UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE FÍSICA DE SÃO CARLOS
INSTITUTO DE QUÍMICA DE SÃO CARLOS
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

STÊNIO CRISTALDO HECK

Influência da boretação com pó na resistência ao desgaste, corrosão
e oxidação dos aços AISI 1060 e AISI H13

São Carlos

2010

STÊNIO CRISTALDO HECK

Influência da boretação com pó na resistência ao desgaste, corrosão
e oxidação dos aços AISI 1060 e AISI H13

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Interunidades em Ciência e Engenharia dos Materiais da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação dos Materiais

Orientador: Prof. Dr. Luiz Carlos Casteletti

SÃO CARLOS

2010

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço de Biblioteca e Informação IFSC/USP

Heck, Stênio Cristaldo.

Influência da boretação com pó na resistência ao desgaste, corrosão e oxidação dos aços AISI 1060 e AISI H13 / Stênio Cristaldo Heck; orientador Luiz Carlos Casteletti.--São Carlos, 2010.

92 p.

Dissertação (Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Interunidades Ciência e Engenharia de Materiais. Área de Concentração:Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais) – Escola de Engenharia de São Carlos, Instituto de Física de São Carlos, Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo

1. Boretação com pó. 2. AISI H 13. 3. AISI 1060. 3. Desgaste. 4. Corrosão e oxidação. I. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Stênio Cristaldo Heck

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Aprovado(a) em 22.07.2010

Comissão Julgadora

Prof(a). Dr(a). Luiz Carlos Casteletti

Instituição: EESC/USP

Assinatura

Prof(a). Dr(a). Carlos Alberto Picon

Instituição: UNESP

Assinatura

Prof(a). Dr(a). Omar Maluf

Instituição: FATEC

Assinatura

Dedico esse trabalho aos
meus pais, Pedro e
Márcia, pelo carinho,
amor e dedicação.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Luiz Carlos Casteletti, pela orientação, paciência, dedicação e por acreditar na realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Carlos A. Picon, pela amizade, auxílio e incentivo na realização deste trabalho.

Aos meus irmãos, Diogo e Vinícius, pelos melhores momentos da minha vida.

Aos meus amigos Fábio, Dionísio, Daniel (Scooby), Daniel e Frederico por me apoiarem incondicionalmente.

Aos amigos Ricardo G. Pereira e Gustavo S. Takeia pela amizade e contribuição na realização dos ensaios.

A todos aqueles que colaboraram direta e indiretamente na realização deste trabalho.

**A distância mais longa é entre a
cabeça e o coração.**

Thomas Merton

RESUMO

HECK, S.C. **Influência da boretação com pó na resistência ao desgaste, corrosão e oxidação dos aços AISI 1060 e AISI H13.** 2010. 92 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Física de São Carlos, Instituto de Química de São Carlos, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

Neste trabalho estudou-se o efeito do tratamento de boretação na resistência ao desgaste, corrosão e oxidação dos aços AISI 1060 e AISI H13. As amostras dos aços foram boretadas com pó a 900 e 1000°C por 2 e 4 horas. Foram realizados ensaios de microdesgaste em máquina do tipo esfera fixa, sem uso de abrasivos, nas amostras boretadas e não boretadas. A resistência à corrosão, das amostras boretadas e não boretadas, em HCl 0.1M foi avaliada por ensaios de polarização potenciodinâmica. Ensaio de oxidação do tipo quase-isotérmica foram realizados nas amostras, utilizando temperatura de 550°C ao ar. Para todas as condições de tratamento empregadas foram formadas camadas de boretos com elevadas durezas sobre os substratos. As propriedades das camadas como dureza, espessura, morfologia da interface camada/substrato e as fases presentes, foram influenciadas pelas composições dos aços. No caso do aço AISI H13, que possui maior quantidade de elementos de liga, as camadas formadas foram mais duras, menos espessas, com interface lisa, e para todas as condições de tratamento foram formados os compostos de boro Fe_2B , FeB e CrB . Já no aço AISI 1060 as interfaces camada/substrato foram do tipo dentada e para a temperatura de boretação de 900°C apenas a fase Fe_2B foi formada, aparecendo o FeB a partir da temperatura de boretação de 1000°C. A resistência ao desgaste, corrosão e oxidação dos aços boretados aumentou significativamente, sendo que em relação ao desgaste, os melhores resultados foram obtidos com as amostras boretadas a 1000°C. Quanto à oxidação, os dois aços boretados a 900°C por 2h apresentaram os melhores desempenhos, e quanto à corrosão, os parâmetros do tratamento de boretação não influenciaram significativamente os desempenhos.

Palavras-chave: boretação com pó, AISI H13, AISI 1060, desgaste, corrosão e oxidação.

ABSTRACT

HECK, S.C. **Influence of pack boriding on the wear, corrosion and oxidation resistance of AISI 1060 and AISI H13 steels.** 2010. 92 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Física de São Carlos, Instituto de Química de São Carlos, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

In this work the effect of pack boriding on wear, corrosion and oxidation resistance of AISI 1060 and AISI H13 steels were studied. Samples of the steels were pack borided at 900 and 1000°C for periods of 2 and 4h. Fixed-ball microwear tests were performed on borided and non-borided samples, without use of abrasives. The samples' corrosion resistances, in HCl 0.1M, were evaluated by potentiodynamic polarization tests. Quasi-isothermal oxidation tests were performed at 550°C on air. High hard layers were formed on steels for all treatment conditions employed. The layers properties, such as hardness, thickness, layer/substrate interface morphology and phases formed, were influenced by steels compositions. For AISI H13 steel, which has a larger amount of alloying elements, the formed layers were harder, thinner, with smooth interface and for all treatments conditions the compounds Fe_2B , FeB and CrB were formed. For borided AISI 1060 steel, the layer/substrate interfaces showed a saw-tooth morphology and for boriding temperature of 900°C only the Fe_2B phase were formed, appearing FeB for boriding temperature of 1000°C. The wear, corrosion and oxidation resistances of borided steels significantly increased and in relation to wear, the best results were obtained with the samples borided at 1000°C. In oxidation case, both steels borided at 900°C for 2h showed the best performances, and with respect to corrosion, boriding treatments parameters did not significantly affect the performances.

Keywords: pack boriding, AISI 1060, AISI H13, wear, corrosion and oxidation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 01.	Esquema típico do procedimento para boretação com pó de uma única peça.....	28
Figura 02.	Diagrama de fases Ferro-Boro.....	29
Figura 03.	Secção transversal de uma camada de boreto polifásica formada em Ferro, mostrando a trinca propagada preferencialmente na região de interface FeB-Fe ₂ B.....	30
Figura 04.	Estrutura típica de camadas de boretos em aços (M _A é um elemento da liga, C _{max} é a concentração máxima de carbono, e I, II e III são camadas típicas).....	31
Figura 05.	Representação esquemática dos estágios de crescimento termoquímico dos cristais de Fe ₂ B	32
Figura 06.	Esquema mostrando o crescimento de uma camada de boreto. As setas indicam a direção [002] dos cristais de Fe ₂ B: a) Nucleação randômica dos boretos; b) Crescimento dos núcleos ao longo da direção [002]; c) Início da formação da camada e d) Final efetivo do crescimento dos núcleos.....	32
Figura 07.	Efeito da temperatura e tempo de boretação com pó na espessura da camada de boreto formada em um aço baixo carbono.....	33
Figura 08.	Influência de elementos de liga em aços na espessura da camada de boreto formado.....	34
Figura 09.	Micrografias ópticas das superfícies desgastadas por 300 segundos com carga de 109 N (ensaio tipo pino-disco): A) Aço AISI 5115	

	boretado e B) aço AISI 1020 boretado.....	37
Figura 10.	Curvas de desgaste do aço UNI 38 NiCrMo 4 boretado e, para comparação, as curvas para amostras do aço submetidas a outros tratamentos superficiais. Ensaio do tipo deslizamento sobre cilindro com carga de 5N.....	38
Figura 11.	Descrição esquemática dos quatro principais mecanismos de desgaste..	40
Figura 12.	Ruptura das junções dentro (A) da interface formada, (B) do material mais dúctil A, (C) do material mais dúctil predominantemente A mas também em B e (D) de ambos os materiais A e B em partes iguais	41
Figura 13.	Material transferido para um aço endurecido quando desgastado por deslizamento contra uma um aço dúctil.....	41
Figura 14.	Abrasão a dois e três corpos.....	42
Figura 15.	Figura ilustrativa da deformação de uma camada dura em materiais de baixa dureza.....	43
Figura 16.	Ciclo de corrosão dos aços.....	44
Figura 17.	Curva de polarização de um metal que exhibe comportamento de corrosão do tipo ativo passiva.....	46
Figura 18.	Fluxograma do Procedimento Experimental realizado.....	49
Figura 19.	Fotos do laboratório de análise metalográfica da SMM-São Carlos - USP	52
Figura 20.	Esquema mostrando a medição da espessura de uma camada de boreto, produzida no aço AISI H13.....	52

Figura 21.	Esquema mostrando a medição da espessura de uma camada de boreto, produzida em um aço baixa liga.....	53
Figura 22.	Representação esquemática do ensaio de microdesgaste com esfera presa	54
Figura 23.	Esquema ilustrativo da geometria da calota formada no ensaio de microdesgaste.....	55
Figura 24.	Foto do equipamento de ensaio de microdesgaste com esfera presa	56
Figura 25.	Micrografias ópticas das amostras do aço AISI 1060 boretadas a: A) 900°C por 2 horas; B) 900°C por 4 horas; C) 1000°C por 2 horas e D) 1000°C por 4 horas.....	60
Figura 26.	Perfis de microdureza das amostras boretadas do aço AISI 1060.....	61
Figura 27.	Difratogramas de raios X das amostras boretadas do aço AISI 1060.....	62
Figura 28.	Micrografias ópticas das amostras do aço AISI H13 boretadas a: A) 900°C por 2 horas; B) 900°C por 4 horas; C) 1000°C por 2 horas e D) 1000°C por 4 horas.....	63
Figura 29.	Análise em linha por EDS da distribuição de silício na amostra do aço AISI H13 boretada a 1000°C por 4 horas.....	64
Figura 30.	Variação da espessura da camada de boreto com o tempo de tratamento para os dois aços.....	64
Figura 31.	Difratogramas de raios X das amostras boretadas do aço AISI H13.....	65
Figura 32.	Perfis de microdureza das amostras boretadas do aço AISI H13.....	66

Figura 33.	Volume desgastado em função da distância percorrida para: A) e C) amostras boretadas e não boretadas. B) e D) Curvas mostrando apenas as amostras boretadas.....	67
Figura 34.	Calotas de desgaste após 957 metros de ensaio. A) H13 boretado 900/2h; B) H13 boretado 1000/4h; C) 1060 boretado 900/2h e D) 1060 boretado 1000/4h.....	69
Figura 35.	Curvas de polarização potenciodinâmicas das amostras dos aços: A) AISI 1060 boretado com diferentes condições e substrato; B) AISI H13 boretado com diferentes condições e substrato temperado e revenido.....	70
Figura 36.	A) Curvas de ganho de massa das amostras boretadas e não boretadas do aço AISI 1060. B) Ganho de massa ao quadrado Versus tempo de oxidação das amostras do aço AISI 1060.....	72
Figura 37.	A) Curvas de ganho de massa das amostras boretadas e não boretadas do aço AISI H13. B) Ganho de massa ao quadrado Versus tempo de oxidação das amostras do aço AISI H13.....	73
Figura 38.	A) Micrografia eletrônica da superfície após ensaio de oxidação da amostra do aço AISI H13 boretado a 900°C por 2 horas. B) Maior aumento da mesma região.....	74
Figura 39.	Difratogramas de raios-X das amostras boretadas e substrato do aço AISI 1060 após ensaio de oxidação.....	75
Figura 40.	Difratogramas de raios-X das amostras boretadas e substrato do aço AISI H13 após ensaio de oxidação.....	75

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades das fases Fe_2B e FeB	36
Tabela 2 – Composições químicas dos aços AISI 1060 e H13 (% em peso).....	59
Tabela 3 – Alturas das calotas (h) formadas após 957 metros de ensaio e espessuras das camadas (e) de boreto.....	68
Tabela 4 – Parâmetros de corrosão das amostras boretadas (médias) e substratos	71

LISTA DE SIGLAS

AISI	American Iron and Steel Institute
ASM	American Society for Metals
ASTM	American Society for Testing and Materials
b	Diâmetro médio da calota obtida no ensaio de micro-desgaste
DIN	Deutsches Institut für Normung
e	Espessura da camada
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
h	Altura da calota de desgaste
HV	Dureza Vickers
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mm	milímetro
R	Raio da esfera utilizado no ensaio de micro-desgaste
V	Volume perdido

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO	25
 CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
2.1 Boretação.....	27
2.1.1 Boretação com pó.....	27
2.1.2 Formação da camada de boreto.....	29
2.1.3 Fatores que influenciam a formação da camada de boreto.....	33
2.1.4 Propriedades das camadas de boretos.....	35
2.2 Desgaste.....	39
2.2.1 Mecanismos de desgaste.....	39
2.3 Corrosão.....	43
2.3.1 Curvas de polarização.....	44
2.4 Oxidação.....	46
2.4.1 Mecanismos de crescimento da película de oxidação.....	47
2.4.2 Oxidação parabólica.....	47
 CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS	49
3.1 Determinação das composições químicas dos aços AISI H13 e 1060.....	49
3.2 Têmpera e revenimento do aço AISI H13.....	50
3.3 Preparação das amostras para boretação.....	50
3.4 Composição do pó boretante.....	50
3.5 Tratamento de boretação.....	51

3.6 Análise microestrutural.....	51
3.7 Ensaio de microdureza.....	53
3.8 Análises por difração de raios X.....	53
3.9 Ensaio de microdesgaste.....	54
3.10 Ensaio de corrosão.....	56
3.11 Ensaio de oxidação.....	57
 CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES	 59
4.1 Composições químicas dos aços AISI H13 e 1060.....	59
4.2 Análise microestrutural das amostras boretadas.....	59
4.2.1 Aço AISI 1060.....	59
4.2.2 Aço AISI H13.....	62
4.3 Resistência ao desgaste dos aços boretados.....	67
4.4 Resistência à corrosão dos aços boretados.....	69
4.5 Resistência à oxidação dos aços boretados.....	72
 CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES	 77
 CAPÍTULO 6 - SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	 79
 REFERÊNCIAS	 81
 ANEXO: Trabalhos e artigos publicados durante o mestrado.....	 87

CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO

O grande desafio nos modernos processos de engenharia consiste na obtenção de soluções que reduzam os custos de fabricação de um determinado produto ou equipamento, aumentem sua confiabilidade em funcionamento, estabelecendo prazos maiores e mais conhecidos para sua manutenção, e que atendam aos requisitos de proteção ambiental.

