ANDRÉ KRASZCZUK

Caracterização microestrutural, mecânica e tribológica de um aço AISI 440B após os tratamentos de têmpera e nitretação a plasma.

São Paulo
(2017)

ANDRÉ KRASZCZUK

Caracterização microestrutural, mecânica e tribológica de um aço AISI 440B após os tratamentos de têmpera e nitretação a plasma.

Dissertação de Mestrado apresentada
à Escola Politécnica da Universidade
de São Paulo para obtenção do título
de Mestre em Ciências pelo Programa
de Pós-Graduação em Engenharia
Metalúrgica e de Materiais

Área de Concentração: Engenharia
Metalúrgica e de Materiais

Prof. Dr. André Paulo Tschiptschin

São Paulo
(2017)

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Kraszczuk, André

Caracterização microestrutural, mecânica e tribológica de um aço AISI 440B após os tratamentos de têmpera e nitretação a plasma. / A. Kraszczuk -- versão corr. -- São Paulo, 2017.
132 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Aço Inoxidável Martensítico 2.Nitretação a Plasma 3.Mecanismos de Desgaste 4.Caracterização Microestrutural e Mecânica 5.Comportamento Tribológico I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

Dedico esse trabalho a Deus que sempre
esteve comigo ao longo dessa jornada.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer aos meus pais, Isabel Pelim Del Giudice Kraszczuk e Boris Kraszczuk, que sempre investiram e acreditaram na minha educação.

A minha irmã, Vanessa Kraszczuk, por toda ajuda escolástica.

À minha noiva, Gecilaine Rodrigues de Souza, por acreditar no meu sonho e me apoiar nos momentos em que eu mesmo perdia minha confiança.

Aos meus grandes amigos, Rafael Basso, Yuri Bon, Leonardo Borges e Cesar Voltolim, bem como suas famílias.

Ao colega doutorando, Guilherme Faria, pela enorme paciência em me ensinar tudo que sabia sobre o reator utilizado, assuntos elétricos, mecânicos, deposição de filmes finos, além da enorme paciência em me ouvir e ajudar.

Aos colegas Edwan Anderson Ariza Echeverri e Dany Michel por terem dedicado seus bens mais valiosos, tempo e conhecimento, na revisão de meu texto.

Aos colegas mestrandos e doutorandos Mário González Ramírez; Daniel Rodrigues Junior; Luís Bernardo Varela Jimenez; Adriano Alex de Almeida. Aos colegas do LFS-PME, Vanessa, Newton, Arnaldo, Cassiano, Rafael Obara, Guido, Roberto, Iramar, Aleksander Zuleta, Sebastian, Pablo e Felipe bem como os técnicos do PMT (Rafael, Lívio, Verissimo, Rubens) e do LFS (Rodinei, Rafael Melquior, Cassiano, etc).

A todos os professores que tive nessa vida, aos professores do Colégio São José, aos professores de Engenharia da minha querida FEI, aos professores da Pós-Graduação em Gestão Financeira da FEI (que contribuíram muito para que eu lutasse para ser professor), professores do MBA do PECE-Poli (principalmente prof. Dr. Adherbal Caminada Netto e prof. Dr. Gilberto Martha) e, finalmente, aos ilustres professores do mestrado (César, Ivete, Ticiane, Flávio Beneducce, Eduardo Monlevade, Toffoli, Tschiptschin, Hélio Wiebeck, Aquiles e Nakão).

Ao meu orientador, Prof. Dr. André Paulo Tschiptschin, que me apoiou e me instruiu.

Agradeço também aos professores Carlos Eduardo Pinedo e Roberto Martins de Souza pelas orientações no exame de qualificação e no trabalho final.

Agradeço também a CAPES e ao programa PROEX pela bolsa de estudos que permitiu a realização desse trabalho.

Ao departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP pela infraestrutura e oportunidade.

Ao Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS) do departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica da USP pelo enorme apoio e infraestrutura

Agradeço também a todas as empresas que trabalhei; Magneti Marelli Cofap, Companhia Brasileira de Cartuchos, Setec *Consulting Group* e Bunge, todas me ensinaram diversas coisas, tanto técnicas quanto não-técnicas, que moldaram meu caráter e pensamento.

Finalmente, ao Gilberto, Jeferson e a Clélia, da biblioteca do PMT-EPUSP que sempre me ajudaram muito desde o início.

*“Você quer ser bem-sucedido?
Então, dobre a sua taxa de fracassos.
O sucesso está do outro lado do fracasso”*

(Thomas J. Watson – Fundador da IBM)

RESUMO

Em tribossistemas pode ser necessário o controle do atrito e a minimização do desgaste dos materiais. Dentre as soluções propostas, se encontram tratamentos térmicos e termoquímicos, deposição de filmes finos e formação de revestimentos duplex. O objetivo desse trabalho é entender e comparar como variam a microestrutura, as propriedades mecânicas, o desempenho tribológico e os mecanismos de desgaste em um aço inoxidável martensítico AISI 440B após os tratamentos de i) têmpera e ii) nitretação a plasma pulsada. A caracterização da microestrutura consistiu na identificação das fases por difração de raios – X, observação por microscopia ótica e por MEV-FEG. A caracterização das propriedades mecânicas consistiu em medições de dureza Rockwell C e microdureza Vickers (carga de 100gf). Por fim, o desempenho tribológico e os mecanismos de desgaste foram avaliados através de: a) determinação dos parâmetros de rugosidade por rugosimetria e AFM; b) levantamento das curvas de coeficiente de atrito vs. tempo através do ensaio de desgaste linear cíclico (SRV) sem lubrificação; c) perda de massa dos discos e esferas; d) observação das trilhas de desgaste e das calotas de desgaste por meio de MEV-FEG/EDS; e) levantamento do perfil topográfico da superfície dos discos desgastados e f) profundidade das trilhas através de interferometria ótica. Obteve-se microestrutura da camada nitretada constituída de martensita revenida e nitretos γ' , ϵ e CrN. A camada nitretada apresentou dureza máxima de 1340 HV_{0,1} e profundidade de camada NHT de ~100 μ m. Durante a nitretação a matriz martensítica sofreu revenimento que diminuiu a dureza de 54 HRC (temperado) para 50 HRC. Constatou-se que no tribossistema “deslizamento a seco entre esfera de AISI 52100 e disco de AISI 440B Temperado”, ocorreram no corpo: i) deformação plástica, ii) abrasão de 3 corpos nas extremidades das trilhas, iii) desgaste oxidativo e iv) delaminação (arrancamento do filme óxido). Já no contra-corpo: i) abrasão suave e ii) adesão de *debris* óxidos. No tribossistema “deslizamento a seco de esfera de AISI 52100 contra disco de AISI 440B Nitretado” ocorreram no corpo: i) *microcutting*, ii) desgaste oxidativo e iii) delaminação (arrancamento de asperezas e/ou de filme óxido). Já no contra-corpo: i) abrasão severa e ii) adesão de *debris* óxidos.

Palavras-Chave: Tribologia. Nitretação a Plasma. AISI 440B.

ABSTRACT

In tribosystems to control friction and wear is necessary. Several solutions have been developed over the last few years, such as heat treatments, thermo-chemical treatments, thin films deposition and duplex coatings. The purpose of the present work is to understand how the microstructure, mechanical and tribological properties of AISI 440B vary after being subjected to the following treatments i) quenching, ii) plasma nitriding. The approach to study AISI 440B microstructure consisted of XRD (*X-Ray Diffraction*), optical microscopy and SEM (*Scanning electron microscopy*). The approach to study AISI 440B mechanical properties consisted of Rockwell C hardness and Vickers microhardness. Finally, the approach to study AISI 440B tribological performance was: a) surface and roughness observations through contact rugosimetry and AFM, b) friction coefficient vs. time curves through unlubricated reciprocating tribological test (ASTM G133-05), c) disc and sphere mass loss, d) wear track and wear cap observations through SEM-FEG/EDS, e) surface profile and wear track depth through optical interferometry. The nitrided layer presented tempered martensite as well as γ' , ϵ and CrN nitrides. The maximum surface hardness was 1340 HV_{0,1} and a case depth of ~100 μm was found. Regarding the wear mechanisms, in the “dry sliding of AISI 52100 sphere against as-quenched AISI 440B discs” tribosystem, the wear mechanisms acting in the body were: severe wear with i) severe plastic deformation, ii) 3-body abrasion at the ends of the wear tracks, iii) oxidation, and iv) mild delamination (oxide pull-out). Regarding the counterbody, it was found: i) mild abrasion and ii) oxide adhesion. In the “dry sliding plasma nitrided AISI 440B against AISI 52100 spheres” tribosystem the body suffered mild wear with i) oxidation and ii) delamination. The counterbody suffered i) strong abrasion and ii) oxide adhesion.

KEYWORDS: Tribology. Plasma Nitriding. AISI 440B.

LISTA DE FIGURAS

*Todas as Figuras apresentadas nesse trabalho, em cuja legenda não se faça menção à fonte ou referência bibliográfica, são de autoria própria.

Figura 2.1 – Abordagem sistêmica para explicar o conceito de tribossistema	21
Figura 2.2 – Mecanismos de Desgaste. (a) desgaste adesivo; (b) desgaste abrasivo; (c) desgaste corrosivo e (d) desgaste de superfície de contato	22
Figura 2.3 – Diagrama de Fases Fe - N	32
Figura 2.4 – Mecanismo da nitretação a plasma	34
Figura 3.1 – Fluxograma esquemático dos processos e análises efetuados	38
Figura 3.2 – Detalhamento da Geometria dos Corpos de Prova usados na caracterização microestrutural, mecânica e tribológica	39
Figura 3.3 – Abordagem gráfica para determinação da profundidade da camada nitretada conforme norma DIN 50190 Parte 3.....	46
Figura 4.1 – Microscopia ótica do aço AISI 440B na condição “conforme recebido”. Ataque com reagente Vilella. 500x de aumento.	48
Figura 4.2 – Diagrama de Equilíbrio para o aço AISI 440C (18 %Cr, 1 %C, 0,75 %Mo) simulado no ThermoCalc.....	49
Figura 4.3 – Difratoograma do aço AISI 440B na condição temperada.....	50
Figura 4.4 – Microscopia ótica do aço AISI 440B temperado a 1040 °C, com tempo de encharque de 40' e resfriada em óleo. Aumento: 500x. Reagente: Vilella.....	50
Figura 4.5 – Difratoograma do aço AISI 440B nitretado a plasma.....	52
Figura 4.6 – Microscopia ótica do aço AISI 440B nitretado a plasma. Aumento: 200x. Reagente: Nital, 2%, ataque por 1 minuto.....	53
Figura 4.7 – Microscopia eletrônica de varredura da seção transversal do substrato de aço AISI 440B nitretado a plasma.....	54
Figura 4.8 – Microscopia eletrônica de varredura mostrando a interface entre a camada nitretada e o substrato	54
Figura 4.9 – Exemplo de rede de nitreto formada em contorno de grão.....	55
Figura 4.10 – Microscopia eletrônica de varredura da seção transversal do aço AISI 440B nitretado a plasma, detalhando os carbonetos presentes na camada nitretada	55
Figura 4.11 – Microscopia eletrônica de varredura da seção transversal do aço AISI 440B nitretado a plasma, detalhando os carbonetos presentes no substrato	57
Figura 4.12 – Gráfico “microdureza vs. profundidade” para a seção transversal do aço AISI 440B nitretado a plasma. Carga utilizada: 100 gf	58
Figura 4.13 – Detalhamento dos locais de medição das microdurezas superficiais do aço AISI 440B nitretado a plasma	59
Figura 4.14 – Imagem de AFM da superfície do aço AISI 440B Temperado	61

Figura 4.15 – Detalhamento das linhas de coleta dos dados de rugosidade por AFM no aço AISI 440B Temperado	62
Figura 4.16 – Perfil de Variação da Altura (z) com o comprimento das linhas mostradas na Figura 4.15	62
Figura 4.17 – Imagem de AFM da superfície do aço AISI 440B Nitretado a plasma.....	63
Figura 4.18 – Imagem de AFM mostrando os cortes AB e CD, bem como suas respectivas rugosidades, para o aço AISI 440B Nitretado a Plasma	64
Figura 4.19 – Curvas de Break-In (coeficiente de atrito vs. tempo) possíveis para situações onde exista deslizamento com metais.....	67
Figura 4.20 – Curvas de coeficiente de atrito vs. tempo obtidas no ensaio tribológico SRV para o tribossistema “deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	68
Figura 4.21 – Curvas de coeficiente de atrito vs. tempo obtidas no ensaio tribológico SRV para o tribossistema “deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado”	68
Figura 4.22 – Evidência do Efeito de Borda formado no disco de AISI 440B Nitretado .	70
Figura 4.23 – Desenho esquemático sobre o comprimento das trilhas de desgaste formadas sobre o disco de aço AISI 440B nos dois tribossistemas estudados	71
Figura 4.24 – (A) Desenho esquemático da formação da morfologia das extremidades da trilha de desgaste considerando cenário “final do ensaio” para o tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de AISI 52100 contra disco de AISI 440B Temperado”. (B) Detalhamento do contato esfera-disco para o cenário onde corpo e contra-corpo desgastam	72
Figura 4.25 – Detalhamento do contato esfera-disco para o cenário onde somente o contra-corpo sofre desgaste	73
Figura 4.26 – Imagem de elétrons retroespalhados para a trilha de desgaste A do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	74
Figura 4.27 – Microscopia eletrônica de varredura mostrando em maior aumento os óxidos formados no centro da trilha A do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	75
Figura 4.28 – Imagem de elétrons retroespalhados da trilha de desgaste A do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”, detalhando os pontos de coleta de dados para EDS	75
Figura 4.29 – Imagem de elétrons secundários da trilha de desgaste A do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	77
Figura 4.30 – Imagem de elétrons secundários mostrando os valores de largura da trilha de desgaste A no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	78

Figura 4.31 – Detalhe das asperezas de AISI 440B temperado deformadas plasticamente com o ensaio tribológico.....	79
Figura 4.32 – Detalhe das trincas formadas no óxido delaminado do disco de AISI 440B Temperado.....	79
Figura 4.33 - Imagem topográfica de interferometria ótica para a trilha de desgaste A do tribossistema "Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado" bem como as seções de corte vertical e horizontal e seus respectivos perfis de profundidade de trilha	81
Figura 4.34 – Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste 3 do tribossistema "Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma". Detalhe da largura da trilha primária	83
Figura 4.35 - Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste 3 do tribossistema "Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma". Detalhe da largura da trilha secundária.....	84
Figura 4.36 –Imagem de elétrons retroespalhados da trilha de desgaste 3 do tribossistema "Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma", detalhando os pontos de coleta de dados para EDS	85
Figura 4.37 – Imagem de elétrons retroespalhados detalhando a ponta da trilha 3, bem como a delaminação ocorrida e a impressão do raio de curvatura da esfera	87
Figura 4.38 - Imagem de elétrons secundário detalhando a ponta da trilha 3, bem como a delaminação ocorrida e a impressão do raio de curvatura da esfera	88
Figura 4.39 – Detalhe da delaminação e do fenômeno de <i>microcutting</i> ocorridos sobre o disco nitretado	88
Figura 4.40 – Detalhe em maior aumento dos riscos paralelos do <i>microcutting</i> da trilha primária de desgaste formada sobre o disco nitretado.....	89
Figura 4.41 – Detalhe da trinca formada na região onde ocorreu <i>microcutting</i>	89
Figura 4.42 – Trincas formadas sobre o óxido formado na trilha primaria do disco de AISI 440B nitretado	90
Figura 4.43 – Trincas formadas sobre o óxido formado na trilha secundária do disco de AISI 440B nitretado	91
Figura 4.44 – Evidência da delaminação ocorrida na trilha secundária do disco de AISI 440B nitretado	91
Figura 4.45 - Imagem topográfica de interferometria ótica para a trilha de desgaste 5 do tribossistema "Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de AISI 440B nitretado a plasma", bem como as seções de corte vertical e horizontal e seus respectivos perfis de profundidade de trilha	92
Figura 4.46 - Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste formada ao deslizar à seco a esfera A de aço AISI 52100 contra o disco de AISI 440B Temperado no ensaio tribológico SRV. Detalhe da medição vertical de largura da calota	95

Figura 4.47 – Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste formada ao deslizar à seco a esfera A de aço AISI 52100 contra o disco de AISI 440B Temperado no ensaio tribológico SRV. Detalhe da medição horizontal de largura da calota	96
Figura 4.48 – Imagem de elétrons retroespalhados da esfera A do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”, detalhando os pontos de coleta de dados para análise EDS	96
Figura 4.49 - Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste formada ao deslizar à seco a esfera A de aço AISI 52100 contra o disco de AISI 440B Nitretado no ensaio tribológico SRV. Detalhe da medição vertical de largura da calota	99
Figura 4.50 - Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste formada ao deslizar à seco a esfera 5 de aço AISI 52100 contra o disco de AISI 440B Nitretado no ensaio tribológico SRV. Detalhe da medição horizontal de largura da calota	100
Figura 4.51 – Imagem de elétrons retroespalhados da calota formada sobre a esfera 5 do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”, detalhando os pontos de coleta de dados para análise de composição química por EDS	100
Figura A1 – Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste 1 formada sobre o aço AISI 440B Temperado no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	115
Figura A2 – Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste 1 formada sobre a esfera 1 de aço AISI 52100 no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	115
Figura A3 – Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste 2 formada sobre o aço AISI 440B Temperado no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	116
Figura A4 – Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste 2 formada sobre a esfera 2 de aço AISI 52100 no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	116
Figura A5 – Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste 3 formada sobre o aço AISI 440B Temperado no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	117
Figura A6 – Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste 3 formada sobre a esfera 3 de aço AISI 52100 no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”	117
Figura B1 – Imagem topográfica de interferometria ótica da trilha de desgaste 1 do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado”, bem como os cortes efetuados para obtenção do perfil de profundidade de trilha e seus respectivos perfis	118
Figura B2 – Imagem topográfica de interferometria ótica da trilha de desgaste 2 do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B	

temperado”, bem como os cortes efetuados para obtenção do perfil de profundidade de trilha e seus respectivos perfis	119
Figura B3 – Imagem topográfica de interferometria ótica da trilha de desgaste 3 do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado”, bem como os cortes efetuados para obtenção do perfil de profundidade de trilha e seus respectivos perfis	120
Figura D1 – Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste 3 formada sobre o aço AISI 440B nitretado a plasma no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”	123
Figura D2 – Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste 3 formada sobre a esfera 3 de aço AISI 52100 no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”	123
Figura D3 – Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste 4 formada sobre o aço AISI 440B nitretado a plasma no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”	124
Figura D4 – Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste 4 formada sobre a esfera 4 de aço AISI 52100 no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”	124
Figura D5 – Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste 5 formada sobre o aço AISI 440B nitretado a plasma no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”	125
Figura D6 – Microscopia eletrônica de varredura da calota de desgaste 5 formada sobre a esfera 5 de aço AISI 52100 no tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”	125
Figura E1 – Imagem topográfica de interferometria ótica da trilha de desgaste 3 do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”, bem como os cortes efetuados para obtenção do perfil de profundidade de trilha e seus respectivos perfis	126
Figura E2 – Imagem topográfica de interferometria ótica da trilha de desgaste 4 do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”, bem como os cortes efetuados para obtenção do perfil de profundidade de trilha e seus respectivos perfis	127

LISTA DE TABELAS

*Todas as Tabelas apresentadas nesse trabalho, em cuja legenda não se faça menção à fonte ou referência bibliográfica, são de autoria própria.

