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

JORGE LUIZ TONELLA JUNIOR

# ESTUDO COMPARATIVO DE MICROABRASÃO NO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ISO 5832-1: SOLUBILIZADO, NITRETADO POR PLASMA EM BAIXA TEMPERATURA E PROCESSADO VIA SHTPN

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CURITIBA 2017 JORGE LUIZ TONELLA JUNIOR

# ESTUDO COMPARATIVO DE MICROABRASÃO NO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ISO 5832-1: SOLUBILIZADO, NITRETADO POR PLASMA EM BAIXA TEMPERATURA E PROCESSADO VIA SHTPN

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso - Tcc2 do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Fernando dos Reis Coorientador: Prof. Dr. Márcio Mafra

CURITIBA 2017

## **TERMO DE APROVAÇÃO**

Por meio deste termo, aprovamos a Proposta de Pesquisa "ESTUDO COMPARATIVO DE MICROABRASÃO NO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ISO 5832-1: SOLUBILIZADO, NITRETADO POR PLASMA EM BAIXA TEMPERATURA E PROCESSADO VIA SHTPN", realizada pelo aluno JORGE LUIZ TONELLA JUNIOR, como requisito parcial para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

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

Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova DAMEC, UTFPR Avaliador

Prof. Dr. Euclides Alexandre Bernardelli DAMEC, UTFPR Avaliador

Curitiba, 13 de dezembro de 2017.

# DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais Jorge e Angela Tonella, resultado de trabalhos de uma vida.

## AGRADECIMENTOS

A Deus por ter me dado saúde, forças e paciência para superar os obstáculos.

A UTFPR, incluindo corpo docente, direção e administração pela possibilidade de crescer como humano e profissional, aspirando possibilidades ainda maiores para minha vida.

Ao meu orientador Prof. Ricardo Fernando dos Reis e coorientador Prof. Márcio Mafra, pelo suporte, ensinamentos e parceria.

Aos meus pais, Jorge Luiz Tonella e Angela Marlene Tonella, bem como minha irmã, Janaína Mirielle Tonella, pelo amor e incentivo incondicionais.

Aos meus amigos de laboratório, Peter Werner Dorow, Mateus Jacobi e Rafael Zilio e Vinícius Pandolfo, que foram de grande ajuda para a realização desta pesquisa.

Aos Srs. Durval Böge e seus sócios da empresa Tupytec Serviços De Tratamento Em Metais, que foram de grande ajuda para realização desta pesquisa.

Ao Prof. Rodrigo Perito da UFPR, que se dispôs a emprestar o equipamento de ensaio, fundamental nesta pesquisa.

E a todos aqueles não citados que, direta ou indiretamente, fizeram parte e ajudaram com a minha formação. O meu muito obrigado.

"Se você pode sonhar com isso, então você pode fazê-lo." (Enzo Ferrari)

### RESUMO

TONELLA JR, Jorge Luiz; ESTUDO COMPARATIVO DE MICROABRASÃO NO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO ISO 5832-1: SOLUBILIZADO, NITRETADO POR PLASMA EM BAIXA TEMPERATURA E PROCESSADO VIA SHTPN. 55 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2017.

O presente estudo avaliou a possibilidade do aumento das aplicações do aço inoxidável austenítico em meios que exigem resistência ao desgaste através de dois diferentes métodos de enriquecimento superficial de Nitrogênio . Neste estudo foram utilizadas amostras de aço inoxidável austenítico ISO 5832-1 tratadas por Nitretação por plasma em baixa temperatura - PN e *Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding* – SHTPN, sendo avaliada a resistência ao desgaste através do ensaio de microabrasão. Os parâmetros de avaliação do desgaste foram: Profundidade desgastada, volume desgastado e coeficiente de desgaste. Foi observado que o processo SHTPN tende a conferir maior vida útil em situações envolvendo desgaste ao aço inoxidável austenítico ISO-5832-1, quando comparado ao método PN, podendo-se assim aumentar as aplicações deste aço.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável austenítico, Nitretação por Plasma, SHTPN, Microabrasão, Calowear.

## ABSTRACT

TONELLA JR, Jorge Luiz; COMPARATIVE STUDY OF MICROABRASION ON AUSTENITIC STAINLESS STEEL ISO 5832-1: SOLUBILIZED, LOW TEMPERATURE PLASMA NITRETED AND SHTPN PROCESSED. 55 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2017.

The following research evaluated the possibility of an application's increase of austentic stainless steel in environments that demand high wear resistance through two different nitrogen surface enrichment methods. On this research were used authentic stainless steel ISO 5832-1 samples, treated by Plasma Nitriding (PN) and Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding - SHTPN, being evaluated the wear resistance through micro abrasion test. The evaluation parameters of wear were: Wear depthness, wear volume and wear coefficient. It was noted that the SHTPN process tends to ensure a long life cycle on situations involving wear of authentic stainless steel ISO 5832-1, when compared to the PN method, thus increasing the applications of austentic steel.

**Key words:** Austenitic Stainless Steel, Plasma Nitriding, SHTPN, Microabrasion, Calowear.

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Comparativo entre o aço 304 sem adição de nitrogênio e o aço Fe-17Cr-10Mn-5Ni com adição de Nitrogênio
Figura 2 - Variação da dureza dos aços UNS S30403 e UNS S31803 em relação à porcentagem de nitrogênio em peso
Figura 3 - Tensão limite de escoamento pelo encruamento considerando a variação da quantidade de Nitrogênio
Figura 4 - Análise da microdureza (HV <sub>0,05</sub> ) dos estados NP750, SHTPN e EF variando com a profundidade da amostra
Figura 5 - Gráfico comparativo do Potencial de Circuito Aberto das amostras EF, NP400, SHTPN
Figura 6 - Gráfico comparativo da PP entre os estados NP400, SHTPN e EF21
Figura 7 - Esquema simplificado do dispositivo de ensaio de microabrasão25
Figura 8 - Diâmetro de cratera analisado para estudo26
Figura 9 - Microscopia eletrônica típica do desgaste por riscamento. (COZZA, 2011)27
Figura 10 - Microscopia eletrônica típica do desgaste por rolamento. (Cozza, 2011)27
Figura 11 - Esquema do reator a plasma utilizado nos métodos de enriquecimento de Nitrogênio deste trabalho
Figura 12 - Equipamento de Ensaio em Funcionamento (GRABARSKI & MAFRA, 2012)32
Figura 13 - Padrão para ensaio de desgaste das amostras
Figura 14 - Pontos de medição de diâmetro de cratera
Figura 15 - Barra de medição do Microsoft Paint®34
Figura 16 - Microscopia ótica de uma cratera para o tempo de 900 s. Condição NP40035
Figura 17 - Interferometria 2D de Amostra EF para o tempo de 900 s
Figura 18 - Interferometria 3D de Amostra EF para o tempo de 900 s
Figura 19 - Perfil Vertical da Cratera de Amostra EF no Tempo de 900s
Figura 20 - Interferometria 2D de Amostra NP400 para o tempo de 900s
Figura 21 - Interferometria 3D de Amostra NP400 para o tempo de 900s
Figura 22 - Perfil Vertical da Cratera de Amostra NP400 no Tempo de 900s

Figura 23 - Interferometria 2D de Amostra SHTPN para o Tempo de 900s	. 39
Figura 24 - Interferometria 3D de Amostra SHTPN para o Tempo de 900s	.40
Figura 25 - Perfil Vertical da Cratera de Amostra SHTPN no tempo de 900 s	.40
Figura 26 - Profundidades médias resultantes dos ensaios	.41
Figura 27 - Coeficiente de Desgaste médios resultantes dos ensaios	.42
Figura 28 - Curvas de Desgaste – Profundidade	.43
Figura 29 - Esquema de evolução de formação de cratera para as amostras NP400	.44

# LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros e Resultados da Nitretação PN por um período de 3 horas no AçoISO 5832-1
Tabela 2 - Parâmetros do processo SHTPN para as amostras do aço inoxidável ISO 5832-1. 19
Tabela 3 - Tabela comparativa entre as propriedades do Aço Austenítico ISO 5832-119
Tabela 4 - Composição química do aço inoxidável austenítico ISO - 5832-130
Tabela 5 - Parâmetros iniciais de ensaios32
Tabela 6 - Média dos resultados obtidos nos ensaios EF
Tabela 7 - Média dos resultados obtidos nos ensaios NP400
Tabela 8 - Média dos resultados obtidos nos ensaios SHTPN40
Tabela 9 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 1 EF   51
Tabela 10 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 2 EF51
Tabela 11 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 3 EF51
Tabela 12 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 1 NP40052
Tabela 13 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 2 NP40052
Tabela 14 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 3 NP40052
Tabela 15 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 1 SHTPN53
Tabela 16 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 2 SHTPN53
Tabela 17 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 3 SHTPN53