Desgaste é um dos três principais problemas industriais comumente encontrados, que levam à substituição de componentes e equipamentos em engenharia; os outros dois são fadiga e corrosão. O processo raramente é catastrófico, porém reduz a eficiência de operação pelas perdas crescentes de potência, aumento de consumo de óleos lubrificantes e de energia e também pela substituição de componentes. A área de manutenção das indústrias luta constantemente contra o desgaste de forma a aumentar o tempo entre as paradas de manutenção e redução das substituições. A possibilidade de se recuperar esses componentes, ou prepará-los para suportar melhor as condições de trabalho, é constantemente estudada e técnicas novas são propostas, sempre para aumentar a vida útil e reduzir custos operacionais. O desgaste apresenta, portanto, considerável significado econômico.

Tomando-se como base as características funcionais de um par tribológico, as ações para a proteção ao desgaste e/ou à corrosão, estão diretamente relacionadas à superfície do material. Esta é a razão para o aumento da importância dos sistemas de revestimentos. Desta forma o desenvolvimento e aperfeiçoamento de revestimentos e a sua seleção para usos específicos requerem a caracterização do comportamento do material sob os parâmetros tribológicos relevantes. Como vantagens dos revestimentos pode-se mencionar:

- Reparabilidade dos revestimentos e recuperação de peças;
- Peças em materiais de baixo custo ou baixo peso específico podem ser utilizadas juntamente com revestimentos resistentes ao desgaste e/ou à corrosão.

Nos setores químico e petroquímico o aumento da demanda produtiva e a agressividade dos produtos processados requerem o uso de materiais que atendam às condições de ciclagem térmica, abrasão, erosão e corrosão, aos quais são submetidos os

equipamentos. Os processos de revestimentos permitem a seleção de uma vasta gama de materiais adequados a estas condições.

Os processos de mudança de superfície de um material podem ser definidos como tratamentos nos quais a superfície e o substrato são projetados, para produzirem em conjunto, propriedades que não são alcançadas por cada um deles isoladamente.

Um material deve ter propriedades superficiais aceitáveis para poder ser usado eficientemente. A solução para isso é a escolha de um material de engenharia que tenha preço relativamente mais barato e com as propriedades estruturais necessárias, e então adicionar as propriedades de superfície necessárias por meio de tratamentos superficiais. Tratamentos superficiais em materiais de engenharia podem aumentar a resistência ao desgaste, diminuir o coeficiente de atrito e melhorar a resistência à oxidação a altas temperaturas e à corrosão.

A boretação é um tratamento superficial pelo qual se obtém camadas de durezas elevadas, constituídas de boretos de elementos do substrato. Durante o tratamento, átomos de boro difundem para o substrato e reagem com o metal base, formando a camada de boreto. Esse processo pode ser empregado em uma grande variedade de materiais, ferrosos e não-ferrosos, sendo utilizado para produzir camadas com durezas superficiais elevadas, alta resistência ao desgaste e baixo coeficiente de atrito

O **objetivo** do presente trabalho consistiu na comparação de desempenhos quanto ao desgaste, corrosão e oxidação dos aços AISI H13 e 1060 boretados e não boretados, para a verificação da efetividade do tratamento de boretação naquelas propriedades.

CAPÍTULO 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Boretação.

A boretação envolve o processo de difusão do boro no substrato a altas temperaturas. Esse processo de endurecimento superficial pode ser realizado nos metais utilizando-se substâncias gasosas, como diborano ou haletos de boro, em meio líquido, como o bórax fundido, ou por meio de agentes boretantes sólidos. Em termos toxicológicos, econômicos e tecnológicos, os agentes boretantes sólidos em pó ou pastas apresentam os melhores desempenhos (1-4).

2.1.1 Boretação com pó.

Na boretação com pó, as peças a serem tratadas são colocadas em caixas e cobertas com o pó que fornece o boro. A caixa é então colocada em um forno pré-aquecido e mantida a temperaturas de 800 a 1100 °C. Esta forma de boretação tem várias aplicações industriais devido a sua simplicidade e por ser ambientalmente menos agressiva. Os agentes boretantes contêm usualmente, como substância que cede boro, boro cristalino ou amorfo, carboneto de boro, ferro-boro, bórax ou mistura de pelo menos dois desses constituintes; como enchimento, usa-se o carboneto de silício, sílica, óxido de alumínio ou óxido de magnésio, e, como ativador, cloreto de amônia ou tetrafluorborato de potássio (1, 5).

A Figura 01 apresenta um esquema típico do procedimento de boretação com pó de uma amostra.

Figura 01 – Esquema típico do procedimento para boretção com pó de uma única peça (6).

O tamanho das partículas usadas na boretção com pó é um parâmetro significativo do processo. Um aumento na espessura da camada de boreto é observado à medida que o tamanho da partícula do pó diminui. Como resultado da diminuição no tamanho da partícula, a superfície de contato com o material base aumenta, e então, o processo de difusão se torna mais fácil e a camada de boreto se forma mais rapidamente, o que implica que a espessura da camada desejada pode ser alcançada com tempo de tratamento menor. Portanto, a diminuição do tamanho das partículas do pó boretante pode ser visto como uma vantagem econômica (7).

Com relação à influência da quantidade de pó envolvendo a amostra a ser boretada, Jain e Sundararajan (3) afirmam que com espessuras superiores a 10 mm de empacotamento de pó, a camada de boreto é idêntica a respeito da sua espessura, constituição das fases, microestrutura, perfil de microdureza e resistência ao desgaste abrasivo.

2.1.2 Formação da camada de boreto.

A Figura 02 apresenta o diagrama de fases Ferro-Boro. Em camadas boretadas de ferros e aços, as fases FeB e/ou Fe₂B são formados e são os principais constituintes das mesmas.

Figura 02 - Diagrama de fases Ferro-Boro (01).

A formação conjunta dos dois tipos de boretos é indesejável devido à grande diferença no coeficiente de expansão térmica dos mesmos (8). Esta diferença no coeficiente de expansão térmica pode acarretar a produção de estados de tensões na região de interface das mesmas, podendo ocorrer formação de trincas, como pode ser observado na Figura 03 (5, 6). A fase Fe₂B é preferida devido ao fato de ser menos frágil e formar superfícies com alta tensão compressiva.

Controlando-se o Boro ativo do meio de boretação é possível obter uma microestrutura constituída apenas de Fe_2B (9).

Figura 03 - Secção transversal de uma camada de boreto polifásica formada em Ferro, mostrando a trinca propagada preferencialmente na região de interface FeB - Fe_2B (5).

As densidades das camadas de boretos estão relacionadas a uma orientação cristalográfica preferencial. Os principais componentes da camada (Fe_2B ou FeB) apresentam uma orientação preferencial (002). A densidade dos boretos de ferro também são significativamente influenciadas pelo tipo de elementos de liga presentes. No caso de camadas polifásicas, as camadas externas de FeB são formadas pela reação entre o Fe_2B e o boro ativo (10).

A Figura 04 mostra a estrutura típica de camadas de boretos em aços. Abaixo das camadas de boretos pode ocorrer a formação de uma zona enriquecida com carbono, pois o mesmo é forçado a difundir da superfície da peça com o tratamento de boretação, além disso, pode haver boro em solução sólida nesta região (11).

Figura 04 - Estrutura típica de camadas de boreto em aço (M_A é um elemento da liga, C_{max} é a concentração máxima de carbono, e I, II e III são camadas típicas) (11).

Durante a boretação, a concentração de átomos de boro na superfície do material aumenta gradualmente. Após exceder a máxima solubilidade do boro no reticulado, existe uma força motriz termodinâmica para a formação do boreto de ferro (9).

Inicialmente no tratamento de boretação é formado Fe_2B , com um mecanismo de crescimento que envolve os seguintes estágios (10):

- Estágio 1 - cristais aciculares de Fe_2B crescem preferencialmente na superfície do metal com seu eixo [001] orientado principalmente paralelo à superfície de reação, formando uma camada superficial com cristais de diferentes orientações.
- Estágio 2 - à medida que a superfície é coberta, um número crescente de cristais de Fe_2B entra em contato com cristais adjacentes e são forçados a crescerem dentro do metal, mantendo a forma acicular.
- Estágio 3 - finalmente, um número crescente de cristais de Fe_2B é levado a se desenvolver com orientação no seu eixo [001] de fácil crescimento normal à superfície externa, de maneira a minimizar a resistência mecânica ao crescimento de cristais adjacentes. Este estágio leva à formação na camada, de regiões de Fe_2B compactadas mecanicamente e fortemente orientadas no plano (002).

Na Figura 05 estão representados os estágios de crescimento dos cristais de Fe_2B .

Figura 05 -Representação esquemática dos estágios de crescimento termoquímico dos cristais de Fe_2B (10).

Lei et al. (12) estudaram a cinética de crescimento de camada de boreto no aço AISI 1020 e a dividiram em dois estágios. O primeiro estágio obedece a uma equação parabólica de acordo com a seguinte fórmula: $x^2 = Kt$, onde x é a espessura da camada, t é o tempo e K é uma constante. O segundo estágio pode ser descrito por uma reta com a equação $x = K't + b$, onde K' é o coeficiente angular da reta. Quando os cristais de Fe_2B alcançam um tamanho crítico, a tensão compressiva é acumulada até um valor no qual defeitos como falhas na sequência de empilhamento são formados, e então a difusão dos átomos de Boro através dos cristais se torna mais rápida. O crescimento da camada passa de uma curva parabólica do primeiro estágio e entra no segundo estágio linear. A Figura 06 apresenta um esquema da formação de camadas de boreto, segundo Lei et al. (12).

Figura 06 – Esquema mostrando o crescimento de uma camada de boreto. As setas indicam a direção $[002]$ dos cristais de Fe_2B : a) Nucleação randômica dos boretos; b) Crescimento dos núcleos ao longo da direção $[002]$; c) Início da formação da camada e d) Final efetivo do crescimento dos núcleos (12).

2.1.3 Fatores que influenciam a formação da camada de boreto.

A espessura da camada de boreto formada no tratamento de boretação depende do material a ser boretado, do potencial de boro do agente boretante, do tempo e da temperatura de tratamento. Um exemplo da influência da temperatura e do tempo de tratamento de boretação na espessura da camada de boreto está apresentado na Figura 07. A temperatura de tratamento tem maior influência no crescimento da camada de boreto do que o tempo, sendo que com aumento na temperatura de boretação são produzidas camadas mais espessas (6).

Figura 07 - Efeito da temperatura e tempo de boretação com pó na espessura da camada de boreto formada em um aço baixo carbono (6).

As propriedades das camadas de boretos formadas nas ligas ferrosas dependem da composição da liga. Por exemplo, interfaces camada/substrato com morfologia dentada são preferencialmente formadas no ferro puro, aços baixo carbono e aços com pouca concentração de elementos de liga. À medida que a concentração de elementos de liga aumenta, a formação da interface com estrutura dentada é suprimida, e a interface se torna

plana. Isto ocorre porque alguns elementos de liga tendem a formar uma barreira de difusão ao boro, retardando o crescimento da camada (6, 13).

Na Figura 08 é mostrada a influência de alguns elementos de liga, em aços, na espessura da camada de boreto formada. A maioria dos elementos de liga retardam o crescimento da camada de boreto.

