento mais estruturado dos mecanismos tribológicos de um material usado para aplicações nobres de engenharia.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo do presente trabalho é avaliar a resistência ao desgaste do aço 15-5PH nitretado a plasma em diferentes tempos e temperaturas de tratamento.

1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos são:

- Determinação do coeficiente de atrito para diferentes tempos e temperaturas de nitretação a plasma;
- Determinação do fator de abrasão de trilhas de desgaste para diferentes tempos e temperaturas de nitretação a plasma;

 Caracterização dos mecanismos de desgaste envolvidos no processo de desgaste por riscamento;

• Relacionar, para as mesmas condições, a resistência ao desgaste e a resistência a corrosão, de acordo com trabalhos já desenvolvidos pela UTFPR.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada a revisão literária dos textos e assuntos fundamentais para a compreensão do trabalho. Os tópicos definidos serão sequenciados da seguinte maneira: Aços Inoxidáveis, Endurecimento por Precipitação, Nitretação a Plasma no aço 15-5 PH, Desgaste e Scratch Test.

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

A designação de aço inoxidável é dada a altas ligas que contenham mais de 4% de Cromo em massa na sua composição, mesmo que comumente essa percentagem ultrapasse os 10 pontos. (CALLISTER, 2002)

A adição do Cromo dificulta que haja corrosão no material, pois, faz com que haja o surgimento de filmes passivos da ordem de 50 angstrom de espessura, o que dificulta que camadas mais profundas entrem em contato com o oxigênio e a umidade do ar (CARBÓ, 2008).

Os filmes passivos são formados por óxidos de Cr (cromo) e Fe ferro) resultantes da reação do oxigênio com o metal base. Esse fato explica o porquê os aços inoxidáveis oferecem alta resistência à corrosão em meios oxidantes e baixa resistência em meios redutores, visto que esse último não favorece a formação de filmes passivos ou propicia o seu niilismo quando já formados (CARBÓ, 2008).

Os aços inoxidáveis são divididos em 4 categorias de microestrutura que serão apresentadas a seguir.

2.1.1 AÇOS INOXIDÁVEIS MARTENSÍTICOS

São aços inoxidáveis submetidos a um tratamento térmico de resfriamento rápido, o que gera uma estrutura cristalina TCC, conhecida popularmente como martensita (SHACKELFORD,2008).

Como a martensita é uma solução sólida supersaturada em carbono, ela apresenta excessivos defeitos cristalinos, o que eleva sua dureza significativamente em relação aos demais aços inoxidáveis (HUALLPA, 2011).

Dentro desta categoria de aços inoxidáveis, existe uma divisão entre aços com baixo, médio e alto teor de carbono. Além disso são ferro-magnéticos e possuem capacidade de ser endurecidos por tratamento térmico. Como a martensita é naturalmente encruada, a capacidade de deformação destes aços é reduzida, mas a resistência a corrosão é elevada, pois a têmpera evita a possibilidade de precipitação de carbonetos (CHIAVERINI, 1988).

2.2 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO

O endurecimento por precipitação, também conhecido pela nomenclatura mais popular de endurecimento por tempo ou envelhecimento, é um processo de melhora de dureza e resistência de ruptura por tensão em aços inoxidáveis, à medida que ocorre um processo de nucleação de partículas e posterior crescimento (REED HILL, 1982). Para a realização desta técnica são necessários os tratamentos térmicos de solubilização e precipitação (CALLISTER, 2002).

2.2.1 SUPERSATURAÇÃO

A solubilização é um processo que envolve aquecer o material até uma temperatura onde a solubilização dos elementos de liga seja maior e resfriá-lo rapidamente (SOARES, 2009). O resfriamento brusco do material homogêneo impede uma dissolução apreciável dos átomos do soluto, de maneira que o estado alcançado a temperatura de homogeneização se mantenha supersaturado a temperatura ambiente (REED-HILL, 1982). Se tomarmos como exemplo o diagrama hipotético mostrado na Figura 1, podemos dizer que a solução sólida α estaria supersatura de átomos de β (CALLISTER, 2002).

Em alguns casos é realizado posteriormente o tratamento térmico de precipitação, onde a estrutura cristalina já supersaturada é aquecida até uma temperatura intermediária em relação à solubilização, dentro de uma zona bifásica. Se tomarmos novamente o exemplo do diagrama hipotético acima, os grãos da fase β começam a se formar na forma de partículas finamente dispersas, no que é conhecido como envelhecimento. O gráfico apresentado na Figura 1 expõe os dois tratamentos térmicos citados. (CALLISTER, 2002)



Figura 1 - Gráfico Temperatura x Tempo para tratamentos térmicos de solubilização e endurecimento por precipitação (direita)

Fonte: Callister (2002).

Os efeitos nas propriedades dos aços provenientes desses tratamentos são o comprometimento da ductilidade, à medida que eleva a sua resistência mecânica. No caso de aços inoxidáveis, a presença do cromo (Cr) em abundância promove o refinamento da estrutura, já que diminui o espaçamento interlamelar da perlita nos aços, aumentando os efeitos do envelhecimento nas propriedades mecânicas (OLIVEIRA; MARCHI; GONZALEZ, 2003). Além do refinamento, o cromo e o níquel (Ni) tornam o material mais homogêneo, o que gera uma precipitação distribuída finamente (ASM HANDBOOK, 1994, HSIAO,2002 apud BERNARDELLI, 2007)

Como efeito, essa combinação de tratamentos, conferem aos aços endurecidos por precipitação altas tensões de escoamento (acima de 1700MPa), mas tendo, ao mesmo tempo, uma ductilidade, dureza e resistência a corrosão superior, comparável até mesmo com ligas martensíticas. (ASM Handbook, 2006)

A falta de carbono presente nessa categoria de aço (0,05 – 0,15 wt%) é crítica para a dureza e a ductilidade, além de reduzir sua resistência ao desgaste, fazendo com que seja necessário um tratamento de endurecimento de superfície para muitas aplicações. (ASM Handbook, 2006)

2.2.2 MICROESTRUTURA DO AÇO 15-5 PH

Antes de se entender a microestrutura do aço em si, deve-se compreender que ele consiste em uma liga complexa, onde há a adição de diversos elementos de liga, como o nióbio (Ni), tântalo (Ta) e o cobre (Cu), além dos responsáveis pela característica inoxidável do material, o cromo (Cr) e o níquel (Ni). A Tabela 1 apresenta a porcentagem de cada elemento em peso do material:

Elements	с	Si	Mn	S (ppm)	Р	Ni	Cr	Cu	Nb	Co	Fe
Wt.% At.%	0.041 0.18	0.28 0.55	0.75 0.75	< 20 < 20	0.02 0.035	4.87 4.6	14.80 15.8	3.10 2.8	0.30 0.18	0.08 0.075	76 75

Tabela 1 - Composição química do Aço 15-5PH

Fonte: Bajguirani (2002)

A microestrutura básica presente no 15-5PH é de martensita em ripa, sendo a estrutura cristalina C.C.C, com parâmetro de rede igual a 0,2878nm. Micro ripas de martensita também são geradas relacionadas ao plano {1 1 2} e direção {1 1 1}, por conta da tensão das linhas adjacentes as ripas de martensita. (BAJGUIRANI, 2002).

Em relação aos precipitados, foi encontrado NiC de aspecto globular e tamanho médio 40 ± 5 nm, estrutura C.F.C. e parâmetro de rede $0,44 \pm 0,02$ nm. Além disso partículas ricas em cromo (Cr) do tipo Cr₇C₃ foram encontradas ocasionalmente, sendo que apresentavam estrutura hexagonal. (BAJGUIRANI, 2001).