Tabela 2.1 – Composição química e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis martensíticos	27
Tabela 2.2 – Análise ecológica dos processos a plasma	30
Tabela 2.3 – Análise econômica dos processos a plasma	30
Tabela 2.4 – Possíveis nitretos formados durante a nitretação, suas estruturas cristalinas e frações atômica de N e C.....	32
Tabela 3.1 – Parâmetros para ensaio tribológico do tipo Linear Cíclico (SRV).....	41
Tabela 3.2 – Parâmetros de Nitretação a Plasma.....	44
Tabela 4.1 – Composição química do material conforme recebido	48
Tabela 4.2 – Medidas de dureza do AISI 440B após têmpera realizada a 1040°C com tempo de encharque de 60', seguido de resfriamento em óleo.....	51
Tabela 4.3 – Composição Química por EDS do ponto 1 da Figura 4.10	56
Tabela 4.4 – Composição Química por EDS do ponto 2 da Figura 4.10	56
Tabela 4.5 – Composição Química por EDS do ponto 1 da Figura 4.11	57
Tabela 4.6 – Microdureza Superficial (25gf) do AISI 440B nitretado a plasma	60
Tabela 4.7 – Parâmetros de Rugosidade da Superfície do aço AISI 440B Temperado obtidos via software <i>NanoScope Analysis</i> v1.5. (Medidas em nm).....	63
Tabela 4.8 – Comparação entre os parâmetros de rugosidade superficial do aço AISI 440B pré-nitretação e pós-nitretação considerando rugosimetria de contato.	65
Tabela 4.9 – Comparação entre os parâmetros de rugosidade fornecidos pela técnica AFM para o aço AISI 440B Temperado e para o aço AISI 440B Nitretado	65
Tabela 4.10 – Composição Química por EDS relativa ao ponto 1 da Figura 4.28	76
Tabela 4.11 – Composição Química por EDS relativa à área 1 da Figura 4.28	77
Tabela 4.12 – Composição Química por EDS da área 1 da Figura 4.33	86
Tabela 4.13 – Composição Química por EDS da área 2 da Figura 4.33	86
Tabela 4.14 – Composição Química por EDS do óxido mostrado na Figura 4.36	97
Tabela 4.15 – Composição Química por EDS relativa ao ponto 2 da Figura 4.36	97
Tabela 4.16 - Composição Química dos Pontos 1 e 2 da Figura 4.38.....	101
Tabela 4.17 – Comparação entre o volume desgastado em i) esfera de aço AISI 52100 deslizando a seco contra o disco de aço AISI 440B temperado e ii) esfera de aço AISI 52100 deslizando a seco contra o disco de aço AISI 440B nitretado	102
Tabela 4.18 – Medidas de Perda de Massa do Disco e da Esfera para o Ensaio A do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado”	103

Tabela 4.19 – Medidas de Perda de Massa do Disco e da Esfera para o ensaio 3 do tribossistema “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Nitretado”	103
Tabela 4.20 – Comparação entre a perda de massa da esfera e do disco considerando os tribossistemas i) Deslizamento a seco de esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado e ii) Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado.....	105
Tabela C1 – Medidas de Perda de Massa do Disco e da Esfera para o Ensaio 1 do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado”	121
Tabela C2 – Medidas de Perda de Massa do Disco e da Esfera para o Ensaio 2 do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado”	121
Tabela C3 – Medidas de Perda de Massa do Disco e da Esfera para o Ensaio 3 do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado”	122
Tabela F1 – Medidas de Perda de Massa do Disco e da Esfera para o ensaio 4 do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Nitretado”	128
Tabela F2 – Medidas de Perda de Massa do Disco e da Esfera para o ensaio 5 do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Nitretado”	129

LISTA DE SIGLAS E ABREVIações

<i>AFM</i>	do inglês <i>Atomic Force Microscopy</i>
<i>AISI</i>	do inglês <i>American Iron and Steel Institute</i>
<i>ASME</i>	do inglês <i>American Society of Mechanical Engineers</i>
<i>BMFT</i>	do alemão <i>Bundesministerium für Forschung und Technologie</i>
<i>CVD</i>	do inglês <i>Chemical Vapor Depositio</i>
<i>DC</i>	do inglês <i>Direct Current</i>
<i>DOE</i>	do inglês <i>Design of Experiments</i>
<i>DIN</i>	do alemão <i>Deutsches Institut für Normung</i>
<i>DRX</i>	do português Difração de Raios-X
<i>EDS</i>	do inglês <i>Energy Dispersive Spectometry</i>
<i>EPUSP</i>	do português Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
<i>HRC</i>	do inglês <i>Hardness Rockwell C</i>
<i>HV</i>	do inglês <i>Hardness Vickers</i>
<i>LFS</i>	do português Laboratório de Fenômenos de Superfície
<i>MEV-FEG</i>	do português-inglês Microscopia Eletrônica de Varredura – <i>Field Emission Gun</i>
<i>Mf</i>	do inglês <i>Martensite Finish</i>
<i>Ms</i>	do inglês <i>Martensite Start</i>
<i>NHT</i>	do alemão <i>Nitrierhärte tiefe [DIN 50.190]</i>
<i>PACVD</i>	do inglês <i>Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition</i>
<i>PIB</i>	do português Produto Interno Bruto
<i>PME</i>	do português Escola Politécnica – Departamento de Engenharia Mecânica
<i>PMT</i>	do português Escola Politécnica – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
<i>PVD</i>	do inglês <i>Physical Vapor Deposition</i>
<i>RF</i>	do inglês <i>Radio Frequency</i>
<i>Sccm</i>	do inglês <i>standard cubic centimeter per minute</i>
<i>SRV</i>	do alemão <i>Schwingung, Reibung und Verschleiss</i>

SUMÁRIO

1) INTRODUÇÃO	18
1.1) OBJETIVOS	19
2) REVISÃO BIBLIOGRAFICA	20
2.1) TRIBOLOGIA.....	20
2.2) AÇOS INOXIDÁVEIS MARTENSÍTICOS	25
2.2.1) Histórico, Classificação e Aplicações	25
2.2.2) Têmpera dos Aços Inoxidáveis Martensíticos	28
2.2.3) Revenimento dos Aços Inoxidáveis Martensíticos.....	29
2.3) NITRETAÇÃO A PLASMA.....	29
3) MATERIAIS E MÉTODOS	38
3.1) CARACTERIZAÇÃO INICIAL DO MATERIAL DE TRABALHO.....	39
3.2) GEOMETRIA DOS CORPOS DE PROVA	39
3.3) AISI 440B TEMPERADO	40
3.4) AISI 440B NITRETADO A PLASMA	43
4) RESULTADOS E DISCUSSÕES	48
4.1) AISI 440B CONFORME RECEBIDO	48
4.2) AISI 440B TEMPERADO	49
4.2.1) Caracterização Microestrutural	49
4.2.2) Caracterização Mecânica	51
4.3) AISI 440B NITRETADO A PLASMA	52
4.3.1) Caracterização Microestrutural.....	52
4.3.1.1) Análise dos Carbonetos dentro e fora da camada nitretada.....	55
4.3.2) Caracterização Mecânica	58
4.4) DESEMPENHO TRIBOLÓGICO	61
4.4.1) Análise da Rugosidade Superficial	61
4.4.1.1) AISI 440B Temperado	61
4.4.1.2) AISI 440B Nitretado	63
4.4.1.3) Comparativo	65
4.4.2) Análise das Curvas de Coeficiente de Atrito vs. Tempo	66
4.4.3) Análise do Corpo do Tribossistema	71
4.4.3.1) Morfologia das Trilhas de Desgaste	71

4.4.3.2) Tribossistema “Deslizamento a Seco de esfera de AISI 52100 contra AISI 440B Temperado”	74
4.4.3.3) Tribossistema “Deslizamento a Seco de esfera de AISI 52100 contra AISI 440B Nitretado”	83
4.4.4) Análise do Contra-Corpo do Tribossistema	95
4.4.4.1) Tribossistema “Deslizamento a Seco de esfera de AISI 52100 contra AISI 440B Temperado”	95
4.4.4.2) Tribossistema “Deslizamento a Seco de esfera de AISI 52100 contra AISI 440B Nitretado”	99
4.4.5) Perda de Massa do Corpo e Contra - Corpo	102
5) CONCLUSÕES	107
REFERÊNCIAS	109
APÊNDICE A.....	115
APÊNDICE B.....	118
APÊNDICE C.....	121
APÊNDICE D.....	123
APÊNDICE E	126
APÊNDICE F	128

1) INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis martensíticos foram desenvolvidos para suprir a necessidade por um aço que apresentasse resistência à oxidação, elevada dureza, boa resistência mecânica, e elevada resistência ao desgaste. Setores como cutelaria, fabricação de ferramentais, instrumentos cirúrgicos e componentes automotivos (por exemplo, anéis de pistão) são algumas áreas de aplicação desse material. (COLOMBIER e HOCHMANN, 1967). Em todas essas aplicações, resistência ao desgaste é um requisito muito importante.

Resistência ao desgaste é fundamental para esses aços inoxidáveis, portanto o estudo do desgaste e de seus mecanismos é de grande importância.

Historicamente, perdas por desgaste têm um custo elevado para os países. No Reino Unido os prejuízos com desgaste atingiram cerca de 2% do PIB (Produto Interno Bruto) (JOST, 1966), ao passo que na Alemanha acredita-se que o prejuízo seja equivalente à 4,5% do PIB (BMFT, 1984) e, por fim, que nos Estados Unidos o percentual seja de 2,5% (ASME, 1977).

Além disso, soluções para o problema do desgaste em aços inoxidáveis martensíticos, tais como tratamentos térmicos e termoquímicos, bem como uso de revestimentos e deposição de revestimentos duplex, representam grandes oportunidades de ganhos para as indústrias.

Considerando as oportunidades de ganho na indústria automobilística, que utiliza esse aço em, por exemplo, anéis de pistão, constata-se que, caso sejam aprofundados estudos em novos materiais, novos tratamentos termoquímicos e revestimentos, nos próximos 5 a 10 anos, é possível reduzir em 18% as perdas com o atrito, gerar uma economia de 174 bilhões de euros, 117 bilhões de litros de combustível e 290 milhões de toneladas de dióxido de carbono emitidos se (HOLMBERG et al, 2012).

Oportunidades de ganho também são encontradas no setor de ferramentais. Por exemplo, HEIM et al (1999) afirmam que a vida útil de uma matriz de extrusão

(com custo unitário de US\$ 100 mil) pode ser aumentada em 3x (comparado com a nitretação Tenifer®) através do emprego de filmes finos depositados por processos a plasma.

Dada a relevância econômica do material de estudo (o aço AISI 440B), do problema (o desgaste), bem como das soluções (nitretação, filmes finos, camadas duplex, etc), o presente trabalho busca contribuir com o estudo do desgaste e seus mecanismos em dois tribossistemas específicos, caracterizados pelo deslizamento a seco entre o aço inoxidável martensítico AISI 440B (corpo) e a esfera de aço AISI 52100 (contra-corpo).

1.1) OBJETIVOS

O objetivo do trabalho é entender e comparar como a microestrutura, propriedades mecânicas, desempenho tribológico e mecanismos de desgaste variam em um aço inoxidável martensítico AISI 440B considerando duas condições, i) somente temperado (não nitretado), ii) temperado e nitretado a plasma.

2) REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1) TRIBOLOGIA

O atrito e o desgaste são há muito tempo conhecidos, existem evidências de algumas formas de prevenção ao desgaste que datam de 1450 AC. O foco original desses povos era minimizar o desgaste de ferramentas, como por exemplo, brocas para fazer furos em situações que exigiam montagens. Acredita-se também que já se conheciam as características lubrificantes do óleo na forma de gordura ou betume há 3000 AC. Relatos da cidade de El Bersheh, por volta de 1880 AC, mostram egípcios utilizando trenós para carregar estruturas pesadas e um homem que seguia na frente derramando uma espécie de líquido, o qual se acredita ser um lubrificante (DAVISON, 1957).

No século XV, Leonardo Da Vinci efetuou estudos detalhados do atrito e formulou a relação entre coeficiente de atrito e força normal, algo que Amontons também postulou e continuou a estudar em 1699 (DOWSON, 1978).

A primeira definição da palavra desgaste foi conferida no ano de 1968 e foi definida como “perda progressiva de material da superfície, fruto do movimento relativo na sua superfície” (LANSDOWN e PRICE, 1986).

O atrito se refere aos sistemas dissipativos, ou seja, sistemas onde a energia inicial não se conserva, já o desgaste deve ser interpretado como um fenômeno que, embora relacionado ao atrito, nem sempre apresenta o mesmo comportamento que ele, sendo possível somente afirmar que, caso não tivéssemos atrito, não haveria desgaste, mas qualquer outra relação pode ser falsa (ZUM GAHR, 1987).

Sendo assim, o desgaste deve ser entendido como uma forma de dano à estrutura do material e suas propriedades, porém não é uma propriedade do material. Na maioria dos casos, para que possa ser feito o estudo adequado do desgaste, necessita-se do conceito de abordagem sistêmica, ou seja, considerar os elementos interagindo entre si, de forma positiva ou negativa, conforme ilustrado na Figura 2.1 (ZUM GAHR, 1987).

Figura 2.1- Abordagem sistêmica para explicar o conceito de tribossistema. FONTE:
Adaptado de ZUM GAHR, KARL-HEINZ. 1987, p81.

O conceito de tribossistema visa analisar, sob o prisma de 4 elementos centrais, o desgaste existente entre dois corpos que possuam qualquer forma de movimento relativo. Os 4 elementos centrais são: i) corpo, ii) contra-corpo, iii) elemento de interface e iv) ambiente. Aliado ao conceito de tribossistema existe o mecanismo de desgaste, ou seja, a descrição da forma de interação entre esses elementos (ZUM GAHR, 1987).

Esses mecanismos podem ser divididos da seguinte forma: i) desgaste adesivo, ii) desgaste abrasivo, iii) desgaste por fadiga superficial e iv) desgaste triboquímico. Cada mecanismo apresenta situações conhecidas, como por exemplo, o desgaste abrasivo ocorre quando há dois ou três corpos, sendo um deles mais duro que o outro, já a erosão pode ser verificada durante cavitação ou em situações que envolvam impacto de algum líquido ou solução contendo líquido + sólido (WILLIANS, 2005).

O desgaste adesivo é caracterizado pela remoção de fragmentos do corpo ou do contra-corpo seguido de futura adesão dos mesmos no corpo ou contra-corpo. É possível que os fragmentos removidos de um contra-corpo (ex: esfera), possam ser aderidos novamente na esfera ou também que esses fragmentos se tornem *debris* que podem ser eliminados após operação (DWIVEDI, 2010).

A Figura 2.2 mostra os mecanismos de desgaste.

Figura 2.2 – Mecanismos de Desgaste. (a) desgaste adesivo; (b) desgaste abrasivo; (c) desgaste corrosivo e (d) desgaste de fadiga de contato. FONTE: DWIVEDI, D.K. 2010.

Ainda sobre o estudo da adesão, diversas foram as abordagens. BOWDEN e TABOR (1954) consideraram a questão da área real de contato e elaboraram teorias sobre o desgaste adesivo e deformação plástica de asperezas considerando que nesse mecanismo, podem ser formadas ligações adesivas ou caldeamento de asperezas, o que irá requerer a aplicação de uma força para que as ligações sejam rompidas e, conseqüentemente, a superfície desgastada.

ARCHARD (1953) também estudou a questão da área real de contato e correlacionou o aumento da carga com o aumento do número de pontos de contato e com a área de contato. Ele desenvolveu assim uma equação a ser utilizada na condição de desgaste a seco, sua equação, conhecida como equação de Archard - Rabinowics é:

$$W = K * \left(\frac{Pv}{H} \right) \quad (\text{equação 1})$$

Nessa equação W representa a taxa de desgaste, K se refere a uma constante, P refere-se à pressão, v , refere-se à velocidade de deslizamento e, por fim, H refere-se à dureza do material.

RABINOWICS (1961) abordou a adesão sob o ponto de vista de energia de superfície e da necessidade de realizar trabalho para que um material tenha adesão ao outro. Sendo assim, ele conseguiu correlacionar o tamanho dos *debris* formados com a razão entre energia superficial e dureza, sugerindo então que, quanto maior a dureza, menor será o tamanho médio dos *debris* formados.

DERJAGUIN (1967) abordou a adesão sob o ponto de vista do ato de doar e receber elétrons e têm sido uma das grandes teorias para explicar a adesão. Nela constatou-se que caso átomos da superfície de corpo atuem como doadores de elétrons e os átomos da superfície do contra-corpo atuam como receptores de elétrons, tem-se uma forte adesão. Tal fenômeno é condizente com as teorias eletrônicas do átomo que manifestam a ligação iônica, fruto da alta eletronegatividade e eletropositividade de alguns elementos, como uma das ligações mais fortes.

SIKORSKI (1964) abordou a adesão sob duas perspectivas: aspectos mecânicos e aspectos físico-químicos. Segundo ele os aspectos mecânicos incluem as propriedades do material que comprometem a área real de contato e limpeza superficial, porém, fatores físico-químicos, como por exemplo, estrutura cristalina, afinidade entre materiais, etc., são mais relevantes em prever se ocorrerá adesão ou não. Ele definiu também o coeficiente de adesão como sendo a razão entre a força necessária para quebrar as ligações adesivas e a força normal.

Para finalizar o estudo do desgaste adesivo, será abordada a delaminação. SUH (1973) propôs a teoria da delaminação, complementando a teoria de adesão de Archard. Segundo sua teoria, durante o deslizamento ocorre empilhamento de discordâncias, que podem formar vazios (*voids*). Esses vazios coalescem podendo resultar em trincas subsuperficiais. Quando a trinca formada atinge um certo tamanho crítico, delamina a superfície, gerando partícula em forma de folha. Adicionalmente, SUN et al (1994) mencionam que a camada nitretada é frágil e o desajuste de

parâmetros de rede (*mismatch*) entre nitretos e substratos pode gerar tensões que favoreceriam a delaminação.

RAHNEJAT (2010), em referência à análise do desgaste abrasivo, afirma que é típico de duas situações, i) desgaste de 2 corpos, onde uma das superfícies apresenta maior dureza em relação à outra, riscando-a e ii) desgaste de 3 corpos, onde a presença de partículas no meio interfacial ou a formação de detritos ou fragmentos de desgaste (*debris*) de alta dureza pelo deslocamento de material da superfície, geram riscamento e sulcamento na superfície. O desgaste de 3 corpos pode ser maior ou menor que o desgaste de 2 corpos, o que dependerá das condições de contorno do tribossistema, ou seja, das características das duas superfícies (material, rugosidade, acabamento superficial), características das partículas abrasivas do meio interfacial (tipo de material, formato da partícula, tamanho da partícula, agitação do fluido nesse meio interfacial, etc.). Dependendo dessa configuração poderá haver maior pressão de contato Hertziano (pressão sobre a área de contato considerando as equações de Hertz da deformação elástica) o que implicaria em maior desgaste.

Caso a diferença de durezas entre as superfícies em contato seja muito grande, a taxa de desgaste será igualmente grande, ao passo que, se as superfícies de corpo e contra-corpo forem de durezas similares, essa taxa diminui. Essa explicação novamente mostra a importância de estudar o conjunto ao invés dos elementos isolados (WAHL, 1951).

Segundo BUTTERY e ARCHARD (1970), enquanto a partícula abrasiva se movimenta em relação à superfície pode haver o fenômeno denominado “*ploughing*”, ou seja, o material mais duro ao movimentar-se sobre a superfície causa uma deformação plástica na superfície, o que não leva à fratura ou a remoção de material por cisalhamento, mas sim ao deslocamento de massa para as bordas do trajeto percorrido pelo material mais duro, gerando assim um caso particular de sulcamento.

O desgaste por fadiga superficial é típico de situações envolvendo dois ou três corpos sujeitos aos movimentos que geram esforços de tração de natureza cíclica (carregamento/descarregamento). Trata-se de um mecanismo de desgaste de difícil

detecção, que pode tornar inoperante um sistema assim que a trinca atingir seu tamanho crítico e se propagar rapidamente para a superfície. As trincas podem ser formadas na superfície ou imediatamente abaixo da superfície. Imperfeições no material podem atuar como concentrador de tensão e levar a uma maior tensão de cisalhamento em contato, o que implicaria na formação de trincas subsuperficiais (BURLWELL, 1957).

Por fim, HOLMBERG E MATTHEWS (2009) descrevem o desgaste triboquímico. Nessa categoria, há uma combinação entre o deslizamento entre superfícies e reações químicas. O deslizamento leva ao aumento de temperatura local, o que implica no aumento da energia disponível no sistema, se essa energia for superior a energia de ativação da reação, então a mesma ocorrerá.

Exemplos dessas reações são oxidações de materiais que têm elevada afinidade termodinâmica pelo oxigênio, ou então reações com líquidos existentes no ambiente interfacial, como por exemplo óleo lubrificante. Muitas vezes esse desgaste é confundido com corrosão, porém o mesmo só seria corrosão se não existisse o movimento relativo entre as superfícies, uma vez que este contribui para o deslocamento do óxido pouco aderente e, conseqüentemente, afeta o desgaste.

2.2) AÇOS INOXIDÁVEIS MARTENSÍTICOS

2.2.1) Histórico e Classificação

COBB (2010) afirma que no começo do século XX começaram os estudos da liga Fe-Cr, sendo que em 1904, León Guillet efetuou um dos estudos mais profundos sobre a metalografia, tratamento térmico e propriedades mecânicas dessas ligas que, futuramente, seriam conhecidas como aços inoxidáveis martensíticos e ferríticos.

Embora Guillet tenha sido pioneiro no estudo, foi Harvy Brearley quem fabricou a primeira liga que viria a ser conhecida como aço inoxidável. Em 1912 ele fabricou um lingote com 13% Cr e 0,24% C, que embora não tenha sido adequado para a aplicação que ele queria, despertou a atenção do setor de cutelaria, tanto que em 1914 ele se aliou a Ernest Stuart e desenvolveu a primeira faca para cortar queijos de

caráter inoxidável, característica que o próprio Stuart achava ser impossível em um aço.

MONYPENNY (1954) escreveu, em 1926, um dos primeiros livros sobre aços inoxidáveis, em sua literatura é possível perceber a divisão de aços inoxidáveis em ferríticos, austeníticos, martensíticos, duplex e endurecíveis por precipitação, sendo ele também pioneiro na reprodução e interpretação das micrografias pela perspectiva do efeito dos elementos de liga.

PECKNER e BERNSTEIN (1977) afirmam que o objetivo de desenvolver o aço inoxidável martensítico era desenvolver uma liga que além de não oxidar, pudesse ser endurecida por tratamento térmico, algo que as outras categorias de aços inoxidáveis não conseguem.

Para que o aço seja considerado martensítico, necessita-se de uma combinação entre os teores de carbono e de cromo, isso porque além de serem os elementos mais presentes na composição química do aço, eles possuem caráter gamagênico (C) e ferritizante (Cr). A implicação direta disso é que, se o aço tiver alto teor de Cr (ferritizante) ele precisará também de alto teor de C (gamagênico) para permitir que o campo da austenita exista nas temperaturas de tratamento. Uma vez que há uma fase austenita, ela pode se transformar em martensita cujo teor de carbono proporcionará a dureza relevante para cada aplicação (COLOMBIER e HOCHMANN, 1967).

PARR e HANSON (1965) propuseram duas sub-categorias para os aços inoxidáveis martensíticos:

- a) de baixo teor de carbono (dureza HRC máx = 45)
- b) de alto teor de carbono (dureza HRC máx = 65).

Ambas as categorias apresentam microestrutura ferrítica + carbonetos (no caso dos aços martensíticos de alto teor de carbono, tanto primários quanto secundários) e dureza mínima de 145 e máxima de 240 HV, considerando o estado recozido.

PARR e HANSON (1965) afirmam que os aços AISI 440A, AISI 440B, AISI 440C e AISI 440F pertencem à categoria dos martensíticos de alto carbono. A Tabela 2.1 apresenta dados de composição química e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis martensíticos.