Figura 08 - Influência de elementos de liga em aços na espessura da camada de boreto formado (6).

O carbono não se dissolve significativamente na camada boretada e durante o processo de boretação é forçado a difundir em direção à matriz, podendo formar sob a camada, o composto misto do tipo $\text{Fe}_3(\text{B,C})$, denominado de borocementita (6). Assim como o carbono, o silício é insolúvel na camada de boreto de ferro, e tende a se concentrar na interface da camada com o substrato (14). O silício é um elemento formador de ferrita e produz, em alguns casos, uma zona ferrítica sob a camada de boreto, com dureza inferior à da matriz, criando o efeito conhecido como “casca de ovo”, que é a formação de uma camada “mole” entre a camada de boreto e a matriz (6, 15).

O cromo pode modificar consideravelmente a morfologia e a constituição dos boretos de ferro. Quando o teor de cromo aumenta, ocorre uma diminuição na espessura da camada, bem como a tendência à formação de uma interface plana desta com o

substrato e a obtenção de produtos ricos em cromo (6). O cromo pode reagir com o boro, formando compostos binários (Cr-B) e/ou ternários (Fe-Cr-B) (13). A substituição do ferro por cromo nos compostos FeB e Fe₂B da camada pode ocorrer, e dessa forma, ter-se os boretos mistos (Fe,Cr)B ou (Fe,Cr)₂B (13, 15). Outros elementos de liga como Mn, W, Mo e V também reduzem a espessura da camada e contribuem para a formação de uma interface camada/substrato plana (6).

Segundo Badini et al. (16) alguns elementos de liga também pode influenciar na dureza da camada de boreto formada em aços. De acordo com este estudo o cromo pode aumentar a dureza da camada mais externa de boreto de 17.93 para 20.68 kN mm⁻². Já o níquel diminuiu levemente a dureza da camada, porém o seu efeito é limitado devido à difusão do elemento em direção à matriz e a conseqüente redução de sua concentração na camada superficial.

De acordo com Lei et al. (12) a deformação a frio numa faixa de 0 a 50% pode ser usada com sucesso para aumentar a espessura da camada de boreto ou diminuir a temperatura requerida para obter uma camada de espessura desejada usando-se o mesmo tempo de tratamento. Um grau de deformação muito maior como 80%, ao contrário, irá diminuir este efeito e tornar a espessura da camada formada em amostras com este grau de deformação muito próxima a da camada formada em amostras não deformadas. Isto pode ser explicado pelo fato de que a deformação a frio aumenta a densidade do núcleo quando o grau de deformação aumenta de 0 a 50% e diminui para um valor próximo ao do estado não deformado quando a deformação é de 80%. Nas amostras não deformadas, os cristais de boreto nucleiam preferencialmente nos contornos de grãos. A nucleação de boretos nas amostras com grau de deformação de 20% e 50% ocorre principalmente em discordâncias dentro dos grãos, mas as amostras deformadas a 80% têm os boretos nucleando novamente nos contornos de grão.

2.1.4 Propriedades das camadas de boretos.

O tratamento de boretação fornece propriedades importantes para materiais de engenharia, como camadas com dureza superficial elevada (1400 a 2000 HV), alta resistência ao desgaste e baixo coeficiente de atrito. A combinação de elevada dureza com

baixo coeficiente de atrito contribui para o combate aos principais mecanismos de desgaste (6). A camada boretada apresenta também uma boa resistência à oxidação a temperaturas elevadas, de até 900°C (13).

A forte ligação covalente da maioria dos boretos é a responsável por seus altos valores de ponto de fusão, módulo de elasticidade e dureza (17). Suas espessuras podem variar de 21 a 380µm, dependendo dos parâmetros do tratamento como tempo e temperatura, e da presença de elementos de liga no substrato (18-20).

Na Tabela 01 são apresentadas algumas propriedades das fases FeB e Fe₂B.

Tabela 01 – Propriedades das fases Fe₂B e FeB (6).		
	FeB	Fe₂B
Teor de boro (% em massa)	16,23	8,83
Estrutura	ortorrômbica	tetragonal de corpo centrado
Parâmetro de rede (Å)	a = 4,053 b = 5,495 c = 2,946	a = 5,078 c = 4,249
Densidade (g/cm³)	6,75	7,43
Coeficiente de expansão térmica, entre 200 e 600°C (10⁻⁶ °C⁻¹)	23	7,65
Módulo de elasticidade (GPa)	590	285-295
Microdureza (GPa)	19-21	18-20

Com relação comportamento de desgaste de camadas de boretos em ferro e aços, inicialmente o coeficiente de desgaste das camadas é alto, tanto em condições não abrasivas como em condições abrasivas, devido à presença de uma camada externa fina e quebradiça de cristais desordenados. Então o coeficiente de desgaste diminui devido a resistência oferecida inicialmente pelos cristais ordenados de FeB e então pelos cristais de Fe₂B, até alcançar um valor mínimo no interior da camada, devido a presença de camadas muito compactas constituídas de cristais de Fe₂B altamente ordenados. O comportamento tribológico das camadas de boreto polifásicas pode ser prejudicado por um estado de tensão intenso na interface FeB/Fe₂B, a qual pode conduzir a nucleação e propagação de trincas ao longo da interface, com a formação de fragmentos desgastantes duros e abrasivos (5).

Selçuk et al. (21) compararam o desempenho quanto ao desgaste dos aços AISI 5115 e 1020 boretados, cementados e carbonitretados, e concluíram que a boretação foi o tratamento mais efetivo no combate ao desgaste, porém, destacaram a fragilidade das camadas de boreto quando ensaiadas com carga elevada, o que pode levar a formação de trincas nas mesmas (Figura 09) e conseqüente formação de partículas abrasivas duras, que acentuarão o processo de desgaste abrasivo.

Figura 09 - Micrografias ópticas das superfícies desgastadas por 300 segundos com carga de 109 N (ensaio tipo pino-disco): A) Aço AISI 5115 boretado e B) aço AISI 1020 boretado (21).

A Figura 10 mostra um exemplo de comportamento ao desgaste sob condições de deslizamento a seco de um aço boretado, em comparação com amostras submetidas a outros tratamentos superficiais alternativos. O comportamento da amostra boretada situou-se entre o do aço nitretado (pior) e do WC-Co (melhor), e comparável ao apresentado pelo cromo duro.

Figura 10 - Curvas de desgaste do aço UNI 38 NiCrMo 4 boretado e, para comparação, as curvas para amostras do aço submetidas a outros tratamentos superficiais. Ensaio do tipo deslizamento sobre cilindro com carga de 5N (5).

Vários outros estudos mostram que o tratamento de boretação aumenta significativamente a resistência ao desgaste de uma vasta gama de ligas, como ligas de titânio, ligas de níquel, além dos mais variados tipos de aços (22-28).

Além do aumento na resistência ao desgaste, alguns estudos também indicam que a boretação de materiais ferrosos pode aumentar a resistência à corrosão em meios ácidos e ao ataque por metais fundidos (29-34).

2.2 Desgaste.

A ciência que estuda o atrito e o desgaste, ou seja; a interação de superfícies em movimento e de técnicas relacionadas às mesmas é denominada de tribologia. A norma DIN 50320 (DIN 50320, 1979) define desgaste como a perda progressiva de material da superfície de um corpo sólido devido à ação mecânica, isto é; o contato e movimento relativo de um corpo sólido contra um corpo sólido, líquido ou gasoso. Desgaste é uma das possíveis causas de falhas de componentes ou estruturas. A falha será função da aplicação, das condições de funcionamento e do meio no qual o mesmo se encontra.

Estudos mostram que as perdas devido ao atrito e desgaste constituam-se aproximadamente 1 % do PIB na Alemanha (35, 38), 2,5 % nos Estados Unidos (36) e 2 % na Inglaterra (37) do total do produto nacional.

O atrito e a resistência ao desgaste não são propriedades intrínsecas do material, mas são características do sistema de engenharia (Tribosistema), podendo causar perdas de energia e material, respectivamente.

2.2.1 Mecanismos de desgaste.

O desgaste pode ser dividido em quatro mecanismos básicos (39):

Adesão: Formação de pontos adesivos interfaciais, por exemplo, junções por soldagem fria.

Abrasão: Remoção de material por corte ou por arrancamento.

Fadiga: Fadiga e formação de trincas nas regiões da superfície devido a tensões cíclicas, resultando em separação de material.

Reação triboquímica: formação de produtos de reação química como resultado de interações químicas entre elementos do tribosistema iniciado por ação tribológica.

Figura 11 - Descrição esquemática dos quatro principais mecanismos de desgaste (DIN 50320, 1979).

As superfícies dos materiais não são perfeitamente lisas e, portanto, contém reentrâncias de modo que o contato entre elas ocorre somente em alguns pontos. Assim, a área real de contato, é uma fração da área total aparente, tornando as tensões desenvolvidas nestas regiões muito elevadas, podendo ultrapassar o limite de escoamento do material e formar uma união. A tendência de união por adesão depende das propriedades físicas e químicas (39, 40) dos materiais em contato, do modo e valor da força aplicada, além da contaminação (41) e rugosidade.

A Figura 12 mostra diferentes separações de superfícies unidas por adesão. Se a resistência da união é menor do que a dos materiais A e B, a ruptura da adesão ocorre na interface. Isto frequentemente ocorre se as superfícies estão cobertas por óxidos que reduzem a aderência superficial (Figura 12a). A separação das uniões ocorre apenas no material A se este possuir a resistência mais baixa que a união ou que o material B (Figura 12b). Para uniões de alta resistência, o rompimento ocorre predominantemente no material A se este tiver menor resistência que a união e que o material B (Figura 12c). Nestas mesmas condições de uniões se os materiais tiverem resistências iguais ou muito similares a separação pode ocorrer em partes iguais de ambos os lados da interface (Figura 12d).

Figura 12 - Ruptura das junções dentro (A) da interface formada, (B) do material mais dúctil A, (C) do material mais dúctil predominantemente A mas também em B e (D) de ambos os materiais A e B em partes iguais (42).

A Figura 13 mostra o exemplo da superfície de um aço desgastado pelo contato metálico durante desgaste por deslizamento, onde se pode observar o material transferido para um aço endurecido, devido à adesão, quando desgastado por deslizamento contra uma um aço dúctil.

Figura 13 - Material transferido para um aço endurecido quando desgastado por deslizamento contra uma um aço dúctil (42).

O desgaste por abrasão é causado pela interação mecânica de saliências grosseiras ou partículas não metálicas contra as superfícies de trabalho, provocando perda de massa por corte ou por arrancamento. Estas partículas podem ser, por exemplo, um mineral como a sílica ou um fragmento de desgaste de material de alta dureza. Protuberâncias,

como a rugosidade superficial, podem agir como partículas de alta dureza caso esta superfície apresente maior dureza que a contra-peça.

O desgaste abrasivo pode ser classificado basicamente como desgaste abrasivo a dois corpos e a três corpos, dependendo da maneira como as partículas atuam sobre a superfície de desgaste. O modo de desgaste abrasivo a dois corpos ocorre quando uma aspereza dura da superfície de contato (contra corpo) ou uma partícula rigidamente fixada a esta (Figura 14), desliza sobre a superfície de desgaste como uma ferramenta de corte, sendo caracterizado pela presença de sulcos ou ranhuras lineares na direção de deslizamento. No desgaste abrasivo a três corpos a partícula de desgaste está livre para rolar (assim como para deslizar) na região de contato. Neste caso, a superfície de desgaste normalmente apresenta uma topografia aleatória, sem características de direcionalidade (43, 44).

Figura 14 - Abrasão a dois e três corpos (42).

O mecanismo de desgaste de materiais de baixa dureza quando adicionados revestimentos duros, segundo Holmberg e Matthews (45) pode se tornar abrasivo com a formação de fraturas no revestimento devido à deformação na região de contato (Figura 15). Por outro lado, segundo Hedenqvist et al. (46) quanto maior a dureza do substrato maior a carga que o revestimento pode resistir sem fraturar.

Figura 15 - Figura ilustrativa da deformação de uma camada dura em materiais de baixa dureza (45).

Outra forma de diminuir fraturas na camada devido às deformações no substrato nas regiões de contato segundo Rabinowicz (47) e Roth et al. (48) é aumentando a espessura da mesma. Camadas mais espessas modificam o tamanho e a forma da região de tensão abaixo da camada.

2.3 Corrosão.

A corrosão é definida como a deterioração de um material, geralmente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente, associada ou não a esforços mecânicos (49).

Como a corrosão é em geral um processo espontâneo, os materiais metálicos estão constantemente sendo transformados, o que geralmente implica em diminuição do desempenho dos mesmos, acarretando perdas energéticas significativas.

Figura 16 - Ciclo de corrosão dos aços (50).

A corrosão pode ser entendida como a deterioração do material em virtude de reações ou interações com o meio a que esteja exposto. No caso dos metais, esta deterioração é, na maioria das vezes, resultante de uma reação química e/ou eletroquímica, na qual há a dissolução do metal. Em alguns casos essas reações podem resultar em produtos que agem como protetores do metal base e a esse processo chamamos de passivação, normalmente há a formação de um óxido (51).