#### 10

# LISTA DE SÍMBOLOS

C: Carbono

Cr: Cromo

EF: Estado de Fornecimento

Fe: Ferro

Mo: Molibdênio

Mn: Manganês

N: Nitrogênio

Ni: Níquel

NP400: Amostras nitretadas a 400°C que foram estudadas

PH: Endurecido por Precipitação

NP: Nitretação a Plasma

HTGN: Nitretação Gasosa em Alta Temperatura

SHTPN: Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding

Si: Silício

# **SUMÁRIO**

1	INT	RODUÇÃO	12
2	Fun	damentação Teórica	14
	2.1 Aç	os Inoxidáveis	14
	2.1.1	Aços Inoxidáveis Austeníticos	14
	2.1.2	Efeitos do Nitrogênio nas Propriedades dos Aços Inoxidáveis	15
	2.2 Nit	retação por Plasma em Baixa Temperatura (PN)	17
	2.3 Pr	ocesso SHTPN	
	2.4 Cc	mparativo dos processos NP e SHTPN	19
	2.5 Fu	ndamentos de Tribologia	21
	2.5.1	Força de atrito	21
	2.5.2	As Leis do Atrito	22
	2.5.3	Desgaste	23
	2.5.4	Desgaste Abrasivo e Microabrasivo	23
	2.5.5	Classificação dos tipos de desgaste abrasivo	27
	2.5.6	Desgaste entre superfícies de sólidos	
3	PRo	cedimentos metodológicos	
	3.1 Ma	teriais	
	3.2 En	saios	31
	3.2.1	Dispositivo de ensaio	31
	3.2.2	Região analisada	32
4	RES	ULTADOS	35
	4.1 Es	tado de Fornecimento (EF)	35
	4.2 Nit	retada a Plasma a 400°C(NP 400)	
	4.3 So	lution Heat After Plasma Nitring (SHTPN)	39
5	Disc	ussões	41
	5.1 Ajı	iste de Curvas	43
6	Con	clusões	46
R	EFERÊ	NCIAS	47
A	PÊNDIO	CE A – Tabelas dos resultados do ef	51
Α	PÊNDIO	E b – Tabelas dos resultados do np400	
Α	PÊNDI	CF c – Tabelas dos resultados do shton	53
<i>'</i> ``			

## 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos possuem grande aplicação na indústria devido a excelente resistência à corrosão. Foram desenvolvidos na década de 1910, na Alemanha, para a produção de navios, buscando se obter um material resistente à corrosão em ambiente marinho. A aplicação do aço austenítico poderia ser maior se não fosse a sua baixa resistência ao desgaste..

Diversas técnicas são empregadas para melhorar a resistência ao desgaste ao mesmo tempo em que se busca manter inalteradas (ou ainda melhorar) a resistência à corrosão do aço austenítico. Dentre as maneiras de se melhorar as propriedades mecânicas relacionadas a melhoria do comportamento ao desgaste está o enriquecimento superficial com nitrogênio em solução sólida. Para tanto, destacam-se as técnicas de nitretação por plasma em baixa temperatura (PN), implantação iônica, nitretação gasosa em alta temperatura (HTGN) e o SHTPN (*Solution Heat Treatment After Plasma Nitriding*) (REIS *et al,* 2011). Com base nisso, este estudo comparou dois métodos de enriquecimento superficial de Nitrogênio: Nitretação por plasma em baixa temperatura do a resistência ao desgaste, utilizando ensaio de microabrasão.

O objetivo deste trabalho foi verificar o comportamento ao desgaste do aço inoxidável austenítico ISO 5832-1, conforme fornecido (solubilizado), nitretado por plasma em baixa temperatura e processado via SHTPN. A melhoria da resistência ao desgaste dos aços inoxidáveis pode resultar noo aumento da gama de aplicações deste material, torna-se uma alternativa para um projetista que deseja reduzir custos, realizando a substituição de ligas mais caras por um aço inoxidável austenítico que possa ter uma vida útil similar. O enriquecimento superficial de Nitrogênio, em solução sólida, seja via nitretação por plasma em baixa temperatura (PN) ou via SHTPN, mostra-se uma alternativa para melhoria das propriedades de desgaste.

Estudos já realizados por Reis e Pandolfo (2015) mostram que o método SHTPN possibilita a formação de camadas enriquecidas em nitrogênio de até duas ordens de grandeza maiores que as obtidas pela nitretação por plasma em baixa temperatura (PN), melhorando as propriedades de resistência à corrosão em relação ao estado de fornecimento (solubilizado). Sabendo que a introdução do nitrogênio em solução sólida irá promover o endurecimento por solução sólida intersticial, busca-se um método eficiente, no qual não ocorra formação de nitretos de cromo no aço, evitando assim danos a sua resistência à corrosão.

# 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 2.1 Aços Inoxidáveis

Aços inoxidáveis são ligas metálicas compostas de Ferro e Carbono, assim como os aços carbonos comuns, porém com a adição de Cromo e em alguns casos de Níquel e Molibdênio. Pelas definições da Associação Brasileira de Aço Inoxidável (ABINOX) um aço só pode ser considerado inoxidável caso tenha mais de 10,5% (peso) em Cromo em sua composição química. (ABINOX, 2017).

Os aços inoxidáveis são comumente divididos em três categorias, embora haja outros tipos de aço inoxidáveis, como Duplex, PH, etc.. A classificação usual é feita da seguinte maneira:

- Aços inoxidáveis ferríticos;

- Aços inoxidáveis austeníticos;

- Aços inoxidáveis martensíticos;

Essa classificação é baseada na microestrutura da matriz formada durante o processo de fabricação ou tratamento térmico do aço inoxidável.

#### 2.1.1 Aços Inoxidáveis Austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos foram desenvolvidos na Alemanha no período Paz Armada a fim de atenuar os problemas de corrosão nos cascos de navios. Estudos e pesquisas levaram a criação do aço inoxidável austenítico, que se mostrou excelente na resistência à corrosão. Com o passar dos anos, o aço inoxidável austenítico adquiriu uma larga aplicabilidade, como na indústria alimentícia, química, nuclear e de biotecnologia (CZERWIEC *et al.,* 2000). Contudo, devido a sua baixa dureza, o seu uso acaba sendo restringido para aplicações nas quais não há uma grande exigência ao desgaste (CZERWIEC *et al.,* 2000), visto que esse aço não apresenta, na condição de solubilizada, as propriedades para suportar esforços derivados de vibrações e contato.

#### 2.1.2 Efeitos do Nitrogênio nas Propriedades dos Aços Inoxidáveis

O nitrogênio é um elemento químico presente em baixos teores nos aços, que melhora as propriedades relacionadas ao desgaste, fadiga, limite de resistência e resistência à fluência (TSCHIPTSCHIN *et al.*, 2007). A adição de nitrogênio em um aço inoxidável permite que o mesmo possa ser utilizado também em aplicações envolvendo desgaste, aliado com a uma ótima resistência à corrosão. Desta forma, amplia-se consideravelmente a gama de aplicações do aço inoxidável. O nitrogênio é um elemento que aumenta a vida em fadiga, limite de resistência, resistência à fluência e à corrosão localizada.

O nitrogênio também afeta as propriedades ligadas a resistência à corrosão de um aço inoxidável, melhorando o comportamento à corrosão por pites e sob tensão ao mesmo tempo que inibe a ocorrência de sensitização, também havendo melhoria nas propriedades de fluência e resistência a fadiga. (SIMMONS, 1996; VOGT, 2001; MACHADO & PADILHA, 2001; BABA et al, 2002). Entretanto, caso haja a adição de nitrogênio a temperaturas acima de 450°C no aço inoxidável, pode ocorrer a precipitação de nitretos de cromo (Cr<sub>x</sub>N<sub>y</sub>), que retiram o cromo da camada passiva do aço inoxidável, prejudicando assim as suas propriedades de resistência à corrosão.

A Figura 1 apresenta o gráfico que mostra a influência do Nitrogênio no aço inoxidável austenítico Fe-17Cr-10Mn-5Ni nas tensões correspondentes ao limite de resistência e escoamento.



Figura 1 - Comparativo entre o aço 304 sem adição de nitrogênio e o aço Fe-17Cr-10Mn-5Ni com adição de Nitrogênio. Fonte: SIMMONS, 1996.