Tabela 2.1 – Composição química e propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis martensíticos.

AISI	Composição Química Nominal	Condição	Limite de Escoamento (1000psi)	Dureza (Brinell)
410	11.5-13.5 Cr; 0.15 C; 1.0 Mn; 1.0 Si; 0.04 P; 0.03 S	Recozida	40	155
410		Temperada e Revenida	60-150	180-390
420	12.0-14.0 Cr; 0.15 C min; 1.0 Mn; 1.0 Si; 0.04 P; 0.03 S	Recozida	50	200
420		Temperada e Revenida	80-200	250-550
440A	16.0-18.0 Cr; 0.60-0.75 C; 1.0 Mn; 1.0 Si; 0.04 P; 0.03 S; 0.75 Mo	Recozida	60	215
440A		Temperada e Revenida	80-240	até 570
440B	16.0-18.0 Cr; 0.75-0.95 C; 1.0 Mn; 1.0 Si; 0.04 P; 0.03 S; 0.75 Mo	Recozida	65	225
440B		Temperada e Revenida	90-250	até 600
440C	16.0-18.0 Cr; 0.95-1.20 C; 1.0 Mn; 1.0 Si; 0.04 P; 0.03 S; 0.75 Mo	Recozida	70	230
440C		Temperada e Revenida	90-270	até 600

FONTE: Adaptado de: PARR, J. G. HANSON, 1965, p.35.

Entretanto, ao longo do estudo de PECKNER e BERNSTEIN (1977) e COLOMBIER e HOCHMANN (1967), foi percebido que outra classificação faria mais sentido, a saber:

- a) Inoxidável Martensítico de Baixo Carbono;
- b) Inoxidável Martensítico de Baixo Carbono e contendo pouco níquel;
- c) Inoxidável Martensítico de Médio Carbono;
- d) Inoxidável Martensítico de Alto Carbono.

Atualmente, essa é a subdivisão utilizada na classificação de aços inoxidáveis martensíticos.

2.2.2) Têmpera de Aços Inoxidáveis Martensíticos

PARR e HANSON (1965), COLOMBIER e HOCHMANN (1967), PECKNER E BERNSTEIN (1977) e LULA (1986) estudaram a têmpera do aço inoxidável martensítico. Segundo eles, a dureza do material temperado depende:

- a) do teor de carbono supersaturado na estrutura tetragonal do microconstituente martensita;
- b) do teor de cromo, visto que ele é um elemento fortemente formador de carbonetos, o que implica tanto na precipitação de Cr_{23}C_6 , quanto na diminuição do carbono da martensita;
- c) da temperatura de austenitização, uma vez que uma elevada temperatura de austenitização dissolveria os elementos de liga na austenita, o que poderia gerar ferrita delta e/ou austenita retida após têmpera.

Considerando um aço com 15% Cr, constata-se nas literaturas supracitadas que a 1200 °C a austenita consegue solubilizar somente 0,5% C, já a 1000 °C, temperatura próxima da temperatura de austenitização mais usada, a austenita consegue solubilizar somente 0,3 - 0,4% C, o que implica então na existência de carbonetos secundários durante o tratamento de têmpera. Para não se ter a formação de carbonetos, poder-se-ia aumentar a temperatura de austenitização, no entanto, as literaturas citadas acima afirmam que para um aço com 12% Cr e 0,1% C, uma temperatura de austenitização de 1050 °C não formaria ferrita delta, ao passo que em uma temperatura austenitização de 1300 °C o teor de ferrita delta tornar-se-ia 50%, causando prejuízo às propriedades mecânicas. Aumentar a temperatura de austenitização para dissolvê-los, poderá causar também queda na dureza devido à formação de austenita retida de elevada estabilidade (difícil decomposição), uma vez que maiores teores de C diminuem a temperatura de finalização da transformação martensítica (M_f).

Sendo assim, MONYPENNY (1954), usando um gráfico de temperatura de austenitização em função da dureza no estado temperado, propõem que se use uma temperatura de austenitização de 1050°C para que seja atingida a máxima dureza durante a tempera (considerando um aço com 0,96% C e 13,1% Cr).

Por fim, a estrutura típica do aço inoxidável martensítico após a têmpera consiste em matriz martensítica com a presença de carbonetos secundários nos contornos de grão. Duas soluções para o problema da austenita retida após têmpera foram propostas: i) efetuar tratamento subzero a $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ou ii) duplo revenimento.

2.2.3) Revenimento do aço inoxidável martensítico

Para PARR e HANSON (1965), COLOMBIER e HOCHMANN (1967), PECKNER e BERNSTEIN (1977) e LULA (1986) esse material só pode ser conformado no estado recozido e, em geral, opta-se por trabalhar com esse material somente na condição temperada, isso porque um revenimento, especialmente a alta temperatura, implicaria na precipitação de carbonetos de cromo que comprometeriam a resistência à corrosão, bem como a dureza desse material.

O motivo dessa precipitação seria que, durante o revenimento de alta temperatura o carbono sairia da condição de supersaturação da martensita e, portanto, reduziria a dureza da mesma, além de tornar-se disponível para combinar com elementos de maior afinidade termodinâmica. Pode-se adotar um revenimento de baixa temperatura (alívio de tensões) a $150 - 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ por $1 - 3\text{ h}$ a fim de reduzir levemente a fragilidade do material.

Entre $450 - 540\text{ }^{\circ}\text{C}$ ocorre a fragilidade ao revenido, fazendo com que o material se torne ineficiente para aplicações que envolvam impacto. Durante o revenimento é ocorre também um endurecimento secundário nos aços inoxidáveis martensíticos, uma vez que o revenimento é uma estratégia viável para a redução da quantidade de austenita retida, o endurecimento secundário também pode ser fruto da precipitação de carbonetos em certas faixas de temperatura.

2.3) NITRETAÇÃO A PLASMA

MACHLET (1913) depositou em 1908 a primeira patente para o processo de nitretação, que seria publicada em 1913. Sua ideia original era trocar a atmosfera de oxigênio para amônia a fim de evitar que o aço oxidasse. Mais do que isso, o que

ocorreu foi a primeira nitretação. FRY (1921) foi o pioneiro da nitretação na Europa, quase que na mesma época em que A. Machlet desenvolvia seus trabalhos nos EUA.

GRUN (1993) mostra a importância ecológica e econômica dos processos de nitretação e revestimentos. A Tabela 2.2 mostra a análise ecológica feita pelo autor.

Tabela 2.2 – Análise ecológica dos processos a plasma

Processos	Poluição	Distorção de Temperatura	Adesão
Nitretação Banho de Sal	-	-	++
Nitretação Gasosa	+	-	++
Nitretação a Plasma	++	+	++
Nitretação Implantação Iônica	++	++	++
Técnicas Galvânicas	-	++	-
CVD	+	--	++
PVD	++	++	-
PACVD	+	+	+

FONTE: Adaptado de GRUN, REINAR. 1993.(p.617)

Na Tabela 2.2 os sinais representam aspectos positivos (+) ou negativos (-) de um processo. Pode-se concluir então que, exceto a nitretação com banho de sal, todas as outras formas de nitretação são ecologicamente amigáveis. A coluna “distorção de temperatura” permite inferir sobre o controle térmico do processo, sendo assim, observa-se que a nitretação gasosa ou banho de sal não permitem tanta homogeneidade térmica quanto à nitretação a plasma.

Tabela 2.3 – Análise econômica dos processos a plasma

Processos	Custos	Custos Variáveis	Rentabilidade
Nitretação com Banho de Sal	30	200	100
Nitretação Gasosa	80	120	100
Nitretação a Plasma	100	100	100
Nitretação Via Implantação Iônica	500	100	100
Técnicas Galvânicas	30	200	100
CVD	100	150	300
PVD	400	300	500
PACVD	200	150	500

FONTE: Adaptado de GRUN, REINAR. 1993. (p.617)

A Tabela 2.3 considera como referência para comparação o processo de nitretação a plasma (por isso ele assume o valor de 100%). Por custos fixos o autor entendeu investimento e depreciação, para custos variáveis foi entendido: materiais, energia, mão de obra. Por fim, rentabilidade foi relacionada com dinheiro, qualidade e aumento de vida útil.

CHIAVERINI (1965) afirma que a nitretação é um tratamento termoquímico, destinado a melhorar a dureza superficial, a resistência ao desgaste e a resistência a fadiga dos aços para construção mecânica. Esse tratamento é comumente realizado a gás, por meio de atmosfera de amônia. Considerando essa nitretação gasosa, lida-se com temperaturas de tratamento de 500 – 540 °C por tempos de 48 – 72 h produzindo assim uma camada de 0,5 - 0,8 mm. Mais recentemente foi desenvolvido o processo de nitretação em banho de sal, comercialmente conhecido como Tenifer ou Tufftride. A vantagem desse processo alternativo é o menor tempo de operação e a capacidade de nitretar aços comuns de baixo carbono.

LEPICKA e GRADZKA-DAHLKE (2014) descrevem que o objetivo da nitretação é melhorar as propriedades mecânicas dos materiais através da introdução do nitrogênio atômico no reticulado cristalino, esse fato, alterará o campo de tensões, originando tensões de coerência no reticulado cristalino, que por sua vez, dificultarão a movimentação das discordâncias, conseqüentemente, endurecendo o material e conferindo mais dureza e resistência mecânica.

PINEDO (2000) detalha que, durante o processo de nitretação, ocorre a formação de duas regiões, a camada branca ou camada de compostos e a zona de difusão. A zona de difusão é uma zona composta pelo nitrogênio difundido e, talvez, nitretos finamente dispersos na microestrutura. Já a camada branca é uma camada composta principalmente por nitretos. No caso do aço sem elementos de liga formadores de nitretos, é comum a formação do nitreto conhecido como nitreto γ' (Fe_4N), além do nitreto ϵ (Fe_{2-3}N).

A Tabela 2.4 mostra as possíveis fases formadas após uma nitretação, bem como suas características, bem como a Figura 2.3 apresenta o diagrama de equilíbrio Fe-N que permite entender melhor a nitretação.

Tabela 2.4- Possíveis fases formadas após a nitretação, suas estruturas cristalinas e frações atômicas.

Fase	Estrutura Cristalina	% at N	% at C
α - Fe [N,C]	Fe CCC com N e C desorientados no interstícios octaédricos	<0,4	<0,1
γ - Fe [N,C]	Fe CFC com N e C desorientados no interstícios octaédricos	<10,3	<9,1
α'' - Fe ₁₆ N ₂	Fe tetragonal de corpo centrado. N ordenado no interstícios octaédricos	~12,5	-
γ' - Fe ₄ N _{1-x}	Fe CFC. N orientado no interstícios octaédricos	19,4-20	<0,7
ϵ - Fe ₃ (N,C) _{1-y}	Fe HC. N e C mais ou menos orientados no interstícios octaédricos	15-33	<8
θ - Fe ₃ C	Fe ortorrômbico. C nos prismas trigonais	~0	25

FONTE: Adaptado de DOSSET, J e TOTTEN, G.E. 2013, p.621.

Figura 2.3 – Diagrama de Equilíbrio Fe - N. FONTE: Adaptado de: T.B. Massalski, 1996

Uma vez entendida a camada branca, pode-se associar os nitretos formados à fragilidade, que por sua vez, pode ser associada à formação de trincas e deslocamento de material. Isso pode causar dificuldades em termos de atrito e desgaste nas diversas aplicações em que o aço inoxidável martensíticos é usado. Sendo assim, está caracterizado um novo obstáculo ao processo de nitretação.

A solução para esse novo obstáculo foi a criação da nitretação a plasma. STRATTFOR et al (1995) afirmam que a nitretação a plasma foi desenvolvida por Berghaus sob a patente Alemã DPR 668,639 depositada em 1932.

ZHAO et al (2006) destacam as vantagens desse processo:

- i. consome pouco gás;
- ii. maior controle sob a camada branca;
- iii. processo mais amigável para o meio ambiente.

Para DALIBON et al (2013) outra vantagem da nitretação a plasma é o fato dela poder atuar como um pré-tratamento que aumenta a adesão de filmes que futuramente serão depositados sobre o material. Esse aspecto é de grande relevância para trabalhos com filmes finos, sendo assim, percebe-se que a qualidade da camada nitretada afetará o desempenho adesivo do futuro filme depositado.

Outra vantagem segundo SUN et al (1994) deve-se ao fato da nitretação a plasma ser composta por uma etapa de bombardeamento prévio (*sputtering*), que implica em melhorias em termos de limpeza atômica da peça a ser nitretada. Além disso, como os átomos de nitrogênio são acelerados pela diferença de potencial, existe a vantagem de esses átomos possuírem elevada quantidade de movimento (*momentum*) e energia, que por sua vez ajudará a nitretação, facilitando o processo de difusão de nitrogênio na peça.

Antes de detalhar o processo de nitretação a plasma, faz-se necessário definir o que é o plasma.

GUGLIOTTI (2001) escreveu sobre a história de Irving Langmuir, considerado o descobridor do plasma. Segundo ele, entre 1909 - 1915, durante seus estudos a respeito da dissociação de gases em contato com filamentos aquecidos e sob

descargas elétricas em gases, Langmuir cunhou o nome “plasma” bem como a primeira ideia do fenômeno, como o quarto estado da matéria.

Para MAHAN (2000) o plasma é um conjunto de gases ionizados mais elétrons secundários e são formados quando o gás é submetido a uma diferença de potencial criado por uma fonte DC ou RF. Durante a ionização são produzidas as partículas atômicas, além de fótons que fornecem o brilho típico do plasma e que circunda a peça, a essa região brilhante atribui-se o nome de bainha.

KOLBEL (1965) propôs um modelo para a nitretação a plasma contínua. Seu modelo defende que o bombardeamento gera o desprendimento de átomos de ferro, os quais reagem com os átomos de nitrogênio existentes no plasma, formando assim os nitretos típicos do processo, além disso, ele apresenta como funciona o processo de nitretação a plasma (ver Figura 2.4).

Figura 2.4- Mecanismo de nitretação a plasma. FONTE: Adaptado de KÖLBEL, J. 1965.

Nota-se que são necessários um cátodo e um anodo para conseguir formar o plasma. Uma vez ionizado o gás, ou seja, formados o plasma e as espécies atômicas, notam-se que os íons dotados de carga positiva são eletrostaticamente atraídos para a superfície da peça, que está atuando como cátodo. Isso demonstra que é na superfície do material que ocorrem as reações do processo, ou seja, é na superfície

do material que o Fe e outros elementos cuja afinidade termodinâmica pelo nitrogênio é alta (ex: Cr), reagem com o nitrogênio atômico, formando nitretos que compõem a camada branca (caso a mesma seja formada).

Em linhas gerais, pode-se deduzir da Figura 2.4 que existem duas cinéticas em questão, uma relacionada ao tempo que o nitrogênio atômico chega até a superfície e outra relacionada com o tempo que o nitrogênio atômico leva para atingir uma dada profundidade. Essa última é regida pelas equações de difusão do N no Fe. Outro aspecto interessante que pode ser induzido pela Figura 2.4 é que, se a cinética de formação de nitretos for muito rápida, em pouco tempo haverá uma camada branca entre a atmosfera (N atômico) e o substrato. É natural pensar que a presença dessa camada branca entre a atmosfera e o substrato possa afetar a futura difusão do nitrogênio no substrato, visto que essa camada atuaria como um obstáculo físico para a difusão do nitrogênio, o que automaticamente exigirá maior energia para que o nitrogênio atinja a mesma profundidade que ele atingiria antes da formação dessa camada branca.

HUDIS (1973) também estudou o mecanismo da nitretação a plasma, segundo ele, haviam muitos estudos sobre a parte metalúrgica e poucos sobre a questão do plasma ativo. Baseado no seu estudo, concluiu-se que a nitretação a plasma exige bombardeamento iônico, mais especificamente, que a nitretação a plasma depende de íons de nitrogênio e hidrogênio contidos no plasma. O hidrogênio contribui ainda para eliminar óxidos superficiais e melhorar o processo.

TIBBETS (1974) aprimora o que HUDIS (1973) fez, explorando os íons neutros e seu papel na nitretação a plasma. Antes acreditava-se que se necessitava de um plasma ativo (nitrogênio + hidrogênio) para que ocorresse a nitretação, mas TIBBETS (1974) concluiu que átomos de nitrogênio e até N₂ molecular podem atuar como espécies neutras e podem nitretar, desde que possuam energia suficiente para formar nitretos, ou seja, os átomos de nitrogênio desempenham o papel fundamental na nitretação a plasma.

ALVES JR (2001) e ALVES JR et al (2006) explicam que no processo a plasma, a peça fica sujeita a um elevado potencial elétrico, o que faz com que o plasma formado fique sobre a superfície do material tratado e de certa forma o circunde como

uma luva. Esse fato também pode ser induzido pela Figura 2.4. Tal fenômeno costuma causar um efeito conhecido como efeito de borda. Para solucioná-lo, os autores utilizaram uma tela ativa (*active screen*), ou seja, uma tela que envolve a peça a ser nitretada, evitando assim que o plasma circunde a peça e gere o efeito de borda. Segundo eles, mesmo com a tela ativa, o processo seguiu uma dinâmica semelhante ao modelo de Kölbel que rege a nitretação contínua.

ASADI e MAHBOUBI (2012) utilizaram a técnica da tela ativa, porém o uso da técnica implicou, segundo os autores, em algumas alterações de resultados. Eles observaram, por exemplo, uma diminuição na espessura da camada nitretada causada pela menor intensidade do plasma comparado ao processo contínuo. Mesmo assim, os autores reconhecem que a gaiola catódica permite fabricar uma superfície mais homogênea.

GRUN e GUNTER (1990) descrevem outra categoria de nitretação a plasma, a pulsada, e afirmam que ela resolveu diversos problemas da indústria, principalmente os associados aos superaquecimentos e formação de arcos.

PINEDO (2000) destacou as principais variáveis do processo de nitretação pulsada, a saber:

- i. temperatura de nitretação;
- ii. tempo de nitretação;
- iii. fração volumétrica dos gases de Nitretação;
- iv. pressão do reator;
- v. tempo de duração do pulso;
- vi. tempo de relaxação do pulso;
- vii. corrente e tensão fornecidos pela fonte
- viii. parâmetros do bombardeamento prévio, análogos aos parâmetros de nitretação.

TAKTAK et al (2014) estudaram a diferença entre nitretação contínua e pulsada. Eles demonstraram que dependendo do material em questão (aço AISI 52100 ou aço AISI 440C) a nitretação de forma pulsada pode gerar uma maior ou menor camada nitretada comparando-se ao processo contínuo. Foi observado também que, considerando o tribossistema por ele definido, uma menor taxa de

desgaste é encontrada para o material que sofreu nitretação pulsada comparado com o que foi nitretado convencionalmente.

Conforme observado nos trabalhos dos autores já descritos nesse capítulo, nota-se que as principais maneiras de avaliar a nitretação são por medidas de microdureza (superficial ou perfil), identificação de fases por difração de raios-X e emprego de técnicas microscópicas (ótico ou MEV).

Sendo assim, finaliza-se a revisão bibliográfica destacando que através de buscas em bases de dados como *Google Scholar*, *ScienceDirect* e *Scopus*, é possível constatar que, embora existam estudos focados no AISI 440B, sua microestrutura, seu desempenho quando depositado DLC sobre ele, a nitretação desse aço, dentre outros, percebe-se que os estudos tribológicos são focados no desempenho, principalmente na questão da perda de massa, sendo assim, carece-se de estudos aprofundados sobre os mecanismos de desgaste do aço AISI 440B nitretado e sem nitretar, sendo o trabalho de SUN et al (1994), efetuado com AISI 440C, uma das poucas literaturas que abordam isso.

Destaca-se também a falta de estudos sobre o comportamento ao desgaste do aço AISI 440B sujeito a ensaios tribológicos diferente do deslizamento à seco ou lubrificado convencional (esfera-disco, pino-disco), por exemplo, ensaio tribológico esfera-disco linear oscilatório (*linear reciprocating ball-on-flat sliding*) aqui chamado de SRV

3) MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 3.1 mostra as técnicas utilizadas nesse trabalho, separado por tipo de tratamento e por tipo de caracterização:

Figura 3.1 – Fluxograma esquemático dos processos e das análises efetuadas.

3.1) MATERIAL INICIAL DE TRABALHO

Foi recebida uma barra de aço inoxidável martensítico AISI 440B com 30 mm de diâmetro e 700 mm de comprimento. Originalmente a barra se encontrava no estado recozido. A análise da composição química foi feita no Laboratório Falcão Bauer Centro Tecnológico de Controle da Qualidade e foi obtida através dos equipamentos i) espectrofotômetro de absorção atômica – marca Agilent - Modelo 240FS e ii) LECO – Analisador de Carbono e Enxofre – Marca Leco – Modelo CS200. A avaliação do material como recebido consistiu na medição de dureza e na caracterização metalográfica. A dureza foi medida na escala Rockwell C em um durômetro Otto Wolpert Werke Dia Testor 2Rc, com carga de 150 kgf, em conformidade com a norma ASTM E18-16 (2016). A avaliação metalográfica após ataque com o reagente Vilella (5ml de HCl, 1g de ácido pícrico em 100ml de álcool etílico 95%), foi feita em microscópio ótico Olympus BX60M, equipado com software analisador de imagens TS - View 7. Toda preparação metalográfica consistiu de lixamento com granulometria de #220; #320; #400; #600 e #1200, seguido de polimento nos panos com abrasivo de diamante de 6, 3 e 1 μm .

3.2) GEOMETRIA DOS CORPOS DE PROVA

As amostras de aço AISI 440B temperado e temperado + nitretado utilizadas na caracterização microestrutural e mecânica, bem como as amostras utilizadas no ensaio tribológico são mostradas na Figura 3.2.