2.2.2.1 FASES PRESENTES DURANTE ENVELHECIMENTO

Levando em consideração a dureza do material em relação a temperatura de endurecimento por precipitação, nota-se que há dois momentos de elevação de dureza, um a 470°C e outro a 650°C, como mostra o gráfico presenta na Figura 2. A elevação de dureza é devido a formação de precipitados de Cobre (Cu) presentes dentro das ripas de martensita e da austenita retida. (HABIBI, 2004).



Figura 2 - Dureza x Temperatura de Endurecimento para tratamento térmico de 2 horas

Fonte: adaptado de Habibi (2004)

Para o primeiro ponto de elevação de dureza, segundo Bajguirani (2001), são encontrados finos precipitados de tamanho médio 5 nm e, em maioria, apresentando um padrão de franjas espinha-de-peixe, o que identifica a estrutura como 9R germinada (Figura 3a), a qual pode ser considerada como estrutura dispostas de maneira muito próxima com falhas de empilhamento a cada terceiro plano, consistindo-se de três blocos de três planos com repetições de nove camadas. Esse padrão de precipitados se forma inicialmente em uma estrutura CCC, para então se transformarem em estruturas 9R germinadas de tamanho 4 nm. Então, novos elementos germinados vão sendo adicionados, gerando partículas de 6-9 nm (9R padrão) e 10-20 nm (3R), para, por fim, se transformarem em estruturas CFC, com aspecto agulha (Figura 3b).

Figura 3 - precipitados de cu em 15-5ph com: a) estrutura 9r germinada (esquerda); b) aspecto de agulha (direita)





Fonte: Bajguirani (2001)

Para o segundo ponto de elevação, Bajguirani (2001) observou que os precipitados de Cobre eram esféricos, de estrutura também CFC e tamanho médio de 10 nm (Figura 4).



Figura 4 - Precipitados de cobre com aspecto esférico em 15-5PH

Fonte: Bajguirani (2001)

Considerando um tempo de envelhecimento muito longo, acima de 128 horas, é relevante considerar a formação de precipitados M₂₃C₆ (Figura 5), encontrados nas fronteiras da martensita e da austenida retida e dentro das ripas de martensita. BAJGUIRANI (2001)



Figura 5 - Carbetos M23C6 presente em 15-5PH envelhecido por 128 horas a 500°C

Fonte: Bajguirani (2001)

Outro estudo, de Bernardelli (2007), buscou compreender o comportamento da resistência à corrosão do aço 15-5PH nitretado a plasma, e para tal realizou o tratamento térmico de supersaturação em banho de uma chapa a 1443^{±5} K por duas horas com posterior resfriamento em água a temperatura ambiente. A dureza do material após tratamento era de 346,6^{±6,7} HV, cerca de 55 HV abaixo que no material

no estado de fornecimento. Em termos de microestrutura, a Figura 6 mostra uma microestrutura composta de pacotes de martensita em ripas, onde também se apresentava ferríta, com dureza de 269,4^{±12,6} HV, e carbonetos de nióbio não dissolvidos durante o tratamento térmico de supersaturação.

Figura 6 - Matriz martensítica após tratamento de supersaturação. Detalhe de região destacada: a) Carbeto de Ni; b) Ferrita



Fonte: Bernardelli (2007)

2.3 EFEITO DA NITRETAÇÃO POR PLASMA EM AÇO 15-5PH

A adição desse tratamento termoquímico em aços inoxidáveis se dá, não somente para melhorar a resistência mecânica do material, mas também melhorar a resistência à corrosão, a qual está relacionada com a realização de tratamento em baixas temperaturas, abaixo de 450°C, onde a difusão do Cromo é reduzida, inibindo a formação de nitreto de cromo. (BLAWERT *et al*, 1998 e LI, 2004 apud BERNARDELLI *et al.*, 2009)

Bernardelli, Santos e Borges (2009) estudaram a evolução da microestrutura da camada superficial do 15-5PH para temperaturas entre 390-490°C e tempos de 2, 3, 4 e 6 horas. Em termos de espessura de camada nitretada encontraram que o tempo e a temperatura são diretamente proporcionais a esse parâmetro, variando de $5,5 \pm 0,3\mu$ m para 390°C por 2 horas e 41,4 ± 2,6µm para 490°C por 6 horas. Esse aumento pode ser explicado pelo aumento de coeficiente de difusão decorrendo do aumento da temperatura.

Outro estudo mostra que para tempos de até 8 horas, nitretações a 420°C não formam camada de compostos, a 450°C a camada de difusão obtida é de 50µm, mas ainda sem camada de compostos e para 510°C tanto a camada de compostos como a de difusão são visíveis. As imagens apresentadas na Figura 7 mostram o efeito do tempo de tratamento na espessura da camada nitretada. (BERNARDELLI; SANTOS; BORGES,2009)

Figura 7 - Camada nitretada: a) Tratamento a 390°C por 2 horas. b) Tratamento a 390°C por 6 horas. c) Tratamento a 490°C por 6 horas.



Fonte: Bernardelli, Santos e Borges (2009)

Além da temperatura, outros parâmetros influenciam a camada nitretada do aço 15-5PH, tais como a pressão e a taxa de fluxo de gás ionizante. Cohen, Boas e Rosen (1985) estudaram como essas variantes se comportam e perceberam que com o aumento da taxa de fluxo aumenta-se a espessura da camada de compostos e a de difusão, enquanto com a elevação da pressão a camada de compostos é aumentada em detrimento da camada de difusão.

Também no mesmo estudo foi proposto uma fórmula para a espessura da camada de difusão, apresentada pela equação (1), onde "N" é a concentração de nitrogênio na superfície, "D" a difusividade do nitrogênio na ferríta, "t" o tempo de tratamento, "R" a razão entre o nitrogênio e outros elementos de liga na fase de nitreto e "x" a concentração original desses elementos de liga. Através dessa fórmula foi possível determinar o que se chamou de "condição otimizada para nitretação (para 15-5 PH envelhecido), que foi com temperatura de 450°C por 1 hora, com pressão igual a 8Torr e fluxo de gás de 48 cm³min⁻¹. Com essas condições foi possível obter uma camada de difusão livre de camada de compostos. (COHEN; BOAS; ROSEN, 1985)

$$d = (2nDt/Rx))^{\frac{1}{2}},$$
 (1)

Para o estudo da evolução da dureza em aços inoxidáveis martensíticos, Frandsen, Christiansen e Somers (2005) estudaram e obtiveram resultados expostos na figura abaixo. Apesar do material estudado ter sido o Sandvick Nanoflex®, ele possui dureza sem nitretação semelhante ao 15-5PH, que é de 1000HV a 1150HV (AK Steel, 2017). No estudo foi variado o tempo de nitretação para uma temperatura de 698K e percebeu-se que para tempos maiores a dureza da camada superficial foi aumentada, chegando a um máximo de 2000HV para 16 horas de tratamento. Também se aumentou a espessura da camada com o tempo, aumentando de 7µm para 4 horas para 21µm para 16horas. O gráfico mostrado na Figura 8 ilustra os dados encontrados.



Para estudar a microestrutura do 15-5PH nitretado, Bernardelli, Santos e Borges. (2009) realizaram a difração de raios-X e obtiveram os resultados expostos na Figura 9.



Figura 9 - Difractogramas de raio-X para aços com e sem nitretação. Nomenclatura: N – nitretação, S – não nitretado, Centena posterior – temperatura em Celsius de tratamento e Numero Subscrito – tempo em horas de nitretação.