2.3.1 Curvas de polarização.

Métodos de ensaios eletroquímicos de corrosão focam principalmente no controle e medição das propriedades fundamentais de reações eletroquímicas. O potencial eletroquímico é equivalente a força motriz para as reações, e determina as reações que podem ocorrer no ânodo e catodo em uma célula eletroquímica. A corrente é equivalente à taxa de reação em uma célula de corrosão em operação. Quanto maior a corrente, maior a taxa de corrosão. A soma de todos os elementos de uma célula de corrosão determina a corrente resultante de um dado valor de diferença de potencial entre o anodo e o catodo (50).

Medidas combinadas do potencial e da corrente resultante em uma célula de corrosão em operação, numa vasta gama de condições oxidantes, resultam em uma curva de polarização que descreve as reações eletroquímicas.

Os ensaios de polarização envolvem a medição da relação entre o potencial eletroquímico e a corrente de corrosão. O potencial de resposta de uma dada corrente da célula eletroquímica é determinado ao longo de um intervalo desejado de potencial. Os experimentos podem ser realizados de duas maneiras: Curva de polarização a potencial controlado, onde o potencial é controlado e a corrente resultante é medida, ou Curva de polarização a corrente controlada, onde a corrente é controlada e o potencial resultante é medido.

A Figura 17 mostra uma curva de polarização de um metal que exhibe comportamento de corrosão do tipo ativo-passiva. À medida que o potencial de eletrodo aumenta para valores mais positivos em relação ao potencial de corrosão, a taxa de corrosão aumenta. Em um valor de potencial definido como o potencial de passivação primário, a densidade de corrente diminui várias ordens de magnitude rapidamente até a densidade de corrente de passivação. Uma vez na região passiva, a corrente mantém-se estável ao longo da mesma. Em potenciais de eletrodo ainda mais positivos, o filme passivo formado sobre o metal se rompe, e a corrente aumenta rapidamente mais uma vez. Esta última região é chamada de região transpassiva. Muitas ligas de engenharia comumente utilizadas, tais como aços inoxidáveis, alumínio e ligas de titânio, dependem da passivação para a sua resistência à corrosão. O comportamento de polarização anódica representa um valioso instrumento para a determinação dos efeitos da composição e estrutura dos metais, bem como dos fatores ambientais, na capacidade de passivação da liga e da estabilidade e durabilidade relativa dos filmes passivantes.

Figura 17 - Curva de polarização de um metal que exibe comportamento de corrosão do tipo ativo-passiva (Norma ASTM G3).

2.4 Oxidação.

A maioria dos metais e das ligas utilizadas industrialmente está sujeita a sofrer oxidação e corrosão quando exposto em ambiente onde se encontram agentes oxidantes (49).

A corrosão por um gás em alta temperatura corresponde a uma reação química heterogênea, pois se dá entre duas fases distintas: uma fase sólida (metal ou liga) e uma fase gasosa corrosiva. A reação se dá na interface das duas fases (52).

A oxidação dos metais e ligas resulta do fato de que estas reações são exotérmicas, o que as torna termodinamicamente possíveis em temperaturas elevadas, onde a variação da energia livre de Gibbs é menor, a reação é mais favorecida cineticamente e a velocidade de oxidação é consideravelmente maior (49).

De acordo com Padilha (53) e Huntz et al. (54) a maior afinidade dos elementos de uma liga frente ao oxigênio normalmente provoca oxidação seletiva, de modo que o elemento mais oxidável é o único que passa à película oxidada ou é aquele que forma a maior parte desta película.

2.4.1 Mecanismos de crescimento da película de oxidação.

Quando um material metálico é submetido à atmosfera oxidante, há formação de óxidos. Essa película, dita, de acordo com suas características, se o processo de oxidação prosseguirá e com que rapidez. Logo, estudos da composição química desta película, são de grande importância para compreensão dos processos de corrosão.

Quando se forma uma camada compacta de óxido numa superfície metálica exposta a uma atmosfera oxidante, é necessário que ocorra difusão através da película de óxido para que possa ocorrer crescimento da película. A oxidação vai prosseguir com uma velocidade que será função da velocidade com que os reagentes difundem através da película.

Considera-se que este processo envolve o transporte de íons e de elétrons através da película. Assim, o crescimento desta película, depende da condução iônica e eletrônica. A condução iônica pode ocorrer da seguinte maneira:

- Pela difusão do ânion (O^{2-}) para dentro;
- Pela difusão do cátion metálico (Mn^{+}) para fora;
- Pela difusão simultânea do ânion e do cátion.

A difusão catiônica ocorre mais frequentemente que a aniônica porque o íon metálico geralmente é menor que o íon oxigênio (O^{2-}) (49).

2.4.2 Oxidação parabólica.

A cinética de oxidação de muitas ligas industriais segue uma lei parabólica, na qual a velocidade de crescimento do filme diminui com o tempo. Isso mostra que o filme proporciona proteção ao substrato metálico.

Se o crescimento do filme de óxidos sobre uma superfície metálica for controlado por um processo difusional (passagem de íons metálicos e oxigênio através do filme), a cinética de oxidação apresenta uma dependência parabólica com o tempo.

Wagner em 1933 (55) propôs uma teoria para explicar o crescimento parabólico de óxidos, sulfetos e outros compostos, que pode ser descrita pela equação (56):

$$\left(\frac{\Delta M}{S}\right)^2 = cte + K_p \cdot t \quad (\text{Equação 01})$$

Onde $(\Delta M/S)^2$ significa o quadrado do ganho de massa por unidade de área; K_p é a constante parabólica de oxidação, expressa em $g^2.cm^{-4}.s^{-1}$ e t é o tempo de oxidação expresso em s .

A oxidação parabólica é característica de metais nos quais se forma uma película protetora, pouco porosa e aderente à superfície do metal, sua espessura não aumenta significativamente com o passar do tempo, pois a presença do óxido dificulta a difusão iônica e eletrônica.

CAPÍTULO 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Na Figura 18 é apresentado o fluxograma do procedimento experimental realizado.

Figura 18 - Fluxograma do Procedimento Experimental realizado.

3.1 Determinação das composições químicas dos aços AISI H13 e 1060.

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizados os aços AISI 1060 e AISI H13. As composições químicas dos aços foram determinadas por via úmida, no Laboratório de Análises Químicas do Departamento de Engenharia de Materiais, Aeronáutica e Automobilística (SMM) da EESC/USP.

3.2 Têmpera e revenimento do aço AISI H13.

Amostras do aço AISI H13 foram temperadas e revenidas. Para o tratamento de tempera as amostras foram aquecidas por 2 horas à 1050°C e então temperadas em óleo. O revenimento foi realizado à 590°C durante 2 horas.

3.3 Preparação das amostras para boretação.

Para os tratamentos de boretação foram empregados corpos de prova com as seguintes dimensões:

- AISI H13 : 27 X 21 X 5 mm
- AISI 1060 : 19 X 19 X 5 mm

Os corpos de prova foram lixados até lixa 600 mesh e limpos em banho ultrassônico com álcool, antes do tratamento de boretação.

3.4 Composição do pó boretante.

A composição do pó boretante utilizado neste trabalho foi determinada após pesquisa bibliográfica e testes preliminares, sendo que pelo menos quatro composições diferentes foram testadas, e escolhida a que produziu a camada mais uniforme e espessa, para as mesmas condições de tratamento. O pó utilizado neste trabalho apresenta a seguinte composição: 82% de B_4C , 15% de $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ e 3% de NH_4Cl .

3.5 Tratamento de boretação.

Após a preparação dos corpos-de-prova e do pó boretante, as amostras foram colocadas em cadinhos de aço inoxidável, cobertas pelo pó boretante garantindo uma espessura mínima de 10 mm de pó ao redor da amostra, e então o cadinho foi selado, para evitar decomposição do pó, quando em contato com o ar atmosférico a alta temperatura. Foram utilizadas duas temperaturas de tratamento, 900 e 1000°C, por períodos de 2 e 4 horas, a fim de verificar a influência destes parâmetros nas características das camadas formadas. Ao término do tratamento os cadinhos foram retirados do forno e resfriados ao ar.

3.6 Análise microestrutural.

As amostras para análises microestruturais foram lixadas na seguinte seqüência de granulometria: 80, 100, 220, 320, 400, 600, 800, 1200 e 2000 mesh. Após o processo de lixamento realizou-se o polimento com pastas de diamante de 1 μm . O ataque químico foi feito com nital 1% para o aço AISI 1060 e nital 10% para o aço AISI H13.

Utilizou-se um microscópio marca Zeiss modelo Axiotech e uma câmara digital Sony modelo Cyber-shot - 8.1 megapixels para obtenção das fotomicrografias ópticas.

A Figura 19 apresenta detalhes do Laboratório de Análise Metalográfica da SMM-São Carlos – USP.

Figura 19 - Fotos do laboratório de análise metalográfica da SMM-São Carlos - USP.

Foram também realizadas análises por microsonda eletrônica do tipo EDS em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Foi usada análise em linha em secção transversal do aço H13 boretado, a fim de se verificar a difusão dos elementos de liga do mesmo. O microscópio eletrônico de varredura usado foi da marca LEO-440, no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Instituto de Química de São Carlos-IQSC/USP.

As medidas das espessuras das camadas formadas foram realizadas utilizando-se o software livre ImageJ. No caso da camada formada no aço AISI H13 a espessura foi medida como indicado na Figura 20.

Figura 20 - Esquema mostrando a medição da espessura de uma camada de boreto, produzida no aço AISI H13 (57).

No caso da camada formada no aço AISI 1060 a espessura foi medida como indicado na Figura 21.

Figura 21 - Esquema mostrando a medição da espessura de uma camada de boreto, produzida em um aço baixa liga (58).

3.7 Ensaio de microdureza.

Medidas de microdureza Vickers foram realizadas transversalmente a superfície da camada de boretos, a fim de se obter o perfil de microdureza das amostras boretadas. As medidas foram obtidas utilizando-se um microdurômetro digital Buehler modelo 1600-6300, aplicando-se carga de 50gf.

3.8 Análises por difração de raios X.

Os ensaios por difração de raios X das camadas de boretos produzidas e das superfícies oxidadas foram realizados utilizando-se radiação de cobre ($1,54\text{\AA}$), com o feixe incidindo sobre as superfícies das amostras. Utilizou-se varredura contínua, com uma velocidade de $2^\circ/\text{min}$. As amostras foram ensaiadas no Laboratório de Raios X do Instituto de Física de São Carlos-IFSC/USP, utilizando um difratômetro Rigaku

Gergerflex, com o ângulo de varredura 2θ variando de 10 a 100°. Os difratogramas de raios X foram utilizados para determinação de fases presentes.

3.9 Ensaios de microdesgaste.

Os ensaios de microdesgaste utilizando um dispositivo como ilustrado na Figura 22, foram realizados no laboratório (LAES) da SMM-São Carlos – USP. Adotou-se o ensaio do tipo esfera presa sem a utilização de abrasivo e lubrificante.

Figura 22 - Representação esquemática do ensaio de microdesgaste com esfera presa (59).

Este ensaio consiste em promover o contato entre uma esfera e uma amostra plana, com a esfera girando em relação à amostra, possibilitando obter cargas elevadas e consequentemente altas tensões no ensaio. O resultado desse contato é uma região desgastada em forma de calota esférica, possuindo relações geométricas com a esfera que a gerou. Assim, conhecendo-se o diâmetro da calota pode-se determinar a quantidade de material removido durante o ensaio. A Figura 23 ilustra a formação da calota no ensaio de microdesgaste.

Figura 23 - Esquema ilustrativo da formação da calota no ensaio de microdesgaste.

Para uma calota de desgaste com geometria esférica produzida por uma esfera de raio “R” em uma amostra plana, o volume desgastado pode ser calculado de acordo com a seguinte equação:

$$V = \frac{\pi \cdot b^4}{64 \cdot R^2} * \left(\frac{R - b^2}{8 \cdot R} \right) \cong \frac{\pi \cdot b^4}{64 \cdot R} ; \quad \text{para } b \ll R \quad (\text{Equação 02})$$

Onde:

V : Volume desgastado (mm³)

R : Raio da Esfera (mm)

b : Diâmetro médio da calota (mm)

A Figura 24 mostra o equipamento de ensaio de microdegaste com esfera presa utilizado.

Figura 24 - Foto do equipamento de ensaio de microdesgaste com esfera presa.

A altura da calota formada foi calculada a partir da seguinte equação:

$$h \approx \sqrt{\frac{V}{\pi \cdot R}} \quad , \quad \text{para } h \ll R \quad (\text{Equação 03})$$

Foram adotadas as seguintes condições para realização do ensaio:

- Diâmetro da esfera: 25,4 mm
- Carga: 6,65 N
- Rotação da esfera: 400 rpm
- Tempo de ensaio para cada condição considerada: 10, 15, 20 e 30 minutos, correspondendo às distâncias percorridas de 279; 419; 559 e 838 metros respectivamente.

