

THIAGO GATTI

**Abrasão-Corrosão do Metal Duro: Efeito da Dureza, Composição
Química, Força Normal e pH do Meio.**

São Paulo

2023

THIAGO GATTI

**Abrasão-Corrosão do Metal Duro: Efeito da Dureza, Composição
Química, Força Normal e pH do Meio.**

Dissertação de Mestrado apresentado à
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP),
para a obtenção do título de Mestre em Engenharia.

São Paulo

2023

THIAGO GATTI

**Abrasão-Corrosão do Metal Duro: Efeito da Dureza, Composição
Química, Força Normal e pH do Meio.**

Dissertação de Mestrado apresentado à
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP),
para a obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de concentração:
Engenharia Mecânica de
Projeto e Fabricação

Orientador:
Prof. Dr.: Amilton Sinatora

São Paulo

2023

Versão original sob responsabilidade única do autor com anuência de seu orientador.

São Paulo, 06 de fevereiro de 2023.

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

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.

GATTI, Thiago

Abrasão-Corrosão do Metal Duro: Efeito da Dureza, Composição Química, Força Normal e pH do Meio. T.GATTI – versão original --- São Paulo, 2023. 191p.

Dissertação de Mestrado – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Mecânica.

1-Desgaste abrasivo 2- Metal duro 3-WC-Co I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Mecânica II.

AGRADECIMENTOS

Ao orientador Professor Amilton Sinatora, pela oportunidade de realização deste trabalho, por todo seu auxílio, paciência e ensinamentos, que puderam propiciar o meu crescimento pessoal, técnico e profissional. E pelos mais diversos conselhos e sugestões que puderam engrandecer o resultado deste trabalho.

Ao grande amigo Gustavo Tressia por todo suporte, apoio, sugestões, discussões, comentários e companheirismo que puderam tornar a realização deste trabalho um pouco mais descomplicado.

A minha família por todo apoio e incentivo nos momentos difíceis e de necessidade, que estiveram sempre prontamente ao meu lado suportando todas as demandas e as ausências necessárias.

Aos técnicos e amigos Rodnei Santos, Cássio Junqueira, Henrique Rodrigues, Carlos Ramires, Fábio do Nascimento, Raphael Ferreira Oliveira, Rafael Melchior pelos ensinamentos, auxílio, sugestões, dicas e companheirismo na realização dos ensaios laboratoriais.

Aos amigos Luiz Alberto Franco, Roberto de Oliveira, Marcos Ara, Francisco Briones, Roberto Balarini, Juan Ignacio, André Freire, Marcos Dantas, Cassiano Bernardes, Arnaldo Oliveira Lima e todos demais amigos do Laboratório de Fenômeno de Superfície (LFS) pelo suporte, apoio, aprendizado e ajuda em todos os momentos.

A Universidade de São Paulo (Usp) pelo apoio e estrutura necessários a realização deste trabalho.

Ao Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS), representados atualmente pelo Prof. Dr. Roberto Martins de Souza e Prof^a Izabel Fernanda Machado, pela oportunidade, estrutura, apoio e insumos utilizados nesta pesquisa.

Ao ITV Instituto Tecnológico Vale, pelo suporte material e financeiro destinado a realização deste trabalho.

Gostaria também de dedicar este trabalho a meu tio Cássio Roberto da Silva, ao amigo Sidney Carneiro, ao Prof. Dr. Deniol Katsuki Tanaka e as demais pessoas vitimadas pela infeliz pandemia de COVID-19 que tão prematuramente sacrificou o brilhante futuro de tantos indivíduos.

Resumo

Nesta dissertação, foram investigados o efeito da força normal aplicada, composição química e pH do meio na resistência a abrasão-corrosão do compósito de WC-Co com porcentagens de ligante de 3 a 29% e WC-Ni com 8% de ligante. Os ensaios foram realizados em equipamento de roda de borracha a úmido de acordo com a norma ASTM G105-17, para verificação da variação de perda de massa com a variação do tamanho do abrasivo, foram ensaiadas as amostras com carga de 130N e pH6 com os abrasivos de granulometria #100 (0,16 a 0,30 mm), #50 (0,31 a 0,60 mm), #30 (0,61 a 1,20 mm) e #16 (1,21 a 2,40 mm). Determinado o tamanho do abrasivo que propiciava a maior taxa de desgaste (#50), partiu-se então para os ensaios com variação de pH (pH 2, pH 6 e pH 10) e ensaios com variação da carga, 70 N, 130 N e 200 N. Previamente aos ensaios as microestruturas foram analisadas utilizando-se microscópio eletrônico de varredura (MEV), a macrodureza e microdureza utilizando-se a escala de Vickers. Após a realização dos ensaios as superfícies de desgaste foram observadas com a utilização de microscópio eletrônico de varredura (MEV) e perfilometria ótica 3D, sendo medidas a rugosidade antes e depois do ensaio e a profundidade de desgaste nas amostras. As análises mostraram que as ligas com menor teor de ligante apresentam maior resistência à abrasão-corrosão, estas ligas apresentaram ainda fenômeno de perda de ligante (lixiviação) em pH's ácidos, fenômeno muito menos intenso que nas ligas com maiores teores de ligante. Os experimentos mostram ainda que o aumento da carga normal aplicada teve menor influência no aumento da severidade do desgaste quando comparada com a influência da variação do pH do meio. Da mesma forma, a diminuição da dureza das amostras levou ao aumento da perda de massa também com variação menor do que a obtida com a elevação do pH.