Fonte: adaptado de Bernardelli, Santos e Borges (2008)

Assim, foi possível notar que com o aumento da temperatura e do tempo de tratamento, os picos correspondentes as fases γ' (austenita) e CrN aumentaram, ao passo que os picos de ε diminuíram. Além disso, descobriu-se que as transformações de fase se dão da seguinte forma: inicialmente a matriz α' (martensita) se transforma numa martensita supersaturada em nitrogênio α'_N . Conforme a introdução do nitrogênio vai aumentando, devido a sua ação estabilizadora de austenita, ele se transforma em γ' C.F.C. Para baixas temperaturas a α'_N se transforma em γ'_N (austenita supersaturada em nitrogênio). (BERNARDELLI *et al.*, 2009).

Outro estudo demonstrou, também através de difração por raios-X, que a composição da camada de compostos é α-Fe e γ'-Fe₄N, sendo que a camada de

austenita apresenta os óxidos Fe₃O e (Cr,Fe)₂O₃. Para a camada de difusão a matriz é formada por α-Fe com CrN e apresenta duas fases de nitretos, Fe₄N Ni₃N. (COHEN *et al.*, 1985)

O estudo de Bernardelli (2007), no qual esse trabalho se baseia, obteve valores de Dureza de camada composta (Dc), espessura de camada composta (ec), conforme mostrado na Figura 10 e 12.



Figura 10 – Espessura e dureza de camada composta de aço 15-5PH nitretado a plasma por diferentes tempos e temperaturas de nitretação

Fonte: Bernardelli (2007)

A espessura de camada composta aumentou proporcionalmente em relação ao tempo e temperatura de tratamento, o que segue a tendência de outros estudos. Já a dureza da camada composta, apesar de ter aumentado de 713K para 763K, diminuiu de 663K para 713K, o que pode ser explicado pela quantidade de γ' e ϵ na amostra tratada a 663K por 2 horas e pelo aumento das linhas de difração referentes a fase γ'^4 e das linhas de difração não identificadas, fato explicado pela Figura 11, cuja nomenclatura é igual à da Figura 9. (BERNARDELLI, 2007)





Fonte: Bernardelli (2007)

Figura 12 – Dureza de núcleo de aço 15-5PH nitretado a plasma por diferentes tempos e temperaturas de nitretação



Fonte: Bernardelli (2007)

A dureza do núcleo foi favorecida no tratamento a 663K por 6 horas, fato que é explicado pela provável formação de estrutura 9R nos precipitados de cobre, os quais estavam finamente distribuídos na fase original da matriz. Além disso, o processo de envelhecimento se iniciou na condição de tratamento a 763K por 2 horas, o que

esclarece o decréscimo de dureza desta faixa de temperatura para 763K. (BERNARDELLI, 2007)

2.4 DESGASTE

O desgaste pode ser definido como um dano à superfície de um material, geralmente com perda progressiva de volume, devido a um movimento relativo entre a superfície e as substâncias em contato, causando mudanças topográficas e estruturais. O desgaste é dividido em quatro mecanismos: abrasivo; por fadiga de contato; por corrosão e; por adesão. (ASM Handbook, 2006)

Vários fatores afetam o desgaste, como a própria substância abrasiva, sua forma e dureza, a temperatura, a velocidade de contato, o carregamento, a umidade do ambiente e os efeitos corrosivos. (ASM Handbook, 2006). A Figura 13 ilustra os mecanismos de desgaste:



Fonte: adaptado de Kragelski (1971) apud Kovařikova et al. (2015)

Dentre os diversos mecanismos diferentes de desgaste: abrasivo, adesão, fadiga e por corrosão, para analisar as características da camada nitretada escolhemos o abrasivo.

2.4.1 DESGASTE ABRASIVO

Classificasse como desgaste abrasivo aquele que ocorre quando um objeto sólido é carregado contra partículas de um material com dureza igual ou maior.

Inicialmente foi pensado que esse tipo de desgaste funcionava de maneira semelhante a um corte por uma ferramenta de torneamento, mas estudos microscópicos demonstraram que vários outros processos estão envolvidos, como a aragem, a microfadiga, a cunha, a micro fissuração e o corte. (KOVAŘÍKOVÁ *et al.*, 2015) A Figura 14 apresenta a formação de desgaste abrasivo em três dos modos citados.





Dentre os processos de desgaste abrasivo, tem-se o corte como o mais severo para materiais dúcteis, sendo que, quando a substância abrasiva entra em contato com o material, retira uma parte deste da mesma maneira que uma ferramenta de usinagem retira cavaco de um material. As equações a seguir conseguem definir a perda de volume (W) e a resistência ao desgaste (R), onde k é o coeficiente de desgaste abrasivo, L o carregamento, d a distância do riscamento e H a dureza do material. (ASM Handbook, 2006).

$$W = Kab * \frac{Ld}{H} = R^{-1}, \tag{2}$$

O coeficiente de desgaste abrasivo é definido através da fórmula a seguir e é dependente de β , propriedade de fratura do material desgastado, ΔV_g , volume de ranhura, que são mais exemplificados pela Figura 15. (KATO; ADASHI, 2001)

$$K_{ab} = \beta \frac{\Delta V_g H}{W} \tag{3}$$

Figura 15 - Diagrama esquemático do perfil deixado pelo desgaste abrasivo. ΔVg : volume de ranhura, e ΔVr : volume dos cumes das laterais



Fonte: Kato e Adashi (2001)

Outros estudos empíricos tentam explicar as mesmas propriedades de maneira distinta. Um deles define a perda de volume por meia da eficiência de abrasão por intermédio das equações (4) e (5), sendo que f_{ab} a efetividade de desgaste e Av a área em Vg, A1 e A2 as áreas em Vr na Figura 16. (Zum Gahr, 1987 apud ASM Handbook, 2006)

$$W = f_{ab}A_{\nu} \tag{4}$$

$$f_{\nu} = \frac{A_{\nu} - (A_1 + A_2)}{A_{\nu}},\tag{5}$$

Por fim, Khrushchov (define a perda volumétrica através do módulo de elasticidade, onde E é o módulo de Young e k é uma constante do material.

$$W = \frac{k}{E^{1,3}} \tag{6}$$

2.4.2 DESGASTE EM AÇOS NITRETADOS

Como já explanado anteriormente nesse trabalho, um dos objetivos da nitretação por plasma é aumentar a resistência ao desgaste dos materiais, dentre eles, os aços tipo PH.

Desta maneira, Yost *et al.* (1983), estudaram o efeito da implantação de íons de nitrogênio no desgaste de aços inoxidáveis 15-5PH, através de ensaios para

caracterização de desgaste e coeficiente de atrito para amostras com e sem nitretação para dois materiais de pinos (aços inoxidáveis tipo 440C e 304). Eles perceberam que a distância da superfície original para a parte mais profunda do perfil em média é significativamente menor em relação a um carregamento normal de abrasão para o aço nitretado que o sem nitretação, conforme Figura 16, onde a cor branca representava amostras sem nitretação, a cor preta amostras nitretadas, triângulos testes com pinos de aço inoxidável tipo 440C e quadrados pinos de aço inoxidável tipo 304:





Fonte: adaptado de Yost et al. (1983)

É notável que para carregamentos baixos (até 50gf), a nitretação atuou como um mecanismo de melhora da resistência ao desgaste, ao passo que foram criadas crateras muito mais rasas que sem a nitretação, muito provavelmente por conta das fases de nitretos duros produzidos pelo tratamento termoquímico. O motivo pelo qual as profundidades de crateras se igualaram a partir desse carregado é que a camada nitretada possuía em torno de 1 µm, fazendo com que os aços analisados fossem de mesmas características. (YOST *et al.*, 1983)