Figura 3.2: Detalhamento da Geometria dos Corpos de Prova usados na caracterização microestrutural, mecânica e tribológica

3.3) AÇO AISI 440B TEMPERADO

Uma vez caracterizado o material como recebido, prosseguiu-se para o tratamento térmico de têmpera. A têmpera foi executada em um forno tubular Lindberg aquecido por meio de resistências elétricas, com temperatura máxima de operação de 1200 °C, com uma taxa de aquecimento de 0,5 °C/s e atmosfera controlada (argônio). Esse forno encontra-se no Laboratório de Ensaios Mecânicos do PMT-EPUSP. O corpo de prova consistia em cilindros cortados por eletroerosão a fio sendo fixada a altura de 5 mm e 1 polegada de diâmetro. A têmpera foi feita com temperatura de austenitização de 1040 °C, conforme já destacado na seção 2.2 da revisão bibliográfica. O tempo de encharque adotado foi de 60 minutos, seguido de resfriamento em óleo.

A avaliação microestrutural foi realizada após os procedimentos de lixamento e polimento já citados e utilizando o reagente Vilella, ideal para revelar a estrutura martensítica, para observação no microscópio ótico. Para complementar a análise microestrutural foi feita a difração de raios-X em um difratômetro Philips XPert disponível no Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas da EPUSP. O difratômetro opera com radiação $\text{CuK}\alpha$ cujo $\lambda=1,54060 \text{ \AA}$, foi configurado também a corrente para 40 mA, bem como tensão para 40 kV. Além disso, foi adotado como ângulo de varredura o intervalo de 20° a 120° e tempo total de ensaio de 100 minutos. A análise do difratograma obtido foi feita utilizando o banco de dados disponível no software *Crystallographica Search-Match*.

A avaliação das propriedades mecânicas do material temperado foi feita por meio de dureza na escala Rockwell C, em conformidade com a norma já citada (ASTM E18-16).

Os estudos do desempenho tribológico e dos mecanismos de desgaste foram feitos por meio de ensaio de deslizamento linear cíclico (SRV) a seco, baseando-se na norma ASTM G133-05 (2010). Os parâmetros do ensaio SRV estão descritos na Tabela 3.1. Na condição temperada, foram adotadas 4 trilhas para a coleta dos dados. Todas as medições foram feitas após um banho com álcool no ultrassom por 10 minutos. O equipamento utilizado foi um Tribômetro SRV da Optimol Instruments

Prüftechnik GmbH, com sistema de coleta de dados embutido, software SRV4, que coletou os pontos do ensaio. Munidos desses dados foram desenhadas as curvas típicas desse ensaio (coeficiente de atrito vs. tempo) em software Excel.

Tabela 3.1 Parâmetros utilizados no ensaio tribológico do tipo Linear Cíclico (SRV)

Parâmetros	Valores
Amplitude [Stroke] (mm)	2.5
Frequência (Hz)	10
Carga (N)	25
Tempo (min)	67
Temperatura (°C)	25
Distância de Escorregamento (m)	100
Umidade Relativa (%)	55
Contra-Corpo (Esfera)	AISI 52100
Corpo 1 (Disco)	AISI 440B Somente Temperado
Corpo 2 (Disco)	AISI 440B Temperado e Nitretado

Além das curvas de coeficiente de atrito vs. tempo, quantificou-se tanto a perda de massa do disco do aço AISI 440B quanto da esfera de aço AISI 52100 utilizando-se uma balança com precisão de 0,00001 g. Após a realização do ensaio tribológico, foi executada a microscopia eletrônica de varredura, com canhão de emissão de campo (FEG), a fim de observar a superfície desgastada das trilhas de desgaste, bem como a calota de desgaste formada nas esferas. A análise por microscopia eletrônica de varredura permite também medir a largura das trilhas de desgaste no disco, comprimento das trilhas de desgaste no disco, e o diâmetro da calota formada nas esferas de aço AISI 52100 desgastadas. Por fim, a análise por microscopia eletrônica de varredura permitiu obter as composições químicas pertinentes através da análise EDS nas trilhas de desgaste formadas no disco e nas esferas desgastadas.

Em posse do valor dos diâmetros das calotas formadas nas esferas desgastadas, calculou-se o volume desgastado das esferas de acordo com as equações disponíveis na norma ASTM G133-05 (2010) e apresentadas nas equações 2 e 3:

$$V = \frac{\pi h}{6} * \frac{3D^2}{4+h^2}$$

Equação 2

$$h = R - \left[R^2 - \left(\frac{D^2}{4} \right) \right]^{\frac{1}{2}}$$

Equação 3

Onde:

- V = volume da esfera desgastada (mm³);
- h = altura do material removido (mm);
- R = raio original da esfera usada no ensaio (mm);
- D = diâmetro da calota formada após ensaio (mm).

A técnica de interferometria ótica, realizada no equipamento CCI Taylor Hobson, disponível no LFS-PME, com software gerenciador de imagem acoplado, foi utilizada para coletar o perfil topográfico das trilhas de desgaste formadas, bem como obter o perfil de profundidade das seções de interesse. Foi utilizada a lente de 10x, bem como um *template* desenvolvido para apresentar os resultados de forma mais concisa.

Baseado em todas as informações coletadas no MEV-FEG e no interferômetro, foi feita a análise dos mecanismos de desgaste envolvidos.

Por fim, foi utilizada a técnica de microscopia de força atômica para obter parâmetros de rugosidade, bem como uma análise visual mais detalhada da superfície do aço inoxidável martensítico AISI 440B temperado. A análise foi feita no Laboratório de Filmes Finos do Instituto de Física da USP utilizando-se máquina Multi Mode 8 da Bruker. Foi utilizado o modo dinâmico (*tapping mode*) com ponta de Si e uma janela de varredura de 5 µm x 5 µm. Para processamento das imagens foi utilizado software Nanoscope Analysis 1.5. Após a têmpera foi medida a rugosidade superficial da amostra com um rugosímetro de contato MITUTOYO SJ-201, permitindo assim obter os parâmetros de rugosidade de interesse.

3.4 AÇO AISI 440B NITRETADO A PLASMA

As superfícies das amostras temperadas foram preparadas metalograficamente para garantir a formação da camada nitretada adequada, dessa forma, as amostras foram polidas até o pano 1 μm para que pudessem ser devidamente nitretadas. Nesse momento as amostras consistem em pedaços equivalentes a $\frac{1}{4}$ de cilindro.

A nitretação foi realizada em um reator de nitretação a plasma experimental, cujas dimensões são $\varnothing$ 400 mm e altura 350 mm, feito em aço inoxidável AISI 316L contendo uma fonte pulsada *DC Pinnacle Plus* da fabricante *Advanced Energy*. Trata-se de uma fonte pulsada capaz de operar com frequências entre 5 – 350 kHz, com ciclo de serviço ajustável até 45% e capacidade de fornecer até 5 kW de potência. Junto à fonte encontra-se um transformador elevador de tensão (220 V para 380 V) para garantir seu funcionamento. Essa fonte está localizada no Laboratório de Tratamento de Superfícies a Plasma do PMT-EPUSP.

Esse reator não dispõe de paredes aquecidas por resistências, portanto, todo aquecimento é fruto da colisão dos íons com a amostra. O equipamento para controle de vazão dos gases utilizados, é um MKS Tipo 247 com 4 canais independentes, um para cada gás. Esse dispositivo é acoplado aos controladores de fluxo de massa MKS 1179 de 20, 50 e 500 sccm (*standard cubic centimeter per minute*) para medir, em tempo real, a vazão dos gases (argônio, hidrogênio, metano e nitrogênio).

O controle da pressão do reator é feito por um equipamento Edwards Active Gauge Controller acoplado a 3 medidores de pressão. Cada medidor de pressão representa um canal no controlador Edwards e cada um tem uma faixa de operação apropriada, por exemplo, o canal 1 é acionado quando a bomba mecânica estiver operando, já os canais 4 e 6 são usados somente quando a difusora estiver ligada.

O reator dispõe de duas bombas de vácuo, uma do tipo mecânica da Edwards e outra do tipo difusora (Diffstak CR100/300- Fabricante: Edwards) dotada de um sistema de refrigeração à água independente que garante a integridade do

equipamento durante a operação e durante situações de falta de água da caixa ou de energia da rede. A bomba mecânica é capaz de produzir vácuo da ordem de 10^{-2} Torr, já a bomba difusora é capaz de produzir vácuo da ordem de 10^{-6} Torr.

As medições de temperatura são feitas com um termopar Cromel - Alumel da ECIL tipo K (TK-2), posicionado sobre o porta - amostra. O reator dispõe também de visor (vidro borossilicato) para monitoramento instantâneo do tratamento.

As condições para a nitretação do aço AISI 440B são apresentadas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Parâmetros utilizados na nitretação a plasma do aço AISI 440B.

1) Limpeza em ultrassom por 10' (banho com álcool frio)	
2) Evacuação da câmara com a bomba mecânica	
3) Evacuação da câmara com a bomba difusora	
Tempo (minutos)	30
Pressão Final (Torr)	$1,8 \cdot 10^{-5}$
4) Sputter Cleaning	
Tempo (minutos)	30
Tensão Configurada (Volts)	650
Corrente Fornecida (Amperes)	0,77-0,80
Potência Fornecida (Watts)	500-510
Frequência (kHz)	210
Duração do pulso (T) (μ s)	1,5
Temperatura ($^{\circ}$ C)	480 ± 10
Vazão Ar/H ₂ (sccm)	10/10
Pressão (Torr)	0,50-0,55
5) Nitretação a Plasma Pulsada	
Tempo (minutos)	360
Tensão Configurada (Volts)	650
Corrente Fornecida (Amperes)	0,70-0,75
Potência Fornecida (Watts)	470-485
Frequência (kHz)	210
Duração do pulso (T) (μ s)	1,5
Temperatura ($^{\circ}$ C)	480 ± 10
Vazão N ₂ /H ₂ (sccm)	30/10
Pressão (Torr)	0,60-0,65

Antes da nitretação, a parede removível do reator (*shield*) e o porta - amostra foram limpos por meio do lixamento com lixa #100 e acetona, removendo a sujeira acumulada de tratamentos anteriores.

Após a etapa de evacuação e limpeza da atmosfera da câmara, efetuou-se o *sputter cleaning & activation* com relação 1H₂:1Ar. Os propósitos dessa etapa são aquecer a amostra até a temperatura de nitretação e reduzir qualquer óxido existente por meio da ação do hidrogênio, garantindo uma limpeza superficial a nível atômico. Posterior ao *sputter cleaning* executou-se a nitretação conforme mostrado na Tabela 3.2.

Após a nitretação a plasma, a peça foi resfriada dentro do reator sob uma atmosfera de nitrogênio (10 sccm), além disso, foi mantida a bomba de vácuo difusora operante até que temperatura indicada no medidor acusasse 100 °C, sendo que após isso operou-se somente com o vácuo da bomba mecânica (ordem de 10⁻² Torr) até temperatura ambiente.

Uma vez retiradas as amostras do reator, iniciou-se as caracterizações.

A caracterização da microestrutura foi feita por meio de difração de raios-X, utilizando um difratômetro Philips XPert disponível no Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas da EPUSP. Os mesmos parâmetros usados na análise do aço AISI 440B temperado e já citados anteriormente foram usados nessa etapa. A análise do difratograma obtido foi feita utilizando o banco de dados disponível no software *Crystallographica Search-Match*. A análise em microscopia ótica foi feita após atacar a amostra com o reagente Nital 2% por cerca de 1 minuto, a fim de revelar somente a camada nitretada e averiguar se houve formação de camada branca. A fim de analisar a microestrutura, profundidade da camada nitretada e composição química dos carbonetos situados dentro e fora da camada, efetuou-se a microscopia eletrônica de varredura com canhão de efeito de campo (MEV-FEG) e a análise de composição química por EDS da seção transversal da amostra.

A caracterização das propriedades mecânicas foi feita através de medidas de microdureza superficial em microdurômetro HMV Shimadzu HMV-2, sobre uma mesa anti-vibratória TS-300/LT. A carga adotada nesse procedimento foi de 100 gf. Além disso, medições de microdureza da seção transversal também foram coletadas no mesmo equipamento, também com carga de 100 gf. Munidos dos valores de

microdureza em cada profundidade, elaborou-se a curva de dureza versus profundidade em software Excel. Depois de obtida a curva microdureza vs. profundidade, adotou-se o procedimento escrito na norma DIN 50190 Parte 3 de 1979 para que fosse determinada a espessura da camada nitretada, conhecida como espessura NHT. A norma estabelece que sejam adicionados 50 HV à dureza do núcleo do substrato, após isso, traça-se uma reta paralela ao eixo x nessa dureza e verifica-se o valor no eixo x que corresponde a intersecção da reta com a curva de microdureza vs. profundidade. A Figura 3.3 ilustra esse procedimento.

Figura 3.3 – Abordagem gráfica para determinação da profundidade da camada nitretada (NHT). FONTE: Adaptado de DIN 50.190 Teil 3. 1979, p1.

Para analisar o desempenho tribológico, mediu-se a rugosidade após nitretação com um rugosímetro de contato MITUTOYO SJ-201, obtendo assim os parâmetros de rugosidade de interesse. Microscopia de força atômica (AFM) também foi realizada com o intuito de coletar parâmetros de rugosidade e obter uma análise visual mais detalhada. Essa análise foi feita na máquina Shimadzu SPM 9500J3 disponível no PMT-EPUSP. O equipamento opera tanto em modo contato como em modo dinâmico, sendo possível também a utilização de diversas pontas (Si para dinâmico e SiN₃ para modo contato). Foi utilizado o modo dinâmico com ponta de Si e uma janela de varredura de 5 µm x 5 µm.

Foi feito ensaio tribológico do tipo deslizamento linear cíclico (SRV) a seco, para obter as curvas de coeficiente de atrito vs. tempo. Os parâmetros são os mesmos já descritos na Tabela 3.2 a fim de permitir a comparação entre os tratamentos. As perdas de massa do disco de aço AISI 440B Nitretado e da esfera de aço AISI 52100 foram feitas utilizando balança com precisão de 0,00001 g.

Após a realização do ensaio tribológico, foi executada a microscopia eletrônica de varredura com canhão de emissão de campo (FEG), a fim de observar a superfície desgastada das trilhas de desgaste e a calota de desgaste formada nas esferas. Foi usado também para medir a largura das trilhas de desgaste no disco, comprimento das trilhas de desgaste no disco, diâmetro das calotas formadas nas esferas de aço AISI 52100 desgastadas. Finalmente, a técnica também permitiu obter as composições químicas pertinentes através da análise EDS nas trilhas de desgaste formadas no disco e também nas esferas desgastadas.

Em posse do valor dos diâmetros das calotas formadas nas esferas desgastadas, calculou-se o volume desgastado da esfera de acordo com as equações 2 e 3 já citadas.

A técnica de interferometria ótica, realizada no equipamento CCI Taylor Hobson, disponível no LFS-PME, com software gerenciador de imagem acoplado, foi utilizada para coletar o perfil topográfico das trilhas de desgaste formadas, bem como obter o perfil de profundidade das seções de interesse.

Baseado em todas as informações coletadas no MEV-FEG e no interferômetro, foi feita a análise dos mecanismos de desgaste envolvidos.

4) RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1) AÇO AISI 440B CONFORME RECEBIDO

A composição química do material conforme recebido é apresentada na Tabela 4.1

Tabela 4.1 – Composição química do aço AISI 440B conforme recebido

Elementos Químicos	% em massa
C	0.87
Cr	16.18
Mo	0.85
Si	0.37
Mn	0.31

A composição química analisada indica que o aço é, de fato, um aço AISI 440B, com teor de Mo ligeiramente acima dos valores expressos na literatura para os aços inoxidáveis martensíticos da série 440, conforme apresentado na seção 2.2.

As medidas de dureza resultaram em dureza média do material recebido de 237 ± 0 HB. A microestrutura do aço AISI 440 B recozido, após ataque com reagente Vilella pode ser vista na Figura 4.1.

Figura 4.1 – Microscopia ótica do aço AISI 440B na condição “conforme recebido”. Ataque com reagente Vilella. 500x de aumento.

Na Figura 4.1, observa-se uma microestrutura que consiste em uma matriz ferrítica com a presença dispersa de carbonetos do tipo $(Cr, Fe)_{23}C_6$.

A Figura 4.2 apresenta uma simulação de diagrama de equilíbrio para o aço AISI 440B. Esse diagrama permite observar que no estado recozido, é esperada uma microestrutura contendo ferrita (α) mais carbonetos $M_{23}C_6$.

Figura 4.2- Simulação de diagrama de equilíbrio para aço AISI 440B (18% Cr; 0,75% Mo; 1% C) obtido no ThermoCalc. Legenda: BCC_A2 – ferrita; FCC_A1 – austenita; liquid – líquido;

4.2) AÇO AISI 440B TEMPERADO

4.2.1) Caracterização Microestrutural

A Figura 4.3 apresenta o difratograma do aço AISI 440B Temperado. Nela é possível verificar que após a têmpera existem o microconstituente martensita, descrita no difratograma como $Fe\alpha$ e carbonetos. Sendo assim, o difratograma está de acordo

com as fases observadas na microestrutura do material por microscopia ótica ilustrada na Figura 4.4.

Figura 4.3 – Difratoograma do aço AISI 440B temperado em óleo.

Figura 4.4— Microscopia ótica do aço AISI 440B temperado em óleo. Aumento: 500x. Reagente: Vilella.

Baseado na Figura 4.4, notou-se que a microestrutura é composta de martensita com carbonetos primários (eutéticos) cuja aparência é branca, bem como carbonetos secundários menores. Esses carbonetos não foram dissolvidos na austenitização. COLOMBIER e HOCHMANN (1967) mencionam que austenitizando o material a 1000°C dissolve-se 0,3 - 0,4% C, portanto, o carbono remanescente permanece na forma de carbonetos, conforme encontrado nas Figuras 4.3 e 4.4.

4.2.2) Caracterização mecânica

Baseado na Tabela 4.2 notou-se que o material temperou conforme o previsto, conferindo durezas dentro da faixa de valor estipulado no ASM Handbook Vol 4, que é entre 53 - 59 HRC.

Tabela 4.2– Medidas de dureza Rockwell C do aço AISI 440B temperado em óleo.

Medidas	Durezas (HRC)
1	51.0
2	53.0
3	56.0
4	56.0
5	52.0
6	54.0
7	55.0
8	56.0
Média Amostral	54.1
Desvio Padrão Amostral	2.0

4.3) AÇO AISI 440B NITRETADO

4.3.1) Caracterização Microestrutural

A Figura 4.5 mostra o difratograma do aço AISI 440B nitretado a plasma.

Figura 4.5 – Difratograma do aço AISI 440B nitretado a plasma.

A Figura 4.5 mostra que a matriz metálica é constituída de martensita, denominada no difratograma como Fe, em alusão ao Fe α . Além dos picos da matriz, observam-se picos das fases γ' (Fe_4N), ϵ (Fe_3N) e CrN. Constatou-se também que o carboneto de cromo (Cr_{23}C_6) se encontra presente nesse tratamento, fruto da não dissolução do mesmo durante a austenitização.

Quanto à presença do nitreto Fe_3N , segundo o diagrama de equilíbrio Fe-N apresentado na revisão bibliográfica (Figura 2.3), para teor de nitrogênio alto (6%) e temperaturas de 480°C, a formação de nitretos Fe_{2-3}N (campo $\gamma'+\epsilon$) é possível. Logo, em regiões onde o teor de nitrogênio é menor que 6% predominaria o nitreto Fe_4N . ALPHONSA et al (2002) especula que em aços com maiores teores de carbono, haveria a predominância de Fe_3N , o que coincide com a Figura 4.5, sendo assim, seguindo o raciocínio proposto por eles, o alto teor de C do aço AISI 440B pode ter favorecido a predominância de Fe_3N sobre o Fe_4N .

Na Figura 4.6 observa-se a camada nitretada obtida com o tratamento. É possível observar também as indentações de microdureza efetuadas para avaliar a variação da dureza com a espessura. Não se observa a presença de camada branca, visto que a mesma não foi revelada após contato com o reagente Nital. A não formação da camada branca condiz com PINEDO (2003), que ao estudar anéis de pistão de aço AISI 440B notou que mesmo com temperaturas de nitretação de 520°C não foi formada a camada branca, nem nitretos no contorno de grão.

Figura 4.6 – Microscopia ótica do aço AISI 440B nitretado a plasma. Aumento: 200x. Reagente: Nital, 2%, ataque por 1 minuto. OBS: notam-se as indentações das medições de microdureza junto à camada nitretada.

A microscopia eletrônica de varredura do aço AISI 440B nitretado é apresentada na Figura 4.7. A espessura da camada nitretada foi de 55 - 60 µm. Comparando esse resultado com outros autores que trabalham com aços inoxidáveis martensíticos, percebe-se que ALPHONSA et al (2002) obteve valores semelhantes (61 µm), muito embora tenha trabalhado com aço AISI 420, com menores teores de C e Cr. Já YUN-TAO^b et al (2008) obtiveram camadas bem superiores (150 µm), no entanto, isso se deve ao fato deles terem usado maiores tempos e maior pressão no interior do reator (o que reflete em maior potência na fonte).

Comparações de resultados de nitretação são complexos, uma vez que a alteração de um único parâmetro altera todo resultado final, conforme JEONG e KIM

(2001) abordaram. Para eles, alterações na temperatura, pressão e fator de operação comprometem a intensidade dos espectros de N_2 e N_{2+} , logo comprometem a nitretação.

Figura 4.7 – Microscopia eletrônica de varredura da seção transversal do aço AISI 440B nitretado a plasma. [medidas (esq para direita): 54,78 μm ; 53,62 μm ; 53,91 μm ; 55,66 μm ; 54,49 μm ; 55,37 μm]

Na Figura 4.8 constata-se que não houve a formação de rede de nitretos precipitados no contorno de grão.