Percebe-se, pela Figura 1, que quanto mais nitrogênio em solução sólida for adicionado ao aço, maiores serão suas tensões de resistência e escoamento. A Figura 2 compara as durezas de dois aços inoxidáveis, o UNS S30403 (Aço Inoxidável Austenítico 304) e o UNS S31803 (Aço Inoxidável duplex), mostrando que a adição de nitrogênio em um aço inoxidável também aumenta a dureza do material.



Figura 2 - Variação da dureza dos aços UNS S30403 e UNS S31803 em relação à porcentagem de nitrogênio em peso. Fonte: GARZÓN & TSCHIPTSCHIN, 2005.

A Figura 3 mostra a influência do nitrogênio no aumento da tensão limite de escoamento, verificou-se que quanto maior a quantidade de nitrogênio no aço inoxidável Fe-18Cr-(7-18Mn), maior é a tensão de escoamento para o mesmo percentual de encruamento.



Figura 3 - Tensão limite de escoamento pelo encruamento considerando a variação da quantidade de Nitrogênio. Fonte: SIMMONS, 1996.

#### 2.2 Nitretação por Plasma em Baixa Temperatura (PN)

A nitretação por plasma em baixa temperatura (PN) é um método consagrado para melhorar propriedades de dureza, resistência à fadiga e ao desgaste de ligas ferrosas e não ferrosas.

O método de nitretação por plasma em baixa temperatura (PN), aplicado para aços inoxidáveis, apresenta como principal característica o emprego de baixa temperatura de modo a inibir a formação de nitretos de cromo, evitando assim o empobrecimento da matriz neste elemento e a consequente perda de resistência à corrosão.

Para os aços inoxidáveis, o método PN deve trabalhar em uma temperatura inferior a 430°C (693K) para evitar a formação de nitretos de cromo, sendo comum a ocorrência de austenita expandida (ou fase S) durante o processo. O aço inoxidável, após a nitretação PN, apresenta melhoria na resistência ao desgaste e à corrosão, mas devido as finas camadas de austenita enriquecidas em nitrogênio (fase S) formadas a aplicabilidade em situações que envolvam desgaste torna-se limitada (REIS, 2011).

Em trabalho anterior (REIS & PANDOLFO, 2015) realizou-se nitretação por plasma em baixa temperatura empregando o aço inoxidável austenítico ISO 5832-1. Os melhores resultados de espessura de camada e isenção de nitretos de cromo foram obtidos para o tratamento realizado em 400°C (673 K), durante três horas. Os parâmetros empregados e os principais resultados obtidos estão resumidos na Tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros e Resultados da Nitretação PN por um período de 3 horas no Aço ISO 5832-1.

Material	Temperatura	Pressã	Atmosfera	Espessura	% N	Ferrita	PREN*	Dureza
da	(°C)	ο		da Camada	(Peso)	(%)		(HV)
Amostra		(Torr)		da Fase	Estimado			
				"S" (μm)				
ISO 5832-1	400	4	20% N <sub>2</sub> /80% H <sub>2</sub>	2,15±0,55	0,90	0	41,31	544 ± 14

\* PREN – Pitting Resistance equivalent number

Fonte: REIS & PANDOLFO, 2015.

O PREN pode ser definido através da equação 2.1, que mede em termos qualitativos a resistência à corrosão por pites do material (ISO, 1992).

$$PREN = \%Cr + 3,3(\%Mo) + 16(\%N)$$
(2.1)

#### 2.3 Processo SHTPN

O processo SHTPN (*Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*) é um processo de enriquecimento superficial de nitrogênio proposto por Reis (2007). O processo SHTPN consiste em duas etapas: Primeiro, é realizada a nitretação por plasma (PN), em uma faixa de temperatura superior a 600°C (873K), com o objetivo de se obter espessas camadas nitretadas, nesta faixa de temperatura haverá formação de nitretos de cromo ( $Cr_xN_y$ ). O próximo passo é a solubilização (tratamento térmico – *Solution Heat Treatment* (SHT)), a fim de decompor os nitretos formados e difundir o nitrogênio para o interior da amostra (REIS *et al.*, 2011).

A Tabela 2 apresenta os parâmetros empregados no trabalho de Reis e colaboradores (2011) no processo SHTPN, bem como os principais resultados obtidos.

### Tabela 2 - Parâmetros do processo SHTPN para as amostras do aço inoxidável ISO 5832-

	Processamento	Espes	sura de camada	% N	
Nitretação	Solubilização	Total	CDU*	(Peso) Região Uniforme	% Ferrita
750 °C / 3 h	1200 °C / 45 min	400 µm	200 µm	0,45	0
*Camada com Dure	eza Uniforme				

Fonte: REIS et al, 2011.

### 2.4 Comparativo dos processos NP e SHTPN

Reis *et al* (2011) chegaram a uma equação empírica que relaciona a porcentagem de Nitrogênio (%N) em solução sólida com a dureza em Vickers (HV), apresentada na equação 2.2 :

$$\% N = 0,0105 HV - 2,4116 \tag{2.2}$$

Baseando-se nos estudos feitos por Reis *et al* (2011), Reis & Pandolfo (2015) e Reis & Durante (2015), pode-se resumir os principais resultados obtidos com os processos de nitretação por plasma em baixa temperatura e SHTPN, conforme Tabela 3.

Condição	Espessura da Camada de Fase "S" [µm]	%Ferrita	% de Nitrogênio (Massa)	PREN
EF		0	0,077 (Volume)	28,14
NP400	2,15±0,55	0	0,900 (Fase S) <sup>1</sup>	41,31
SHTPN	200,00	0	0,450 (Fase S)	34,11

Tabela 3 - Tabela comparativa entre as propriedades do Aço Austenítico ISO 5832-1.

Fonte:REIS & DURANTE, 2015.

<sup>1</sup>Estimado

A Figura 4 compara graficamente as microdurezas entre o estado de fornecimento, nitretação a plasma a 750°C (nitretação antes do tratamento térmico de solubilização) e após o processo SHTPN.



Figura 4 - Análise da microdureza (HV<sub>0,05</sub>) dos estados NP750, SHTPN e EF variando com a profundidade da amostra. Fonte: REIS & PANDOLFO, 2015.

Verificou-se que na superfície a nitretação a plasma a 750°C gera valores de dureza mais elevados, justificado pela presença de nitretos de cromo. À medida que se avança para o centro da amostra, o SHTPN apresenta dureza igual às amostras processadas a 750°Cem torno de 100 µm. Em 200 µm a amostra nitretada por plasma a 750°C está com a mesma dureza que o estado de fornecimento, ou seja, não houve modificação no material base. Para o SHPTN, para profundidade de camada de até 200 µm, observa-se uma dureza da ordem de 275 HV<sub>0,05</sub>, denotando modificação nas características iniciais do material até essa profundidade.

A Figura 5 compara os potenciais de circuito aberto (PCA) em quatro diferentes situações: Nitretada a plasma a 400°C, 750°C, SHTPN e estado de fornecimento.



Figura 5 - Gráfico comparativo do Potencial de Circuito Aberto das amostras EF, NP400, SHTPN. Fonte: REIS & DURANTE, 2015.

Verifica-se que o potencial de circuito aberto da nitretação a Plasma a 400°C é o maior dentre os analisados, fato que pode ser justificado pela maior concentração de nitrogênio em solução sólida conforme apresentado na Tabela 3. Nota-se que a nitretação a plasma a 750°C apresentou um PCA que diminui drasticamente com o tempo, o que permite aplicar a hipótese de que houve formação de nitretos de cromo, prejudicando a resistência à corrosão do aço austenítico.

Na Figura 6 são apresentados os resultados obtidos com polarização potenciodinâmica (PP), que permitem avaliar a resistência à corrosão..



Figura 6 - Gráfico comparativo da PP entre os estados NP400, SHTPN e EF. Fonte: REIS & DURANTE, 2015.

Pode-se afirmar que os estados NP400 e SHTPN possuem resistência à corrosão localizada superiores ao EF. Naquele trabalho não foi possível a determinação do potencial crítico de pite, no entanto foi possível afirmar que o mesmo se encontra em valores acima de 1300 mV (Ag/AgCl) para as condições NP400 e SHTPN.