Já em relação ao coeficiente de atrito, para aços 15-5PH não há evidencias de resultados benéficos significativos após a implantação de nitrogênio, pois

independente do tratamento envolvido os coeficientes de atritos ficam na casa de 0,6 para vários carregamentos, conforme mostrado na Figura 17, a qual segue as mesmas regras de legenda da Figura 16. (YOST *et al.*, 1983)



Figura 17- Coeficiente de atrito x Carregamento normal em discos de 15-5PH

Fonte: adaptado de Yost et al. (1983)

Cohen e Rosen (1986) estudaram a relação entre os métodos de nitretação por implantação iônica, gás nitretado e nitretação por plasma com o volume desgastado, e constataram, como mostra a Figura 18, que os comportamentos dos dois últimos métodos são bem similares, se assemelhando até 1,5 m de distância de deslizamento inicialmente a uma função logarítmica e depois seguindo uma função linear. Já o método de implantação iônica foi caracterizado pelo menor volume desgastado até 3 metros de deslize. A partir disso, o comportamento se assemelha a um aço 15-5PH não nitretado, o que é possível de ser explicado pelo fato de a camada nitretada ter sido ultrapassada neste momento do estudo.



Figura 18 - Volume desgastado x distância de deslizamento para aço 15-5PH

Fonte: adaptado de Cohen e Rosen (1986)

Se consideremos apenas os métodos que não colapsaram, por terem gerado uma camada nitretada mais espessa, é notável que o método de nitretação por plasma é o mais eficiente quando o objetivo é o aumento da resistência ao desgaste. (COHEN; ROSEN, 1985)

Em contrapartida, se pensarmos no aço não nitretado, estudos mostram que, mesmo os inoxidáveis endurecidos, por precipitação serem mais dúcteis que outros aços martensíticos, apresentam remoção de volume menores que os austeníticos, em ensaios secos por abrasão de areia. (ASM Handbook, 2006)

Leite *et al.* (2009) estudaram, para o aço ABNT H13, como a variação de temperatura de nitretação por plasma influenciava a resistência ao desgaste e quais mecanismos de desgaste se mostravam presente. As amostras foram temperadas a partir de 1030°C, duplamente revenidas por duas horas a 580°C e posteriormente nitretadas a uma atmosfera de 20% de N₂ e 80% de H₂ por tempos de até 36 horas. A Figura 19 mostra os resultados encontrados.



Figura 19 – Danos de desgaste apresentados nas amostras nitretadas

Fonte: Leite et al. (2009)

Foi observado que para a amostra não nitretada, além de se formarem sulcos, uma intensa deformação plástica com deslocamento de material a favor do movimento e refino de grão, visível acima da linha tracejada, foram observados. Para as amostras nitretadas, à medida que o tempo de tratamento aumenta, a quantidade de sulcos e deformações plásticas é diminuída, assim como a propagação de trincas. O lascamento de material também diminui, mas o tamanho dessas porções de material arrancado aumenta com o tempo de tratamento. (LEITE *et al.,* 2009)

Pinto e Hungria (2013) estudaram os mecanismos de desgaste na camada martensítica do aço AISI 409 por meio do Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação por Plasma (SHTPN – Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding) e, para tal, submeteram o material ao tratamento de nitretação a plasma por 2 horas a 510°C. Comparando-se os perfis de desgaste para cargas de 5N durante 1200 ciclos (20 Hz) para a amostra nitretada e em estado de fornecimento, Figura 20, percebe-se que no estado de fornecimento há deformação plástica na lateral da pista, devido a dureza mais baixa da amostra (150 \pm 2 HV2) em relação a amostra nitretada (1111 \pm 5 HV2). Além disso é possível notar que na amostra nitretada a profundidade do sulco

foi inferior a amostra de fornecimento, chegando a não ultrapassar a rugosidade do material em alguns pontos.





Fonte: Pinto e Hungria (2013)

Em relação aos mecanismos de desgaste, observou-se que para a camada nitretada, Figura 21, teve-se o polimento como mecanismo predominante. Esse mecanismo consiste em romper as asperezas de forma a homogeneizar a superfície. Somado a este fato, desgaste abrasivo também é encontrado, devido ao desprendimento de particulados duros de nitretos da camada e que permaneceram na região de pista durante o ensaio tribológico. (PINTO e HUNGRIA, 2013)

Figura 21 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esqueda) e extremidade (direita) da pista de desgaste da amostra nitretada.



Fonte: Pinto e Hungria (2013)

Marinho (2003) estudou a variação da resistência ao desgaste em relação ao tempo de nitretação a plasma no aço 17-4PH (AISI S17400), o qual possui características muito semelhantes ao 15-5PH. A nitretação variou de 400 a 550°C, sendo que algumas amostras também sofreram envelhecimento por 4 horas a 550°C. Conforme mostrado na Figura 21, o desempenho das amostras nitretadas foi superior à que não sofreu o tratamento, devido a possuírem dureza elevada. Conforme mostrado na Figura 22, o mecanismo de desgaste mais proeminente foi, para amostras mais duras, o microcorte e, para amostras mais dúcteis, o microsulcamento. Também se encontrou microlascamento nas amostras envelhecidas.

Figura 22 - Microscopia eletrônica de varredura do centro (esqueda) e extremidade (direita) da pista de desgaste da amostra nitretada.



Fonte: Pinto e Hungria (2013)

2.5 SCRATCH TEST

Por definição o Scratch Test, ou ensaio de riscamento, é um teste que possibilita a análise do das propriedades de uma superfície. O teste é extremamente amplo e pode ser usado para diversos propósitos, sendo eles: avaliação da adesão da camada sobre o material de base, estudo sobre a resistência superficial sob abrasão, identificação dos mecanismos de deformação da superfície e dimensionamento quanto à existência a riscos. (ASM Handbook, 2006)

Existem diferentes tipos de Scratch Test, eles são divididos principalmente em testes de alta velocidade e baixa velocidade. A definição de qual tipo de teste será usado depende de quais variáveis se deseja analisar. A Figura 23 apresenta os diferentes dispositivos de riscamento disponíveis. (ASM Handbook, 2006)

Figura 23 – Diferentes dispositivos de riscamento. (a) e (b) Linear; (c) Rotação; (d) Pendular (e) Tipo Esmeril



Fonte: Jacobsson et al. (1992) apud ASM Handbook (2006)

O mecanismo do teste consiste na aplicação de uma força normal a superfície e uma velocidade tangencial, que gera uma força tangencial a superfície. Esse movimento gera o risco e vários fatores influenciam nas características de risco e tipo de teste escolhido. A Figura 24 mostra quais parâmetros afeta cada um destes aspectos de teste, onde Ft é a força tangencial, Fn é força normal e v é a velocidade de movimento. (ASM Handbook, 2006)



Figura 24 – Parâmetros encontrados no Scratch Test

Peça de Trabalho material microestrutura tratamento térmico tratamento mecânico temperatura

Fonte: adaptado de ASM Handbook (2006)

O Scratch Test pode ser aplicado na caracterização de superfícies resistência à abrasão de camadas superficiais nos mais diversos materiais de base. Essa capacidade se dá pela geração de apenas micro deformações no corpo de prova, não afetando assim a estrutura de materiais dúcteis. Essa qualidade confere ao Scratch Test uma grande versatilidade quanto ao material de teste. (KUIRY, 2012).