Palavras-chave: Desgaste abrasivo, abrasão-corrosão, WC-Co, WC-Ni, sinergismo, lixiviação.

Abstract

This publication investigated the effect of the normal load, the chemical composition and the solution's pH utilized in the abrasion-corrosion resistance of the WC-Co with 3 to 29 wt % of binder and WC-Ni with 8 wt% of binder. The tests has been performed by wet rubber wheel apparatus according ASTM G105-17 standard, to verify the effect of the abrasive size on the wear in hardmetal behavior. It has been tested samples with 130N of load and environment in pH 6 with abrasives in mesh scales #100 (0,16 a 0,30 mm), #50 (0,31 a 0,60 mm), #30 (0,61 a 1,20 mm) and #16 (1,21 a 2,40 mm). I was determined the values of critical abrasive size (abrasive #50) then the tests began with pH variation (pH2, pH6 and pH10) and has applied loads of 70N, 130N and 200N. Previously to the tests the microstructure has been analyzed in Scanning Electron Microscope (SEM). The hardness and the micro hardness were tested in Vickres scale. After the tests the worn surfaces was analyzed at Scanning Electron Microscope (SEM) and 3D Optical Profilometer. It was measured the roughness before and after the tests and the depth worn sample. The analysis has shown that hard metal alloys with less binder had an abrasion-corrosion resistant behavior. This hard metal compositions has shown the leaching phenomenon in acids environments. That hasn't demonstrated in high binder contents hard metals. The applied load increase has shown less influence in the wear severity, while it has been compared to pH environment influence. The decrease in pH environment it has increased the wear rate with more deeply wear mark in the samples. Increasing the pH has promoted a considerable decrease in the wear rate. The abrasion-corrosion synergism could be showed more intensity with the reduction of the pH under pH6. The results have shown that the wear severity in this kind of material is strongly correlated with the environmental pH and the binder content than the applied load.

Keywords: Abrasive wear, abrasion-corrosion, WC-Co, WC-Ni, synergism, leaching.

Listas de figuras

Figura 1 – Faixas de composição de metal duro de acordo com a dureza e conteúdo de ligante.	6
Figura 2 – Comparação do módulo de Young e força de compressão de diversos tipos de materiais.	8
Figura 3 – Classificação do tamanho de grão para diversas classes de grão de WC.....	9
Figura 4 – Propriedades mecânicas de diferentes ligas de WC-Co. a-) Dureza x % de Cobalto; b-) Tenacidade à Fratura x % de Cobalto; c-) Resistência ao Desgaste x % de Cobalto.	11
Figura 5 – Tipos de desgaste abrasivo: 1-) abrasão a três corpos, 2-) abrasão a dois corpos...	12
Figura 6 – Mecanismo de desgaste segundo (ZUM GAHR, 1987).	13
Figura 7 – Variação da taxa de desgaste de uma amostra de cobre com a variação do tamanho do abrasivo.....	14
Figura 8 – Variação da taxa de desgaste com a variação do tamanho do abrasivo para diferentes materiais.....	15
Figura 9 – Variação do coeficiente de atrito com a variação do tamanho do abrasivo, a-) em polímero (PMMA), b-) níquel, c-) aço 1095.	15
Figura 10 – Variação da taxa de desgaste para diferentes materiais, bronze e aço.	16
Figura 11 – Variação da taxa de desgaste com a variação do tamanho do abrasivo e velocidade de ensaio.	16
Figura 12 – Perda de volume em função do tamanho do abrasivo para diferentes ligas.....	17
Figura 13 – Perda de massa em função do tamanho do abrasivo para ensaio pino contra lixa em ferro fundido branco.	18
Figura 14 – Resumo da alteração da taxa de desgaste com a variação do tamanho do abrasivo.	19
Figura 15 – Taxa de desgaste x tamanho do abrasivo, esfera de molibdênio contra pasta de diamante.	20
Figura 16 – Taxa de desgaste x tamanho do abrasivo, para amostra de alumínio-silício.	21
Figura 17 – Taxa de desgaste x aumento da carga normal, amostra de alumínio-silício.	21
Figura 18 – Taxa de desgaste variação de tensão aplicada no abrasivo para amostras aço 1020 revestidas com uma camada de 100 µm de WC-12Co.....	22