#### 2.5 Fundamentos de Tribologia

#### 2.5.1 Força de atrito

A força de atrito é definida como a resistência que um corpo apresenta para se mover sobre outro, tal definição é vital para duas classes de atrito cinético:

Rolamento e deslizamento. Apesar dessas definições, é raro encontrar uma força de atrito exclusiva do rolamento, pois mesmo nesse tipo de classe de atrito cinético há a presença de deslizamento. Independentemente do tipo de atrito cinético, é necessário a existência de uma força tangencial para mover o corpo, a razão desta força pela força normal do corpo é conhecida como coeficiente de atrito cinético. A equação 2.3 representa esta razão: (HUTCHINGS, 2017)

$$\mu = \frac{F}{W} \tag{2.3}$$

Onde:

μ: Coeficiente de atrito cinético;

F: Força tangencial aplicada ao corpo;

W: Força normal do corpo em relação ao plano de referência;

#### 2.5.2 As Leis do Atrito

Devido às definições da força de atrito serem em maior parte empíricas e não matemáticas, essas leis atendem grande parte dos problemas envolvendo atrito, contudo, ela não é aplicável a alguns casos, como superfícies lubrificadas. Essas leis foram postuladas por Leonardo da Vinci no século XVII e aperfeiçoada ao longo do tempo (HUTCHINGS, 2017), são elas:

- A força de atrito é proporcional ao carregamento normal;

- A força de atrito é independente da área de contato;

- A força de atrito independente da velocidade de deslocamento.

Para o presente trabalho as três leis serão consideradas válidas, pois serão utilizados dois corpos metálicos, visto que as leis não são aplicadas a polímeros (HUTCHINGS, 2017).

#### 2.5.3 Desgaste

Desgaste pode ser definido como a perda progressiva de massa da superfície ou revestimento de um corpo em contato com outro (HUTCHINGS, 2017) . É um fenômeno complexo, pois considera variáveis que dependem do tipo de contato, deslizamento e propriedades do material. O desgaste por longo tempo prejudica as propriedades do material devido à perda de massa, volume e consequente alteração das dimensões do mesmo, podendo formar concentradores de tensão (SANTOS *et al*, 2015).

O desgaste mecânico pode ser dividido em quatro classes principais (SUH *et al*, 1973):

- Abrasão;
- Adesão;
- Fadiga;
- Corrosão.

O desgaste por abrasão ocorre devido ao contato entre dois materiais com durezas diferentes, sendo que aquele com maior dureza provocará o desgaste no material menos duro. O desgaste adesivo é mais complexo, ocorrendo devido a forças atômicas que ocorrem na interação entre as diferentes superfícies em contato, isto ocorre quando as forças atômicas são mais fortes que as propriedades dos materiais em contato, logo, há a quebra de ligações das superfícies, gerando partículas de desgaste (HARSHA *et al*, 2003). O desgaste por fadiga tem como principais responsáveis às tensões de cisalhamento e deformações cíclicas nas regiões superficial e subsuperficial do material, causando trincas que retiram o mecanismo de desgaste indireto, ocorrem devido a interações químicas entre os elementos do ensaio (SANTOS *et al*, 2015).

#### 2.5.4 Desgaste Abrasivo e Microabrasivo

Hutchings (2017) classifica o desgaste abrasivo em dois grandes grupos: Desgaste abrasivo por deformação plástica e desgaste abrasivo por fratura frágil, sendo que o escoamento plástico pode acontecer isoladamente, mas sabe-se que é comum a união dos dois tipos de desgaste, mesmo em materiais tidos como frágeis. Para um melhor entendimento do desgaste abrasivo, convém estudar cada um dos grupos separadamente.

O desgaste por deformação plástica se dá quando há remoção de material proveniente da deformação plástica do mesmo, tal alteração é relacionada a deformação causada pelo atrito no contato entre as superfícies, gerando calor. O desgaste por fratura frágil acontece quando há a remoção de material por fratura frágil, com uma mínima contribuição da deformação plástica. Este tipo de desgaste se deve a grandes forças tangenciais que incidem superficialmente, sendo essas forças as causadoras de fratura ao invés de escoamento por deformação plástica na superfície do material. Este tipo de desgaste também ocorre quando um metal com maior dureza está em contato com outro com menos duro, sendo a base para os ensaios de microabrasão.

O desgaste abrasivo ocorre por alguns mecanismos de danificação da superfície, como corte, riscamento ou deformação plástica (KHRUSCHOV, 1973). A condição básica para a ocorrência deste tipo de desgaste é que o atrito causado na superfície do corpo de análise deve ser feito por um material abrasivo com uma dureza maior do que o analisado.

Cozza (2011) define a diferença entre desgaste abrasivo e microabrasivo. Tais diferenças englobam taxa de desgaste *Q*, coeficiente de desgaste *K* e tamanho médio das partículas abrasivas  $D_p$ . Tem-se que no desgaste micro abrasivo verifica-se coeficientes de desgaste variando entre  $1.10^{-6}$  a  $2,5.10^{-4} \frac{\text{mm}^3}{\text{N.m}}$ , enquanto que no desgaste abrasivo o *K* varia entre  $1.10^{-2}$  e  $1,2.10^{-1} \frac{\text{mm}^3}{\text{N.m}}$  (COZZA, 2011). Outra diferença significava ocorre no tamanho médio das partículas abrasivas, enquanto nos ensaios micro abrasivos as partículas têm tamanho médio máximo de  $50\,\mu\text{m}$ , no desgaste abrasivo as partículas são superiores a  $50\,\mu\text{m}$ , podendo chegar a 700  $\mu\text{m}$  (COZZA, 2011).Dentre os ensaios de microabrasão, pode-se englobar ensaios de esfera rotativa enquanto que ensaios de abrasão podem ser definidos como pino sobre disco e roda de borracha (COZZA, 2011).

A microabrasão é um fenômeno ligado a desgaste abrasivo, envolvendo taxas menores de desgaste, menores coeficientes de desgaste e abrasivos com tamanho

médio de partícula da ordem de micrometros (COZZA, 2011). A origem do nome microabrasão vem das pequenas profundidades e volumes gerados na amostra a partir do contato com a esfera, tal esforço gera cavidades da ordem de micrometros (STACHOWIAK, 2006).. Esse ensaio, inicialmente tinha como objetivo medir a espessura de camadas metálicas e com o tempo seu uso foi estendido para medições de resistência ao desgaste de revestimentos e superfícies.

O experimento a ser usado neste estudo utiliza o princípio de desgaste abrasivo de três corpos, cujo modo de operação consiste em partículas abrasivas movimentando-se livremente entre duas superfícies distintas (HUTCHINGS, 2017). O aparato de testes consiste em uma esfera, que recebe pasta abrasiva durante o processo, e é posta em contato com uma amostra de material, como pode ser visto de maneira simplificada na Figura 7. O abrasivo utilizado neste tipo de experimento contém partículas da ordem de micrometros ou abaixo,após a análise por microscopia ótica (Figura 8). O volume desgastado é medido através da profundidade da cratera formada pela esfera e calculado a partir de equações geométricas.



Figura 7 - Esquema simplificado do dispositivo de ensaio de microabrasão.

O objetivo de testes de microabrasão é a geração de micro crateras na amostra, tal desgaste é avaliado via microscopia ótica, na qual é possível detectar o diâmetro interno da cratera.



Figura 8 - Diâmetro de cratera analisado para estudo.

Os parâmetros mais comuns para a avaliação do desgaste em microabrasão são o volume de material retirado (V) e profundidade da cratera (P), cujas equações levam em conta o diâmetro de cratera (a) e o raio da esfera (R). As equações 2.1 e 2.2 explicitam as relações de  $V \in P$ , respectivamente (COZZA, 2013).

$$V \cong \frac{\pi a^2}{64R} \quad Para \ b \ll R \tag{2.1}$$

$$P \cong \frac{a^2}{8R} \quad Para \ b \ll R \tag{2.2}$$

Deve-se considerar ainda outro fator: O comprimento de deslizamento que a esfera percorre durante o ensaio, a equação 2.4 define o deslizamento *L* como:

$$L = 2R\pi n \qquad (2.4)$$

A equação 2.4 relaciona a distância de deslizamento *L* com o raio da esfera *R* e com a rotação *n* do dispositivo de testes (MELADO, 2013).

#### 2.5.5 Classificação dos tipos de desgaste abrasivo

O desgaste abrasivo pode ser classificado de acordo com mecanismo de desgaste e as tensões aplicadas no contato. Com relação aos mecanismos de desgaste, a abrasão é apresentada a dois corpos (*two-body abrasion*) e a três corpos (*three-body abrasion*). A abrasão a dois corpos é causada por proeminências duras contidas em um material que desliza sobre o outro, essas superfícies se desgastam por atrito, gerando calor. A abrasão de três corpos acontece quando osabrasivos escoam livremente entre os corpos (HUTCHINGS, 2017), As marcas de desgaste geradas pelas partículas abrasivas no corpo de prova dão origem às denominações de desgaste por riscamento e por rolamento, apresentadas nas Figuras 9 e 10.