Também sobre a versatilidade do teste, geralmente o experimento é executado em ambiente com temperatura e atmosfera controlados, assim possibilitando a repetição do experimento em diferente s amostras em condições ambientais iguais. Além de permitir os testes em condições de aplicação comum e simular aplicações em situações extremas. (KUIRY, 2012)

microestrutura

Um parâmetro importante no Scratch Test é a carga crítica em um ensaio com carga variável. Soprano (2016), que estudou a influência de substratos macios no desempenho tribológico de revestimentos de DLC, percebeu que a carga crítica foi aquela onde houve crescimento rápido da forma de atrito da força atuante, conforme mostra a Figura 25- (ASM Handbook, 2006).



Figura 25 - Coeficiente De Atrito X Força Normal Aplicada Em Scratch Test

Fonte: Soprano (2016)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma das etapas de realização de ensaios e caracterização deste projeto de pesquisa está disposto na Figura 26. O detalhamento das etapas será feito nos tópicos posteriores.





Fonte: Autor

3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS (CORPOS DE PROVA)

As amostras que foram utilizadas são de aço 15-5PH, as quais foram preparadas no mestrado de Bernardelli (2007. Com isto, esta etapa de preparação das amostras não faz parte deste projeto de pesquisa, sendo este dedicado a avaliação da resistência ao desgaste. Os ensaios de microdureza Vickers, de avaliação da espessura de camada, de avaliação de fases por Difração de Raios-X e de corrosão também foram realizados no mestrado de Bernardelli (2007)

Para melhorar o entendimento do trabalho, optou-se por descrever no capítulo de materiais e métodos. Com o exposto, são descritos a seguir as condições de tratamento das amostras: As amostras foram nitretadas utilizando os seguintes parâmetros, conforme apresentado na Tabela 2. Além disso, uma primeira amostra de caráter de fornecimento do aço15--5PH foi utilizado como parâmetro de

comparação das vantagens e desvantagem do processo. Daqui em diante, a sigla para identificação desta amostra será "AF".

Amostra	Temperatura [K]	Tempo [h]
N663.2	663	2
N763.2	763	2
N663.6	663	6
N713.4	713	4
N763.6	763	6

Tabela 2 - Relação de amostras da tese de dissertação de mestrado de Bernardelli (2007)
	/

Fonte: Autor

3.2 MÉTODOS DE ENSAIO

3.2.1 EQUIPAMENTOS PARA ENSAIOS TRIBOLÓGICOS

O ensaio de Scratch Test foi executado no equipamento CETR-UMT- Bruke (Center for Tribology Research – Universal Materials Tester) do Laboratório de Superfícies e Contato (LASC) da UTFPR. Os ensaios variáveis foram realizados com cargas variantes de 20 a 50 N com pino de riscamento tipo Rockwell C de raio 0,2mm. Todas as trilhas tiveram 5mm de comprimento. Os ensaios de riscamento realizados foram executados a seco.

Para realizar o teste de acordo com a norma ASTM G171, que descreve a execução do Scratch Test, devem ser tomadas algumas ações, dentre elas a utilização de uma ponteira (indentador) de diamante. Há ponteiras de outros materiais, mas devido à dureza elevada do corpo de prova do ensaio, optou-se por seguir a norma e utilizar a ponteira de material que garanta um resultado consistente.

Os dados adquiridos pelo equipamento a cada tomada de tempo foram:

- tempo [s];
- força normal [N];
- força de atrito [N];
- coeficiente de atrito cinético [mí];
- posição da base [mm];

A aquisição dos dados acima mencionados ocorreu a cada 0,001 s, ou seja, a frequência de aquisição dos dados é de 1 kHz.

Os principais ensaios necessários para a realização deste estudo estão dispostos a seguir.

<u>Ensaio de riscamento com carga progressiva</u>: foi-se necessário realizar este ensaio, para definir a carga crítica de desgaste. Para isso fez-se um ensaio com um escalonamento de carregamentos de 20 a 50 N.

Determinação da carga crítica: realizada através da verificação da variação do coeficiente de atrito e posteriormente, sendo confirmada por microscopia eletrônica de varredura. Esse método foi utilizado, visto que durante o ensaio tribológico, o rompimento da camada é identificado pelo crescimento rápido da forma de atrito vertiginoso da força de atrito atuante. Também foi realizado um ensaio de carga variante na amostra de fornecimento a fim de comparação.

Ensaio de riscamento com carga constante: Para que fosse possível comparar os efeitos dos diferentes tempos e temperaturas de nitretação, realizou-se o ensaio de Riscamento com carga constante, sendo esta a ²/₃ da carga crítica determinada anteriormente, fazendo com que fosse possível uma melhor comparação entre as diferentes condições de tratamento das amostras. Estes ensaios resultaram em uma trilha de desgaste constante. Além disso, na amostra de fornecimento, foi realizado um ensaio constante para cada uma das forças determinadas para as amostras nitretadas.

3.2.2 CARACTERIZAÇÕES

<u>Análises das trilhas de desgaste por MEV</u>: realizou-se a análise por Microscopia Eletrônica de Varredura das trilhas de desgaste, a fim de determinar mecanismos de desgaste envolvidos. As análises por MEV foram realizadas utilizando um microscópio modelo EVO-MA15, da marca Zeiss, pertencente a UTFPR. Para a amostra de fornecimento, foi realizada análise apenas para a trilha com desgaste variável e em força constante compatível com as amostras N663.2 e N763.6, visto que a diferença foi insignificante para as demais relações.

<u>Análise via Interferometria Óptica:</u> através do interferômetro CCI Talysurf Lite, fabricado pela Taylor, fez-se esta análise, a qual teve como objetivo definir a profundidade, o volume e assim definir as deformações obtidas. Para as amostras de

fornecimento foi realizada a análise para as mesmas condições já referenciadas na análise de MEV.

O Volume de desgaste foi calculado através da Equações 7 e 8, conforme encontrado em Pintaude, 2018. A área de pico e vale foi definida como a média das áreas de vale encontradas a cada 0,5 mm de risco no ensaio de interferometria óptica. Para a determinação da largura da área de pico, se considerou o fim desta como sendo quando a topografia encontrava a linha média.

$$V = K.F.s \tag{7}$$

$$K = \frac{A_2 \cdot s}{F \cdot s} \tag{8}$$

O fator de abrasão foi calculado através da Equação 9, em concordância com o que sugere Pintaude (2018), onde A1 é a área de sulco e A2 é a área dos vales. A profundidade da trilha foi definida como a média das profundidades encontradas no ensaio de Interferometria Ótica, onde foram realizados cortes a cada 0,5 mm de risco.

$$fab = \frac{A_2 - A_1}{A_2} \tag{8}$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados experimentais do efeito do tempo e da temperatura do tratamento concomitante de nitretação e envelhecimento a plasma do aço inoxidável 15-5PH no desgaste. As variáveis escolhidas para resposta foram o coeficiente de atrito, o volume removido de material, o fator de abrasão e os mecanismos de desgaste.

4.1 COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO SOB CARGA VARIÁVEL

Conforme já explanado no capítulo anterior, para determinação da força crítica de desgaste foram realizados ensaios com carga progressiva de 20 a 50N. Conseguiu-se obter esse parâmetro para todas as amostras nesse intervalo de forças de desgaste e o resultado pode ser encontrado na Figura 27, que mostra a variação do coeficiente de atrito com o deslocamento do riscamento. O resultado do coeficiente de atrito tendo uma variação mais acentuada quando atinge a força crítica foi condizente com os resultados obtidos por Soprano (2016), já mostrados na Figura 25.