Figura 19 – Taxa de desgaste variação de tensão aplicada no abrasivo para amostras aço 1020 revestidas com uma camada de 100 μm de WC-12Co.....	23
Figura 20 – Variação do mecanismo de abrasão para diferentes tamanhos de carbonetos.	24
Figura 21 – Perda de volume VS volume de carboneto em ferros fundidos brancos.....	24
Figura 22 – Variação no formato e dimensões dos grãos de carboneto no compósito de WC-Co.	25
Figura 23 – Variação da perda de massa do WC-Co com alteração do teor de ligante e do tamanho médio de WC.	26
Figura 24 – Diagramas de perda de volume para ligas de WC-Co com diferentes tamanhos de grão de WC.....	27
Figura 25 – Perda de massa em amostras de WC-Co ensaiadas em abrasômetro de roda de borracha com diferentes tamanhos de grãos de WC e de teores de ligante.....	28
Figura 26 – Superfície desgastada de WC-18Co com tamanho de grão 0,8 μm , região com abrasão de ligante e perda de grãos de WC.....	29
Figura 27 – Alteração do tribossistema com variação da roda utilizada e meio de ensaio (seco X úmido)e variação da microestrutura de amostras de WC-20Co.....	30
Figura 28 – Regime moderado e severo de acordo com a variação da razão H_A/H_m	31
Figura 29 – Fatores que influenciam o regime de desgaste severo e moderado.	31
Figura 30 – Perda de massa por tempo de imersão em solução de “água de processo”.....	32
Figura 31 – Corrosão de ligante após 168 horas de imersão em “água de processo”.	33
Figura 32 – Corte realizado em FIB da seção mostrada na Figura 31.	33
Figura 33 – Variação da perda de ligante com a profundidade.....	34
Figura 34 – Amostra de metaduro WC-14Co após ensaio em solução H_2SO_4 com pH 1,1 . . .	34
Figura 35 – Amostra de metaduro WC-9Co após ensaio em solução $\text{Ca}(\text{OH})_2$ com pH 13 ...	35
Figura 36 – “Ilhas” de cobalto em liga de WC10Co.....	35
Figura 37 – Início da corrosão na região de “ilhas” de cobalto em liga de WC10Co.....	36
Figura 38 – Zona de corrosão na seção transversal do compósito de WC10Co.	36
Figura 39 – Início da corrosão na região de “ilhas” de cobalto em liga de WC-10Co.....	37
Figura 40 – Perda de volume em ensaio de roda de borracha a úmido com a variação da dureza da amostra de WC-Co em diferentes pH's.	38
Figura 41 – Perda de volume em ensaio de roda de borracha a úmido com a variação do pH do meio ensaiado.	39
Figura 42 – Variação da perda de volume com a variação do teor de ligante da amostra de WC-Co.....	39

Figura 43 – Superfície de desgaste de amostra de WC-9Co após ensaio em pH 1,1.....	40
Figura 44 – Seção transversal da amostra de WC-9Co ensaiada em solução de H ₂ SO ₄	40
Figura 45 – Seção transversal da amostra de WC-9Co ensaiada em solução de H ₂ SO ₄ com pH 1,0.	41
Figura 46 – Seção transversal da amostra de WC-15Co após ensaio em solução ácida.	41
Figura 47 – Ilustração do contato formado entre dois grãos de WC durante o processo de sinterização.	42
Figura 48 – União dos grãos de WC após sinterização de liga WC-6Co.....	42
Figura 49 – Diagrama do processo abrasivo-corrosivo-erosivo de amostras de metal duro.	43
Figura 50 - Tribômetro roda de borracha com meio úmido.	49
Figura 51 – Balança utilizada na pesagem das amostra.	50
Figura 52 - Curva de Titulação NaOH x HCl.....	52
Figura 53 - pHmetro utilizado nas medições.....	53
Figura 54 – Arranjo experimental utilizado para determinação da densidade das amostras....	54
Figura 55 - Análise de composição química da amostra CO3.	56
Figura 56 - Análise de composição química da amostra CO6.	57
Figura 57 - Análise de composição química da amostra CO7,5.	57
Figura 58 - Análise de composição química da amostra Ni8.	58
Figura 59 - Análise de composição química da amostra CO11.	58
Figura 60 - Análise de composição química da amostra CO13.	59
Figura 61 - Análise de composição química da amostra CO29.	59
Figura 62 – Micrografia da amostra de Co3, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x.	63
Figura 63 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co3.	64
Figura 64 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co3.....	64
Figura 65 – Micrografia da amostra de Co6, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x.	65
Figura 66 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co6.	66
Figura 67 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co6.....	66
Figura 68 – Micrografia da amostra de Co8, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x.	67
Figura 69 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co8.	68
Figura 70 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co8.....	68