Figura 9 - Microscopia eletrônica típica do desgaste por riscamento. (COZZA, 2011)



Figura 10 - Microscopia eletrônica típica do desgaste por rolamento. (Cozza, 2011)

Hutchings (2017) faz a distinção entre os modos de desgaste por riscamento e por rolamento abrasivos. O riscamento abrasivo acontece quando a partícula abrasiva passa pela superfície e atrita contra ela, causando perda de material por atrito, por sua vez, o rolamento abrasivo acontece quando a partícula não raspa a superfície, e sim rola sobre ela, causando um desgaste menos severo. É possível acontecer também um desgaste misto, no qual o riscamento e o rolamento ocorrem simultaneamente.

O desgaste pode ser classificado também de acordo com as tensões presentes nas partículas. O desgaste abrasivo de alto estresse (*high-stress abrasion*) ocorre quando as tensões de esmagamento sobre as partículas abrasivas são muito altas, causando assim quebra dos elementos abrasivos. O desgaste abrasivo de baixo estresse (*low-stress abrasion*) aquelas tensões não são excedidas, assim as partículas abrasivas permanecem inteiras (HUTCHINGS, 2017).

Deve-se levar em consideração algumas limitações dos ensaios, como posicionamento de amostras, forças normais medidas, mudança de condição, variedade de ensaios abrasivos disponíveis. Tais limitações podem incorrer em diferentes resultados.

#### 2.5.6 Desgaste entre superfícies de sólidos

O contato entre superfícies sólidas é geralmente restrito a contatos entre corpos sólidos com durezas distintas, tal contato provoca o desgaste mecânico da superfície do material de menor dureza. Além disso, há casos onde o desgaste abrasivo é causado pelo impacto de partículas duras em uma superfície (STACHOWIAK & BATCHELOR, 2013).

Archard relacionou proporcionalmente o volume desgastado com área de contato e a distância de deslizamento através da equação 2.5, tal relação foi denominada equação de Archard.

$$K = \frac{V}{LF} \tag{2.5}$$

O resultado da equação determina um coeficente K, um índice que mensura a severidade do desgaste. O coeficiente K é também conhecido como coeficiente de Archard ou coeficiente de desgaste. O valor de 'K' não deve ser maior que o valor unitário e verifica-se na prática que o valor de 0,001 é o máximo para desgastes não severos. Tem-se que um valor pequeno de K representa um desgaste causado por uma diferença mínima entre as durezas dos corpos em contato enquanto um valor grande K indica um desgaste severo (STACHOWIAK & BATCHELOR, 2013).

As equações apresentadas serão as que definirão a resistência ao desgaste neste trabalho. Considera-se que quanto menor o volume e a profundidade desgastada em um dado período de tempo, maior será a resistência ao desgaste da condição analisada.

## 3 PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

#### 3.1 Materiais

O material empregado na pesquisa foi o aço inoxidável ISO 5832-1, cuja composição química é apresentada na Tabela 4. A microestrutura de partida foi 100% austenítica, com dureza inicial de 208 ± 3 HV. Utilizaram-se amostras cilíndricas com 15 mm de altura e com diâmetro de 15,2 mm nas seguintes condições: Estado de fornecimento (EF), nitretadas por plasma em baixa temperatura (400 °C) (NP400) e processadas via SHTPN (SHTPN). Os parâmetros de processamento podem ser visualizados na Tabela 02 (NP400) e Tabela 03 (SHTPN).

Tabela 4 - Composição química do aço inoxidável austenítico ISO - 5832-1.

Elemento	С	Mn	Si	Cr	Ni	Мо	Ν	Fe
% em Peso	0,017	1,750	0,350	17,800	14,300	2,760	0,077	Balanço

Fonte: REIS et al, 2011.

Para o ensaio de desgaste por microabrasão (Calowear) empregou-se três amostras por condição de processamento. As amostras foram avaliadas em diferentes tempos de ensaio. Com base nos trabalhos de Grabarski e Mafra (2012), escolheram-se os tempos de 660, 720, 780, 840 e 900 segundo. Tal escolha levou em conta a dureza das amostras NP400 e SHTPN.

A Figura 11 mostra um esquema simplificado de reator por plasma utilizado nesta pesquisa.



Figura 11 - Esquema do reator a plasma utilizado nos métodos de enriquecimento de Nitrogênio deste trabalho. Fonte: BERNARDELLI *et al*, 2008

### 3.2 Ensaios

### 3.2.1 Dispositivo de ensaio

Para o ensaio de desgaste por microabrasão utilizou-se uma máquina de ensaio de desgaste micro abrasivo por esfera livre (CSM Instruments S.A.), posicionando-se a amostra na morsa do equipamento. Após a devida fixação a esfera foi colocada, o gotejamento era iniciado e dava-se início ao ensaio. A Figura 12 mostra a montagem experimental para um ensaio.



Figura 12 - Equipamento de Ensaio em Funcionamento (GRABARSKI & MAFRA, 2012).

Os parâmetros empregados são apresentados na Tabela 5. Levou-se em consideração o trabalho realizado por Grabarski & Mafra (2012), contudo, devido a diferenças de dimensões de amostra, posicionamento e do ângulo de incidência de força (simplificado como ângulo de amostra), obteve-se parâmetros diferentes, visto que a esfera provoca a carga devido à combinação de seu peso e ângulo de amostra.

O abrasivo empregado foi a alumina para polimento metalográfico da marca Teclago (Tecnologia em Máquinas Metalográficas), suspensão nº 4 (1 μm).

Dimensão	Carga	Ângulo	Rotação	Gotejamento	Tempo (s)	Repetições	Abrasivo
da esfera	Aplicada (N)	de	(rpm)	(gotas/s)		(-)	
(in)		amostra					
		(°)					
1	0,450 ~0,550	60	~150	1	660/720/780	3	Alumina
					840/900		Teclago™ Nº4
							1µm

Tabela 5 - Parâmetros iniciais de ensaios

## 3.2.2 Região analisada

Em cada amostra foram realizados 5 testes com diferentes tempos de ensaio (Tabela 5). De modo a garantir uma melhor reprodutividade dos resultados, as regiões testadas foram definidas e posicionadas em um raio de 6 mm em relação ao

centro da face das amostras, conforme ilustra a Figura 13. Salientando-se que foram feitas três repetições, ou seja, foram utilizadas três amostras para o ensaio.



Figura 13 - Padrão para ensaio de desgaste das amostras.

#### .3.2.3 Técnicas de análise empregadas

Após os ensaios as calotas (crateras de desgaste) foram analisadas por microscopia ótica em um microscópio Olympus provido de software de análise de imagens (Image Pro-Plus®), para verificação do mecanismo de desgaste e dimensões, e empregando um interferômetro CCI – LITE da Taylor Hobson, também para verificação de dimensões.Para a medição dos diâmetros de cratera, os resultados de ambas as técnicas foram convergentes e, desta forma, optou-se pela utilização dos valores obtidos na interferometria.

A medição do diâmetro das crateras foi feita via software Image Pro-Plus®, via interferometria e via perfil de profundidade. Com base nos resultados obtidos de diâmetros verificou-se que a diferença foi da ordem de 5%, logo, optou-se pela medição via interferometria 3D utilizando o Microsoft Paint®. Para determinação do diâmetro fez-se a contagem de pixels na imagem do interferômetro comparando com a régua através de programa de edição de imagens Microsoft Paint®, conforme a Figura 14



Figura 14 - Pontos de medição de diâmetro de cratera.

Figura 15 - Barra de medição do Microsoft Paint®.

Com base nas medidas fornecidas pela Figura 15 fez-se a diferença de medida entre os pontos d e c, gerando a Equação 3.1:

$$\emptyset = d - c \tag{3.1}$$

De posse de todas as medidas dos diâmetros das crateras e considerando as equações (2.4), (2.5) e (2.7), procedeu-se o cálculo da profundidade da cratera (P), do volume de material desgastado (V) e do coeficiente de desgaste (k).

# 4 RESULTADOS

Para todas as condições ensaiadas, considerando a micrografia para um tempo de ensaio de 900 s, é possível afirmar que o principal mecanismo de desgaste atuante foi o desgaste abrasivo por riscamento (desgaste abrasivo a dois corpos). Na Figura 16 verifica-se o exposto para uma amostra NP 400.



Figura 16 - Microscopia ótica de uma cratera para o tempo de 900 s. Condição NP400.

### 4.1 Estado de Fornecimento (EF)

As Figuras 17 e 18 mostram o resultado da interferometria para uma amostra ensaiada no tempo de 900 s, sendo a primeira 2D e a segunda 3D.



Figura 17 - Interferometria 2D de Amostra EF para o tempo de 900 s.



Figura 18 - Interferometria 3D de Amostra EF para o tempo de 900 s.