As fotomicrografias das calotas foram obtidas empregando-se uma câmara marca Sony acoplada em um microscópio óptico marca Zeiss modelo Axiotech interligadas a um computador com Sistema Macintosh 8500/120. Para determinar o diâmetro “b” das calotas fotografadas utilizou-se o software “Image J”.

3.10 Ensaio de corrosão.

Foram realizados ensaios de corrosão por polarização potenciodinâmica nas amostras boreadas e nos substratos a fim de comparar os desempenhos.

A célula eletroquímica utilizada para a obtenção das curvas de polarização potenciodinâmicas constava de um eletrodo de referência de calomelano saturado (ECS) e um eletrodo auxiliar de platina. O eletrólito empregado foi solução de HCl 0,1M. Foi empregado um potenciostato modelo Autolab - VGSTAT-302, para monitoramento do potencial e corrente. As curvas de polarização das amostras foram obtidas com uma velocidade de varredura de 1mV/s.

3.11 Ensaio de oxidação.

Foram realizados ensaios de oxidação do tipo quase-isotérmica, também conhecida como oxidação descontínua, nas amostras boretadas e substratos. Neste tipo de teste as amostras são resfriadas para pesagem após períodos arbitrários de teste.

A temperatura de oxidação utilizada neste trabalho foi de 550 °C, por ser geralmente esta a temperatura de trabalho do aço H13, por exemplo, em moldes de extrusão de alumínio (60).

Para os ensaios, as amostras foram colocadas em cadinhos de porcelana, pesadas (balança digital com precisão de 0,1mg) e então colocadas em forno convencional ao ar. Para a pesagem, as amostras eram retiradas do forno e resfriadas no dessecador aproximadamente 1,5 horas.

Após pesagem, as amostras eram colocadas novamente no forno para prosseguimento do ensaio.

CAPÍTULO 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Composições químicas dos aços AISI H13 e 1060.

As composições químicas dos aços AISI H13 e 1060 utilizados no presente trabalho são apresentadas na Tabela 02.

Tabela 02 – Composições químicas dos aços AISI 1060 e H13 (% em peso).

	Fe	C	Mn	Si	V	Cr	Mo
AISI 1060	Bal.	0.57	0.78	0.21	-	0.034	0.003
AISI H13	Bal.	0.45	0.42	1.07	1.21	4.60	1.39

4.2 Análise microestrutural das amostras boretadas.

4.2.1 Aço AISI 1060

A Figura 25 apresenta as micrografias ópticas das secções transversais das amostras do aço AISI 1060 boretadas com pó a 900 e 1000 °C por 2 e 4 h de tratamento. Em todas as micrografias pode-se observar a morfologia dentada da interface camada/substrato. Estas micrografias confirmam que ocorre aumento na espessura das camadas com o aumento do tempo e temperatura de tratamento.

Figura 25 - Micrografias ópticas das amostras do aço AISI 1060 boretadas a: A) 900°C por 2 horas; B) 900°C por 4 horas; C) 1000°C por 2 horas e D) 1000°C por 4 horas.

A Figura 26 mostra os perfis de microdurezas das amostras do aço AISI 1060 boretadas. Observa-se que para todas as condições de tratamento ocorreu formação das camadas de boretos, com durezas muito superiores as do substrato.

Analisando-se os perfis de microdurezas para todas as condições de boretção é possível observar que eles apresentam dureza de pico na região próxima à superfície em torno de 2000 HV. Para as amostras tratadas a 900°C a dureza diminui abruptamente para valores de dureza próximos ao do substrato (250 HV), devido às pequenas espessuras das camadas formadas com essa temperatura de tratamento. As amostras tratadas a 1000°C, por 2 e 4h, apresentaram uma queda inicial de dureza de 2000 HV para um patamar próximo a 1600 HV, o que pode indicar a passagem da região formada pela fase mais dura FeB, para a menos dura Fe₂B. Em seguida a dureza cai abruptamente para a dureza do aço base.

Os níveis de dureza das camadas obtidas com o processo de boretção são superiores aos da dureza de revestimentos obtidos pelos tratamentos de nitretação, cementação e eletrodeposição de cromo. A combinação de elevada dureza com baixo coeficiente de atrito das camadas de boreto contribui para o combate aos principais

mecanismos de desgaste, tornando o tratamento de boretção bastante indicado para peças que serão submetidas a condições severas de serviço (6).

Figura 26 - Perfis de microdureza das amostras boretadas do aço AISI 1060.

A Figura 27 mostra os padrões de difração de raios X das amostras de AISI 1060 boretadas por 2 e 4h a 900 e 1000°C. Em todas as amostras foram identificados dois picos que são característicos tanto da fase Fe_2B quanto da fase FeB , portanto, a presença destes picos não caracteriza a presença da fase FeB . Por outro lado, picos referentes apenas a fase FeB só aparecem para as amostras boretadas a 1000°C, o que indica que, para amostras boretadas a 900°C, foi formado unicamente o composto Fe_2B .

Nas amostras boretadas a 1000°C pode ser observada uma diminuição na intensidade dos picos relativos ao Fe_2B e um aumento nos picos de FeB , de 2 para 4h de tempo de tratamento. Pode ser sugerido que a quantidade de Fe_2B aumenta com o tempo e a temperatura de boretção, atingindo o seu máximo para a condição em 900°C durante 4h, em seguida, ocorre a formação de FeB (a 1000°C por 2h). Isso pode ser comprovado observando a diminuição da intensidade dos picos de Fe_2B e o aumento dos picos de FeB .

Figura 27 - Difratomogramas de raios X das amostras boretadas do aço AISI 1060.

4.2.2 Aço AISI H13.

A Figura 28 mostra as micrografias ópticas das amostras do aço AISI H13 boretadas. Pode-se observar o aumento nas espessuras das camadas com o aumento do tempo de tratamento, para as duas temperaturas utilizadas. Além disso, a presença de duas fases na camada de boreto (FeB e Fe₂B) pode ser claramente observada na amostra boretada a 1000°C por 4 horas (Figura 28D).

Figura 28 - Micrografias ópticas das amostras do aço AISI H13 boretadas a: A) 900°C por 2 horas; B) 900°C por 4 horas; C) 1000°C por 2 horas e D) 1000°C por 4 horas.

A Figura 29 apresenta a distribuição de silício na amostra do aço AISI H13 boretada a 1000°C por 4 horas. Pode-se observar a maior concentração deste elemento logo abaixo da camada de boreto. Isto ocorre porque o silício difunde da superfície em direção ao centro das amostras, à medida que a camada de boreto é formada, devido à baixa solubilidade deste elemento na mesma. Segundo Genel (61) o silício forma uma subcamada mole, por ser um elemento estabilizador de ferrita, no aço AISI H13 após boretação.

Figura 29 - Análise em linha por EDS da distribuição de silício na amostra do aço AISI H13 boretada a 1000°C por 4 horas.

Comparando as espessuras das camadas de boreto formadas no aço AISI H13 com as do aço AISI 1060 (Figura 30), pode-se observar que a taxa de crescimento da camada é maior para o segundo aço provavelmente devido à menor quantidade de elementos de liga presentes neste aço, já que a maioria dos elementos de liga presentes em um aço tende a formar uma barreira de difusão, reduzindo a taxa de crescimento da camada. Esta barreira também acarreta em interface camada/substrato lisa para aços com maior quantidade de elementos de liga (6, 13).

Figura 30 - Variação da espessura da camada de boreto com o tempo de tratamento para os dois aços.

Devido a dificuldade de difusão do boro provocada pela presença de elementos de liga no aço AISI H13, a concentração de boro na superfície do substrato aumenta, favorecendo a formação da fase FeB (18), como pode ser observado na Figura 31, que apresenta os difratogramas de raios X do aço AISI H13 boretado em diversas condições. Desde o tratamento a 900°C por 2 horas ocorreu formação de FeB juntamente com a fase Fe₂B, porém ocorreu diminuição nos picos característicos de Fe₂B com o aumento do tempo de tratamento e principalmente com o aumento da temperatura de tratamento, indicando aumento na formação de FeB para estas condições de tratamento. Além disso, pode ser verificada a formação de boreto de cromo para todas as condições de boretação no AISI H13.

Figura 31 - Difratogramas de raios X das amostras boretadas do aço AISI H13.

Com relação ao perfil de microdureza das amostras boretadas (Figura 32), próximo a superfície a dureza da camada alcançou valores próximos de 2200 HV para a amostra boretada a 1000°C por 4 horas, sendo que a dureza diminui com o tempo e

temperatura de tratamento, chegando a 1940 HV para a amostra boretada a 900°C por 2 horas. A maior dureza da camada formada está relacionada à maior quantidade da fase FeB, já que esta é mais dura do que a fase Fe₂B (10). A dureza diminui abruptamente à medida que se afasta da superfície das amostras, exceto para a amostra boretada a 1000°C por 4 horas, onde há uma região em que ela aumenta novamente após cair para 1041 HV. Isto ocorreu devido ao surgimento de trincas na camada quando da aplicação da carga do ensaio. Segundo Sinha (06), a fragilidade da interface FeB/Fe₂B pode ser atribuída a estados de tensões formados devido as diferenças nos coeficientes de expansão térmicas dos dois boretos de ferro, sendo o do FeB três vezes maior. Além disso, pode-se observar que para esta condição de tratamento, a dureza diminui até 445 HV (127μm), que é a região da subcamada “mole”, e então aumenta para a dureza do substrato (aproximadamente 700 HV). Apesar da subcamada “mole” ter sido formada em todas as condições de tratamento, apenas para a amostra boretada a 1000°C por 4 horas, ela foi espessa o suficiente para a medida de microdureza Vickers.

Figura 32 - Perfis de microdureza das amostras boretadas do aço AISI H13.

4.3 Resistência ao desgaste dos aços boretados.

A Figura 33 apresenta as curvas de desgaste dos materiais boretados, comparados com os substratos. Pode-se observar que para ambos os aços, após o tratamento de boretção houve diminuição significativa no volume de desgaste em comparação com os substratos (Figuras 33A e 33C). O volume desgastado foi em média 96% menor para o caso das camadas produzidas nos aços AISI H13 e 1060 após boretção.

Figura 33 - Volume desgastado em função da distância percorrida para: A) e B) amostras boretadas e não boretadas do aço AISI H13 C) e D) amostras boretadas e não boretadas do aço AISI 1060.

Apesar dos volumes desgastados dos materiais serem bastante próximos e pequenos para os materiais boretados, pode-se observar (Figuras 33B e 33D) que em geral a ordem de maior resistência ao desgaste está relacionada com a dureza da camada, ou seja, quanto maior a dureza da camada menor o desgaste do material. Mesmo quando

comparados os comportamento de desgaste das camadas de boretos formadas nos dois aços estudados esta ordem se mantém, e como as camadas formadas no aço AISI H13 apresentaram maior dureza, o volume de desgaste para estas amostras foi menor.

Na Tabela 03 são apresentados as espessuras das camadas formadas e os resultados de profundidade da calota de desgaste (h) após 957 metros de ensaio. No caso do aço AISI H13 boretado a 900°C por 2 horas, após a distância de 478 metros de ensaio o desgaste ultrapassou a camada de boreto atingindo a subcamada “mole” e o substrato, resultando no aumento do volume perdido.

Tabela 03 – Alturas das calotas (h) formadas após 957 metros de ensaio e espessuras das camadas (e) de boreto.

	H13 900/2h	H13 900/4h	H13 1000/2h	H13 1000/4h	1060 900/2h	1060 900/4h	1060 1000/2h	1060 1000/4h
h (µm)	34,3	20,0	16,2	16,8	62,5	54,4	33,2	29,0
e (µm)	19,7	36,8	39,5	95,3	94,4	149,3	203,0	329,6

Com relação aos mecanismos de desgaste, a Figura 34 apresenta micrografias ópticas de calotas formadas em amostras boretadas, após 957 metros de ensaio de desgaste. Em todos os casos pode-se observar a presença de riscos paralelos no interior das calotas, morfologia característica de desgaste abrasivo a dois corpos. Além disso, pode-se observar também a presença de partes escuras nos interiores das calotas, referentes a regiões onde ocorreu arrancamento da camada (desgaste adesivo), provavelmente devido à alta carga utilizada no ensaio (6,65 N) em conjunto com a fragilidade das camadas de boreto (elevada dureza). Por meio da formação de partículas duras provenientes da camada de boreto, o desgaste em materiais boretados muda do tipo adesivo para o tipo abrasivo (21).

A presença de regiões com camadas de boretos arrancadas após ensaio de desgaste foi mais evidente em amostras do aço AISI H13 (Figuras 34A e 34B), provavelmente devido à maior quantidade da fase FeB neste aço, acarretando em maior formação de trincas na interface FeB/Fe₂B, facilitando o destacamento de partículas (6).

Figura 34 - Calotas de desgaste após 957 metros de ensaio. A) H13 boretado 900/2h; B) H13 boretado 1000/4h; C) 1060 boretado 900/2h e D) 1060 boretado 1000/4h.