Figura 27 – Variação De Coeficiente De Atrito De Amostras Nitretadas

Fonte: Autor

Um resultado interessante quando da determinação da força crítica foi que as amostras nitretadas a 663K apresentaram menores forças críticas que as nitretadas em temperaturas maiores sob mesmo tempo de tratamento. Isso pode ser relacionado com as temperaturas de nitretação, sendo que temperaturas mais baixas apresentam durezas de camada composta menores e, por consequência, apresentando menor resistência ao desgaste. Entretanto, a amostra N663.6 apresentou maior força crítica que a N663.2, fato que pode ser determinado pelo aumento de CrN presente, conforme difratogramas de raios-x obtidos por Bernardelli, 2007, dispostos na Figura 9.

As trilhas de desgaste apresentaram comportamento semelhante, obtendo deformações plásticas e desgaste por adesão. As amostras com maiores tempos de nitretação obtiveram deformações plásticas mais tardias e maiores pontos de desplacamento, muito por consequência da elevada dureza que apresentam. As Figuras 28 a 32 apresentam os aspectos gerais de cada uma das pistas de desgastes, relacionando cada imagem com o momento do gráfico de coeficiente de atrito que ela representa.



Figura 28 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N663.2 no ensaio progressivo com Detalhe para Pontos da Trilha

Fonte: Autor

Como visto na Figura 29, a amostra N663.2 apresentou trincas transversais ao movimento do pino, conforme já encontrado por Jeong e Myung (2001) e ocasionada pelas tensões geradas pelo desgaste. Também houve deformações plásticas na parte média da trilha e abrasão quando está, de acordo com o trabalho de Soprano (2016) já tinha atingido a carga crítica. Já a amostra N773.2, cujo ensaio progressivo é mostrado pela Figura 30, os postos de deformação plástica e abrasão ocorrem com cargas maiores do que na amostra N663.2, devido ao aumento da temperatura de nitretação que ocasionou aumento de dureza da camada composta e de espessura, como já mostrado na Figura 10.

Figura 29 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N763.2 no ensaio progressivo com Detalhe para Pontos da Trilha



Fonte: Autor



Figura 30 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N663.6 no ensaio progressivo com Detalhe para Pontos da Trilha

Fonte: Autor

A amostra N663.6, mostrada pela Figura 31, apresenta deformação plástica na parte média do risco e abrasão quando este atinge o valor de coeficiente de atrito igual a 0,6. Foi observado um ponto de desplacamento de material e é perceptível que as deformações plásticas se tornaram mais proeminentes na parte final do risco. Em contrapartida, a amostra N713.4 apresentou menores pontos de deformação plástica que a amostra N663.6, o que pode ser explicado pelo aumento da dureza e da espessura da camada composta da amostra nitretada a 713K, já mostrado pela Figura 10.



Figura 31 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N713.4 no ensaio progressivo com Detalhe para Pontos da Trilha

Fonte: Autor

Figura 32 - Variação de Coeficiente de Atrito para Amostra N763.6 no ensaio progressivo com Detalhe para Pontos da Trilha



Fonte: Autor

Na amostra N763.6, que apresenta maior tempo e temperatura de tratamento de nitretação, o ensaio originou pontos de desplacamento e vales de rugosidade. Diferentemente do que ocorreu nas outras amostras, no ensaio progressivo com N763.6, o pino desgastante deslizou lateralmente causando uma trilha de desgaste não retilínea.

Para comprovar que a carga crítica se encontrou nos pontos onde houve aumento do coeficiente de atrito de maneira anômala, foi realizada análise em microscopia eletrônica de varredura com EHT (*Extra High Tension*) de 8,00 kV, a qual mostrou em todas as amostras áreas mais esbranquiçadas, caracterizando uma redução na quantidade de nitrogênio. A Figura 33 demonstra esse fato.



Figura 33 – Análises em MeV com EHT=8,00 kV para desgastes de cargas progressivas

Fonte: Autor

A amostra de fornecimento apresentou comportamento diferente das nitretadas, tendo um coeficiente de atrito progressivo, contendo apenas um ponto de discrepância em relação ao coeficiente de atrito, causado por desprendimento de acumulo de material desgastado na ponta cortante, reduzindo bruscamente a superfície em contato com o material. A evolução do COF é mostrada na Figura 34.



Figura 34 – Evolução do Coeficiente de atrito para a amostra de fornecimento no ensaio com carga progressiva.

Fonte: Autor

Em relação os mecanismos presentes no desgaste da amostra não nitretada, é perceptível um corte sem vales de rugosidade ou pontos de abrasão, mesmo sendo com maior quantidade de material deformado plasticamente. A Figura 35 mostra esta condição.

Figura 35 - Riscamento variável (20-50N) em vista geral e detalhada para a amostra de fornecimento



Fonte: Autor

4.2 COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO SOB CARGA CONSTANTE

Após determinação de cada força crítica, realizou-se os ensaios em carga constante, conforme já descrito no capítulo 3. A Tabela 3 mostra as cargas utilizadas em cada amostra.

Amostra	Força crítica [N]	Força constante [N]
N663.2	34,5	23
N763.2	44	29
N663.6	40	27
N713.4	37,5	25
N763.6	47	31

Tabela 3 - Força crítica e constante para cada amostra nitretada

O Volume desgastado, os valores de coeficiente de atrito (COF), média das profundidades máximas de desgaste nos riscos (Pt), volume de material (V), fator de abrasão (F_{ab}) e dureza da camada composta para cada uma das condições de ensaio das amostras nitretadas, bem como para a amostra de fornecimento submetida as cargas já explanadas no capítulo 3 deste trabalho, estão dispostas na Tabela 4 e Figura 36.

Amostra	COF	Pt	V	f _{ab}	Dcc
		[µm]	[µm³]		[HV0,05]
N663.2	0,168 ± 0,011	2,17 ± 0,16	555.389	-	1.278,1 ± 78,5
N763.2	0,103 ± 0,007	$2,24 \pm 0,12$	447.883	0,492	1.295,6 ± 45,6
N663.6	$0,119 \pm 0,007$	2,14 ± 0,15	443.078	0,353	1.318,5 ± 55,4
N713.4	0,150 ± 0,008	$2,29 \pm 0,08$	554.672	0,196	1.210,2 ±76,4
N763.6	$0,094 \pm 0,010$	1,23 ± 0,23	174.133	0,050	1.779,2 ± 48,2
AF-23N	0,131 ± 0,005	$2,13 \pm 0,06$	507.039	-	489 ± 20,5
AF-31N	0,142 ± 0,005	2,71 ± 0,06	727.500	-	489 ± 20,5

Tabela 4 - Valores relacionados ao ensaio de desgaste em carga constante para as amostras nitretadas

Fonte: Autor

Figura 36 - Valores relacionados ao ensaio de desgaste em carga constante para as amostras nitretadas



Fonte: Autor

Quando se compara as amostras nitretadas entre si, é possível observar que o coeficiente de atrito e o volume desgastado diminui à medida que se aumenta o tempo e a dureza da camada nitretada, o que pode estar associado, na maioria dos casos, pelo aumento de dureza nas amostras submetidas a tempos e temperaturas maiores de nitretação.

Em relação ao fator de abrasão, o risco muda de uma tendência de deformação para corte à medida que se aumenta a temperatura e tempo de nitretação, o que pode ser considerado como causa da mudança dos mecanismos de desgaste de predominância em deformação plástica das bordas do risco para o aspecto de corte mais característico, onde os picos são menos proeminentes, conforme mostra as Figuras 37, 38 e 39. O fator de abrasão da amostra N663.2 e das amostras de fornecimento foram omitidos por terem apresentado um resultado negativo.