Figura 4.8 – Microscopia eletrônica de varredura do aço AISI 440B nitretado a plasma. Detalhe da interface camada nitretada/substrato. Aumento: 20.000x.

A título de comparação visual, apresenta-se a Figura 4.9, onde se observa a formação de rede contínua de nitretos no contorno de grão, sendo assim, ratifica-se o que foi dito acima.

Figura 4.9- Exemplo visual de rede de nitretos formados nos contornos de grão. Fonte: Adaptado de Garzón, C.M. Franco Jr, A.R. Tschitschin, A.P. (2017)

4.3.1.1) Análise da Composição Química dos Carbonetos dentro e fora da camada nitretada.

A fim de analisar mais precisamente os carbonetos presentes dentro da camada nitretada, coletou-se a Figura 4.10. Nela é possível notar alteração na coloração dentro do carboneto (regiões cinzas escuro e regiões brancas). Percebe-se também que a região cinza escura está voltada para a camada nitretada (superfície).

Figura 4.10- Microscopia eletrônica de varredura do carboneto presente dentro da camada de aço AISI 440B nitretado a plasma.

A análise de composição química por EDS é mostrada nas Tabelas 4.3 e 4.4. Comprova-se por meio dessas Tabelas que a região cinza escura é mais rica em nitrogênio se comparada com a região branca, que nem apresenta o elemento N. Isso

sugere que o nitrogênio ao difundir em direção ao núcleo da peça, também difunde nos carbonetos alterando sua composição química. Como a região branca é somente rica em C, percebe-se que se trata daqueles carbonetos eutéticos, de tamanho grande, oriundos da solidificação.

A explicação desse fenômeno é dada por LEROY et al (1986) que afirma que para aços contendo elevado teor de cromo, ocorre a dissolução dos carbonetos $M_{23}C_6$ ou M_7C_3 durante a nitretação, especialmente na região da interface entre eles e camada nitretada. Durante a dissolução, o nitrogênio difunde para dentro do carboneto ao passo que o carbono e cromo difundem para fora do carboneto, favorecendo então a nucleação dos nitretos MN (coloração cinza escura na Figura 4.10). O mecanismo envolvido nessa dissolução é descrito pelo autor como sendo a movimentação das interfaces.

Tabela 4.3 – Composição Química por EDS relativa ao Ponto 1 da Figura 4.10

Elemento	% Massa	% Atômico
C K	3.14	9.18
N K	15.05	37.74
Mo L	2.47	0.91
V K	0.45	0.31
Cr K	48.18	32.54
Mn K	1.01	0.65
Fe K	29.69	18.67

Tabela 4.4 – Composição Química por EDS relativa ao Ponto 2 da Figura 4.10

Elemento	% Massa	% Atômico
C K	5.61	21.14
Mo L	2.43	1.14
V K	0.46	0.40
Cr K	53.07	46.17
Mn K	1.01	0.83
Fe K	37.42	30.31

A Figura 4.11 ilustra os carbonetos presentes no substrato, ou seja, fora da camada nitretada. Percebe-se que a coloração cinza escura não é encontrada neles, tampouco teores de nitrogênio. A composição química está detalhada na Tabela 4.5.

Sendo assim, fica comprovado experimentalmente que houve o enriquecimento de nitrogênio pelo mecanismo de dissolução de carboneto $M_{23}C_6$ durante a nitretação do aço AISI 440B.

Figura 4.11 – Microscopia eletrônica de varredura dos carbonetos presentes no substrato do aço AISI 440B nitretado a plasma.

Tabela 4.5 – Composição Química por EDS do Ponto 1 da Figura 4.11

Elemento	% Massa
C K	5.98
Mo L	2.72
V K	0.53
Cr K	51.74
Mn K	1.03
Fe K	38.00

4.3.2 Caracterização Mecânica

A Figura 4.12 apresenta as medidas de microdureza da seção transversal do aço AISI 440B Nitretado.

Figura 4.12 – Gráfico “microdureza (HV_{0,1}) vs. profundidade” para o aço AISI 440B nitretado a plasma. Espessura NHT entre 90-100 μm.

Aplicando-se a norma NHT (DIN 50190), adicionou-se 50HV a dureza do núcleo (520 HV_{0,1}) e verificou-se a profundidade considerando o local em que a reta toca a curva experimental. Notou-se então que a dureza do substrato caiu de 54 HRC (Tabela 4.2) para 50 - 51 HRC, o que para fins industriais não é desejado. Atribui-se esse fenômeno ao fato de ter sido feito um revenimento antes da nitretação, ou seja, o revenimento ocorreu durante a nitretação. Tornando a análise da espessura da camada, conclui-se que por esse método ela situa-se entre 90 -100 μm.

PINEDO (2003) trabalhando com aço AISI 440B nitretado a 520 °C por 4 - 12 h obteve durezas superficiais de 1100 -1200 HV_{0,1}, e obteve espessuras de camada de 125 μm para 12h de tratamento e 100 μm para 8h de tratamento. Comparando os resultados desse autor com os obtidos experimentalmente, tanto pelas imagens de MEV-FEG quanto pela curva de perfil de dureza, percebe-se semelhanças tanto em termos de dureza quanto em termos de espessura da camada. As pequenas variações entre os autores devem-se aos aspectos estruturais do reator, bem como fração

volumétrica dos gases e tensão aplicada afetam e explicam a pequena distorção em relação a ele.

O comportamento da Figura 4.12 pode ser entendido considerando o que MARCHEV et al (1998) afirmam. Segundo eles, diferenças nos valores de dureza com a profundidade da camada devem-se a concentração de nitrogênio existente em cada profundidade, sendo assim, espera-se que em regiões de maior concentração de nitrogênio (superfície) a dureza seja elevada, tanto pela possível expansão da martensita pelo nitrogênio, quanto pela formação de nitretos. Na interface entre camada nitretada/substrato, a concentração de nitrogênio é baixa, uma vez que os nitretos formados próximos da superfície dificultam a difusão do próprio N. Sendo assim a dureza vai diminuindo a medida que se aproxima do substrato.

Aplicando-se a norma DIN 50190 Parte 3 de 1979, conclui-se que a espessura da camada (NHT) está entre 90 -100 μm , superior ao encontrado nas imagens de MEV-FEG, porque as regiões da camada nitretada mais próximas do substrato não são tão ricas em nitretos (facilmente revelados por ataque químico), mas sim em nitrogênio disperso no reticulado cristalino gerando tensões de coerência. Por fim, a Figura 4.13 especifica A, B, C e D, todas com uma margem de 10 mm das bordas. Já a Tabela 4.6 mostra as medidas de microdureza superficial feitas com 100 gf

Figura 4.13 – Detalhamento dos pontos de medição da microdureza superficial do aço AISI 440B nitretado a plasma.

Tabela 4.6 – Medidas de microdureza superficial (100 gf) do aço AISI 440B nitretado a plasma

A	B	C	D
1677	1903	1648	1903
1707	1707	1737	1769
1903	1677	1737	1769
1868	1707	1868	1677
1903	1801	1834	1737
1868	1677	1868	1677
1737	1834	1769	1677
1903	1903	1801	1834
1868	1868	1648	1769
1769	1834	1648	1648
Média = 1820	Média = 1791	Média = 1756	Média = 1746
Desvio = 88	Desvio = 91	Desvio = 88	Desvio = 80
CV = 5%	CV = 5%	CV = 5%	CV = 5%
Média das Médias de Cada Cota = 1778			
Desvio das Médias de Cada Cota = 34			
Coeficiente de Variação (CV) Geral = 2%			

Observa-se uma pequena variabilidade nas medições de cada cota causada pela variabilidade intrínseca do sistema. Embora ALVES JR et al (2006) destaque que apresenta amostras nitretadas sem gaiola, impreterivelmente, sofrerão efeito de borda, seja em menor ou maior intensidade, dado que é da natureza do plasma circundar a peça e somente uma gaiola catódica poderia evitar isso, os dados da Tabela 4.6 mostram que para os corpos de prova usados na caracterização microestrutural e mecânica ele não foi significativo, isso porque a razão Volume/Área para esses corpos de prova são pequenas se comparadas com os corpos de prova do ensaio SRV, descrito futuramente na seção 4.4.2.

4.4) DESEMPENHO TRIBOLÓGICO

4.4.1) Análise da Rugosidade Superficial

4.4.1.1) Aço AISI 440B Temperado

A Figura 4.14 ilustra a superfície do aço AISI 440B Temperado em 3D considerando como janela de varredura um quadrado de ($5\text{ }\mu\text{m} \times 5\text{ }\mu\text{m}$).

Figura 4.14 – Imagem da superfície do aço AISI 440B temperado obtido por AFM operante no modo dinâmico.

Percebe-se na superfície a presença de alguns carbonetos não dissolvidos. A Figura 4.15 permite visualizar as trajetórias onde foi analisada a rugosidade. A Figura 4.16 apresenta as medidas de rugosidade efetuadas pelo software *NanoScope Analysis v1.5*. Observando as tonalidades na barra de escala do eixo Z das Figuras 4.14 e 4.15, pode-se constatar a baixa rugosidade do material temperado e polido utilizado antes das nitreções. Na Figura 4.16 percebe-se que os vales mais profundos da superfície possuem cerca de 10 nm, bem como os picos mais elevados

apresentam altura de 10-15 nm. A Tabela 4.7 apresenta os valores de rugosidade obtidos.

Figura 4.15 – Detalhamento das linhas de coleta do perfil de rugosidade da superfície do aço AISI 440B Temperado.

Figura 4.16 – Variação da altura (eixo z) com o comprimento das linhas A,B,C,D e E mostradas na Figura 4.15.

Tabela 4.7 – Parâmetros de Rugosidade da Superfície do aço AISI 440B Temperado obtidos pelo software *NanoScope Analysis* v1.5. (Medidas em nm)

Linhas de Coleta	Rmax	Rz	Rms	Ra
A	15.6	4.5	3.5	2.6
B	10.9	2.2	2.7	2.6
C	12.4	5.2	2.7	1.7
D	11.8	6.8	3.3	1.7
E	13.7	4.9	4.6	2.4

O software permite também, avaliar a rugosidade da área total ($5 \times 5 = 25 \mu\text{m}^2$) e forneceu os seguintes valores: Rms = 3,10 nm; Ra = 2,34 nm; Rmax = 21,1 nm. O software que efetua a medição de rugosidade em áreas subdivide a mesma em “n” seções, calcula os parâmetros separadamente e depois apresenta a média.

4.4.1.2) Aço AISI 440B Temperado e Nitretado

A Figura 4.17 apresenta a superfície do aço AISI 440B após nitretação a plasma. É possível visualizar que os picos de rugosidade apresentam altura máxima, conforme barra de escala de altura dos picos, de 520 nm ($0,52 \mu\text{m}$), porém a maioria dos picos se encontra abaixo dessa altura, conforme visto pelo histograma apresentado na Figura 4.17. A distribuição das alturas do pico segue uma distribuição Gaussiana, com leve assimetria, ou seja, a distância entre o limite superior e a média é diferente da distância entre a média e o limite inferior.

Figura 4.17 – Imagem de AFM da superfície do aço AISI 440B nitretado a plasma.

A Figura 4.18 apresenta a superfície do disco de aço AISI 440B nitretado em 2D onde se encontram marcadas as trajetórias AB e CD onde foi analisada a rugosidade. A rugosidade medida ao longo das duas trajetórias mostra maior heterogeneidade na superfície nitretada, uma vez que o pico na trajetória CD é a 405,7 nm (0,4057 μm) e na trajetória AB vale 289,8 nm (0,2898 μm). Considerando os parâmetros de rugosidade para os cortes AB e CD, expressos na Figura 4.18 e mostrados abaixo, nota-se novamente heterogeneidade na superfície do aço AISI 440B nitretado.

- a) Ra: trajetória AB= 66,29. Trajetória CD= 77,53 nm;
- b) Ry: trajetória AB= 289,81. Trajetória CD= 405,71 nm;
- c) Rz: trajetória AB= 169,26. Trajetória CD= 190,67 nm;
- d) Rms: trajetória AB= 77,67. Trajetória CD= 94,81 nm.

Figura 4.18 – Imagem 2D da Figura 4.17, bem como detalhamento das trajetórias AB e CD e seus parâmetros de rugosidade.

4.4.1.3) Comparação entre Parâmetros de Rugosidade do aço AISI 440B Temperado e Nitretado.

A Tabela 4.8 apresenta os parâmetros de rugosidade para o material pré nitretado (somente temperado) e pós nitretado (temperado + nitretado) obtidos por meio de um rugosímetro. Já a Tabela 4.9 apresenta os mesmos parâmetros, porém considerando as medições obtidas no AFM.

Tabela 4.8 – Comparação entre os parâmetros de rugosidade obtidos por rugosímetro de contato para o aço AISI 440B nas condições: i) pré-nitretação e ii) pós-nitretação.

Condição	Parâmetros	Média
AISI 440B Pré – Nitretado	Ra	0.04 ± 0.02
	Ry	0.50 ± 0.21
	Rz	0.31 ± 0.10
	Rms	0.06 ± 0.03
AISI 440B Pós - Nitretado	Ra	0.28 ± 0.08
	Ry	3.54 ± 1.09
	Rz	1.99 ± 0.39
	Rms	0.41 ± 0.12

Tabela 4.9 – Comparação entre os parâmetros de rugosidade obtidos no AFM para o aço AISI 440B sem nitretação e com nitretação.

Parâmetro	AISI 440B Temperado	AISI 440B Nitretado	Razão Nitretado/Temperado
Ra (nm)	1.6 – 2.6	66 - 77	34
Rmax (nm)	10 – 15	NA	NA
Rz (nm)	2.18 – 6.75	169 - 190	40
Rms (nm)	2.6 – 4.6	77 – 94	24
Ry (nm)	NA	289 – 405	NA

As medições dos parâmetros de rugosidade feitas em rugosímetro de contato apresentam diferenças em relação aos obtidos pela técnica do AFM porque a ponta de um AFM é diferente da ponta de um rugosímetro portátil. Sendo assim, os valores serão diferentes e não comparáveis entre si, mas o comportamento do aço ao mudar da condição temperada para a condição temperada+nitretada é passível de

comparação e experimentalmente verificou-se, em ambas as técnicas, a mesma conclusão.

Considerando as medições feitas no AFM, percebeu-se que a rugosidade Ra do aço AISI 440B Nitretado é 34 vezes maior que a do aço AISI 440B Temperado, e que a rugosidade Rz é 40 vezes maior que a do aço AISI 440B Temperado. Novamente, observa-se que a nitretação prejudicou o acabamento superficial, conforme será descrito a seguir. O parâmetro Ry não foi utilizado na comparação pois o AFM utilizado na avaliação da rugosidade do aço somente temperado não fornece esse valor.

As literaturas abaixo afirmam que a nitretação prejudica o acabamento superficial, conforme verificado experimentalmente, e discutem os efeitos dos parâmetros de nitretação na rugosidade, a saber:

- a) maior frequência e temperatura da nitretação pulsada: maiores são as rugosidades superficiais (Ra) [JEONG e KIM^b (2001)];
- b) quanto maior a temperatura de nitretação, maior o parâmetro de rugosidade Rz [ROLINSKI (1987);
- c) quanto maior tempo de nitretação, maior o parâmetro de rugosidade Ra [RECCO (2008)];
- d) nitretação sem uso de gaiola catódica aumenta a rugosidade e heterogeneidade das propriedades de superfície [ALVES Jr et al (2006)]

4.4.2) Análise das Curvas de Coeficiente de Atrito vs. Tempo.

A análise dessas curvas é fundamental para identificar e entender fenômenos que ocorrem ao longo do tempo de ensaio e que afetam o coeficiente de atrito (BLAU, 1981). Um exemplo é dado por CORENGIA et al (2006) que afirma que, dependendo da pressão e do tempo usados no ensaio tribológico, pode ser observado uma alteração na estabilidade da curva coeficiente de atrito vs. distância (ou tempo) atribuída, por exemplo, à ruptura de camada branca ou da própria camada nitretada.

BLAU (1981) explica também duas situações que podem ocorrer nas curvas de coeficiente de atrito versus tempo, expressas na Figura 4.19:

- a) aumento exponencial do coeficiente de atrito com o tempo, análogo ao mostrado na Figura esquemática 4.19 (a) e observado no caso da trilha de desgaste 1 do material simplesmente temperado.
- b) aumento no coeficiente de atrito (regime não estacionário) seguido da diminuição e estabilização (regime estacionário). Essa situação, expressa esquematicamente na Figura 4.19 (b), expressa o comportamento das outras curvas experimentais (trilhas 2, 3 e A da Figura 4.20 e trilhas 3, 4 e 5 da Figura 4.21). Segundo BLAU (1981) elas representam a configuração mais comum em situações que envolvam deslizamento a seco entre metais.

Figura 4.19 – Formatos de duas curvas de Break-In (Coeficiente de Atrito vs. Tempo) características de deslizamento envolvendo metais. FONTE: Adaptado de BLAU, PETER J. 1981 (p.30).

A Figura 4.20 apresenta as curvas experimentais de coeficiente de atrito vs. tempo para as 4 trilhas formadas no tribossistema envolvendo aço AISI 440B Temperado, ao passo que a Figura 4.21 apresenta as mesmas curvas só que para o tribossistema envolvendo aço AISI 440B Nitretado

Figura 4.20 – Curvas de Coeficiente de Atrito vs. Tempo para o tribossistema “Deslizamento a seco de esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”.

Figura 4.21: Curvas de coeficiente de atrito vs. tempo para o tribossistema “deslizamento a seco de esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Nitretado”.

Percebe-se que o coeficiente de atrito durante o regime não estacionário do tribossistema envolvendo aço AISI 440B temperado foi de 1,2 – 1,4, ao passo que no tribossistema envolvendo o material nitretado, essa elevação foi menor. Esse período

onde ocorre elevação inicial do coeficiente de atrito é chamado de *running-in* e explicado por VIAFARA (2010) e WU et al (2006).

VIAFARA (2010) e WU et al (2006) definem o *running-in* como o período inicial do deslizamento, no qual diversos mecanismos podem atuar. Nesse período ocorrem alterações na superfície de contato, de forma que à medida que o tempo passa vai ocorrendo um ajustamento dos pontos de contato entre as superfícies de corpo e contra-corpo. Após esse momento inicial, atinge-se o estado estacionário, momento onde o coeficiente de atrito se estabiliza fruto da dominância de um mecanismo de desgaste perante outro. Além disso, existe a transição entre contato de ponto para um contato de planos, o que aumenta a resistência ao movimento no início do ensaio.

Novamente comparando o tribossistema que envolve o disco temperado com o que envolve o disco nitretado, percebe-se que, não só o coeficiente de atrito do *running-in* foi reduzido, mas também o tempo que demorou para que o coeficiente de atrito atinja o estado estacionário.

Comparando-se o coeficiente de atrito do tribossistema envolvendo o aço AISI 440B temperado com o que envolve o aço AISI 440B nitretado, observa-se que no tribossistema cujo corpo é aço AISI 440B nitretado, um menor coeficiente de atrito foi obtido, muito embora tenha a rugosidade maior que o aço AISI 440B temperado. SEDLACEK et al (2009) estudou a correlação entre parâmetros de rugosidade superficial e coeficiente de atrito, porém foi no tribossistema aço AISI 52100/ Al_2O_3 com e sem lubrificação. Eles constataram que a correlação entre acabamento superficial e coeficiente de atrito nem sempre é positiva, sendo perfeitamente possível que amostras com parâmetros de rugosidade (acabamento superficial) próximos apresentem coeficiente de atrito do tribossistema completamente diferente.

Baseado na Figura 4.21 percebe-se uma dispersão entre os valores de coeficiente de atrito. SUN e BELL (1998) mencionam que a alta variabilidade da rugosidade superficial do material nitretado pode gerar essa dispersão maior se comparada ao não nitretado. Outra explicação possível refere-se ao efeito de borda, invariavelmente encontrado em corpos de prova nitretados sem uso de uma gaiola catódica. Muito embora nos corpos de prova usados na caracterização microestrutural

e mecânica o efeito de borda não foi significativo (Tabela 4.6), nos corpos de prova do ensaio tribológico SRV foi significativo, sendo inclusive observado a olho nú (Figura 4.22).

Figura 4.22 – Evidência do Efeito de Borda sobre o disco de AISI 440B Nitretado a Plasma usado no ensaio tribológico SRV.

Alguns fatores potencializam o efeito de borda, conforme ALVES Jr et al (2006) e SOUSA et al (2007) descrevem, a saber:

- a) pressão próxima ou maior que 0,75 Torr;
- b) aços contendo elementos de liga fortemente formadores de carbonetos e nitretos;
- c) geometrias complexas com maior relação Área / Volume.

Segundo o mencionado anteriormente, no presente trabalho poder-se-ia atribuir um efeito considerável às condições geométricas, uma vez que a amostra para ensaio tribológico tinha dimensões diferentes das amostras de $\frac{1}{4}$ cilindro usadas nas caracterizações microestruturais e mecânica, onde não se identificou efeito de borda significativo (coeficiente de variação foi de somente 3,7%). O fato de apresentar mais área pode ter tornado o efeito de borda significativo no disco de aço AISI 440B nitretado, tão significativo que o efeito de borda era visível a olho nú.

4.4.3) Análise do Desgaste dos Discos dos Tribossistemas com aço AISI 440B somente temperado e aço AISI 440B temperado + nitretado

4.4.3.1) Morfologia das Trilhas de Desgaste dos Tribossistemas

Antes de discutir as trilhas de desgaste em si, é necessário entender a relação entre corpo e contra-corpo que podem alterar a morfologia da trilha, para tanto a Figura 4.23 auxiliará.