Observando a Figura 17 é possível mensurar o diâmetro da cratera bem como estimar seu relevo, enquanto que a Figura 18 mostra em uma projeção 3D a profundidade da cratera quando comparada a superfície da amostra analisada.

As duas forças medidas foram obtidas no leitor do equipamento de ensaio, sendo a força estática a força antes do início e a dinâmica logo no começo do ensaio. As forças e o diâmetro são valores importantes, pois são valores de entrada nas equações. O número de ciclos foi utilizado para verificação do número de rotações e também para determinar o coeficiente de desgaste, conforme equação (2.5). Calculou-se o comprimento L com uma rotação de 150 RPM, que foi a rotação média nos ensaios, com isto, tem-se um L no valor de 11.963,4 mm/min.

A tabela 6 apresenta os valores médios dos parâmetros estudados, bem como os valores considerando um intervalo de confiança de 90 %.

Tompo	Profundidade P	Volume desgastado	Intervalo de	Coeficiente de Desgaste K	Intervalo de
Tempo	(mm)	V (mm³)	Confiança V (-)	(-)	Confiança K (-)
660	0,012	4,70E-03	6,00E-04	8,32E-08	2,35E-04
720	0,013	5,25E-03	4,22E-04	8,45E-08	1,66E-04
780	0,014	5,50E-03	2,15E-04	8,25E-08	8,45E-05
840	0,015	5,86E-03	4,46E-04	8,23E-08	1,75E-04
900	0,017	6,81E-03	2,39E-04	8,86E-08	9,40E-05

Tabela 6 - Média dos resultados obtidos nos ensaios EF.

Com os resultados da interferometria foi possível ainda verificar a formação perfil da cratera. Para fins de padronização, fez-se a leitura da cratera no interferômetro na direção em que a esfera girou, logo, o eixo do perfil de todas as crateras está no eixo Y, ou seja, eixo vertical. A Figura 19 mostra o perfil de uma amostra EF para o tempo de 900 s.



Figura 19 - Perfil Vertical da Cratera de Amostra EF no Tempo de 900s.

Observa-se que a medida obtida no perfil da profundidade via interferometria, do ponto mais profundo da cratera (em torno de -12  $\mu$ m) até a superfície da amostra (em torno de 6  $\mu$ m) é similar à obtida via cálculo, conforme pode ser observado na Tabela 6.

### 4.2 Nitretada a Plasma a 400°C(NP 400)

Analogamente ao que foi feito nas amostras EF, fez-se a interferometria nas amostras NP400. As Figuras 20 e 21 mostram os resultados da interferometria 2D e 3D, respectivamente, de uma amostraNP400 para o tempo de 900s.



Figura 20 - Interferometria 2D de Amostra NP400 para o tempo de 900s.



Figura 21 - Interferometria 3D de Amostra NP400 para o tempo de 900s.

Verificou-se novamente a formação da cratera, bem como a topografia da amostra e da cratera em perspectiva 2D e 3D.

Os resultados presentes na Tabela 7 são a média dos valores resultantes dos ensaios.

Tempo	Profundidade P (mm)	Volume desgastado V (mm <sup>3</sup> )	Intervalo de Confiança V(-)	Coeficiente de Desgaste <i>K</i> (-)	Intervalo de Confiança <i>K</i> (-)
660	0,009	3,61E-03	5,05E-04	5,96E-08	1,98E-04
720	0,010	4,07E-03	1,63E-03	6,23E-08	6,38E-04
780	0,011	4,40E-03	1,38E-03	6,50E-08	5,43E-04
840	0,013	5,00E-03	1,01E-03	6,69E-08	3,97E-04
a900	0,014	5,64E-03	9,65E-04	6,98E-08	3,79E-04

Tabela 7 - Média dos resultados obtidos nos ensaios NP400.

A Figura 22 traz a imagem obtida via interferometria do perfil vertical da cratera de amostra NP400 para o tempo de 900s.



Figura 22 - Perfil Vertical da Cratera de Amostra NP400 no Tempo de 900s.

Observa-se novamente na Figura 22 que a profundidade calculada na Tabela 7 são similares, corroborando assim como ocorreu no EF que a equação utilizada no estudo conversa com os resultados obtidos via interferometria.

### 4.3 Solution Heat After Plasma Nitring (SHTPN)

Analogamente ao que foi feito para as amostras EF e NP400, fez-se a interferometria para as amostras SHTPN. As Figuras 23 e 24 mostram os resultados da interferometria 2D e 3D, respectivamente, para uma amostra SHTPN pelo tempo de 900s.



Figura 23 - Interferometria 2D de Amostra SHTPN para o Tempo de 900s.



Figura 24 - Interferometria 3D de Amostra SHTPN para o Tempo de 900s.

A Tabela 8 consta com os valores médios obtidos das amostras SHTPN.

Tempo	Profundidade <i>P</i> (mm)	Volume desgastado <u>V</u> (mm <sup>3</sup> )	Intervalo de Confiança V (-)	Coeficiente de Desgaste K (-)	Intervalo de Confiança <i>K</i> (-)
660	0,012	4,63E-03	6,00E-04	7,89E-08	2,35E-04
720	0,012	4,90E-03	4,22E-04	7,55E-08	1,66E-04
780	0,013	4,98E-03	2,15E-04	6,83E-08	8,45E-05
840	0,013	5,12E-03	4,46E-04	6,42E-08	1,75E-04
900	0,013	5,29E-03	2,39E-04	6,89E-08	9,40E-05

Tabela 8 - Média dos resultados obtidos nos ensaios SHTPN

A Figura 25 mostra o perfil vertical da cratera de amostra SHTPN para 900 s. Conforme os outros perfis obtidos, a profundidade da cratera tem medida semelhante ao resultado encontrado via cálculo, presente na Tabela 8.



Figura 25 - Perfil Vertical da Cratera de Amostra SHTPN no tempo de 900 s.

## 5 DISCUSSÕES

Inicialmente verificou-se que os diâmetros obtidos para SHTPN em condições de força semelhante foram maiores quando comparados ao NP400, mas no tempo de 900 s se equivaleram, logo, é possível deduzir que se os tempos de ensaio fossem maiores, as amostras SHTPN teriam uma resistência ao desgaste mais evidente que as amostra NP400. Sabendo que o revestimento do SHTPN é menos duro quando comparado ao NP400, a hipótese de que a camada do SHTPN apresentasse maior desgaste em relação às amostras NP400, em tempos de ensaio menores pôde ser verificada.

Com base nos resultados obtidos fez-se os gráficos para comparar de maneira visual o comportamento das diferentes condições estudadas ao longo dos tempos de ensaio. Foram utilizados os resultados médios presentes nas tabelas 6, 7 e 8. As barras de erro correspondem a um intervalo de confiança de 90 %.



Figura 26 - Profundidades médias resultantes dos ensaios.

Observa-se na Figura 26 que as amostras EF apresentaram maior profundidade de cratera do início ao fim dos ensaios, sendo este o resultado esperado tendo em vista sua menor dureza. Verificou-se, contudo, que as amostras NP400 resistiram mais ao desgaste em tempos menores, enquanto que para os dois

últimos tempos, mesmo com a barra de erros, houve a equivalência de profundidade e posterior ultrapassagem da profundidade do NP400 sobre o SHTPN. Baseado no exposto pode-se afirmar que as amostras SHTPN apresentam melhor comportamento frente ao desgaste para maiores tempos de ensaio.



Figura 27 - Coeficiente de Desgaste médios resultantes dos ensaios

A Figura 27 mostra os Coeficientes de Desgaste resultantes. Pelos pontos nota-se uma tendência do NP400 de crescer linearmente ao passo que o EF tende a ficar estável, tendo um aumento no último tempo. O SHTPN diminui ao longo do tempo, sendo que os dois últimos tempos podem ser considerados iguais devido ao intervalo de confiança.

No caso da Figura 27, as barras de erros ficaram maiores quando comparadas à Figura 26, isto se deve ao fato do coeficiente de desgaste depender de outros fatores, como a força impressa durante o ensaio. Devido à alta sensibilidade da célula de carga, mesmo estipulando um intervalo de forças, houve discrepâncias entre as cargas, somadas ao fato do espaço amostral ser relativamente pequeno, resultando assim em barras de erros maiores.

Mesmo levando em conta as barras de erros maiores, os resultados foram dentro do esperado, com os maiores coeficientes de desgaste acompanhando os maiores volumes e maiores profundidades.

#### 5.1 Ajuste de Curvas

Ao se estudar o comportamento das curvas resultantes percebe-se que a curva SHTPN é mais linear que a NP400, com base neste fato podem-se ajustar as curvas com base em funções matemáticas para se determinar qual curva que mais se aproxima da chamada Curva de Desgaste de cada tipo de amostra. A Figura 28 engloba todas as curvas de profundidade.