Figura 37 – Interferometria ótica para risco de carga constante para amostra N663.2

Fonte: Autor



Figura 38 - Interferometria ótica de amostra N663.6

Fonte: Autor



Figura 39 - Detalhe para mecanismos de desgaste encontrados nos ensaios de carga constante das amostras N663.6

Fonte: Autor

Entretanto, em todos os riscos realizados nas amostras nitretadas, tanto em ensaios de carga constante quanto em ensaios de cargas variáveis, houve a presença trincas oriundas do excesso de tensões na camada nitretada das amostras, conforme encontrado também em Yetim *et al.* (2008) e Jeong e Myung (2001). Estas apresentaram formato abaulado, com face convexa em relação ao movimento do pino, o qual é mostrado pelas flechas da Figura 41. Além disso, conforme mostra a Figura 40 foram encontrados vales de rugosidade na amostra N713.4.



Figura 40 – Detalhe para mecanismos de desgaste encontrados nos ensaios de carga constante das amostras N713.4

Fonte: Autor



Figura 41 – Imagem de trincas para todos os riscos de carga constante

Fonte: Autor

Um resultado interessante foi observado na comparação das amostras N663.6 e N763.6. O fator de abrasão não se aproxima do corte ideal, ao contrário do que discutindo anteriormente para as outras amostras. Isso não significa que a amostra com temperatura mais elevada teve uma deformação plástica mais significativa, mas sim, como mostrado nas Figuras 42 a 46, que, ao contrário do ocorrido para as outras amostras, para a N663.6 e N763.6 os picos se confundem com a aspereza normal da

peça e, por conta do volume desgastado ser tão reduzido, a área correspondente aos vales não é tão significativa.



Figura 42 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N663.2 a 2,5mm do início



Figura 43 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N763.2 a 2,5mm do início

Figura 44 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N663.6 a 2,5mm do início





Figura 45 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N713.4 a 2,5mm do início

Figura 46 - Perfil 2D do riscamento constante da amostra N763.6 a 2,5mm do início



Quando se compara as amostras nitretadas com as de fornecimento, conforme mostrado na Figura 36 e na Tabela 4, a amostra N663.2 obteve um volume desgastado maior que a amostra de fornecimento com carga compatível. Este fato contraria a literatura que indicava que, com amostras mais duras, o volume desgastado deveria ser menor. Entretanto, pode-se correlacionar esse aumento de desgaste na amostra nitretada com o fato de a amostra possuir mais nitretos, os quais, quando removidos pelo desgaste, promovem uma redução volumétrica maior na trilha de desgaste.

Entretanto, quando se faz a comparação da amostra N763.6 com o ensaio na amostra de fornecimento com 31N, a redução no volume desgastado foi considerável na amostra nitretada, sendo esta 4,17 vezes menor que a da amostra de fornecimento.

Desta maneira, é perceptível que para amostras com tempos e temperaturas de nitretação maior, a uma melhoria no desgaste quando se realiza a nitretação a plasma.

Os mecanismos de desgaste envolvidos nos ensaios com carga constante na amostra de fornecimento, como mostra a Figura 47, são o polimento, devido à presença bem menor de precipitados que a amostra nitretada, e alguns pontos de adesão encontrados na amostra com carga de 23 N e um ponto de remoção de material na amostra com carga de 31 N, conforme detalhe mostrado na Figura 48. Através do ensaio de interferometria ótica, foi perceptível a maior quantidade de material de deformação plástica na borda do material, devido a dureza menor da amostra. As Figuras 48 e 49 ilustram este fato para o ensaio com carga de 31N.

Figura 47 – Trilha de desgaste para amostra de fornecimento com carga constante de 23 N



Fonte: Autor



Figura 48 - Trilha de desgaste para amostra de fornecimento com carga constante de 31 N

Fonte: Autor



Figura 49 – Interferometria Ótica de Amostra de Fornecimento com carga constante de 31N

Fonte: Autor

4.3 COMPARAÇÃO ENTRE RESULTADOS OBTIDOS PARA RESISTÊNCIA AO DESGASTE E RESISTÊNCIA A CORROSÃO

Conforme já mencionado anteriormente, Bernardelli (2007) realizou seus estudos nas mesmas amostras deste, entretanto com enfoque na resistência a corrosão. Foi encontrado que a amostra N663.6 obteve a melhor condição de nitretação a plasma para obter resistência a corrosão, visto que obteve uma máxima dureza do núcleo e potencial de corrosão igual a 155.9 ± 21.6 mV, o que foi maior que a condição de fornecimento, que obteve 56.4 ± 39.7 mV.

Os resultados de desgaste apresentado neste trabalho mostram que a amostra N663.6 obteve um volume de desgastado sob carga constante de 443078 μ m³, sendo este o segundo menor encontrado, sendo apenas maior que a amostra N763.6, que obteve valor de volume desgastado de 174133 μ m³. Já no estudo de Bernardelli (2007), a amostra N763.6 obteve o pior desempenho em relação a resistência a corrosão, obtendo valores de potencial equivalentes a -97,36 ± 42,9 mV.

Com o exposto, observa-se que não é possível obter a máxima resistência a corrosão e a desgaste em uma mesma condição de temperatura e tempo de nitretação a plasma para o aço 15-5PH, visto que os melhores rendimentos foram obtidos em amostras diferentes para cada um dos estudos. Entretanto, o melhor custo benefício entre as duas resistências pode ser obtido com temperatura de nitretação 663 K por 6 horas, que possui boa resistência ao desgaste em relação as outras condições e melhor resistência a corrosão.

5 CONCLUSÕES

Sendo o objetivo deste trabalho avaliar a resistência ao desgaste do aço 15-5PH nitretado, pode-se concluir:

• Com o ensaio de carga progressiva, o coeficiente de atrito aumenta quando atinge a carga. Em relação ao COF para os ensaios de carga constantes, este diminui com o aumento do tempo e da temperatura de nitretação.

 O fator de abrasão, com o aumento dos parâmetros estudados, mudou de tendência de deformação plástica para corte. A amostre N763.6 apresentou fator de abrasão de 0,050, o que por si só caracterizaria um risco tendendo a deformação plástica perfeita. Porém, isso se deve a área do sulco ser extremamente pequena, ao ponto de fazer as áreas dos vales se confundirem com a topografia geral da amostra.

 As amostras nitretadas apresentaram, para baixas temperaturas e tempos de nitretação, deformações plásticas e mecanismos de desgaste por abrasão.
Aumentando o tempo e temperatura de nitretação, os mecanismos evoluíram para o corte onde não houve deformação plástica significativa e desplacamento.

 O volume desgastado também apresentou comportamento semelhante aos demais fatores, tendo diminuído à medida que se aumentava o tempo e temperatura de nitretação, tendo a amostra N763.6 menor desgaste (727.500 µm3).

• Excluindo a amostra N663.2, a resistência ao desgaste das amostras nitretadas se mostrou superior à das amostras de fornecimento. Em relação a mecanismos de desgaste, as amostras de fornecimento tiveram mais deformações plásticas de borda de risco que as nitretadas e um aspecto de sulco mais polido, muito por conta da menor dureza e menor presença de precipitados na sua matriz.

 Quando se analisa os resultados obtidos por esse trabalho e pelo estudo de resistência a corrosão do 15-5PH feito por Bernardelli (2007), vê-se que as amostras com melhor resistência a corrosão e desgaste não foram as mesmas, porém a com maior resistência a corrosão (N663.6) obteve a segundo menor volume desgastado, sendo assim uma melhor escolha para situações onde a corrosão e o desgaste abrasivo sejam mutuamente presentes.