Figura 4.23 – Desenho esquemático sobre o comprimento da trilha de desgaste formada sobre o disco de aço AISI 440B nos dois tribossistemas.

Percebe-se pela Figura 4.23 que o ponto O da esfera não desgastada irá transladar 1,25mm de cada lado, conferindo a amplitude de 2,5 mm programada no tribômetro. Verificou-se que o comprimento das trilhas de desgaste formadas sobre o aço tem 4 mm de comprimento, logo poderia ser perguntado: Por que o comprimento não é 2,5 mm? A explicação está no fato de que ao mesmo tempo em que o ponto O se desloca 1,25 mm para os lados, os pontos A e B, extremos da calota formada após os X minutos do ensaio, também serão deslocados em 1,25mm para cada lado.

Considerando que o diâmetro da calota $AO'B$, formada após o ensaio tribológico, é de $\approx 1,6 \text{ mm}$ (valor baseado no tribossistema envolvendo o aço AISI

440B temperado), constatar-se-ia então que haverá um deslocamento de $0,8 + 1,25$ mm para cada lado, formando assim o comprimento final da trilha de desgaste mostrada na Figura 4.23. Esse raciocínio é condizente para ambos tribossistemas, ou seja, há uma correlação positiva (aumentando a variável do eixo x aumenta-se a variável resposta no eixo y) entre o diâmetro da calota de desgaste e o comprimento da trilha de desgaste medido durante análise no MEV-FEG (apresentados futuramente na seção 4.4.3.2).

É importante ressaltar, também, a forma da extremidade da trilha formada no tribossistema envolvendo o aço AISI 440B temperado. Poderia ser indagado: Por que as extremidades da trilha não são uma semicircunferência? Porque de acordo com as imagens de interferometria ótica, a profundidade da trilha diminui à medida que se aproxima das pontas dela, sugerindo assim contato não plano entre esfera e disco.

Na Figura 4.24 (A) percebe-se que a calota formada na esfera após o deslizamento sobre o disco de aço AISI 440B Temperado não é plana, pois se assim fosse, as imagens de MEV-FEG mostrariam as extremidades da trilha como uma semicircunferência replicando o raio de curvatura da esfera e não um arco pontiagudo. Esse contato não plano entre esfera e disco é mostrado na Figura 4.24 (B) extraída da Figura 2(c) da norma ASTM G133-05 (2010).

Figura 4.24 – (A): Desenho esquemático sobre a morfologia das extremidades da trilha de desgaste formada sobre o disco de aço AISI 440B temperado (cenário: término do ensaio). (B):

Apresentação do contato esfera/disco no ensaio tribológico SRV, considerando o cenário em que tanto corpo quanto contra-corpo sofrem desgaste. FONTE: Adaptado de ASTM G133-05, p.5.

O parágrafo anterior refere-se à morfologia da extremidade da trilha no tribossistema envolvendo o aço AISI 440B temperado. Para um melhor entendimento do fenômeno que ocorre no tribossistema envolvendo o aço AISI 440B nitretado a plasma, apresenta-se a Figura 4.25 extraída de ASTM G133-05 (2010).

(a) Somente a esfera desgasta

Figura 4.25 – Contato esfera-disco em situações onde somente a esfera sofre desgaste.

FONTE: Adaptado de ASTM G133-05, p.5.

Observa-se na Figura 4.25 que a calota formada após deslizamento é plana, logo, o raio da circunferência ficará impresso nas extremidades da trilha, conforme será visto experimentalmente nas imagens de microscopia eletrônica de varredura das trilhas de desgaste bem como nas imagens de interferometria, mostradas nas seções seguintes.

4.4.3.2) Tribossistema “Deslizamento a Seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado”

Para detalhar a interpretação das trilhas de desgaste, foi escolhida a trilha A. As trilhas remanescentes encontram-se no Apêndice A.

A Figura 4.26 mostra a imagem de elétrons retroespalhados da trilha de desgaste.

Figura 4.26: Imagem de elétrons retroespalhados da trilha de desgaste A do tribossistema “deslizamento a seco entre disco de aço AISI 440B Temperado e esfera de aço AISI 52100”. As partes escuras representam os óxidos formados, como mostram as análises EDS mais à frente.

As partes escuras representam os óxidos formados, como mostram as análises EDS mais à frente. É possível observar uma maior concentração de óxidos no centro da trilha, possivelmente devido a uma maior pressão de contato ou mesmo aquecimento local.

Imagens com maiores aumentos dos óxidos formados são apresentadas nas Figuras 4.27 e 4.28. Nelas é possível notar que são pequenos, quebradiços (óxidos tem baixa tenacidade) e assimétricos. Percebe-se também que os óxidos formados sobre o substrato apresentam trincas, por causa dessas trincas, óxidos delaminaram

e seus pequenos pedaços quebradiços irão ou aderir na esfera, conforme será mostrado futuramente na seção 4.4.4 ou gerar *debris*.

Figura 4.27: Microscopia eletrônica de varredura mostrando os óxidos formados no centro da trilha de desgaste A do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 e disco de aço AISI 440B temperado”.

Figura 4.28 – Microscopia eletrônica de varredura dos óxidos formados no centro da trilha de desgaste A do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 e disco de aço AISI 440B temperado”. Detalhamento do aspecto deformado plasticamente (esmagado) dos óxidos.

Na Figura 4.28 mostram-se as áreas de coleta de dados para análise química por EDS, cujos dados estão resumidos nas Tabelas 4.10 e 4.11. Segundo esses dados verifica-se que o ponto 1, região clara da trilha, se refere ao próprio aço AISI 440B temperado o qual foi severamente deformado plasticamente, gerando uma trilha profunda conforme será mostrado nas imagens de interferometria ótica, mais à frente, ainda nessa seção. Já o ponto 2, região escura, refere-se aos óxidos que i) inicialmente se formaram devido à alta temperatura local, ii) a medida que se formavam criavam um filme óxido no fundo da trilha de desgaste, iii) devido à baixa tenacidade, trincaram em pedaços menores e, por fim, iv) foram a) aderidos ao substrato em virtude da pressão exercida pela esfera ou b) geraram *debris* que foram removidos após o ensaio.

A análise química por EDS mostrada na Tabela 4.11 sugere ainda que se trate de óxidos de ferro, pois o teor de cromo é muito menor que o da composição química do aço AISI 440B. Constatou-se ainda que não ocorreu adesão de aço AISI 52100 da esfera na trilha de desgaste, pois a composição química da área metálica na trilha é muito próxima à do aço AISI 440B.

Tabela 4.10: Composição Química por EDS do Ponto 1 da Figura 4.28

Elemento	% Massa	% Atômico
Si K	0.36	0.71
S K	0.41	0.70
Cr K	15.77	16.63
Mn K	0.89	0.88
Fe K	82.57	81.07

Tabela 4.11: Composição Química por EDS da Área 1 da Figura 4.28

Elemento	% Massa	% Atômico
O K	29.36	59.00
Si K	0.22	0.26
Cr K	4.38	2.71
Mn K	0.42	0.25
Fe K	65.62	37.78

A Figura 4.29 mostra a microscopia eletrônica de elétrons secundários da trilha de desgaste. Nela é possível observar o comprimento da trilha de 4 mm conforme discussão já feita na seção 4.4.3.1. Evidências do contato não plano entre disco e esfera também são encontrados, dado o formato das extremidades da trilha e a discussão já feita na seção 4.4.3.1. Observa-se também riscos paralelos, descritos por GAHR (1987) como típicos de abrasão de 3 corpos. Isso foi encontrado somente na região das extremidades da trilha devido ao movimento dos *debris* de dentro para fora da trilha de desgaste (ver Figura 4.33). Por fim, nota-se uma região, cuja amplitude é de 2,652 mm, região essa onde a esfera, devido ao seu raio de curvatura, exerceu maior contato desde o início do ensaio, causando maior profundidade. Nas análises por interferometria será destacado o aspecto de profundidade da trilha de desgaste.

Figura 4.29: Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste A do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de AISI 440B temperado”. Detalhe

do comprimento da trilha e do comprimento da região de maior profundidade da trilha de desgaste.
(Medidas da imagem: 3,976 mm e 2,652 mm).

A Figura 4.30 ilustra a largura da trilha de desgaste. Percebe-se que foi da ordem de 1,6 μm , largura muito próxima do diâmetro da calota da esfera de aço AISI 52100, análogo ao raciocínio já descrito na seção 4.4.3.1.

Figura 4.30: Microscopia eletrônica de varredura da trilha de desgaste A do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de AISI 440B temperado”. Detalhe da largura da trilha de desgaste. (Medidas da imagem: 1,623 mm; 1,617 mm; 1,638 mm)

A Figura 4.31 mostra com detalhes a deformação plástica encontradas nas asperezas do substrato de AISI 440B. Essas asperezas observadas graças a delaminação do óxido do fundo da trilha, o que expôs o metal.

Figura 4.31: Detalhe das asperezas do AISI 440B Temperado deformadas plasticamente

Figura 4.32 – Detalhe das trincas formadas pela delaminação do óxido do filme óxido formado sobre o fundo da trilha de desgaste do disco temperado.

A Figura 4.32 apresenta em detalhes a delaminação do óxido do filme óxido, sendo possível perceber as trincas fruto desse arrancamento brusco, bem como a exposição do metal do substrato e detalhes visuais da interface substrato/óxido criada.

A Figura 4.33 ilustra o perfil topográfico da trilha A. As outras imagens de interferometria ótica constam no Apêndice B. Nela encontra-se evidência da: i) deformação plástica severa devido à elevada penetração da esfera no disco, implicando em uma profundidade da trilha de 12,5 – 15 μm . ii) deformação plástica mais intensa no centro da trilha, dado que apresentou as maiores profundidades (coloração azul escura), iii) fenômeno de abrasão de 3 corpos, com riscos paralelos bem evidentes nas extremidades da trilha e, por fim, iv) delaminação no fundo da trilha com a presença de pequenos buracos, que expressam o deslocamento do óxido aderido no fundo da trilha.

Figura 4.33: Perfil Topográfico da trilha de desgaste A do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado”, bem como detalhamento dos cortes verticais e horizontais e seus respectivos perfis de profundidade de trilha.

Os resultados obtidos podem ser comparados com resultados experimentais mostrados na literatura, abaixo alguns dos trabalhos destacados.

XI et al (2008) estudou aço inoxidável martensítico AISI 420 temperado e revenido e constatou forte presença de *debris* metálicos e mistura de mecanismos: adesão, abrasão (*ploughing*) e deformação plástica.

CORENGIA et al (2006) estudou desgaste em aços inoxidáveis martensíticos (AISI 410) no estado recozido e nitretado. Eles constataram que o aço sem tratamento apresentou desgaste oxidativo (triboquímico) quando sujeito a baixas cargas, formando óxidos profundos que deslocam e geram *debris*, análogo aos resultados experimentais. Observou também que aumentando a carga, ocorre a formação de *debris* metálicos na forma de placa (*plate-like*) e formação de ranhuras e riscos paralelos, típicos do *ploughing*. Por fim, ele constatou o mecanismo da delaminação, fruto das microtrincas nucleadas abaixo da superfície, essa delaminação causará deslocamento de material e pôde ser vista experimentalmente na imagem de interferometria.

CHAUDHURI et al (1993) estudou um aço mais semelhante ao AISI 440B, o AISI 440C, em seu estudo o material de referência estava na condição temperada e revenida. O aço AISI 440C nessa condição apresentou alto desgaste e alto coeficiente de atrito por causa da delaminação e a diminuição de dureza no revenimento, o que condiz parcialmente com as observações experimentais, uma vez que alto desgaste foi encontrado, porém o coeficiente de atrito não foi tão elevado, provavelmente porque o filme óxido evitou o contato metal-metal (delaminação não foi tão intensa).

Esses autores também encontraram evidências de desgaste oxidativo, condizente com os resultados experimentais. Aumentando-se a carga de ensaio, eles observaram a formação de ranhuras na superfície e quebra do filme óxido, gerando desgaste metal-metal, algo não observado experimentalmente.

4.4.3.3) Tribossistema “Deslizamento a Seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Nitretado”

Para detalhar a interpretação sobre as imagens de MEV-FEG das trilhas de desgaste formadas, foi escolhida a trilha 3. As trilhas remanescentes encontram-se no Apêndice D.

A Figura 4.34 apresenta a microscopia eletrônica de varredura para a trilha, em detalhe a trilha primária de desgaste

Figura 4.34 – Imagem de Eletrões Secundários da Trilha de Desgaste formada no tribossistema envolvendo o AISI 440B Nitretado. Em detalhe as medidas de largura da trilha primária.

Já a Figura 4.35 apresenta em detalhes a largura da trilha secundária, mais externa, formada após a primária.

Figura 4.35 – Detalhe da largura da trilha secundária formada sobre o disco de AISI 440B Nitretado após ensaio tribológico.

Percebe-se a formação de duas trilhas, uma mais central e mais fina, chamada de trilha primária, dado que se formou primeiro, e outra mais externa e mais larga, chamada de trilha secundária, dado que se formou em segundo. No início do ensaio, o ponto O (Figura 4.22) exerce forte pressão sobre o disco, de tal forma que consegue deformá-lo plasticamente (penetrá-lo), formando a trilha primária descrita acima. No entanto, à medida que o ensaio ocorre, forma-se a calota AB na esfera desgastada. Infere-se que essa calota seja plana, visto que é possível ver a reprodução do seu raio de curvatura nas extremidades da trilha, em concordância com o raciocínio já expresso na seção 4.3.1.1. À medida que a pressão de contato diminui devido ao aumento da área de contato da seção AB, fica cada vez mais difícil deformar plasticamente/penetrar no disco, sendo assim, a partir desse momento o disco

praticamente não apresenta desgaste notável, dado que as pressões/tensões locais não são capazes de superar a elevada dureza e resistência mecânica do disco nitretado. Isso implica que a esfera fica deslizando sobre o disco, mas sem penetrá-lo, imprimindo o formato da calota no disco.

Na Figura 4.34 percebe-se que a trilha primária é bem mais fina, cerca de 120 - 145 μm de largura, já a largura da trilha secundária foi de 1480 - 1528 μm . Comparando-se valores de largura de trilha entre os tribossistemas que envolveram aço AISI 440B Temperado e AISI 440B nitretado, verificou-se que a trilha formada no AISI 440B Temperado é única e de largura (trilha A; largura=1638 μm) 11,2 vezes superior à largura da trilha primária do AISI 440B Nitretado (trilha 3, largura=145,8 μm).

Na Figura 4.36 é possível verificar a formação de óxidos na trilha de desgaste, bem como os pontos de coleta de dados para análise de composição química por EDS, sendo o ponto 1 referente a trilha secundária e o ponto 2 referente a trilha primária.

Figura 4.36 – Imagem de elétrons retroespalhados da trilha de desgaste, mostrando a formação de óxidos.

As Tabelas 4.12 e 4.13 apresentam esses resultados.

Tabela 4.12 – Composição Química por EDS para a ponto 1 (trilha secundária) da Figura 4.33

Elementos	% Massa	% Atômico
N K	6.63	19.60
O K	3.70	9.97
Si K	0.33	0.61
Mo L	0.97	0.44
Cr K	16.49	13.69
Mn K	0.88	0.69
Fe K	71.27	55.10

Observa-se que a área 1 refere-se ao aço inoxidável do substrato, uma vez que os teores de Cr são similares aos do aço AISI 440B. Embora essa técnica não seja adequada para valores de N, o fato dele aparecer em valores elevados é uma evidência e consequência da nitretação, ou seja, a esfera não conseguiu remover a camada nitretada, o que era esperado. Por fim, a presença de oxigênio indica a formação de óxidos e sustenta a hipótese de desgaste oxidativo discutida anteriormente. A Tabela 4.12 comprova também que não houve adesão de aço AISI 52100 no substrato.

Tabela 4.13 – Composição Química por EDS da ponto 2 (trilha primária) da Figura 4.33.

Elemento	% Massa	% Atômico
N K	5.12	14.49
O K	9.80	24.31
Si K	0.21	0.30
Mo L	0.70	0.29
Cr K	15.55	11.86
Mn K	0.72	0.52
Fe K	67.89	48.22

A Tabela 4.13 permite inferir que na trilha primária foi formado mais óxido fruto das elevadas pressões de contato e energias envolvidas facilitaram a cinética de oxidação. Novamente baseado no teor de Cr é possível inferir que se refere ao aço AISI 440B e não ao aço AISI 52100, provando que não houve adesão de aço AISI 52100 no substrato.

A Figura 4.37 apresenta evidências de delaminação ocorrida nesse tribossistema, sendo possível verificar manchas brancas (metal exposto) dentro da trilha primária que apresenta em seu fundo o filme óxido.

Figura 4.37 – Imagem de Eletrões Retroespalhados da Trilha de Desgaste do Tribossistema envolvendo AISI 440B Nitretado. Em detalhe pontos de delaminação de óxido do filme óxido na trilha primária e o raio de curvatura que a esfera de AISI 52100 imprimiu no disco.

A Figura 4.38 mostra o mesmo que 4.37 só que com detector de elétrons secundários.

Figura 4.38 – Imagem de elétrons secundários da ponta da trilha de desgaste do disco de AISI 440B Nitretado.

Para complementar o raciocínio sobre o *microcutting* sofrido e a presença de delaminação, apresenta-se a Figura 4.39

Figura 4.39 – Detalhe da delaminação e do *microcutting* ocorridos no disco nitretado

A Figura 4.40 mostra com maior aumento a região da trilha primária que sofreu o fenômeno de micro-abrasão conhecido como *microcutting*.

Figura 4.40: Riscos Paralelos típicos de fenômenos de abrasão, nesse caso, o *microcutting*.

A Figura 4.41 mostra trincas formadas sobre o substrato de AISI 440B nitretado, sendo evidência de sua fragilidade (baixa tenacidade a fratura). Destaca-se que as trincas estão situadas na trilha primária, formada pelo *microcutting*.

Figura 4.41 – Detalhe das Trincas Formadas na região metálica (AISI 440B Nitretado) em decorrência do ensaio tribológico e da fragilidade do material nitretado.

A Figura 4.42 mostra trincas no filme óxido existente sobre o fundo da trilha primária, devido ao caráter frágil do óxido, trincas são esperadas. Caso propagadas elas causam a delaminação, o arranchamento do óxido e consequente adesão ao contra-corpo ou formação de *debris*.

Figura 4.42 – Fraturas no óxido do filme óxido existente na trilha primária do tribossistema envolvendo AISI 440B Nitretado

Na trilha secundária é possível observar, principalmente em menores aumentos, a presença de ilhas de regiões pretas (óxidos no detector de elétrons retroespalhados), ou seja, formou-se óxido sobre asperezas altas que tiveram contato com a esfera de AISI 52100. A Figura 4.43 ilustra com maior aumento esses óxidos trincados pela combinação de baixa tenacidade e o esforço mecânico da esfera sobre o disco.

Figura 4.43 – Detalhe das trincas formadas sobre o óxido presente nas asperezas mais altas da trilha secundária, essas trincas devem-se a uma combinação de baixa tenacidade, esforço do ensaio SRV e esforço para delaminá-las (arrancá-las) do substrato.

A Figura 4.44 mostra evidência de delaminação na trilha secundária, sendo possível observar regiões brancas dentro das regiões escuras (óxidos), indicando assim que parte daquela partícula de óxido que se formou foi arrancada (delaminada) durante o ensaio tribológico.

Figura 4.44 – Detalhe da delaminação ocorrida também na trilha secundária. Regiões claras (metal exposto) dentro de regiões escuras (óxidos) sugerem se tratar de óxidos que foram delaminados do disco de AISI 440B Nitretado

A Figura 4.35 apresenta a imagem de perfil topográfico obtida por interferometria. As outras imagens de interferometria ótica constam no Apêndice E. É possível constatar nela que, conforme já mostrado nas microscopias eletrônicas de varredura, as trilhas são bem mais estreitas que as do material temperado. Nota-se também que a profundidade da trilha primária é bem menor ($1,5 - 3 \mu\text{m}$) que das trilhas formadas nos discos de aço AISI 440B Temperado, cujas profundidades situaram-se entre $10 - 15 \mu\text{m}$, comprovando a hipótese da esfera não ter penetrado tanto no material.

Analisando-se as imagens do perfil extraído, verifica-se uma grande irregularidade nas profundidades, justamente porque como é observado no MEV-FEG e no perfil 3D, existem ilhas de aço AISI 440B com picos elevados, frutos do aumento de rugosidade superficial pela nitretação e da pouca penetração da esfera no disco.

Figura 4.45 – Perfil Topográfico da trilha de desgaste 5 do tribossistema: Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”, bem como dos cortes horizontais e verticais e seus respectivos perfis de profundidade da trilha.

Ao comparar os resultados obtidos com a literatura, destacou-se alguns trabalhos.

LIANG et al (2000) embora estudando aço inoxidável austenítico AISI 304, obteve 10 μm de profundidade de trilha para o aço não nitretado e 1 μm para nitretado, valores próximos aos obtidos experimentalmente e que reforçam que o material nitretado apresenta elevada dureza e resistência a deformação plástica, logo o contracorpo não consegue penetrá-lo. LIANG et al (2000) afirma ainda que o mecanismo de desgaste do aço AISI 304 nitretado consistem em leve abrasão, um pouco de desgaste triboquímico (oxidativo) e, para cargas elevadas, um pouco de deformação plástica. Afirmam ainda que a nitretação pode induzir tensões de compressão, que evitam propagação de trincas e formação de *debris*.

SUN et al (1994) em seus estudos sobre desgaste de aço AISI 440C com e sem nitretação, concluíram que o aço AISI 440C nitretado sofre dois mecanismos de desgaste principais: desgaste oxidativo e delaminação, iguais aos mecanismos observados experimentalmente. Segundo eles o desgaste é suave (*mild*). Ao explicarem como ocorre a oxidação na superfície do corpo nitretado, eles sugerem que ocorre a substituição dos átomos de N da atmosfera pelos de O, causando assim a oxidação.