Figura 71 – Micrografia da amostra de Ni8, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x.	69
Figura 72 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co8.	70
Figura 73 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co8.	70
Figura 74 – Micrografia da amostra de Co11, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x, detalhe para regiões com “piscina” de ligante.	71
Figura 75 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co11.	72
Figura 76 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co11.....	72
Figura 77 – Micrografia da amostra de Co13, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x, detalhe para regiões com “piscina” de ligante.	73
Figura 78 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co13.	74
Figura 79 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co13.....	74
Figura 80 – Micrografia da amostra de Co29, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x, detalhe para regiões com “piscina” de ligante.	75
Figura 81 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co29.	76
Figura 82 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co29.....	76
Figura 83 – Variação média da perda de massa com o tempo de ensaio em amostra de Co11.	80
Figura 84 – Perda de massa das ligas Co29, Co13 e Co11 com a variação do tamanho do abrasivo.....	81
Figura 85 – Perda de massa das ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 com a variação do tamanho do abrasivo.....	81
Figura 86 – Perda de massa das ligas Co29, Co13, Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 com a variação do tamanho do abrasivo.	82
Figura 87 – Perda de massa para a liga Co3 com a variação da carga e pH do meio aquoso. .	84
Figura 88 – Perda de massa para a liga Co6 com a variação da carga e pH do meio aquoso. .	85
Figura 89 – Perda de massa para a liga Co8 com a variação da carga e pH do meio aquoso. .	86
Figura 90 – Perda de massa para a liga Ni8 com a variação da carga e pH do meio aquoso...	87
Figura 91 – Perda de massa para a liga Co11 com a variação da carga e pH do meio aquoso.	88
Figura 92 – Perda de massa para a liga Co13 com a variação da carga e pH do meio aquoso.	89
Figura 93 – Perda de massa para a liga Co29 com a variação da carga e pH do meio aquoso.	90
Figura 94 – Perda de massa das liga Co29, Co13e Co11 com pH2 e variação da carga.	91
Figura 95 – Perda de massa para a liga Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co2 com pH2 e variação da carga.....	92

Figura 96 – Perda de massa para a liga Co29, Co13 e Co11 em pH6 com a variação da carga.	93
Figura 97 – Perda de massa para a liga Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 em pH6 e variação da carga.....	94
Figura 98 – Perda de massa para a liga Co29, Co13 e Ni8 em pH10 e variação da carga.....	95
Figura 99 – Perda de massa para a liga Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 em pH10 e variação da carga.....	96
Figura 100 – Comparação da perda de massa para as ligas ensaiadas com variação da carga e pH do meio aquoso. Com destaque para as ligas: Co29-pH2, Co29-pH6, Co29-pH10 e Co13-pH2.	97
Figura 101 – Comparação da perda de massa para as ligas ensaiadas com variação da carga e pH do meio aquoso. Com destaque para as ligas: Co29-pH10, Co13-pH6, Co11pH2 e Ni8-pH2.	98
Figura 102 – Comparação da perda de massa para as ligas ensaiadas com variação da carga e pH do meio aquoso. Com destaque para as ligas: Co13-pH10, Co11-pH6, Ni8-pH2, Co8-pH2, Co6-pH2 e Co3-pH2	98
Figura 103 – Comparação da perda de massa para as ligas ensaiadas com variação da carga e pH do meio aquoso. Com destaque para as ligas: Co13-pH10, Co11-pH10, Ni8-pH10, Ni8-pH6, Co8-pH10, Co8-pH6, Co6pH10, Co6-pH6, Co3-pH10 e Co3-pH6.	99
Figura 104 – Perda de massa X Teor de ligante X Força aplicada em pH2, pH6 e pH10.	101
Figura 105 – Perda de massa X Teor de ligante X pH com cargas de 70, 130 e 200N.....	103
Figura 106 – Perda de massa X Relação Ha/Hm X Força aplicada em pH2, pH6 e pH10....	105
Figura 107 – Perda de massa X Tamanho de Grão X Força aplicada em pH2, pH6 e pH10.	107
Figura 108 – Perda de massa X Tamanho de Grão X pH com cargas de 70, 130 e 200N.....	109
Figura 109 – Perda de massa X pH do meio X Teor de ligante com cargas de 70, 130 e 200N.	111
Figura 110 – Resumo dos gráficos obtidos nos ensaios.	114
Figura 111 – Superfície das amostras Co3 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.	115
Figura 112 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co3 após ensaio em pH 2 com ampliação de 750x.	116
Figura 113 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co3 após ensaio em pH 6 com ampliação de 750x.	117

Figura 114 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co3 após ensaio em pH 10 com ampliação de 750x.	118
Figura 115 – Superfície das amostras Co6 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.	119
Figura 116 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co8 após ensaio em pH 2 com ampliação de 750x.	120
Figura 117 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co8 após ensaio em pH 6 com ampliação de 1500x, detalhe para os fragmentos de carboneto na superfície.	121
Figura 118 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co8 após ensaio em pH 10 com ampliação de 500x, detalhe para fragmentos de carboneto presentes na superfície de desgaste.	122
Figura 119 – Superfície das amostras Ni8 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.	123
Figura 120 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Ni8 após ensaio em pH 2 com ampliação de 750x.	124
Figura 121 – Corrosão por pite em amostra de WC-14Co-5Cr, corrosão intergranular influenciada por sítios de adsorção de cloreto.	125
Figura 122 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Ni8 após ensaio em pH 6 com ampliação de 750x.	126
Figura 123 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Ni8 após ensaio em pH 10 com ampliação de 750x, detalhe para marcas de desgaste com a presença de fragmentos de carboneto da amostra.	127
Figura 124 – Superfície das amostras Co11 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.	128
Figura 125 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co11 após ensaio em pH 2 com ampliação de 750x.	129
Figura 126 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co11 após ensaio em pH 6 com ampliação de 750x.	130
Figura 127 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co11 após ensaio em pH 10 com ampliação de 750x.	131
Figura 128 – Superfície das amostras Co29 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.	132
Figura 129 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co29 após ensaio em pH2 com ampliação de 750x.	133