Figura 28 - Curvas de Desgaste – Profundidade.

Considerando o intervalo de confiança verifica-se que as curvas NP400 e SHTPN se cruzam no último ponto. Contudo, com os tipos de funções que governam as curvas de cada tipo de processamento de material, tem-se que a curva NP400 ultrapassará a SHTPN devido ao fato da função quadrática ter um incremento superior à curva linear.

Pode-se afirmar com base nas Figuras 26 a 28 que as amostras NP400 resistem mais que as SHTPN em tempos menores, porém a validade da resistência do NP400 é menor que a SHTPN. Esta diferença de comportamento se deve a diferença de dureza e profundidade da camada de nitrogênio difundido, sabendo-se que a NP400 possui uma dureza mais elevada, contudo com uma profundidade bem menor quando comparada ao SHTPN. Portanto, afirma-se que o processamento SHTPN é mais indicado que somente a nitretação para resistência abrasiva por maiores períodos de tempo.

O comportamento NP400 é diferente quando comparado ao EF e SHTPN, devido à pequena profundidade de camada nitretada. O contato da esfera no NP400 estará sempre em contato com um revestimento de dureza elevada, no entanto, atingirá de maneira rápida o substrato do material. Conforme o tempo passa, tem-se o aumento do contato da esfera do substrato, contudo a área em contato com o revestimento também aumenta, atingindo um hipotético contato máximo quando o diâmetro estivesse no mesmo nível da camada nitretada.

A Figura 29 é um croqui do que foi descrito, sendo uma representação da camada nitretada para as amostras NP400.



Figura 29 - Esquema de evolução de formação de cratera para as amostras NP400.

Para as condições SHTPN e EF, dentro dos tempos estudados, a esfera estará sempre em contato com a camada modificada no caso do primeiro e substrato no caso do segundo, desta forma o comportamento verificado para a condição NP400 não se repete. Pode-se concluir que, apesar da alta dureza do nitretado, é necessário a união com a profundidade de revestimento para a maior durabilidade do material. Portanto o processamento SHTPN é o melhor para maior durabilidade do aço inoxidável 5832-1 em condições severas de desgaste microabrasivo.

O comportamento linear das amostras EF e SHTPN deve-se ao fato de que, dentro dos tempos estudados, o desgaste ocorre em uma região de dureza constante (homogênea). A condição EF é homogênea em todo o volume, e para o maior tempo estudado (900 s), a profundidade de cratera para a condição SHTPN é de aproximadamente 13,5 µm, bem abaixo da espessura total da camada endurecida que é de 200 µm. Pode-se observar ainda que para a condição SHTPN a taxa de crescimento para as variáveis estudadas é bem menor.

O crescimento polinomial das variáveis estudadas, para as amostras NP 400, baseia-se no contato constante da camada modificada com a esfera, apesar da profundidade verificada no menor tempo estudado (660 s) ser de aproximadamente 9,60 µm, já superando a espessura da camada modificada que é de 2,15 µm. O que ocorre com o aumento do tempo de ensaio é que o volume de material do substrato (material de base) cresce em relação ao volume de material correspondente a camada endurecida, levando a esse comportamento.

## 6 CONCLUSÕES

A partir do que foi apresentado nos resultados, pode-se concluir:

 As amostras EF apresentaram menor resistência ao desgaste que as amostras NP400 e SHTPN, mostrando que os métodos de enriquecimento superficial com nitrogênio melhoram a resistência ao desgaste do aço inoxidável.

 Nas condições de ensaio deste trabalho verificou-se a tendência das amostras SHTPN suportarem maiores tempos de ensaio do que as amostras NP400.

 A camada nitretada das amostras NP400 tiveram uma variação maior de profundidade de cratera entre cada tempo de ensaio quando comparado à camada das amostras SHTPN.

- Para as condições de ensaio, a vida útil das amostras SHTPN se mostra maior que das amostras NP400.

 Com base na figura 27, verifica-se que o coeficiente de desgaste das amostras NP400 necessitam de maior tempo para alcançar a estabilidade presente nas condições EF e SHTPN.

- Baseando-se nas linhas de tendência presentes na Figura 28 é possível estimar que a taxa de crescimento da profundidade de cratera, para as amostras SHPTN, mantenha-se constante até o total desgaste da camada modificada. Considerando a espessura de 200 μm, o tempo total de ensaio seria de aproximadamente 28500 s. Neste mesmo tempo as profundidades de cratera para as amostras EF e NP 400 seriam cerca de três vezes maiores.

 Trabalho de pesquisa gerou artigo, que esta em submissão para a Revista Matéria.

### REFERÊNCIAS

ABINOX, ABC do Aço Inox, 2017. Disponível em:< <u>http://www.abinox.org.br/site/aco-inox.php</u>>. Acesso em 23 de out. de 2017.

ALVES JÚNIOR, C. Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações. UFRN, Natal, 2001.

BABA, H.; KODAMA, T.; KATADA, Y. Role of nitrogen on the corrosion behavior of austenitic stainless steels. **Corrosion science**, v. 44, n. 10, p. 2393-2407, 2002

BATISTA, J. C. A. *et al.* Micro-abrasion wear testing of PVD TiN coatings on untreated and plasma nitrided AISI H13 steel. **Wear**, v. 249, n. 10, p. 971-979, 2001.

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, n. 4, p. 217-223, 2008.

COZZA, R. C. A study on friction coefficient and wear coefficient of coated systems submitted to micro-scale abrasion tests. **Surface and Coatings Technology**, v. 215, p. 224-233, 2013.

COZZA, R. C. Estudo do desgaste e atrito em ensaios micro-abrasivos por esfera rotativa fixa em condições de força normal constante e pressão constante. 2011. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

CZERWIEC, T.; RENEVIER, N.; MICHEL, H. Low-temperature plasma-assisted nitriding. **Surface and Coatings Technology**, v. 131, n. 1, p. 267-277, 2000.

DURAND, L. T. *et al.* Efeito da Rugosidade no Desgaste Microabrasivo do aço AISI H13 nitretado por plasma. Vinculado ao projeto Remoção de resíduos orgânicos em superfícies metálicas e tratamentos termoquímicos pela tecnologia de plasma. PIBIC, UTFPR, Curitiba, 2015.

GARZÓN, C. M.; TSCHIPTSCHIN, A. P. Nitretação gasosa em alta temperatura de aços inoxidáveis. **Revista Matéria**, v. 10, n. 4, p. 502-525, Rio de Janeiro, 2005.

GRABARSKI, M. I., MAFRA, M. Estudo do desgaste por microabrasão do aço AISI D2 nitretado por plasma: Influência da temperatura de austenitização e da concentração de nitrogênio. Vinculado ao projeto Sistema automatizado de sondas eletrostáticas com movimentação em três eixos, PIBIC, UTFPR, Curitiba, 2012.

HUTCHINGS, I. M. Mechanisms of wear in powder technology: a review. **Powder Technology**, v. 76, n. 1, p. 3-13, 1993.

HUTCHINGS, I; SHIPWAY, Philip. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. Butterworth-Heinemann, 2017.

INTERNATIONAL STAINLESS STEEL FORUM. **The Stainless Steel Family**. International Stainless Steel Forum, Bruxelas, 2012.

KARAMIŞ, M. B.; GERÇEKCIOĞLU, E. Wear behaviour of plasma nitrided steels at ambient and elevated temperatures. **Wear**, v. 243, n. 1, p. 76-84, 2000.

KHRUSCHOV, M. M. Principles of abrasive wear. Wear, v. 28, n. 1, p. 69-88, 1974.

MACHADO, I. F. & PADILHA A. F. Os novos aços inoxidáveis contendo alto nitrogênio. **Revista Metal Mecânica**. v.8, nº 39, p. 78-80, 2001.

MELADO, A. C. Influência Dos Parâmetros De Nitretação A Plasma Na Resistência Ao Desgaste Microabrasivo Do Aço Ferramenta AISI H13, 2011, 113 p., dissertação de mestrado, IFES, Vitória, 2013. REIS, R. F. Tese: Elevação do Teor Superficial de Nitrogênio no Aço Inoxidável Austenítico ISO 5832-1. 2007, 239 p.,tese de doutorado ,UTFPR. Curitiba.

REIS, R. F., F.; MALISKA, A., M.; BORGES, P., C. Nitrogen surface enrichment of austenitic stainless steel ISO 5832-1. **Journal of Materials Science**, v. 46, n. 3, p. 846-854, 2011.