SUN e BELL (1993) complementam essa explicação sobre oxidação. Eles mencionam que o nitreto Fe_4N sofre uma dissociação, libertando o Fe e permitindo que ele reaja com o oxigênio, formando Fe_2O_3 . Por fim, eles destacam que a grande diferença entre o óxido (frágil) formado sob o material temperado e o material nitretado é que no caso do material nitretado, a camada nitretada permite a sustentação do filme óxido, evitando que frature e forme *debris*, sendo assim, o óxido sobre a camada nitretada adquire o aspecto de um filme protetor, sem contato metal-metal. Eles afirmam também que a taxa de desgaste segue a taxa de oxidação, ou seja, em ambientes com mais oxigênio, forma-se óxidos mais rapidamente.

SUH (1973) propôs a teoria da delaminação, já explicada na revisão bibliográfica, aliado a isso, SUN et al (1994) correlaciona a delaminação com

nitretação e menciona que a camada nitretada devido ao caráter frágil e ao desajuste dos parâmetros de rede (*mismatch*) entre nitretos e substratos pode gerar tensões que favorecem o mecanismo da delaminação.

CORENGIA et al (2006) afirmam que o desgaste envolvendo aço AISI 410 nitretado consiste em oxidação, trincas superficiais e subsuperficiais que favorecem a delaminação e leve deformação plástica, uma vez que a camada nitretada é dura e capaz de resistir a essa deformação.

4.4.4) Análise do Contra-Corpo e seus Mecanismos de Desgaste

4.4.4.1) Tribossistema "Deslizamento a seco de esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Temperado"

Para detalhar a interpretação sobre as imagens de MEV-FEG das calotas formadas nas esferas desgastadas, foi escolhida a esfera 3. As calotas remanescentes encontram-se no Apêndice A.

Percebe-se pelas Figuras 4.46 e 4.47 que o diâmetro da esfera é similar da ordem de 1,6 μm , medida próxima à largura das trilhas de desgaste formadas sobre o aço AISI 440B, ratificando o raciocínio expresso na seção 4.3.1.1. Além disso, é possível verificar riscos paralelos na direção de deslizamento da esfera, sugerindo assim que uma pequena abrasão ocorreu, motivada pelos óxidos de elevada dureza formados no fundo da trilha de desgaste.

Figura 4.46 – Imagem de Elétrons Secundários da Esfera que deslizou contra AISI 440B Temperado. Detalhe da medição vertical da largura da calota esférica.

Figura 4.47: Imagem de elétron secundário da esfera que deslizou contra o disco temperado.
Detalhe da medição horizontal da largura da calota de desgaste.

Figura 4.48 – Imagem de elétrons retroespalhados da calota de desgaste formada na esfera que deslizou contra AISI 440B Temperado. Em detalhe os pontos de coleta dos dados para EDS.

A Figura 4.48 mostra em detalhes o óxido aderido na superfície da esfera. A análise da composição química por EDS é mostrada nas Tabelas 4.14 e 4.15. Verifica-se a adesão de óxidos na esfera, além da ausência de adesão de aço AISI 440B Temperado na esfera.

Tabela 4.14 – Composição Química por EDS do óxido mostrado na Figura 4.36 (ponto 1)

Elemento	% Massa	% Atômico
C K	4.32	10.35
O K	31.29	56.36
Cr K	1.77	0.98
Fe K	62.62	32.31

Tabela 4.15 – Composição Química por EDS do ponto 2 da Figura 4.36.

Elemento	% Massa	% Atômico
C K	1.29	5.69
Al K	0.19	0.37
Si K	0.22	0.41
Cr K	1.69	1.72
Mn K	0.64	0.62
Fe K	95.97	91.18

É sugerido que esses óxidos tenham sido aderidos na calota esférica, uma vez que a imagem de interferometria ótica mostra que no fundo da trilha de desgaste, pequenos buracos se formam.

Baseado nas equações 2 e 3 extraídas da norma ASTM G133 e nas imagens de microscopia eletrônica de varredura, mediu-se o volume desgastado na esfera. Obteve-se os seguintes volumes desgastados para as 4 esferas de aço AISI 52100 usados no ensaio:

- i. Esfera 1=0,059 mm³; (D=1,562 mm) (R=5 mm)
- ii. Esfera 2=0,072 mm³ (D=1,644 mm) (R=5 mm)
- iii. Esfera 3=0,078 mm³ (D=1,679 mm) (R=5 mm)
- iv. Esfera A=0,070 mm³ (D=1,632 mm) (R=5 mm)

Observou-se então que o maior diâmetro da calota confere um maior volume desgastado, isso é esperado uma vez que na própria norma ASTM G133-05 (2010) observa-se que a equação de volume desgastado (equações 2 e 3) é dependente do raio inicial da esfera e do diâmetro da calota formada no ensaio.

A norma também estabelece um procedimento para cálculo do volume desgastado do espécime plano, no presente estudo, o disco. Entretanto, como o cálculo se baseia em medições geométricas (área da seção transversal * amplitude), cujas medidas são difíceis de mensurar, utilizou-se a perda de massa do disco como alternativa para quantificar o desgaste. Essa perda de massa será mostrada em seção futura (Seção 4.4.5).

4.4.4.2) Tribossistema “Deslizamento a seco de esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B Nitretado”

Para detalhar a interpretação foi escolhida a esfera 5. As calotas remanescentes encontram-se no Apêndice D. As Figuras 4.49 e 4.50 mostram a microscopia eletrônica de varredura da calota formada na esfera desgastada. É possível observar riscos paralelos na direção de movimentação da esfera durante o ensaio o que sugere que a mesma sofreu a abrasão do aço AISI 440B Nitretado, dado que o mesmo é mais duro que a esfera. Observa-se também que não houve adesão de aço AISI 440B na esfera nem deslocamento de aço AISI 52100.

Analogamente ao descrito na seção anterior, percebe-se, na Figura 4.51 e Tabela 4.16, a presença de óxidos na esfera, nesse caso, na borda da circunferência. Sugere-se então que tenha ocorrido adesão de parte dos óxidos formados no disco à medida que a esfera deslizava sobre o disco, uma vez que, novamente, as imagens de interferometria ótica mostram arrancamento de material da trilha nitretada. Observa-se também que os diâmetros das calotas formadas são superiores ao diâmetro da calota formada quando o aço AISI 52100 deslizou sobre aço AISI 440B Temperado.

Figura 4.49 – Imagem de elétrons secundários da calota de desgaste formada sobre a esfera que deslizou sobre o disco nitretado. Detalhe da medição vertical da largura da calota.

Figura 4.50 - Imagem de elétrons secundários da calota de desgaste formada sobre a esfera que deslizou sobre o disco nitretado. Detalhe da medição horizontal da largura da calota.

Figura 4.51 – Imagem de elétrons retroespalhados da calota de desgaste formada na esfera que deslizou contra o disco nitretado. Em detalhe os pontos de coleta de dados para EDS.

Tabela 4.16 – Composição Química dos Pontos 1 e 2 da Figura 4.38

Elemento	Ponto 1	Ponto 2
C K	39.35	1.19
O K	13.52	-
Cr K	0.61	1.21
Fe K	36.64	96.87
Al K	-	-
Si K	0.24	0.20
Mn K	0.20	0.53
Na K	0.48	-
Cl K	0.16	-
N K	8.13	-
S K	0.27	-

Com base nos valores do diâmetro das calotas obtidos por microscopia eletrônica de varredura, calculou-se o volume desgastado, igual feito na análise do tribossistema disco de aço AISI 440B Temperado/ esfera de aço AISI 52100. Constatou-se que:

Esfera 3: Volume Desgastado = 0,084 mm³ (D=1,704 mm e R=5 mm)

Esfera 4: Volume Desgastado = 0,091 mm³ (D=1,741 mm e R=5 mm)

Esfera 5: Volume Desgastado = 0,108 mm³ (D=1,817 mm e R=5 mm)

A Tabela 4.17 fornece um comparativo entre volume desgastado da esfera de aço AISI 52100 nos dois tribossistemas estudados até aqui.

Tabela 4.17 – Comparação entre os volumes desgastados das esferas considerando deslizamento a seco contra disco de aço AISI 440B temperado e deslizamento a seco contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma.

Material contra o qual a esfera deslizou sobre	Código das Esferas	Volume Desgastado (mm³)	Média	Desvio Padrão	% Aumento Volume Desgastado (nitretado vs. temperado)
Contra AISI 440B Temperado	Esfera 1	0.059	0.070	0.008	35.2
	Esfera 2	0.072			
	Esfera 3	0.078			
	Esfera A	0.070			
Contra AISI 440B Nitretado	Esfera 3	0.084	0.094	0.012	
	Esfera 4	0.091			
	Esfera 5	0.108			

Observa-se então que o volume desgastado da esfera ao deslizar sobre o material nitretado é 35,2% maior comparado com seu desgaste ao deslizar sobre o material temperado. Esse resultado experimental comprova que o tratamento termoquímico de nitretação aumentou a dureza superficial do disco de tal forma que causou uma abrasão maior na esfera, provado pelo maior diâmetro da calota.

4.4.5) Análise da Perda de Massa do Corpo e Contra-Corpo dos dois tribossistemas

Novamente a título de simplificação, será apresentada a perda de massa do disco de aço AISI 440B Temperado #A e esfera A. Para o tribossistema envolvendo o aço AISI 440B Nitretado, optou-se por apresentar o disco de aço AISI 440B Nitretado #3 e esfera #3. As outras Tabelas envolvendo o tribossistema cujo disco é aço AISI 440B temperado encontra-se no Apêndice C, já as Tabelas do tribossistema cujo disco é o aço AISI 440B nitretado a plasma encontra-se no Apêndice F.

A Tabela 4.18 apresenta o resultado de perda de massa para o tribossistema envolvendo disco de aço AISI 440B temperado e esfera de aço AISI 52100, já a Tabela 4.19 apresenta o mesmo resultado só que para o disco de AISI 440B Nitretado.

Tabela 4.18 – Medidas de Perda de Massa do Disco e da Esfera para o Ensaio A do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B temperado”

Medições	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Perda de Massa do DISCO A (g)
1	27.24183	27.24153	0.00030
2	27.24183	27.24155	0.00028
3	27.24181	27.24158	0.00023
4	27.24182	27.24156	0.00026
5	27.24182	27.24157	0.00025
Média	27.24182	27.24156	0.00026
Desvio Padrão	0.00001	0.00002	0.00003

Medições	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Perda de Massa do ESFERA A (g)
1	4.07724	4.07673	0.00051
2	4.07726	4.07674	0.00052
3	4.07723	4.07674	0.00049
4	4.07726	4.07677	0.00049
5	4.07727	4.07674	0.00053
Média	4.07725	4.07674	0.00051
Desvio Padrão	0.00002	0.00002	0.00002

Tabela 4.19 – Medidas de Perda de Massa da trilha e esfera 3 do tribossistema: “Deslizamento a seco entre esfera de aço AISI 52100 contra disco de aço AISI 440B nitretado a plasma”

Medições	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Perda de Massa do DISCO 3 (g)
1	25.99450	25.99440	0.00010
2	25.99460	25.99450	0.00010
3	25.99460	25.99450	0.00010
4	25.99450	25.99450	0.00000
5	25.99450	25.99440	0.00010
Média	25.99454	25.99446	0.00008
Desvio Padrão	0.00005	0.00005	0.00004

Medições	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Perda de Massa do ESFERA 3 (g)
1	4.07740	4.07680	0.00060
2	4.07750	4.07670	0.00080
3	4.07770	4.07690	0.00080
4	4.07750	4.07660	0.00090
5	4.07740	4.07680	0.00060
Média	4.07750	4.07676	0.00074
Desvio Padrão	0.00012	0.00011	0.00013

Analisando-se os dados da Tabela 4.18 e combinando-os com as medidas de largura das trilhas e diâmetro das calotas, observou-se coerência dos resultados, ou seja, a trilha mais larga apresentou maior perda de massa, assim como no caso da calota, sendo a única exceção a trilha 1, onde a trilha foi mais estreita e a perda de massa mais elevada, isso também pode ser explicado por i) imprecisão no momento de medição no MEV-FEG, ii) imprecisão no momento de mensuração na balança de precisão ou acúmulo de umidade iii) erro experimental no ensaio tribológico. Interessante destacar que o resultado da esfera 1 faz sentido, ou seja, menor diâmetro da calota, conferiu menor perda de massa da esfera.

Considerando os valores de perda de massa dos discos nitretados, percebe-se que as perdas de massa dos discos e esferas foram mais heterogêneas, o que condiz com as curvas de coeficiente de atrito vs. tempo, além disso, a perda de massa foi tão baixa que reforça a hipótese de que só a esfera desgastou.

A Tabela 4.20 apresenta o comparativo entre AISI 440B temperado e AISI 440B nitretado desgastados contra esferas de AISI 52100 sem lubrificação.

Tabela 4.20 – Comparação entre as perdas de massa do disco e da esfera considerando os dois tribossistemas estudados

Tribossistema	Código dos Discos	Perda de Massa (g)	Média	Desvio Padrão	Razão entre disco temperado vs. nitretado
Tribossistema com AISI 440B Temperado	Trilha 1	0.00030	0.00028	0.00002	5.2
	Trilha 2	0.00027			
	Trilha 3	0.00027			
	Trilha A	0.00026			
Tribossistema com AISI 440B Nitretado	Trilha 3	0.00008	0.00005	0.00003	
	Trilha 4	0.00006			
	Trilha 5	0.00002			
Tribossistema	Código das Esferas	Perda de Massa (g)	Média	Desvio Padrão	Razão entre disco temperado vs. nitretado
Tribossistema com AISI 440B Temperado	Esfera 1	0.00044	0.00050	0.00004	1.5
	Esfera 2	0.00052			
	Esfera 3	0.00051			
	Esfera A	0.00051			
Tribossistema com AISI 440B Nitretado	Esfera 3	0.00074	0.00072	0.00013	
	Esfera 4	0.00058			
	Esfera 5	0.00084			

A Tabela 4.20 permite concluir que o disco temperado perdeu 5,2x mais massa que o disco nitretado, o que novamente reforça que a nitretação a plasma do AISI 440B foi eficiente em aumentar a resistência ao desgaste. Analisando agora a perda de massa das esferas, complementando a análise já feita sobre volume desgastado das esferas, nota-se que as esferas que deslizaram contra o material nitretado perderam 1,5x mais massa comparado com o deslizamento contra o AISI 440B Temperado, o que reforça que o disco de AISI 440B nitretado realizou abrasão na esfera e em virtude da diferença de dureza entre os corpos, gerou um desgaste maior no AISI 52100.

Comparando os resultados experimentais com a literatura, destacou-se alguns trabalhos.

YUN-TAO^a et al (2008) comparou as perdas de massa de AISI 420 sem tratamento e nitretado. Os resultados deles foram bem superiores aos detalhados na Tabela 4.18, sendo que a perda de massa do material temperado e revenido foi 33 vezes superior à perda de massa do material nitretado. A explicação deve-se ao fato de que o AISI 420 é um inoxidável de baixo carbono, além de estar na condição revenida, onde a dureza é inferior ao do material temperado descrito na Tabela 4.2.

CORENGIA et al (2006) também calculou as perdas de massa, seus resultados apontam para uma razão entre perda de massa do não-nitretado e perda de massa do nitretado equivalente a 1,67, valor mais próximo ao encontrado experimentalmente.

SUN et al (1994) afirma que a diferença em termos de perda de massa do AISI 440C nitretado vs. não nitretado em situação com deslizamento a seco é pequena (~3x).

Em suma, todos os autores identificaram uma menor perda de massa para situação envolvendo material nitretado.

5) CONCLUSÕES

- A camada nitretada formada no aço AISI 440B previamente temperado apresentou nitretos γ' (Fe_4N); ϵ (Fe_3N) e CrN , além do microconstituente martensita. Baseado nisso conclui-se que essas fases auxiliaram no aumento da resistência ao desgaste por meio do mecanismo de tensões de coerências e os mecanismos de endurecimento por precipitação de nitretos
- A camada nitretada formada no aço AISI 440B previamente temperado apresentou espessura entre 55 - 60 μm conforme observado no MEV-FEG. Considerando-se o valor NHT, observou-se uma espessura de valor superior ($\sim 90 \mu\text{m}$). O que permite concluir que os parâmetros de nitretação empregados são adequados;
- A microdureza superficial da camada nitretada formada no aço AISI 440B previamente temperado foi homogênea ao longo da superfície. A microdureza da seção transversal, apresentou valor máximo da ordem de 1300 $\text{HV}_{0,1}$. Com isso conclui-se que as fases formadas na nitretação foram eficazes em aumentar a dureza do disco.
- No tribossistema “deslizamento a seco do disco de AISI 440B Temperado contra esfera de AISI 52100”, ocorreram no disco os seguintes fenômenos: a) desgaste severo com forte deformação plástica b) abrasão de 3 corpos nas extremidades das trilhas c) desgaste oxidativo e d) leve delaminação;
- No tribossistema “deslizamento a seco de disco de AISI 440B Temperado contra esfera de AISI 52100”, ocorreram na esfera os seguintes mecanismos: a) leve abrasão, e b) adesão de óxidos;
- No tribossistema “deslizamento a seco do disco de AISI 440B Nitretado contra esfera de AISI 52100”, ocorreram os seguintes mecanismos a) desgaste suave com presença de pouca deformação plástica; b) desgaste oxidativo e c) delaminação;
- No tribossistema “deslizamento a seco do disco de AISI 440B Nitretado contra esfera de AISI 52100”, ocorreram na esfera os seguintes mecanismos: a) forte abrasão, e b) adesão de óxidos na esfera

- Os mecanismos de desgaste no disco nitretado vs. temperado são diferentes, no entanto, os mecanismos presentes nas esferas são os mesmos;
- Volume Desgastado da Esfera ao deslizar contra o disco de AISI 440B nitretado foi 35,2% superior comparando-se com o deslizamento contra o disco de AISI 440B Temperado. Desse resultado conclui-se que a nitretação desgastou mais o contra-corpo.
- A perda de massa da esfera de AISI 52100 ao deslizar contra o disco de AISI 440B Nitretado foi 1.5 vez superior a perda de massa encontrada quando a esfera deslizou sobre AISI 440B Temperado;
- A perda de massa do disco de AISI 440B Temperado foi 5,2 vezes superior a perda de massa do disco de AISI 440B Nitretado. Desse resultado conclui-se que a nitretação foi eficaz em melhorar a resistência ao desgaste do disco nesse tribossistema;
- A profundidade da trilha no tribossistema AISI 440B Temperado contra AISI 52100 sem lubrificação situa-se entre 10 - 15 μm , logo conclui-se que o desgaste foi severo nesse disco;
- A profundidade da trilha no tribossistema AISI 440B Nitretado contra AISI 52100 sem lubrificação situa-se entre 1,5 - 3 μm , logo conclui-se que o desgaste foi suave nesse disco;
- A largura das trilhas formadas sobre o disco de AISI 440B Temperado foram de 1600 μm , ao passo que das trilhas formadas sobre o AISI 440B Nitretado situaram-se entre 120 -145 μm . Dessa forma conclui-se que a nitretação foi eficaz em melhorar a resistência ao desgaste nesse tribossistema;

REFERÊNCIAS

- ALPHONSA, I. CHAINANI, A. RAOLE, P.M. GANGULI, B. JOHN, P.I. *A study of martensitic stainless steel AISI 420 modified using plasma nitriding*. Surface and Coatings Technology, v150, 263-268, 2002.
- ALVES JR, C. DE ARAUJO, F.O. RIBEIRO, K.J.B. DA COSTA, J.A.P. SOUSA, R.R.M. DE SOUSA, R.S. *Use of cathodic cage in plasma nitriding*. Surface and Coating Technology, v. 201, 2450-2454, 2006.
- ALVES Jr, C. Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações. Natal, Ed UFRN, 2001.
- ARANGO, C.C.V. *Transição no regime de desgaste por deslizamento dos aços: uma abordagem termodinâmica*. Tese apresentada a Universidade de São Paulo para obtenção do título de doutor em engenharia mecânica. São Paulo, 2010, 250p.
- ARCHAND, J.F. *Contact and Rubbing of Flat Surfaces*. Journal of Applied Physics, v24, n8, 981-988, 1953.
- ASADI, Z. SOLTANI. MAHBOUBI, F. *Effect of component's geometry on the plasma nitriding behavior of AISI 4340 steel*. Materials and Desing, v. 34, 516-521, 2012.
- ASM INTERNATIONAL. *ASM Handbook – Volume 4 – Heat Treating*. ASM International, Materials Park, OH, 2ªed, 1991, 1012p.
- ASM INTERNATIONAL. *ASM Handbook – Volume 1 – Properties and Selection: Irons, Steels and high-performance alloys*. ASM International, Materials Park, OH, 10ªed, 1990, p.843
- ASME. *ASME Report: Strategy for energy conservation through tribology*. ASME Publications Department, Nova Iorque, 1977.
- ASTM G133-05. Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear. ASTM International, 2010, 9p.
- ASTM E18-16. Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials. ASTM International, 2016, 38p.
- BERGHAUS, B. German Patent, DPR 668,639, 1932 in STRATTFORD, K.N. SMART, R.S.C. SARE, I. SUBRAMANIAN, C. *Surface Engineering: Processes and Applications*. Technomic Publishing CO.INC, Lancaster, Pensilvania, EUA, 1995.
- BLAU, PETER J. *Interpretation of the Friction and Wear Break-In Behavior of Metals in Sliding Contact*. Wear, v71, 29-43, 1981.
- BMFT. *BMFT Report: Damit Rost und Verschleiß nicht milliarden fressen*. BMFT, Bonn, 1984.