4.4 Resistência à corrosão dos aços boretados.

As curvas de polarização potenciodinâmicas das amostras boretadas e não boretadas estão apresentadas na Figura 35. Como pode ser observado, as condições do tratamento de boretção (temperatura e tempo) não afetaram significativamente o comportamento das curvas. Mesmo as camadas formadas nos dois aços, quando comparadas entre si, não apresentaram diferenças significativas nos parâmetros de corrosão, indicando que os dois compostos de boro (FeB e Fe_2B), que são os principais

constituintes das camadas de boreto, apresentam comportamentos semelhantes quanto à corrosão em HCl 0,1M.

Figura 35 - Curvas de polarização potenciodinâmicas das amostras dos aços: A) AISI 1060 boretado com diferentes condições e substrato; B) AISI H13 boretado com diferentes condições e substrato temperado e revenido.

Para todas as amostras boretadas ocorreu um pequeno aumento no potencial de corrosão, em comparação com os dos substratos (aumento médio de 0,19V para o aço AISI H13 e 0,12V para o aço AISI 1060). Como o potencial eletroquímico é equivalente a força motriz da reação, o aumento no potencial de corrosão significa que as camadas de boreto se tornaram mais nobres do que os substratos neste meio (50).

Os parâmetros de corrosão das amostras estão apresentados na Tabela 04. Como as curvas de corrosão das amostras boretadas foram semelhantes, na tabela está apresentada a média dos valores de potencial, corrente e velocidade de corrosão para as amostras boretadas nas diferentes condições.

As velocidades de corrosão (V_{corr}) foram calculadas a partir da equação de Faraday's (Norma ASTM G 102):

$$V_{corr} = K_1 \frac{i_{corr}}{\rho} EW \quad (\text{Equação 04})$$

Onde,

V_{corr} = Velocidade de corrosão, mm/ano.

K_1 = Constante da lei de Faraday's = $3,27 \times 10^{-3}$, mm.g/ μ A.cm.ano

ρ = densidade, g/cm³

$$i_{\text{corr}} = \mu\text{A/cm}^2$$

EW= Peso equivalente

O peso equivalente utilizado para os substratos foi 27,56 (62). Além disso, para os aços boretados foram calculados os pesos equivalentes dos dois principais constituintes da camada (FeB e Fe₂B) e então utilizada a média dos mesmos. A equação utilizada para os cálculos dos pesos equivalentes foi (63):

$$EW = \frac{1}{\sum \frac{n_i f_i}{A_i}} \quad (\text{Equação 05})$$

Onde:

n_i = Valência do elemento “i”, equivalente/mol.

f_i = Fração mássica do elemento “i”.

A_i = Massa atômica do elemento, g/mol.

A densidade da camada de boreto utilizada nos cálculos foi 7,43 g/cm³, de acordo com Suwattananont et al. (64).

Tabela 04 – Parâmetros de corrosão das amostras boretadas (médias) e substratos.

	$i_{\text{corr}}(\text{A/cm}^2)$	$E_{\text{corr}}(\text{V})$	$V_{\text{corr}}(\text{mm/ano})$
H13 Boretado (média)	$1,73 \times 10^{-4}$	-0,39	0,94
H13 substrato	$1,23 \times 10^{-4}$	-0,58	1,41
1060 Boretado (média)	$1,70 \times 10^{-4}$	-0,50	0,93
1060 substrato	$1,28 \times 10^{-4}$	-0,62	1,46

Como pode ser observado na tabela acima, as velocidades de corrosão para as camadas boretadas dos diferentes aços foram próximas e, além disso, foram menores do que as dos respectivos substratos. A redução percentual na velocidade de corrosão após o tratamento de boretação foi de 33% para o aço AISI H13 e 36% para o aço AISI 1060.

Suwattananont et al. (64) estudaram eletroquimicamente o comportamento quanto a corrosão em H₂SO₄ 1N de amostras boretadas dos aços AISI 1018, AISI 4340 e AISI 304. Em seu estudo obtiveram redução na velocidade de corrosão para todos os aços, após tratamento de boretação.

4.5 Resistência à oxidação dos aços boretados.

Com relação à resistência à oxidação das camadas de boreto a Figura 36A compara o ganho de massa das amostras do aço AISI 1060 boretadas com o do substrato e a Figura 36B apresenta as regressões lineares dos quadrados dos ganhos de massa versus o tempo de oxidação. Os coeficientes angulares destas curvas são os coeficientes de oxidação parabólica K_p (56).

Figura 36 - A) Curvas de ganho de massa das amostras boretadas e não boretadas do aço AISI 1060. B) Ganho de massa ao quadrado Versus tempo de oxidação das amostras do aço AISI 1060.

Como pode ser observado, nas primeiras 60 horas de ensaio as amostras boretadas a 1000°C tiveram os maiores ganhos de massa. A partir deste tempo de ensaio, para todas as amostras boretadas iniciou-se a estabilização do ganho de massa, enquanto que o ganho de massa continuou para a amostra não boretada mesmo até o fim do ensaio, ultrapassando todas as boretadas. A redução percentual de ganho de massa ao final do ensaio chegou ao máximo de 53% para a amostra boretada a 900°C por 2 horas, e ao mínimo de 13% para a amostra boretada a 1000°C por 2 horas.

Apesar da diferença significativa nos ganhos de massa das amostras boretadas, os coeficientes de oxidação calculados, para estas amostras, não apresentaram grande diferença, o que pode indicar que o mecanismo de oxidação para as amostras boretadas não se difere muito. Porém, para o substrato, o mecanismo de oxidação do substrato (K_p maior) difere do mecanismo observado para as amostras boretadas. Segundo Suwattananont e Petrova (65), para o intervalo de temperatura de 500-600°C as cinéticas

de oxidação de amostras boretadas são dominadas pela formação de óxidos de ferro e boro e B_2O_3 .

Com relação ao aço AISI H13 (Figuras 37A e 37B), durante todo o ensaio o ganho de massa da amostra não boretada foi maior do que das amostras boretadas, chegando a uma diferença de ganho de massa, ao final do ensaio, de até 83%, para a amostra boretada a 900°C por 2 horas e 43% para a amostra boretada a 1000°C por 4 horas.

Também neste caso os coeficientes de oxidação das amostras boretadas foram próximos entre si, indicando cinética de oxidação semelhante, e diferente do substrato.

Figura 37 - A) Curvas de ganho de massa das amostras boretadas e não boretadas do aço AISI H13. B) Ganho de massa ao quadrado Versus tempo de oxidação das amostras do aço AISI H13.

Como pode ser observado para os dois aços as amostras boretadas a 900°C por 2 horas foram as que apresentaram maior resistência à oxidação. Este comportamento provavelmente não está relacionado com a composição das camadas formadas, já que apesar de terem sido boretadas com mesmas condições, elas apresentaram composições bastante diferenciadas (Figuras 27 e 31).

O fator que pode ter sido significativo no comportamento quanto à oxidação das amostras boretadas foi a formação de trincas na camada devido ao ciclo aquecimento/resfriamento durante o ensaio. A Figura 38 mostra micrografias eletrônicas da superfície oxidada do aço AISI H13 boretado a 900°C por 4 horas, e nela podem ser observadas trincas formadas na camada, que podem prejudicar o desempenho na proteção contra a oxidação.

Figura 38 - A) Micrografia eletrônica da superfície após ensaio de oxidação da amostra do aço AISI H13 boretado a 900°C por 2 horas. B) Maior aumento da mesma região.

Na figura também se pode observar a presença da fase vítrea B_2O_3 na superfície da amostra. Os difratogramas de raios X das amostras oxidadas (Figuras 39 e 40) apresentam como principais constituintes das superfícies, após ensaio de oxidação, as fases Fe_2O_3 e Fe_3O_4 para os substratos e em adição a estas, as fases B_2O_3 e $FeBO_3$ para as amostras boretadas. Estes resultados estão em concordância com o estudo de Suwattananont e Petrova (65), onde foram determinadas as mesmas fases após ensaios de oxidação a temperatura de 500°C, e segundo eles, a fase vítrea B_2O_3 funciona como uma camada protetora que controla a velocidade de difusão de oxigênio.

Figura 39 - Difratomogramas de raios-X das amostras boretadas e substrato do aço AISI 1060 após ensaio de oxidação.

Figura 40 - Difratomogramas de raios-X das amostras boretadas e substrato do aço AISI H13 após ensaio de oxidação.

CAPÍTULO 5 CONCLUSÕES

Neste trabalho foi estudado a influência do tratamento de boretação na resistência ao desgaste, corrosão e oxidação dos aços AISI H13 e 1060. As análises dos resultados dos ensaios realizados permitem concluir que:

- As espessuras das camadas de boreto formadas foram influenciadas pelo tempo e temperatura de boretação, sendo que com o aumento destes parâmetros de tratamento foram formadas camadas mais espessas.
- A boretação do aço AISI H13 produziu camadas menos espessas quando comparadas as formadas no aço AISI 1060, devido à maior dificuldade de difusão do boro no aço AISI H13, causada pela maior quantidade de elementos de liga no mesmo. As morfologias das interfaces camada/substrato também foram afetadas pela quantidade de elementos de liga nos aços. No caso do aço AISI H13, a difusão dificultada de boro resultou em interfaces camada/substrato planas, enquanto que para o aço AISI 1060 as interfaces camada/substrato apresentaram morfologia dentada.
- As análises de raios X das amostras boretadas mostraram que para todas as condições de tratamento foram formadas as fases FeB, Fe₂B e CrB no aço AISI H13. Por outro lado, no caso das amostras boretadas do aço AISI 1060, para a temperatura de boretação de 900°C apenas a fase Fe₂B foi formada. A formação de fase FeB no aço AISI 1060 ocorreu apenas nas amostras boretadas a 1000°C. A maior quantidade de elementos de ligas do aço AISI H13 favoreceu a formação da fase FeB durante a boretação, devido a menor taxa de difusão do boro.
- As dureza das camadas de boreto formadas nos aços apresentaram valores muito superiores aos dos substratos. As durezas das camadas formadas nas amostras boretadas do aço AISI H13 foram maiores do que das camadas formadas no aço AISI 1060, devido a maior quantidade da fase FeB nestas camadas (fase mais dura).

- O tratamento de boretação aumentou significativamente a resistência ao desgastes dos aços AISI H13 e 1060, sendo que o volume desgastado das amostras boretadas foi em média 96% menor do que os volumes dos substratos. Os melhores desempenhos quanto ao desgaste, nos dois aços, foram obtidos com temperatura de boretação de 1000°C.
- O desgaste das amostras boretadas se tornou abrasivo devido à formação de micropartículas duras, provenientes de fragmentos arrancados das camadas.
- Com relação à corrosão em HCl 0.1M, o tratamento de boretação formou superfícies mais nobres nos aços. As velocidades de corrosão diminuíram após a boretação para os dois aços, sendo que, os parâmetros do tratamento de boretação (tempo e temperatura) não influenciaram significativamente o comportamento das amostras.
- Os ganhos de massa de todas as amostras boretadas, quando submetidas à temperatura de 550°C ao ar, diminuíram em relação às amostras não boretadas, sendo que essa redução foi mais acentuada nas amostras boretadas a 900°C por 2h. A fase B_2O_3 formada nas amostras boretadas durante o ensaio de oxidação foi a principal responsável pelo aumento na resistência à oxidação dos aços.
- O tratamento de boretação pode melhorar o desempenho de materiais de engenharia, porém as condições do tratamento devem ser escolhidas de acordo com a situação a que o material boretado será submetido.

CAPÍTULO 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Os resultados apresentados neste trabalho abrem espaço para novas pesquisas interessantes:

- Comparar o desempenho de ligas boretadas por diferentes métodos.
- Avaliar a influência dos parâmetros do ensaio de desgaste, como carga utilizada, na resistência ao desgastes de ligas boretadas.
- Avaliar a resistência à corrosão em diferentes meios, de ligas boretadas.
- Determinar faixa de temperatura em que camadas de boretos podem ser utilizadas, sem prejuízo na resistência à oxidação.

REFERÊNCIAS

- 01 ALLAOUI, O.; BOUAOUADJA, N.; SAINDERNAN, G. Characterization of boronized layers on a XC38 steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, p. 3475–3482, 2006. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.07.238
- 02 ARAI, T.; HARPER, S. Thermoreactive deposition/diffusion process. In: **ASM Handbook**. Materials Park, Ohio: ASM International, 1991. v. 4, p. 448-453.
- 03 JAIN, V.; SUNDARARAJAN, G. Influence of pack thickness of the boronizing mixture on the boriding of steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 149, n. 1, p. 21-26, 2002.
- 05 MARTINI, C.; PALOMBARINI, G.; POLI, G.; PRANDSTRALLER, D. Sliding and abrasive wear behaviour of boride coatings. **Wear**, v. 256, p. 608-613, 2004. doi:10.1016/j.wear.2003.10.003
- 06 SINHA, A. K. Boriding (Boronizing). In: **ASM Handbook**. Materials Park, Ohio: ASM International, 1991. v. 4, p. 437-447.
- 07 MERİÇ, C.; SAHİN, S.; YILMAZ, S. S. Investigation of the effect on boride layer of powder particle size used in boronizing with solid boron-yielding substances. **Materials Research Bulletin**, v. 35, n. 13, p. 2165–2172, 2000.
- 08 SEN, S.; SEN, U.; BINDAL, C. The growth kinetics of borides formed on boronized AISI 4140 steel. **Vacuum**, v. 77, n. 2, p. 195-202, 2005.
- 09 KEDDAM, M. A kinetic model for the borided layers by the paste-boriding process. **Applied Surface Science**, v. 236, p. 451-455, 2004. doi:10.1016/j.apsusc.2004.05.141
- 10 MARTINI, C.; PALOMBARINI, G.; CARBUCICCHIO, M. Mechanism of thermochemical growth of iron borides on iron, **Journal of Materials Science**, v. 39, n. 3, p. 933– 937, 2004.
- 11 SHIROKOV, V. V.; KITSACK, M. I.; RUDKOVSKYI, E. T.; ARENDAR, L. A. Formation and properties of diffusion coatings applied to steels by boronizing in melts. **Materials Science**, v. 35, n. 2, p. 245-251, 1999.