REIS, R. F.; BORGES, P. C.; PANDOLFO, V. Nitretação por plasma do aço ISO 5832-1 em alta temperatura: Influência do tempo de tratamento e sua aplicação no processo "SHTPN". Revista **Matéria**,v 18, n 4, p.1525-1540, 2015 .Rio de Janeiro, 2013.

REIS R. F., PANDOLFO V. Obtenção de austenita expandida (fase S): Nitretação por plasma em baixa temperatura x SHTPN – Parte 1. Revista **Matéria**,v 20, n 1, p.25-33, 2015 .Rio de Janeiro, 2015.

REIS R. F., DURANTE G. C. Obtenção de austenita expandida (fase S): Nitretação por plasma em baixa temperatura x SHTPN – Parte 2. **Revista Matéria**,v 20, n 2, p.316-321, 2015 .Rio de Janeiro, 2015.

SANTOS, W. C. *et al.* Apparatus development and study of abrasive microwear behaviour of quenched and tempered AISI 420 steel. **Revista Matéria**, v. 20, n. 2, p. 304-315, Rio de Janeiro, 2015.

SIMMONS, J. W. Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels. Materials Science and Engineering: A, v. 207, n. 2, p. 159-169, 1996.

STACHOWIAK, G. B.; BATCHELOR, A. W. **Engineering tribology**. Butterworth-Heinemann, 2013.

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

SUN, Y.; BELL, T.; WOOD, G. Wear behaviour of plasma-nitrided martensitic stainless steel. **Wear**, v. 178, n. 1, p. 131-138, 1994.

TSCHIPTSCHIN, A. P.; GARZÓN, C M; LOPEZ, D M. Efeito do nitrogênio na usinabilidade do aço inoxidável austenítico: uma avaliação utilizando a técnica da esclerometria pendular instrumentada. Rem: **Revista Escola de Minas**, v. 60, n. 1, p. 75-82, 2007.

VOGT, J. B. Fatigue properties of high nitrogen steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 117, p. 364-369, 2001.

# APÊNDICE A – TABELAS DOS RESULTADOS DO EF.

Tempo (s)	Ciclos (-)	Diâmetro (mm)	Força Estática (N)	Força Dinâmica (N)	Profundidade de Cratera (mm)	Volume Desgastado (mm³)	Coeficiente de Desgaste (-)
660	1612	1,117	0,544	0,428	0,012	4,82E-03	8,55E-08
720	1756	1,174	0,594	0,447	0,014	5,32E-03	8,29E-08
780	1889	1,183	0,580	0,441	0,014	5,41E-03	7,88E-08
840	2033	1,240	0,546	0,448	0,015	5,94E-03	7,91E-08
900	2177	1,325	0,580	0,428	0,017	6,78E-03	8,83E-08

Tabela 9 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 1 EF

Tabela 10 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 2 EF.

Tempo (s)	Ciclos (-)	Diâmetro (mm)	Força Estática (N)	Força Dinâmica (N)	Profundidade de Cratera (mm)	Volume Desgastado (mm³)	Coeficiente de Desgaste (-)
660	1612	1,088	0,535	0,429	0,012	4,58E-03	8,11E-08
720	1756	1,155	0,532	0,447	0,013	5,15E-03	8,03E-08
780	1889	1,192	0,563	0,423	0,014	5,49E-03	8,35E-08
840	2033	1,221	0,549	0,419	0,015	5,76E-03	8,20E-08
900	2177	1,315	0,539	0,429	0,017	6,68E-03	8,68E-08

Tabela 11 - Resultados	dos ensaios obtidos	para a amostra 3 EF.
		para a annoona o =

Tempo (s)	Ciclos (-)	Diâmetro (mm)	Força Estática (N)	Força Dinâmica (N)	Profundidade de Cratera (mm)	Volume Desgastado (mm³)	Coeficiente de Desgaste (-)
660	1440	1,103	0,557	0,43	0,012	4,70E-03	8,31E-08
720	1591	1,168	0,550	0,406	0,013	5,27E-03	9,04E-08
780	1743	1,204	0,567	0,423	0,014	5,60E-03	8,51E-08
840	1891	1,235	0,515	0,411	0,015	5,89E-03	8,56E-08
900	1943	1,342	0,554	0,428	0,018	6,96E-03	9,06E-08

# **APÊNDICE B – TABELAS DOS RESULTADOS DO NP400.**

Tempo (s)	Ciclos (-)	Diâmetro (mm)	Força Estática (N)	Força Dinâmica (N)	Profundidade de Cratera (mm)	Volume Desgastado (mm <sup>3</sup> )	Coeficiente de Desgaste (-)
660	1728	0,953	0,561	0,448	0,009	3,51E-03	5,95E-08
720	1883	0,989	0,52	0,422	0,010	3,78E-03	6,24E-08
780	2023	1,024	0,543	0,414	0,010	4,05E-03	6,29E-08
840	2193	1,118	0,57	0,445	0,012	4,83E-03	6,48E-08
900	2348	1,202	0,552	0,445	0,014	5,58E-03	6,99E-08

Tabela 12 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 1 NP400.

Tabela 13 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 2 NP400.

Tempo (s)	Ciclos (-)	Diâmetro (mm)	Força Estática (N)	Força Dinâmica (N)	Profundidade de Cratera (mm)	Volume Desgastado (mm <sup>3</sup> )	Coeficiente de Desgaste (-)
660	1729	0,964	0,595	0,468	0,009	3,59E-03	5,83E-08
720	1878	1,009	0,575	0,454	0,010	3,93E-03	6,03E-08
780	2033	1,076	0,565	0,43	0,011	4,47E-03	6,69E-08
840	2184	1,127	0,583	0,44	0,013	4,91E-03	6,66E-08
900	2347	1,187	0,534	0,443	0,014	5,44E-03	6,85E-08

Tabela 14 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 3 NP400.

Tempo (s)	Ciclos (-)	Diâmetro (mm)	Força Estática (N)	Força Dinâmica (N)	Profundidade de Cratera (mm)	Volume Desgastado (mm <sup>3</sup> )	Coeficiente de Desgaste (-)
660	1727	0,984	0,576	0,465	0,010	3,74E-03	6,11E-08
720	1879	1,079	0,574	0,487	0,011	4,50E-03	6,43E-08
780	2034	1,101	0,563	0,462	0,012	4,68E-03	6,52E-08
840	2187	1,168	0,572	0,454	0,013	5,27E-03	6,93E-08
900	2341	1,234	0,588	0,461	0,015	5,88E-03	7,11E-08

# APÊNDICE C – TABELAS DOS RESULTADOS DO SHTPN.

Tempo (s)	Ciclos (- )	Diâmetro (mm)	Força Estática (N)	Força Dinâmica (N)	Profundidade de Cratera (mm)	Volume Desgastado (mm <sup>3</sup> )	Coeficiente de Desgaste (-)
660	1728	1,098	0,564	0,418	0,012	4,66E-03	8,46E-08
720	1883	1,126	0,588	0,442	0,012	4,90E-03	7,72E-08
780	2023	1,136	0,565	0,491	0,013	4,98E-03	6,52E-08
840	2193	1,155	0,555	0,465	0,013	5,15E-03	6,61E-08
900	2348	1,174	0,560	0,445	0,014	5,32E-03	6,66E-08

Tabela 15 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 1 SHTPN.

Tabela 16 - Resultados dos ensaios obtidos para a amostra 2 SHTPN.

Tempo (s)	Ciclos (-)	Diâmetro (mm)	Força Estática (N)	Força Dinâmica (N)	Profundidade de Cratera (mm)	Volume Desgastado (mm <sup>3</sup> )	Coeficiente de Desgaste (-)
660	1729	1,088	0,579	0,448	0,012	4,58E-03	7,76E-08
720	1878	1,117	0,568	0,433	0,012	4,82E-03	7,75E-08
780	2033	1,126	0,576	0,472	0,012	4,90E-03	6,67E-08
840	2184	1,145	0,564	0,484	0,013	5,07E-03	6,25E-08
900	2347	1,174	0,564	0,402	0,014	5,32E-03	7,37E-08

Tempo (s)	Ciclos (-)	Diâmetro (mm)	Força Estática (N)	Força Dinâmica (N)	Profundidade de Cratera (mm)	Volume Desgastado (mm <sup>3</sup> )	Coeficiente de Desgaste (-)
660	1727	1,098	0,546	0,476	0,012	4,66E-03	7,43E-08
720	1879	1,136	0,553	0,484	0,013	4,98E-03	7,17E-08
780	2034	1,145	0,592	0,446	0,013	5,07E-03	7,30E-08
840	2187	1,155	0,534	0,481	0,013	5,15E-03	6,39E-08
900	2341	1,164	0,581	0,440	0,013	5,23E-03	6,63E-08