Figura 130 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co29 após ensaio em pH6 com ampliação de 750x.	134
Figura 131 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co29 após ensaio em pH10 com ampliação de 750x.	135
Figura 132– Região central da amostra Co3 após o ensaio com pH 2 com ampliação de 1500x, detalhe para delimitação da região com 23 µm de espessura sem a presença de ligante.	136
Figura 133 – Região central da amostra Co3 após o ensaio com pH6 com ampliação de 2000x, detalhe para região sem a presença de ligante.	137
Figura 134 – Região central da amostra Co3 após o ensaio com pH10 com ampliação de 2000x, detalhe para marcas de desgaste no material.	138
Figura 135 – Região central da amostra Co8 após o ensaio com pH2 com ampliação de 15000x, detalhe para camada de 30µm com processo de lixiviação.	139
Figura 136 – Resultado de Mapa de composição química obtido por EDS-MEV da região central da amostra Co8 após o ensaio com pH2, detalhe para camada de 30µm com processo de lixiviação.	140
Figura 137 – Região central da amostra Co8 após o ensaio com pH 6 com ampliação de 2000x, detalhe para ponto com ausência de ligante entre os grãos.	141
Figura 138 – Região central da amostra Co8 após o ensaio com pH10 com ampliação de 2000x, detalhe para marcas e desgaste.	142
Figura 139 – Região central da amostra Ni8 após o ensaio com pH2 com ampliação de 1500x, detalhe para região com perda de ligante (lixiviação) e porosidade da amostra.	143
Figura 140 – Região central da amostra Ni8 após o ensaio com pH6 com ampliação de 1500x, detalhe para marcas e desgaste e porosidade da amostra.	144
Figura 141 – Região central da amostra Ni8 após o ensaio com pH10 com ampliação de 1500x, detalhe para marcas e desgaste.	145
Figura 142 – Região central da amostra Co13 após o ensaio com pH2 com ampliação de 1500x, detalhe para marcas e desgaste.	146
Figura 143 – Região central da amostra Co13 após o ensaio com pH6 com ampliação de 2000x, detalhe para marcas e desgaste.	147
Figura 144 – Região central da amostra Co13 após o ensaio com pH10 com ampliação de 2000x.	148
Figura 145 – Região da amostra Co29 após o ensaio com pH2 com ampliação de 1500x, detalhe para subsuperfície da área ensaiada.	149

Figura 146 – Região da amostra Co29 após o ensaio com pH6 com ampliação de 1500x, detalhe para região central com perda de ligante.	150
Figura 147 – Região da amostra Co29 após o ensaio com pH10 com ampliação de 1500x, detalhe para região com perda de grãos de carboneto.	151
Figura 148 – Faixa de seção transversal típica de amostra ensaiada em pH2.	152
Figura 149 – Seção transversal típica de amostra ensaiada em pH2.	152
Figura 150 – Faixa de seção transversal típica de amostra ensaiada em pH6.	153
Figura 151 – Seção transversal típica de amostra ensaiada em pH6.	153
Figura 152 – Faixa de seção transversal típica de amostra ensaiada em pH10.	154
Figura 153 – Seção transversal típica de amostra ensaiada em pH10.	154
Figura 154 – Gráfico com os parâmetros de superfície Sz, Sa e Sq.	158
Figura 155 – Gráfico com os parâmetros de perfil Pz, Pa e Pq.	159
Figura 156 – Abrasivo de areia #50 observado a 50x de ampliação.	160
Figura 157 – Histograma com a variação das dimensões do abrasivo antes e após os ensaios.	162
Figura 158 – Composição química do líquido residual dos ensaios para as amostras Co3, Co6, Co8, Ni8.	164
Figura 159 – Composição química do líquido residual dos ensaios para as amostras Co11, Co13, Co29.	165

Listas de tabelas

Tabela 1 – Propriedades do WC-Co comparadas a outros materiais.	7
Tabela 2 – Propriedades dos constituintes comuns do metal duro.....	7
Tabela 3 – Classificação do tamanho de grão do WC.....	9
Tabela 4 – Classificação dos grupos e composição das amostras de acordo com o fabricante.	46
Tabela 5 - Parâmetros de teste empregados nos ensaios.	50
Tabela 6 - Granulometria dos abrasivos utilizados.	51
Tabela 7 - Composição química das amostras.....	56
Tabela 8 – Composição química especificada versus composição química das amostras fornecidas.....	60
Tabela 9 – Diâmetro médio equivalente, dispersão dos diâmetros e fração volumétrica das amostras.....	62
Tabela 10 – Densidade das amostras ensaiadas.....	77
Tabela 11 – Dureza média das amostras.	78
Tabela 12 – Micro dureza média do abrasivo #50.	78
Tabela 13 – Variação da perda de massa com o tamanho do abrasivo.	83
Tabela 14 – Resumo dos resultados obtidos nos ensaios.	113
Tabela 15 – Tabela de parâmetros medidos por interferometria ótica.	155
Tabela 16 – Tabela com os resultados das ligas analisadas.	156
Tabela 17 – Tabela com as característica iniciais e finais do abrasivo utilizado.	161
Tabela 18 – Tabela com as característica iniciais e finais do abrasivo utilizado.	163