BOWDEN, F.P. TABOR, D. *The Friction and Lubrication of Solids*. Clarendon Press. Oxford, 1954

BURWELL JR, JOHN T. *Survey of possible wear mechanisms*. Wear, v1, 119-141, 1957

BUTTERY, TC; ARCHAND, JF. *Grinding and abrasive wear*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, v185, 537-551, 1970.

CHAUDHURI, DILIP K. SLIFKA, ANDREW J. SIEGWARTH, JAMES D. *Friction and Oxidative Wear of 440C ball bearing steels under high load and extreme bulk temperatures*. Wear, v160, 37-50, 1993

COBB, Harold M. *The History of Stainless Steel*. ASM International, Materials Park-OHIO, 1ª ed, Junho de 2010.

COLOMBIER, L. HOCHMANN, J. *Stainless and Heat Resisting Steels*. Edward Arnold Publishers Ltd, Grã Bretanha, 1967.

CORENGIA, P. WALTHER, F. YBARRA, G. SOMMADOSSI, S. CORBARI, R. BROITMAN, E. *Friction and Rolling-Sliding wear of DC-Pulsed Plasma Nitrided AISI 410 Martensitic Stainless Steel*. Wear, v260, 479-485, 2006.

DALIBON, EUGENIA L. CHARADIA, RAÚL. CABO, AMADO. TRAVA-AIROLDI, VLADIMIR. BRÜHL, SONIA P. *Evaluation of the mechanical behavior of a DLC film on plasma nitride AISI 420 with different surface finishing*. Surface and Coating Technology, v. 235, 735-740, 2013.

DAVISON, C.ST.C. *Wear prevent in early history*. Wear, v1, 155-160, 1957

DERJAGUIN, BV. SMILGA, VP. *Electronic Theory of Adhesion*. Journal of Applied Physics, v38, 4609-4616, 1967.

DIN 50190 - "Häteteife Wärmebehandelter Teile - Ermittlung der Nitriehätetiefe", Teil 3, März, 1979.

DWIVEDI, D.K. *Adhesive Wear Behaviour of cast aluminum-silicon alloys: Overview*. Materials & Designs, v31, 2517-2531, 2010

DOWSON, D. *History of Tribology*. Longman, Londres, 1978

EDENHOFER, B. - "Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding", Heat Treatment of Metals, Vol. 1, Part 1, pp.: 23-28. 1974.

EDENHOFER, B. - "Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding". Heat Treatment of Metals, Vol. 1, Part 2, pp.: 59-67, 1974.

FARHAT, Z.N. *Contribution of Crystallographic Texturing to the Sliding Friction Behaviour of FCC and HCP Metals*. *Wear*, v250, 401-408, 2001.

FILHO, ANTONIO PIRATELLI. *Rugosidade Superficial*. 3º Seminário de Metrologia apresentado na UnB em 16-18 de maio de 2011. Disponível em: http://www.posgrad.mecanica.ufu.br/metrologia/arquivos/palestra_ufu_17_05_2011.pdf

Fry, Stickstoff in Eisen, Stahl und Sonderstahl, Ein neues Oberflaechenhaertungsverfahren, Stahl Eisen, Vol 43, 1923, p 1271–1279 (in German) in DOSSET, J e TOTTEN, G.E. *ASM Handbook Steel Heat Treating Fundamentals and Process*, Vol 4A, 2013, p.619.

GADELMAWLA, E.S. KOURA, M.M. MAKSOUD, T.M.A. ELEWA, I.M. SOLIMAN, H.H. *Roughness Parameters*. *Journal of Materials Processing Technology*, v 123, 133-145, 2002.

GAHR, KARL-HEINZ ZUM. *Microstructure and Wear of Materials*. Tribology Series, v10, Elsevier, Amsterdã, 1987, 560p.

GARZÓN, C.M. FRANCO Jr, A.R. TSCHIPTSCHIN, A.P. Thermodynamic analysis of M7C3 carbide dissolution during plasma nitriding of an AISI D2 tool steel. *ISIJ International*, v57, n4, 737-745, Abril, 2017.

GRUN, REINAR. *Economic and Ecological Aspects of Plasma Surface Engineering*. *Surface and Coatings Technology*, v60, 613-618, 1993.

GRUN, REINAR. GUNTER, HANS-JOACHIN. *Plasma Nitriding in Industry – Problems, New Solutions and Limits*. *Materials Science and Engineering A*, v140, 435-441. 1991.

GUGLIOTTI, MARCOS. *Irwin Lagmuir: O milagre da ciência*. *Quimica Nova*, v24, n4, 568-572, 2001.

HEIM, D. HOLLER, F. MITTERER, C. *Hard Coatings Produced by PACVD applied to aluminum die casting*. *Surface and Coatings Technology*, v 116-119, 530-536, 1999.

HOLMBERG, K. ANDERSSON, P. ERDEMIR, A. *Global energy consumption due to friction in passenger cars*. *Tribology International*, v47, 221-234, 2012.

HOLMBERG, K; ANDERSSON, P; NYLUND, NILS-OLOF; MÄKELÄ, K; ERDEMIR, A. *Global energy consumption due to friction in trucks and buses*. *Tribology International*, v78, 94-114, 2014.

HUDIS, MARTIN. *Study of Ion-Nitriding*. *Journal of Applied Physics*, v44, 1489-1496, 1973.

JEONG, BONG-YONG. KIM, MYUNG-HO. *Effects of the process parameters on the layer formation behavior of plasma nitrided steels*. Surface and Coatings Technology, v141, 182-186, 2001.

JEONG, BONG-YONG, KIM, MYUNG-HO^b. *Effect of Pulse Frequency and Temperature on the nitride layer and surface characteristics of plasma nitrided stainless steel*. Surface and Coatings Technology, v137, 249-254, 2001.

JOST, HP. *Lubrication (tribology): A report of the presente position and industry's needs*. Dept of Education and Science, HM Stationary Office, London, 1966.

KÖLBEL, J. - "Die Nitridschichtbildung bei der Glimmnitrierung". Forschungsbericht des Landes NRW - Nr. 115, Köln, Opladen: Westdeutscher Verlag, 1965.

LANDSDOWN A.R, PRICE A.L. *Materials to resist wear: a guide to their selection and use*. Oxford: Pergamon; 1986.

LEPICKA, MAGDALENA. GRADZKA-DAHLKE, MALGORZATA. *Effect of Plasma Nitriding Process Conditions on Corrosion Resistance of AISI 440B Martensitic Stainless Steel*. Acta Mechanica et Automatica, v.8, n.3, 156-159, 2014.

LEROY, C. MICHEL, H. GANTOIS, M. *Transformation of (Cr, M)₇C₃-type carbides during nitriding of chromium alloyed steel*. Journal Of Material Science, v21, 3467-3474, 1986.

LIANG, WANG. BIN, XU. ZHIWEI, YU. YAKIN, SHI. *The wear and corrosion properties of stainless steel nitrided by low-pressure plasma-arc sources ion nitriding at low temperature*. Surface and Coatings, v130, 304-308, 2000.

LULA, R.A. *Stainless Steel*. American Society for Metals, Metals Park, OHIO, 3^aed. 1989, 173p.

MACHLET, A. *Treatment of Steel, Iron, etc.*, U.S. Patent 1,065,379, 1913. Disponivel no link: <https://www.google.com/patents/US1065379>

MAHAN, JOHN E. *Physical Vapor Deposition of Thin Films*. Wiley Interscience Publication, John Wiley and Sons Inc, 2000, 312p.

MARCHEV, K. COOPER, C.V. GIESSEN, B.C. *Observation of a compound layer with very low friction coefficient in ion-nitrided martensitic 410 stainless steel*. Surface and Coating Technology, v99, 229-233, 1998.

MONYPENNY, J.H.G. *Stainless Iron and Steel – Volume 2 – Microstructure and constitution*. Chapman & Hall Ltd, Londres, 1954, 3^aed.

PARR, J Gordon, HANSON, Albert. *An introduction to Stainless Steel*. American Society for Metals, Metals Park, OHIO, 1965, 1ed.

PECKNER, D. BERNSTEIN, J.M. *Handbook of Stainless Steel*. Mc-Graw Hill, 1977.

PINEDO, CARLOS E. *Estudo Morfológico e Cinético da Nitretação por Plasma Pulsado do Aço Inoxidável Martensítico AISI 420*. (Tese de Doutorado), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2000, 203p.

PINEDO, CARLOS E. *The use of selective plasma nitriding on piston rings for performance improvement*. *Materials & Design*, v.24, 131-135, 2003b. .

RABINOWICS, E. *Influence of Surface Energy on Friction and Wear Phenomena*. *Journal of Applied Physics*, v32, 1440-1444, 1961.

RAHNEJAT, HOMER. *Tribology and Dynamics of Engine and Powertrain: Fundamentals, applications and future trends*. Woodhead Publishing, Cambridge, 1ªed, 2010, 1017p.

RECCO, A.A.C. *Estudo da Obtenção e das propriedades dos filmes de TiN e TiC depositado sobre aços ferramentas AISI H13 e D2 nitretados e não nitretados*. Tese (Doutorado) apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais. São Paulo, 2008, 175p.

ROLINSKI, E. *Effect of Plasma Nitriding Temperature on Surface Properties of Austenitic Stainless Steel*. *Surface Engineering*, v3, n1, 35-40, 1987.

SALLEH, S.H. OMAR, M.Z. SYARIF, J. GHAZALI, M.J. ABDULLAH, S. SAJURI, Z. *Investigation of Microstructures and Properties of 440C Martensitic Stainless Steel*. *International Journal of Mechanical and Materials Engineering (IJMME)*, v4, n2, 123-126, 2009

SEDLACEK, M. PODGORNIK, B. VIZINTIN, J. *Influence of surface preparation on roughness parameters, friction and wear*. *Wear*, v266, 482-487, 2009.

SIKORSKI, ME. *The adhesion of metals and factors that influence it*. *Wear*, v7, 144-162, 1964.

SILVA, A.L.V.C. MEI, P.R. *Aços e Ligas Especiais*. Edgard Blucher, 2ª ed, SP, 2006.

SOUSA, R.R.M. ARAUJO, F.O. RIBEIRO, K.J.B. MENDES, M.W.D. COSTA, J.A.P. ALVES Jr, C. *Cathodic Cage Nitriding of Samples with different dimensions*. *Materials Science and Engineering A*. v465, 223-227, 2007.

SKET, F. DZIECIOL, K. ISAAC, A. BORBÉLY, A. PYZALLA, A.R. *Tomographic Method for Evaluation of Apparent Activation Energy of Steady-State Creep..* *Materials Science and Engineering A*, v527, 2112-2120, 2010.

SUH, NAM P. *The Delamination Theory of Wear*. *Wear*, v25, 111-124, 1973.

SUN, Y. BELL, T. *The role of oxidation in the wear of plasma nitrided and PVD-TiN coated steel.* Wear, v166, 119-125, 1993.

SUN, Y. BELL, T. WOOD, G. *Wear Behaviour of Plasma-Nitrided Martensitic Stainless Steel.* Wear, v.178, 131-138, 1994

SUN, Y. BELL, T. *Sliding Wear Characteristics of low-temperature plasma nitrided 316 austenitic stainless steel.* Wear, v218, 34-42, 1998.

TAKTAK, SUKRU. GUNES, IBRAHIM, ULKER, SUKRU. *Effect of Pulse Plasma Nitriding on tribological properties of AISI 52100 and AISI 440C steels.* Int. J. Surface Science and Engineering, v.8, n.1, 39-56, 2014

YUN-TAO, XI. DAO-XIN, LIU. DONG, HAN. *Improvement of corrosion and wear resistance of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature.* Surface and Coating Technology, v202, 2577-2583, 2008.

YUN-TAO^b, XI. DAO-XIN, DONG, HAN. *Improvement of erosion and erosion-corrosion resistance of AISI 420 stainless steel by low temperature plasma nitriding.* Applied Surface Science, v254, 5953-5958, 2008.

ZHAO, C. LI, C.X. DONG, H. BELL, T. *Study on active screen plasma nitriding and its nitriding mechanisms.* Surface and Coatings Technology, v201, 2320-2325, 2006

WAHL, H. *Verschleißprobleme im Braunkohlenbergbau.* Braunkohle, Wärme und Energie, 5/6, 75-87, 1951.

WILLIAMS, J.A. *Wear and Wear Particles – Some Fundamentals.* Tribology International, v38, 863-870, 2005.

WU, JIEN MI. LIN, SU-JIEN. YEH, JIEN-WEI. CHEN, SWE-KAI, HUANG, YUAN-SHENG. CHEN, HUNG-CHENG. *Adhesive Wear Behavior of Al_xCoCrCuFeNi high entropy alloys as a function of aluminum content.* Wear, v261, 513-519, 2006.

APÊNDICE A

Microscopias Eletrônicas de Varredura das Trilhas de Desgaste Formadas no tribossistema “Deslizamento a seco entre Disco de AISI 440B Temperado e esfera de AISI 52100”

Figura A1: Trilha de Desgaste #1 formada no tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Temperado e esfera de AISI 52100”. Trilha 1(L=1,274mm e C=3,992mm); L= largura e C= comprimento

Figura A2: Calota de Desgaste formada na esfera #1 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Temperado e esfera de AISI 52100”. Esfera 1($\varnothing$ =1,562mm)

Figura A3: Trilha de Desgaste #2 formada no tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Temperado e esfera de AISI 52100”. Trilha 2 (L=1,594mm e C=3,992mm). L= largura e C= comprimento

Figura A4: Calota de Desgaste formada na esfera #2 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Temperado e esfera de AISI 52100”. Esfera 2($\varnothing$ =1,644mm)

Figura A5: Trilha de Desgaste #3 formada no tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Temperado e esfera de AISI 52100. Trilha 3 (L= 1,653mm e C=4,009mm). L= largura e C= comprimento

Figura A6: Calota de Desgaste formada na esfera #3 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Temperado e esfera de AISI 52100. Esfera 3 ($\varnothing$ =1,679mm)

APÊNDICE B

Perfis Topográficos das Trilhas de Desgaste Formadas sobre o disco de AISI 440B Temperado no tribossistema “Deslizamento a seco de AISI 440 B Temperado contra esfera de AISI 52100”

Figura B1 – Perfil topográfico da Trilha 1 do disco de AISI 440B Temperado do tribossistema “Deslizamento a seco de AISI 440B Temperado contra esfera de AISI 52100”

Figura B2: Perfil topográfico da Trilha 2 do disco de AISI 440B Temperado do tribossistema “Deslizamento a seco de AISI 440B Temperado contra esfera de AISI 52100”

Figura B3: Perfil topográfico da Trilha 3 do disco de AISI 440B Temperado do tribossistema “Deslizamento a seco de AISI 440B Temperado contra esfera de AISI 52100”

APÊNDICE C

Tabelas de Perda de Massa dos Discos e das Esferas do Tribossistema “Deslizamento a seco de AISI 440B Temperado contra esfera de AISI 52100”

Tabela C1 – Perda de Massa do Disco 1 e da Esfera 1 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B contra esfera de AISI 52100”

	Peso Antes	Peso Depois	Perda Massa
	27,24254	27,24219	0,00035
	27,24255	27,24224	0,00031
	27,24253	27,24226	0,00027
	27,24255	27,24227	0,00028
	27,24257	27,24229	0,00028
Média	27,242548	27,24225	0,000298
Desvio Padrão	0,000015	0,000038	0,000033
*	Todas as medições encontram-se em gramas		
	Peso Esfera 1 Antes	Peso Esfera 1 Depois	Perda Massa Esfera
	4,07748	4,07704	0,00044
	4,07747	4,07702	0,00045
	4,07747	4,07704	0,00043
	4,07747	4,07702	0,00045
	4,07746	4,07703	0,00043
Média	4,07747	4,07703	0,00044
Desvio Padrão	0,00001	0,00001	0,00001
*	Todas as medições encontram-se em gramas		

Tabela C2 – Perda de Massa do Disco 2 e da Esfera 2 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B contra esfera de AISI 52100”

	Peso Antes	Peso Depois	Perda Massa
	27,24219	27,24197	0,00022
	27,24224	27,24197	0,00027
	27,24226	27,24199	0,00027
	27,24227	27,24202	0,00025
	27,24229	27,24197	0,00032
Média	27,24225	27,241984	0,000266
Desvio Padrão	0,000038	0,000022	0,000036
*	Todas as medições encontram-se em gramas		
	Peso Esfera 2 Antes	Peso Esfera 2 Depois	Perda Massa Esfera
	4,07589	4,07543	0,00046
	4,07591	4,07539	0,00052
	4,07592	4,07539	0,00053
	4,07593	4,0754	0,00053
	4,07593	4,07539	0,00054
Média	4,075916	4,0754	0,000516
Desvio Padrão	0,000017	0,000017	0,000032
*	Todas as medições encontram-se em gramas		

Tabela C3 – Perda de Massa do Disco 3 e da Esfera 3 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B contra esfera de AISI 52100”

	Peso Antes	Peso Depois	Perda Massa
	27,24197	27,24167	0,0003
	27,24197	27,2417	0,00027
	27,24199	27,24172	0,00027
	27,24202	27,24175	0,00027
	27,24197	27,24174	0,00023
Média	27,241984	27,241716	0,000268
Desvio Padrão	0,000022	0,000032	0,000025
* Todas as medições encontram-se em gramas			
	Peso Esfera 3 Antes	Peso Esfera 3 Depois	Perda Massa Esfera
	4,07639	4,07588	0,00051
	4,07639	4,07588	0,00051
	4,07639	4,07588	0,00051
	4,0764	4,07588	0,00052
	4,07639	4,07587	0,00052
Média	4,076392	4,075878	0,000514
Desvio Padrão	0,000004	0,000004	0,000005
* Todas as medições encontram-se em gramas			

APÊNDICE D

Microscopias Eletrônicas de Varredura das Trilhas de Desgaste Formadas no tribossistema “Deslizamento a seco entre Disco de AISI 440B Nitretado e esfera de AISI 52100”

Figura D1 - Trilha de Desgaste #3 formada no tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Nitretado e esfera de AISI 52100. Trilha 3 (L= 1,486; L2= 321 µm; L3= 145,8 µm e L4=1,528 mm). L= largura

Figura D2 – Calota de Desgaste formada na esfera #3 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Nitretado e esfera de AISI 52100. Esfera 3 (Ø=1,704 mm)

Figura D3 - Trilha de Desgaste #4 formada no tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Nitretado e esfera de AISI 52100. Trilha 3 (L= 1,669; L2=1,690 mm). L= largura

Figura D4 – Calota de Desgaste formada na esfera #4 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Nitretado e esfera de AISI 52100. Esfera 3 ($\varnothing=1,741$ mm)

Figura D5 - Trilha de Desgaste #5 formada no tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Nitretado e esfera de AISI 52100. Trilha 3 (L= 1,728; L2=120,7 μm ; L3=137,4 μm ; L4= 1,779 mm). L= largura

Figura D6 – Calota de Desgaste formada na esfera #5 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B Nitretado e esfera de AISI 52100. Esfera 3 ($\varnothing=1,817$ mm)

APÊNDICE E

Perfis Topográficos das Trilhas de Desgaste Formadas sobre o disco de AISI 440B Nitretado no tribossistema “Deslizamento a seco de AISI 440 B Nitretado contra esfera de AISI 52100”

Figura E1: Perfil topográfico da Trilha 3 do disco de AISI 440B Temperado do tribossistema “Deslizamento a seco de AISI 440B Nitretado contra esfera de AISI 52100”

Figura E2: Perfil topográfico da Trilha 4 do disco de AISI 440B Temperado do tribossistema “Deslizamento a seco de AISI 440B Nitretado contra esfera de AISI 52100”

APÊNDICE F

Tabelas de Perda de Massa dos Discos e das Esferas do Tribossistema
 “Deslizamento a seco de AISI 440B Nitretado contra esfera de AISI 52100”

Tabela F1 – Perda de Massa do Disco 4 e da Esfera 4 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B contra esfera de AISI 52100”

Trilha 4			
	Massa Trilha Antes	Massa Trilha Depois	Variação
	25,99510	25,99500	0,00010
	25,99480	25,99480	0,00000
	25,99500	25,99500	0,00000
	25,99500	25,99490	0,00010
	25,99500	25,99490	0,00010
Média	25,99498	25,99492	0,00006
Desvio Padrão	0,00011	0,00008	0,00005

Esfera 4			
	Massa Esfera Antes	Massa Esfera Depois	Variação
	4,07740	4,07680	0,00060
	4,07740	4,07690	0,00050
	4,07730	4,07670	0,00060
	4,07730	4,07670	0,00060
	4,07730	4,07670	0,00060
Média	4,07734	4,07676	0,00058
Desvio Padrão	0,00005	0,00009	0,00004

Tabela F2 – Perda de Massa do Disco 5 e da Esfera 5 do tribossistema “deslizamento a seco de AISI 440B contra esfera de AISI 52100”

Trilha 5			
	Massa Trilha Antes	Massa Trilha Depois	Variação
	25,99450	25,99440	0,00010
	25,99450	25,99450	0,00000
	25,99460	25,99450	0,00010
	25,99450	25,99460	-0,00010
	25,99460	25,99460	0,00000
Média	25,99454	25,99452	0,00002
Desvio Padrão	0,00005	0,00008	0,00008

Esfera 5			
	Massa Esfera Antes	Massa Esfera Depois	Variação
	4,07670	4,07600	0,00070
	4,07710	4,07600	0,00110
	4,07670	4,07580	0,00090
	4,07660	4,07600	0,00060
	4,07690	4,07600	0,00090
Média	4,07680	4,07596	0,00084
Desvio Padrão	0,00020	0,00009	0,00019