12 LEI, T. C.; JIANG, B. L.; Liu, W. Effect of cold deformation on boronizing processes and wear behavior of low carbon steel 1020. **Materials Chemistry and Physics**, v. 26, n. 5, p. 445-454, 1990.

13 MATIAŠOVSKÝ, K.; CHRENKOVÁ-PAUČÍROVÁ, M.; FELLNER, P.; MAKTA, M. Electrochemical and thermochemical boriding in molten salts. **Surface Coatings Technology**, v. 35, n. 1-2, p. 133-149, 1988.

14 PALOMBARINI, G.; CARBUCICCHIO, M. Influence of carbon on the chromium redistribution when boriding iron alloys. **Journal Material Science Letter**, v. 12, n. 11, p. 797-798, 1993.

15 CHICCO, B.; BORBIDGE, W. E.; SUMMERVILLE, E. Engineering the subsurface of borided AISI H13 steel. **Surface Engineering**, v. 14, n. 1, p. 25-30, 1998.

16 BADINI, C.; GIANOGLIO, C.; PRADELLI, G. The effect of carbon, chromium and nickel on the hardness of borided layers. **Surface and Coatings Technology**, v. 30, n. 2, p. 157-170, 1987.

17 SEN, S.; SEN, U.; BINDAL, C. Tribological properties of oxidised boride coatings grown on AISI 4140 steel. **Materials Letters**, v. 60, p. 3481-3486, 2006. doi:10.1016/j.matlet.2006.03.036

18 ÖZBEK, I.; BINDAL, C. Mechanical properties of boronized AISI W4 steel. **Surface Coatings Technology**, v. 154, n. 1, p. 14-20, 2002.

19 ÖZBEK, I.; KONDUK, B. A.; BINDAL, C.; UCISIK, A. H. Characterization of borided AISI 316L stainless steel implant. **Vacuum**, v. 65, n. 3-4, p. 521-525, 2002.

20 SEN, S.; SEN, U.; BINDAL, C. An approach to kinetic study of borided steels. **Surface Coatings Technology**, v. 191, n. 2-3, p. 274-285, 2005.

21 SELÇUK, A. B.; IPEKB, R.; KARAMIS, M. B. A study on friction and wear behaviour of carburized, carbonitrided and borided AISI 1020 and 5115 steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 141, n. 2, p. 189-196, 2003.

22 ATAR, E.; KAYALI, E. S.; CIMENOGLU, H. Characteristics and wear performance of borided Ti6Al4V alloy. **Surface and Coatings Technology**, (no prelo), doi:10.1016/j.surfcoat.2008.03.011. 2008.

23 LEE, C.; SANDERS, A.; TIKEKAR, N.; CHANDRAN, K. S. R. Tribology of titanium boride-coated titanium balls against alumina ceramic: Wear, friction, and micromechanisms. **Wear**, v. 265, p. 375–386, 2008. doi:10.1016/j.wear.2007.11.011

24 LI, C.; SHEN, B.; LI, G.; YANG, C. Effect of boronizing temperature and time on microstructure and abrasion wear resistance of Cr12Mn2V2 high chromium cast iron. **Surface and Coatings Technology**, v. 202, p. 5882–5886, 2008. doi:10.1016/j.surfcoat.2008.06.170

25 TAKTAK, S. Tribological behaviour of borided bearing steels at elevated temperatures. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, p. 2230–2239, 2006. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.03.032

26 TIAN, Y. S.; ZHANG, Q. Y.; WANG, D. Y. Study on the microstructures and properties of the boride layers laser fabricated on Ti–6Al–4V alloy. **journal of materials processing technology**, v. 209, p. 2887–2891, 2009. doi:10.1016/j.jmatprotec.2008.06.043

27 SEN, S.; OZBEK, I.; SEN, U.; BINDAL, C. Mechanical behavior of borides formed on borided cold work tool steel. **Surface Coatings Technology**, v. 135, n. 2-3, p. 173-177, 2001.

28 UEDA, N.; MIZUKOSHI, U. T.; DEMIZU, K.; SONE, T.; IKENAGA, A.; KAWAMOTO, M. Boriding of nickel by the powder-pack method. **Surface and Coatings Technology**, v. 126, n. 1, p. 25-30, 2000.

29 FICHTL, W. Boronizing and its Practical Applications. **Materials Engineering**, v. 2, n. 6, p. 276-286, 1981.

30 KARIOFILLIS, G. K.; KIOURTSIDIS, G. E.; TSIPAS, D. N. Corrosion behavior of borided AISI H13 hot work steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, p. 19–24, 2006. doi:10.1016/j.surfcoat.2005.10.025

31 TSIPAS, D. N.; TRIANTAFYLLIDIS, G. K.; KIPKEMOI, J.; FLITRIS, Y. Thermochemical Treatments for Protection of Steels in Chemically Aggressive Atmospheres at High Temperatures. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 14, n. 5, p. 697-712, 1999. DOI: 10.1080/10426919908914863

32 TSIPAS, D. N.; TRIANTAFYLLIDIS, G. K.; KIPKEMOI, K. J.; PSILLAKI, P. Degradation behaviour of boronized carbon and high alloy steels in molten aluminium and zinc. **Materials Letters**, v. 37, n. 3, p. 128–131, 1998.

33 TSIPAS, D. N.; NOGUERA, H.; RUS, J. Corrosion behavior of boronized low carbon steel. **Materials Chemistry and Physics**, v. 18, n. 3, p. 295 -303, 1987.

34 PETROVA, R. S.; SUWATTANANONT, N.; SAMARDZIC, V. The Effect of Boronizing on Metallic Alloys for Automotive Applications. **Journal of Materials Engineering and Performance**. v. 17, n. 3, p. 340, 2008.

35 BMFT-REPORT. **Damit Rost and Verschleiß nicht Milliarden fressen**. Bonn: BMFT, 1984.

36 ASME-REPORT. **Strategy for energy conservation through tribology**. New York: ASME Publication Dep., 1977.

37 JOST, H. P. **Lubrication (Tribology)** – a report of the present position and industry's needs. London: Dep. Of Education and Science, H. M. Stationary Office, 1966.

38 BMFT-REPORT. **Tribologie**, reibung-verschleiß-schmierung. Bonn: BMFT Forschungsbericht T76-38, 1984.

39 KALPAKJIAN, S. **Manufacturing engineering and technology – tribology: friction, wear and lubrication**. Illinois: Addison-Wesley publishing company, Illinois Institute of Technology, 1995, p. 969-989.

40 KELLER, D.V.: Adhesion between solid metals. **Wear**, v. 6, n. 5, p. 353-365, 1963.

41 FRISCH, B.: Adhesive wear, in metallurgical aspects of wear. In: Hornbogen, E.; Zum-Gahr, K. H., (Eds.). **Microstructure and wear of materials**. Oberursel: DGM Verlag, 1981. p. 51-72.

42 ZUM-GAHR, K-H.: **Microstructure and Wear of Materials**. Amsterdam: Elsevier, 1987. (Tribology Series, 10).

43 TREZONA, R. I.; ALLSOPP, D. N.; HUTCHINGS, I. M. Transitions between two-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test. **Wear**, v. 225-229, pt. 1, p. 205-214, 1999.

44 STACHOWIAK, G. W.; BATCHERLOR, A. W. **Engineering Tribology**. Amsterdam: Elsevier Science Publishers B.V., 1993.

45 HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A. **Tribology of Engineered Surfaces: wear – materials, mechanisms and practice**. New York: Wiley, 2005. p. 123-155.

46 HEDENQVIST, P.; OLSSON, M.; JACOBSON, S.; SÖDERBERG, S. Failure Mode Analysis of TiN-Coated High Speed Steel: In Situ Scratch Testing in the Scanning Electron Microscope. **Surface and Coatings Technology**, v. 41, n. 1, p. 31–49, 1990.

47 RABINOWICZ, E. Variation of Friction and Wear of Solid Lubricant Films with Film Thickness. **ASLE Transactions**, v. 10, n. 1, p. 1–9, 1967.

48 ROTH, T.; KLOOS, K. H.; BROSZEIT, E. Structure, Internal Stresses, Adhesion and Wear Resistance of Sputtered Alumina Coatings. **Thin Solid Films**, v. 153, n. 1-3, p. 123–133, 1987.

49 GENTIL, V. **Corrosão**. 4a ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 2003.

50 DAVIS, J. R. **Corrosion: understanding the basics**. Materials Park, Ohio, ASM International, 2000.

51 PADILHA, H. **Estudo sobre revestimentos depositados por aspersão térmica para melhorar o desempenho de conexões elétricas**. 2005. 112 f. Dissertação (Mestrado) - UFPR, Curitiba, 2005.

52 HUNTZ, A. M. **Defaults Ponctuels** – diffusion corrosion haute temperature. Orsay: Université Paris, 2006-2007. p. 49.

53 PARDINI, A. C. P. **Estudo da oxidação em alta temperatura dos aços inoxidáveis ferríticos AISI 430A e AISI 430E em ar**. 2008. 142 f. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2008.

54 HUNTZ, A. M.; RECKMANN, A.; HAUT, C.; SEVERAC, C.; HERBST, M.; RESENDE, F. C. T.; SABIONI, A. C. S. Oxidation of AISI 304 and AISI 439 stainless steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 447, n. 1-2, p. 266-276, 2007.

55 SMELTZER, W. W. **Transport properties and defects structures of oxide scales**. Ohio: Metals Park, 1971. p. 115-136.

56 HUNTZ, A. M. **Diffusion dans les couches d'oxydes**,. Ouro-Preto: [s.n.], 1994. p. 315-338.(Ecole d'hiver franco/latino americana de "diffusion dans lês matériaux").

57 OLIVEIRA, C. K. N.; CASTELETTI, L. C. Boretação do aço AISI H13 por deposição termo-reativa em banho de sal. In: CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS-INTERNACIONAL, 59., 2004, São Paulo. **Anais...** São Paulo: ABM, 2004. p. 3920-3927.

58 CAMPOS, I.; RAMÍREZ, G.; AZQUEZ, C. V.; FIGUEROA, U.; RODRÍGUEZ, G. Study of microcracks morphology produced by Vickers indentation on AISI 1045 borided steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 475, p. 285–292, 2008. doi:10.1016/j.msea.2007.04.052

59 ADACHI, K.; HUTCHINGS, I. M. Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test. **Wear**, v. 255, n. 1-6, p. 23-29, 2003.

60 FERREIRA, G. E. F. **Avaliação da resistência à fadiga térmica do aço AISI H13 nitretado pelos processos gasoso e por plasma**. 2001. 97 f. Dissertação (Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.

61 GENEL K. Boriding kinetics of H13 steel. **Vacuum**, v. 80, p. 451–457, 2006. doi:10.1016/j.vacuum.2005.07.013

62 SILVERMAN, D. C. Pratical corrosion prediction using electrochemical techniques. In: **Uhlig's corrosion handbook**. 2a ed. New York: Wiley, 2000. p. 1179-1225.

63 MEHTA, Y.; TRIVEDI, S.; CHANDRA, K.; MISHRA, P. S. Effect of Chromium on the Corrosion Behavior of Powder-Processed Fe-0.35 wt % P Alloys. **Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering**, v. 8, n.7, p. 501-511, 2009.

64 SUWATTANANONT, N.; PETROVA, R. S.; ZUNINO, J. L.; SCHMIDT, D. P. Surface treatment with boron for corrosion protection. In: TRI-SERVICE CORROSION CONFERENCE, 2005, Orlando. **Anais...**Orlando: NACE, 2005.

65 SUWATTANANONT, N.; PETROVA, R. S. Oxidation Kinetics of Boronized Low Carbon Steel AISI 1018. **Oxidation of Metals**, v. 70, n. 5-6, p. 307–315, 2008.