Lista de abreviaturas e símbolos

ASM	American Society for Metals – Sociedade Americana para Metais;
ASTM	American Society for Testing and Materials – Sociedade Americana para Testes e Materiais;
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy - Espectroscopia de energia dispersiva de Raios-X;
HRA	Dureza Shore A;
HV	Dureza Vickers;
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas – Universidade de São Paulo;
ISO	International Organization for Standardization – Organização Internacional para Padronização;
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura;
Murakami	Reagente químico composto por ferrocianeto de potássio ($K_3Fe(CN)_6$) e hidróxido de sódio (NaOH);
Nital	Reagente químico composto por ácido nítrico (HNO_3) e álcool etílico (C_2H_5OH);
P.A.-A.C.S.	Para Análise – American Chemical Society – Classificação de produto químico de melhor pureza para análises químicas;
PMMA	Poli-Metil Metacrilato, conhecido popularmente como “acrílico”;
PVD	Physical Vapor Deposition – Deposição Física de Vapor;
Sa	Rugosidade média aritmética da área analisada;
SPHT	Sphericity – Esfericidade;
Sz	Rugosidade média aritmética dos cinco valores de maior afastamento acima e abaixo da linha média de rugosidade da área amostrada;

Sumário

1. Introdução.....	1
2. Revisão bibliográfica.....	3
2.1. História do metal duro	3
2.1.1. Metal duro	5
2.1.2. Características do metal duro e microestrutura	7
2.2. Desgaste abrasivo	12
2.3. Fatores que afetam o desgaste abrasivo	13
2.3.1. Tamanho do grão abrasivo	13
2.3.2. Efeito da microestrutura	23
2.4. Corrosão do metal duro.....	32
2.5. Desgaste corrosivo-abrasivo	37
3. Objetivos da Dissertação.	44
4. Materiais e Métodos.	44
4.1. Corpos de Prova.....	45
4.2. Preparação Metalográfica e Metalografia.....	46
4.3. Caracterização das Superfícies das Amostras.....	47
4.4. Dureza.....	48
4.5. Ensaio de Desgaste à úmido.	49
4.6. Abrasivo.....	51
4.7. Soluções Aquosas.....	52
4.8. Densidade das Amostras.....	54
5. Resultados.....	55
5.1. Corpos de prova	55
5.1.1 Composição Química	55
5.1.2 Microestrutura	61
5.1.3 Densidade das amostras.....	77

5.1.4	Dureza das amostras	77
5.1.5	Dureza do abrasivo	78
5.2.	Ensaio de desgaste	79
5.2.1	Configuração dos parâmetros de ensaio	79
5.2.2	Ensaio com variação do pH do meio e da carga aplicada.....	83
5.2.3	Apresentação dos resultados de ensaios com variação do pH do meio e da carga aplicada.....	100
5.2.4	Resumo dos resultados obtidos	112
5.2.5	Superfície de desgaste	115
5.2.6	Seção transversal	136
5.2.7	Perfilometria da superfície de desgaste	152
5.2.8	Caracterização do abrasivo.....	160
5.2.9	Composição química da água residual dos ensaios.....	162
6.	Conclusões finais.....	166
6.1.	Efeito do tamanho de grão abrasivo.	166
6.2.	Efeito da força normal e variação de pH.	166
6.3.	Efeito do teor de ligante.....	166
6.4.	Efeito da dureza e relação de dureza.....	167
6.5.	Efeito do tamanho de grão do material.....	167
6.6.	Mecanismos de desgaste e corrosão.	167
6.7.	Efeito do sinergismo abrasão-corrosão.....	167
6.8.	Efeito da sinterização do material.....	168
6.9.	Considerações finais.	168
7.	Sugestões para trabalhos futuros	170
8.	Referências	171
	Anexo A – Resultados obtidos nos ensaios de desgaste.....	175

1. Introdução

O metal duro é um material compósito que vem sendo amplamente utilizado comercialmente como material resistente à abrasão. A liga de metal duro WC-10%Co, formada por carboneto de tungstênio (WC) em uma matriz com 10% de cobalto, é uma das composições mais utilizadas na indústria metal/mecânica devido sua elevada dureza e alta resistência ao desgaste (BATISTA, 2018). Entre as utilizações deste material, se podem citar aplicações como em ferramentas de usinagem, uso na construção civil e mineração em ferramentas de perfuração de solo e rocha, ferramentas de escarificação de superfícies [como fresadoras para asfalto (CATERPILLAR, 2017; WIRTGEN, 2016) e escarificadoras, tuneladoras (CATERPILLAR, 2013, 2016)] e em moinhos de minérios (METSO, 2013).