 Em suma, a amostra N763.6 obteve o melhor desempenho em relação a resistência ao desgaste, mostrando que a resistência ao desgaste aumenta para o 15-5PH com o processo de nitretação a 763K por 6 horas.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

 Estudo da resistência a tribocorrosão para o 15-5PH nitretado a plasma nas condições aqui estudadas, visto que na maioria das aplicações práticas esta condição desgastante é predominante.

• Realizar o estudo de resistência a desgaste com cargas menores e repetitivas, a fim de estudar a resistência ao desgastaste das condições de 15-5PH nitretado a plasma sobre um outro aspecto de carregamento.

• Estudo mais aprofundado na definição das causas da piora na resistência ao desgaste para a amostras nitretadas a plasma com 663K por 2 horas de 15-5PH em relação ao estado de fornecimento do material

REFERÊNCIAS

AK STEEL CORPORATION. **15-5PH® Stainless Steel**. West Chester Township, 2017

ALVES JUNIOR, C. **Nitretação a Plasma: Fundamentos e Aplicações**, Ed. UFRN, Natal, 2001.

AMERICAN SOCYTE METALS. Alloy Phase Diagrams. In: Metals Handbook,

AMERICAN SOCYTE METALS. Engineering Surface. In: **Metals Handbook**, vol. 5, p. 2535, 2006.

AMERICAN SOCYTE METALS. Heat Treating. In: **Metals Handbook**, vol. 3, p. 1741, 2006.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G171-03(2017)**, **Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017.

BAJGUIRANI, H.R.H. **The Effect of Ageing Upon the Microstructure and Mechanical Properties of Type 15-5 PH Stainless Steel**. Materials Science & Engineering, p. 142-159, 2002.

BERA, B. Adhesive Wear Theory of Micromechanical Surface Contact. International Journal of Computational Engineering Research. Vol.3. p. 73-78 .2013

BERALDO, C. H., Efeito da Temperatura de envelhecimento sobre as propriedades mecânicas e resistência à corrosão por pite do aço inoxidável martensítico endurecido por precipitação UNS S46500, 2013. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, São Paulo, 107p.

BERNARDELLI, E. A. *et al.* Role of plasma nitriding temperature and time in the corrosion behavior and microstructure evolution of 15-5 PH stainless steel. **Metallic Materials**. Vol. 48. No2, p. 105-116. 2010

BERNARDELLI, E. A., **Tratamento Concomitante de Nitretação e Envelhecimento a Plasma do Aço Inoxidável 15-5 PH**, 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 127p.

BERNARDELLI, E.A.; SANTOS, L.M.; BORGES, P.C. Tratamento concomitante de nitretação e envelhecimento a plasma do aço inoxidável 15-5 PH. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**. V 26, no 4, p. 217-223. 2007

CALLISTER, W.D. JR. Ciência e Engenharia de Materiais. LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 5 ed., 2002.

CARBÓ, H.M. **Aços Inoxidáveis: Aplicações e Especificações**. ArcelorMittal Inox Brasil, 2008.

CHIAVERINI, V. Aços e Ferros Fundidos. ABM, 6 ed, 1988.

COHEN, A,. BOAS, M., ROSEN, A. The Influence of Ion Nitriding Parameters on the Hardness Layer of 15-5 PH Stainless Steel. **Metallurgical an Protective Coatings**,p. 53-58, 1985.

COHEN, A; ROSEN, A. The influence of the nitriding process on the dry wear resistance of 15-5 PH stainless steel. **Wear**. Vol 108. p. 157-168, 1986.

FRANDSEN, R.B., CHRISTIANSEN, T., SOMERS, A.J. Simultaneous surface engineeting and bulk hardening of precipitation hardening stainless steel. **Surface and Coatings Technology**. Vol. 200 p. 5160-5169. 2006

HABIBI, H. R. Atomic structure of the Cu precipitates in two stages ardening in maraging steel. Center for University Research on Aluminum. Dept. of Appled Sciences, University of Quebec. Quebec, Canadá, 2004

HOKKIRIGAWA, K. AND KATO, K. An experimental and theoretical investigation of ploughing, cutting and wedge formation during abrasive wear, **Tribology Int**. Vol. 21. p. 51-57. 1988

HUALLPA, E.A. Caracterização da Transformação Martensítica em Temperaturas Criogênicas. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

JEONG,B.; MYUNG, K. Effects of pulse frequency and temperature on the nitride layer and surface characteristics of plasma nitride stainless steel. Surface and Coatings Technology, vol. 200, 2006.

KATO, K., ADACHI, K. Wear Mechanism. **Modern Tribology Handbook.** Ed, CRC Press LLC. Cap 7. Volume 1. Páginas 273 -299.

KITAOKA, S. *et al.* Tribochemical wear theory of non-oxide ceramics in gigh temperatura and hisgh pressure water. **Wear**. Vol. 205. p. 40-46. 1997

KOVAŘÍKOVÁ, I. *et al.* **Study and characteristic of abrasive wear mechanisms.** Institute of Production Technologies – Faculty of Materials Sciences and Technologies of Slovak University of Technology. 2015.

KUIRY, S. Adavanced Scratch Testing for Evaluation of Coating. Brucker Nano Surfaces Division. 36 slides. 2002

LEITE, M. V. *et al.* Desgaste e Atrito da camada nitretada do aço ABNT H13 nitretado por plasma pulsado. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**. Vol.6, n. 2, p. 67-72. São Paulo, 2009.

MARINHO, R. R. **Nitretação a plasma em aço inoxidável 17-4 PH**, 2003. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 90p.

OLIVEIRA, W.C., MARCHI, L.A., GONZALEZ, B.M. Influência do Cromo no Envelhecimento após deformação em fios de aço perlítico trefilados. Revista Escola de Minas. Vol 56, n°4. Ouro Pretro, 2003

PINTO, R.; HUNGRIA, V. **Desgaste por deslizamento da camada martensítica obtida por meio do SHTPN no aço inoxidável ferrítico AISI 409**. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2013.

PINTAUDE, G. Scratch Testing Micro-Scale Abrasive Wear Testing.Universidade Tecnológica Federal do Paraná. 48 slides. 2018

REED-HILL, R.E. **Princípios de Metalurgia Física.** Editora Guanabara Dois S.A., 2 ed, 1982.

SANTOS, L.M.A., WOLLMANN, D., FILIPAKI, T.I., BERNARDELLI, E.A., DOS REIS R.F., BORGES, P.C. **Propriedades de Camada no Aço Inoxidável 15-5PH após nitretação a plasma e solubilização.** Universidade Federal de Uberlândia, 2007

SEKLER, J; STEINMANN, P.A.; HINTERMANN, H.E. The Scratch test: Different critical load determination techniques. **Surface and Coating technology**. Vol. 36. p. 519-529, 1988

SHACKELFORD, J.F. Ciência dos Materiais. Pearson Prentice Hall, 6 ed. 2008.

SOARES, M. R. S. **Efeito dos ciclos de envelhecimento no comportamento de ligas de alumínio**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade de Aveiro. Departamento de Engenharia Cerâmica e Vidro 114p. vol. 4.p. 2173, 2009.

SOPRANO, P.B. Avaliação do efeito da topografia de substrates macios no desempenho tribológico de revestimentos de DLC. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina. Departamento de Engenharia Mecânica. 87p. 2016

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

YOST, F. G. *et al.* The effects of N⁺ implantation on the wear and friction of type 304 and 15-5 PH stainless steels. **Thin Solid Films**. Vol. 107. p. 287-295. 1983