ANEXO

Artigos e trabalhos publicados referentes à dissertação

Vacuum 84 (2010) 792–796

Contents lists available at ScienceDirect

Vacuum

journal homepage: www.elsevier.com/locate/vacuum

Production and characterization of boride layers on AISI D2 tool steel

CK.N. Oliveira^a, L.C. Casteletti^b, A. Lombardi Neto^c, G.E. Totten^d, S.C. Heck^{b,*}^aDepartment of Production Engineering, Regional University of Cariri, CE, Brazil^bDepartment of Materials, Aeronautical, and Automobile Engineering, School of Engineering at São Carlos, University of São Paulo, São Carlos, SP, Brazil^cAEROMACCOIL, Rênea, SP, Brazil^dDepartment of Mechanical and Materials Engineering, Portland State University, Portland, OR, USA

ARTICLE INFO

Article history:
Received 1 June 2009
Received in revised form
15 October 2009
Accepted 21 October 2009

Keywords:
Boronizing
Thermo reactive treatment
AISI D2

ABSTRACT

AISI D2 is the most commonly used cold-work tool steel of its grade. It offers high hardenability, low distortion after quenching, high resistance to softening and good wear resistance. The use of appropriate hard coatings on this steel can further improve its wear resistance. Boronizing is a surface treatment of Boron diffusion into the substrate. In this work boride layers were formed on AISI D2 steel using borax baths containing iron-titanium and aluminium, at 800 °C and 1000 °C during 4 h. The borided treated steel was characterized by optical microscopy, Vickers microhardness, X-ray diffraction (XRD) and glow discharge optical spectroscopy (GDOS) to verify the effect of the bath compositions and treatment temperatures in the layer formation. Depending on the bath composition, Fe₂B or FeB was the predominant phase in the boride layers. The layers exhibited "saw-tooth" morphology at the substrate interface; layer thicknesses varied from 60 to 120 µm, and hardness in the range of 1596–1744 HV were obtained.

© 2009 Elsevier Ltd. All rights reserved.

PACK AND SALT BATH DIFFUSION TREATMENTS ON STEELS

Traditional, mature pack and immersion diffusion treatments provide the ability to produce high-performance wear and corrosion-resistant coatings using relatively simple, low-cost processes.

**L.C. Casteletti,
R.A.P. Fernandes,
and S.C. Heck**
São Carlos School of Engineering,
EESCUSP, São Carlos, SP, Brazil

C.K.N. de Oliveira
Universidade Regional do Cariri, Crato,
CE, Brazil

A. Lombardi-Neto
AEROLCOOL, Franco, SP, Brazil
and

G.E. Totten*, FASM
Portland State University, Portland, Oreg.

Diffusion coatings obtained using a pack diffusion process or by immersion in molten salt baths are relatively simple and low cost processes that produce high performance wear and/or corrosion resistant layers. The coatings are formed by diffusion of metal components into substrate at elevated temperatures. Coating processes using molten salt baths are used to produce carbides or boride coatings, depending on bath composition. The diffusion elements modify the surface chemical composition and produce new phases and microstructures. Although they are relatively old techniques, they remain underused given their potential benefits¹.

TRD Treatment

Thermo-reactive deposition and diffusion (TRD) treatments are a process by which a carbide-forming element is deposited onto the surface of a substrate containing carbon to produce carbide layers of that element^{2,3}. The characteristics of these layers are high hardness and wear resistance, low coefficient of friction, good oxidation and corrosion resistance and a metallurgical bond with the metal substrate, making the process very effective for obtaining a product with excellent tribological properties^{4,5}.

The layers produced by TRD treatment are used for the same industrial applications as TiC, TiN, and TiCN coatings obtained using CVD (chemical vapor deposition) and PVD (physical vapor deposition) methods, with the advantage of being simpler, less costly processes. TRD coatings can be produced in heat treatment furnaces, using crucibles or metal boxes, and in air, without requiring special atmospheres^{4,6}.

The most frequent applications for carbide coatings are in matrix for metal stamping, for hot and cold forging operations, in wire and tube drawing, for aluminum pressure casting, in cutting tools for metals and nonmetals, and

for precision parts for the textile industry⁶.

The VC and NbC coatings provide the best wear performance of the TRD coatings tested in this work. Wang showed that a VC layer exhibited wear resistance between 9 and 30 times greater than that of a hardened steel⁷. Another great advantage of this coating is that TRD processed tools can be reprocessed to reconstruct the layer at a later time. Anai and Harper reported that some tools were re-treated up to eight times⁸.

TRD treatments performed in borax baths with the addition of carbide-forming elements (CFEs) are referred to as the TD (Toyota Diffusion) process. In this process, a carbon-containing substrate is immersed into a borax bath containing V, Nb, or Cr to obtain layers of VC, NbC, CoC₂ and Cr₂C₃. Steels subjected to such treatment must possess a carbon content exceeding 0.3% (by weight). The layers formed by the chemical reaction of the carbon in the substrate with the CFE dissolved in the bath⁹.

If any of the dissolved elements have relatively low carbide and oxide free energies of formation, the B₂O₃ reduction reaction can occur with subsequent release of the boron atoms, thus enabling the formation of borides and carbides⁴. CFEs are introduced into the bath as ferriallyl oxides, together with the required addition of a reducing agent such as aluminum or B₂O₃.

Boriding

Boriding is a surface treatment that produces layers consisting of borides of the elements in the substrate. During treatment, the boron atoms diffuse into the substrate and react with the metal base, forming the boride layer. This process can be used in a variety of materials (both ferrous and nonferrous), and are used to produce surface layers with high hardness, high wear resistance and low coefficient of friction. The combination of high hardness with

*Member of ASM International and member, ASM Heat Treating Society

EBRATS 2009

BORETAÇÃO COM PÓ DOS AÇOS AISI 316 E AISI 409: AVALIAÇÃO DO DESGASTE E DA CORROSÃO

POWDER BORONIZING OF THE AISI 316 AND AISI 409 STEELS: EVALUATION OF THE WEAR AND CORROSION

*Stênio Cristalo Heck (EESC - USP)**
Carlos Alberto Picon (DFQ - FEIS - UNESP)
Frederico Augusto Pires Fernandes (EESC - USP)
Luiz Carlos Casteletti (EESC - USP)

Resumo: Desgaste e corrosão são os principais causadores de problemas que levam à substituição de peças e componentes de engenharia. Assim, é de grande importância o desenvolvimento de técnicas e processos que os minimizem. Neste trabalho foram boretados com pó um aço inoxidável ferrítico AISI 409, e um aço austenítico AISI 316, para verificação da influência desse tratamento nas resistências ao desgaste e a corrosão desses aços. A boretção produziu camadas que aumentaram significativamente as resistências ao desgaste de ambos os aços. A resistência à corrosão em água do mar foi prejudicada pelo tratamento de boretção nos dois aços.

Palavras-chave: Boretção; aços inoxidáveis; Desgaste; Corrosão.

AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO DE DESGASTE DE LIGAS DE COBRE BORETADAS POR BANHO DE SAL

EVALUATION OF THE WEAR RESISTANCE OF COPPER ALLOYS BORONIZED IN A SALT BATH

*Stênio Cristalo Heck (EESC - USP)**
Frederico Augusto Pires Fernandes (EESC - USP)
Gustavo Satoru Takeya (EESC - USP)
Luiz Carlos Casteletti (EESC - USP)

Resumo: As ligas de cobre conhecidas como bronze alumínio, contém até 14% de alumínio. A concentração de alumínio favorece a resistência contra corrosão contra ácido sulfúrico e salmoura. As propriedades mecânicas destas ligas, tais como boa ductilidade e resiliência, são similares àquelas obtidas com aços baixa-liga. Já as ligas de cobre chamadas de cupro-níquel podem conter até 45% de níquel. Estas ligas são resistentes à corrosão e apresentam propriedades de resistência a altas temperaturas as quais são similares àquelas obtidas com aços inoxidáveis. Neste trabalho foram boretadas por banho de sal um bronze de alumínio (Cu-12%Al) e uma liga cupro-níquel, para a verificação da efetividade do tratamento termo reativo de boretção nestas ligas. Foram realizados ensaios de desgaste nas ligas não boretadas e boretadas a fim de comparação. Foi verificado que para as duas ligas boretadas ocorreu um grande aumento na resistência ao desgaste em comparação com as ligas não boretadas.

Palavras-chave: Ligas de cobre; Boretção; Desgaste.

BORETAÇÃO POR IMERSÃO EM BANHO DE SAL DE UMA LIGA DO SISTEMA Fe-Mn-Al E AVALIAÇÃO DE SUA RESISTÊNCIA AO DESGASTE E À CORROSÃO¹

*Luiz Carlos Casteletti²
Stênio Cristaldo Heck³
Frederico Augusto Pires Fernandes⁴
Ricardo Gomes Pereira⁵*

Resumo

As ligas do sistema Fe-Mn-Al tem sido estudadas devido as suas propriedades mecânicas, comportamento sob oxidação, propriedade de corrosão e transformação de fases. Neste trabalho uma liga do sistema Fe-Mn-Al foi fundida e boretada em banho de sal. Foram realizados ensaios de microdesgaste e de corrosão potenciodinâmica em água do mar nas amostras com e sem o tratamento de boretação, com a finalidade de comparar os desempenhos. A boretação formou uma camada de elevada dureza na amostra. A resistência ao desgaste e à corrosão aumentou significativamente com esse tratamento.

Palavras-chave: Fe-Mn-Al; Boretação; Desgaste; Corrosão.

AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO DE DESGASTE E CORROSÃO DE AÇOS INOXIDÁVEIS BORETADOS¹

*Stênio Cristaldo Heck²
Frederico Augusto Pires Fernandes³
Luiz Carlos Casteletti⁴
Carlos Alberto Picon⁵*

Resumo

Desgaste e corrosão são os principais causadores de problemas que levam à substituição de peças e componentes de engenharia. Portanto, é de grande importância o desenvolvimento de técnicas e processos que os minimizem. Neste trabalho foram boretados por imersão em banho de sal um aço inoxidável ferrítico AISI 409, e um aço austenítico AISI 316, para verificação da influência desse tratamento nas resistências ao desgaste e a corrosão desses aços. A boretação produziu camadas que aumentaram significativamente a resistência ao desgaste de ambos os aços. A boretação melhorou consideravelmente a resistência à corrosão em água do mar do aço AISI 409 e a diminuiu no caso do aço AISI 316, nas condições de ensaio utilizadas. Portanto, o tratamento mostrou-se efetivo no caso do aço AISI 409.

Palavras-chave: Boretação; Aço inoxidável; Corrosão; Desgaste.

AVALIAÇÃO DO DESGASTE DE FERROS FUNDIDOS NODULARES BORETADOS E AUSTEMPERADOS¹

*Stênio Cristaldo Heck²
Aristides Rodrigues Mattar Júnior³
Frederico Augusto Pires Fernandes⁴
Ricardo Gomes Pereira⁵
Luiz Carlos Casteletti⁶*

Resumo

O Ferro Fundido Nodular Austemperado, também conhecido como ADI (Austempered Ductile Iron), é o tipo mais recente a integrar a família dos ferros fundidos nodulares e entre todas as classes de nodulares, os austemperados são os que apresentam a melhor combinação de resistência mecânica, tenacidade, resistência à fadiga e resistência ao desgaste. Neste trabalho foram fundidos, boretados com pó e austemperados três ferros fundidos nodulares, ligado com Cu, ligado com Cu-Ni, e ligado com Cu-Ni-Mo. Foram realizados ensaios de desgaste nas amostras boretadas-austemperadas e apenas austemperadas. Dentre as amostras não boretadas, o ADI Cu foi o que apresentou o maior desgaste, e dentre as boretadas o ADI Cu-Ni-Mo foi o que obteve melhores resultados.

Palavras-chave: ADI; Boretação; Desgaste.

AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO DE DESGASTE DO TITÂNIO E DAS LIGAS Ti-6Al-4V E Ti-13Nb-13Zr APÓS BORETAÇÃO

S.C. Heck¹, E.B. da Silva¹, F.A.P. Fernandes¹, S.G. Schneider², L.C. Casteletti¹

RESUMO

As ligas de titânio são extensivamente utilizadas nas indústrias automotiva, aeroespacial, química, naval e biomédica devido às suas boas relações resistências/peso e à corrosão. A liga Ti-6Al-4V representa cerca de 50% da produção mundial das ligas de titânio, porém tanto o alumínio quanto o vanádio dessa liga podem ser tóxicos ao organismo humano em algumas utilizações biomédicas. A liga Ti-13Nb-13Zr é uma substituta promissora para este uso da liga Ti-6Al-4V, porém, ambas as ligas apresentam baixas propriedades tribológicas. A boretação por tratamento termo-reativo é um modo eficiente de aumentar significativamente as propriedades tribológicas das ligas de titânio. Para fins de comparação de desempenho, neste trabalho o titânio e as ligas Ti-6Al-4V e Ti-13Nb-13Zr foram boretadas por tratamento termo-reativo, obtendo-se camadas de boreto de titânio de elevadas durezas e resistentes ao desgaste. A camada produzida na liga Ti-13Nb-13Zr apresentou o melhor desempenho quanto às aquelas propriedades.

Palavras-chave: ligas de titânio; tratamento termo-reativo; boretação; desgaste. Ti-13Nb-13Zr