Para atender as diferentes aplicações, existem classes de metal duro nas quais são variados os tipos de ligante (como o cobalto e o níquel), seu teor na liga, a fração volumétrica e a dimensão dos carbonetos de WC (ASM 2000). Devido sua ampla versatilidade, o compósito de metal duro é utilizado como ferramenta de corte em usinagens, arestas de estampas para conformação de chapas, ferramentas de forjamento a frio, inserto de matrizes e moldes (BATISTA, 2018). A norma ISO - 513, 2012, define como grupo G o grupo de ferramentas de metal duro utilizadas na mineração e ferramentas de estampo e conformação de chapas.

Este material é de grande relevância para indústria da mineração, pois ele é utilizado em suporte, brocas, lâminas e diversas aplicações como revestimento resistente ao desgaste. Das diversas aplicações, a que motiva diretamente este trabalho é o emprego do metal duro na moagem de alta energia de minério de ferro.

De acordo com MINERAIS, 2014, a abrasão pode ser considerada um inimigo letal da produção das mineradoras, sendo responsável por paradas na produção e elevados custos de paralisação, substituição, reparos e reposições no maquinário operante. Por este motivo, a avaliação do desgaste torna-se um problema de múltiplas variáveis, onde não estão relacionados somente o abrasivo e o material, mas há a necessidade de uma avaliação do sistema como um todo, tendo dependência do meio, do tipo e formato do abrasivo empregado, do material que o equipamento é composto, do sinergismo entre os fenômenos atuantes e etc. (ZUM GAHR, 1987).

A indústria da mineração possui uma grande diversidade de sistemas de desgaste para uma mesma operação. Por exemplo, para a polpa de minério de ferro foram encontrados diferentes pH's. Roveri e Chaves (2011) indicam o pH da polpa de minério da região do quadrilátero ferrífero de Minas Gerais entre 8,5 e 10,5, já Pessa; Durao e Ferreira (1997) indicam a polpa de minério da mesma região com pH entre 6,9 e 8,2. Isto pode ser justificado devido à diferença de composição mineral encontrada durante o momento da coleta da polpa para análise. Este fato mostra que a correta seleção de material para a indústria mineral não pode ser dada como uma seleção simples, mas sim um sistema dinâmico que se altera dia após dia.

Pintaude (2002) relata que a seleção de materiais resistentes ao desgaste pode ser resumida como a utilização de materiais com a máxima dureza sem que haja prejuízo à tenacidade à fratura. A correta seleção do material torna-se um processo de considerável dificuldade, pois materiais de alta resistência à abrasão possuem elevada dureza e conseqüentemente baixa tenacidade à fratura (TRESSIA, 2015).

O metal duro é comumente utilizado para produção de componentes que resistam à abrasão, contudo que sofram baixo impacto. O estudo do sinergismo abrasão-corrosão para este tipo de material vem colaborar para diminuição de manutenções na indústria da mineração, bem como aumento da produtividade dos equipamentos, aumento dos intervalos de parada para manutenção, assim como a redução dos tempos inoperantes dos equipamentos. A pesquisa deste mecanismo ainda vem estudar a mudança de comportamento do regime de desgaste com a alteração do pH da polpa de minério explorada.

2. Revisão bibliográfica

Neste item, será feita uma revisão sobre o compósito de metal duro, seu histórico, suas características, microestrutura e principais propriedades. Seguido a esta parte, serão apresentados tópicos referentes ao desgaste abrasivo e seus mecanismos, progredindo para um trecho referente à corrosão e seus mecanismos associados. Finalmente, será apresentado um tópico referente ao sinergismo de abrasão-corrosão.

2.1. História do metal duro

O carboneto de tungstênio foi o primeiro metal duro sinterizado da história da metalurgia do pó. Sua primeira sinterização data do ano de 1890 pelo químico francês Ferdinand Frédéric Henri Moissan, que pesquisava diferentes tipos de materiais refratários (KONYASHIN, 2023). Após este período o desenvolvimento do metal duro teve um período de inatividade, sendo utilizado industrialmente em 1923, quando a OSRAM *Studiengesellschaft* consegue obter a densificação do carboneto de tungstênio durante o processo de sinterização, obtendo alta densidade e dureza com o uso de cobalto como ligante (ORTNER; ETTMAYER; KOLASKA, 2013), o que não ocorrera em 1923.

Em 1927 a metalúrgica alemã Krupp compra os direitos de uso do metal duro da OSRAM, o batizando de WIDEA (wie diamante – “duro como diamante”), e lança a liga Widia-N, o primeiro compósito de metal duro com WC-6Co a ser utilizado comercialmente, o empregando como ferramenta de corte para usinagem (KONYASHIN, 2023; SANTOS, 1990). Neta época o preço de 1 grama de metal duro era comparado ao preço de 1 grama de ouro, tendo seu preço sido barateado com a produção em larga escala no período pós guerra.

Anos depois, nos anos 40, Schwarzkopf descobre a possibilidade de substituição carboneto de tungstênio por outros carbonetos como TiC, VC, TaC e NbC, obtendo metais duros com propriedades superiores (UPADHYAYA, 1997). Na década de 50 aparecem os primeiros metais duros com ligas de níquel como o Wc-Ni e o Cr₃C₂-Ni (SANTOS, 1990). Nesta mesma década se inicia a utilização de inibidores de crescimento para o processo de sinterização se conseguindo a fabricação de compostos com grão de carboneto de tungstênio

da ordem 0,8 μm , aumentando assim significativamente a dureza das ligas comerciais, contudo com o prejuízo do aumento da fragilidade do material. O tamanho de nano grão só conseguiu ser atingido com o melhor refinamento dos grãos e a introdução do processo de carburização em larga escala pela Dow Chemical Company em 1995, (KONYASHIN, 2023).

Na década de 60 há o desenvolvimento dos primeiros cermets empregando TiC, há também o desenvolvimento de metais duro com alta densidades (TORRES, 2009; UPADHYAYA, 1997). O Processo de PVD (Physical Vapor Deposition) é desenvolvido no final de década de 70 aumentando ainda mais o uso deste material como ferramenta de corte e deposição de filmes de 6 a 12 μm para aumento da resistência ao desgaste (KONYASHIN, 2023; SANTOS, 1990).

A partir do final da década de 90 há o aumento do emprego de grãos mais finos aumentando ainda mais a dureza, a resistência ao desgaste e tenacidade à fratura (ORTNER; ETTMAYER; KOLASKA, 2013). O processo de desenvolvimento das diferentes ligas de metal duro só tornou-se possível após a pesquisa da ciência dos materiais para o entendimento do diagrama de fases de diferentes sistemas como: WC-Co, WC-Ni, WC-Fe, WC-Fe-Ni,... (KONYASHIN, 2023).

Pesquisas indicam que no ano de 2012, 50 a 55 mil toneladas de WC-Co foram produzidas no mundo, chegando a volume de vendas de 25 bilhões de dólares (BATISTA, 2018). Estima-se que 90% do consumo de metal duro no mundo seja composto por ligas com cobalto, sendo o restante composto em ordem de importância por ligas com níquel, ferro, cobre e bronze. Do volume total de metal duro produzido com cobalto, 26% são utilizados em usinagem de rochas, 26% em operações de usinagem de madeiras e polímeros, 22% em usinagem de metais, 17% em peças resistentes ao desgaste e 9% no setor de conformação (ISHIDA; MORIGUCHI; IKEGAYA, 2011). KONYASHIN, 2023, cita que aproximadamente 66% da produção mundial de tungstênio é utilizada para a produção de metal duros, sendo o restante dividido entre as indústrias siderúrgicas e químicas.

2.1.1. Metal duro

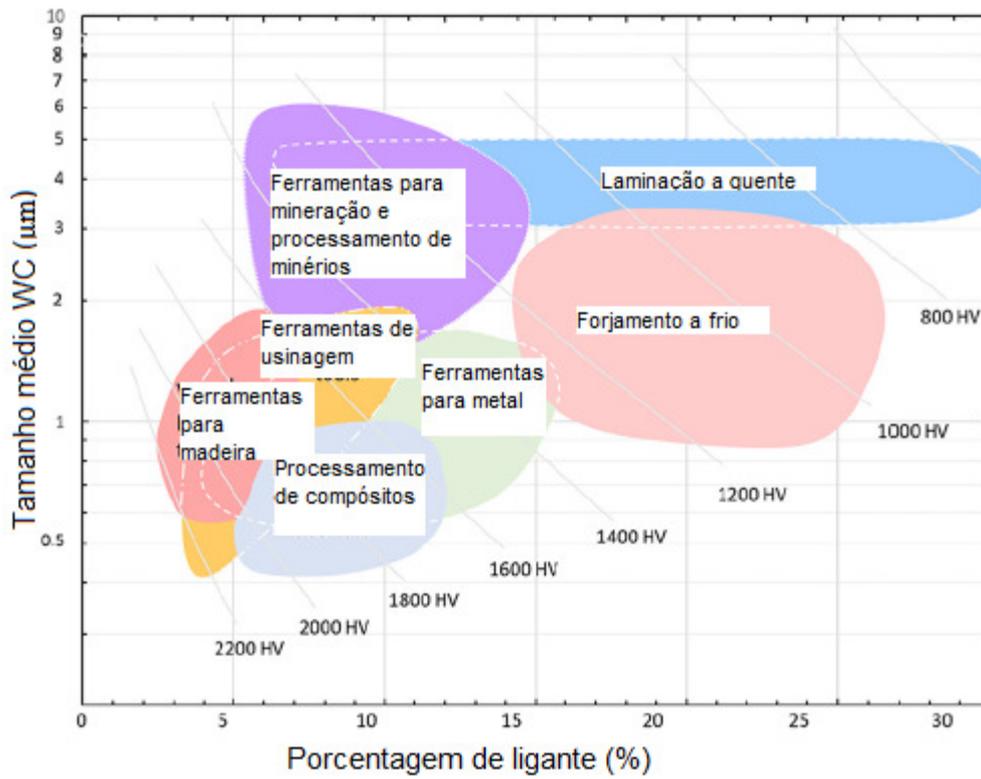
O metal duro é um material compósito bifásico, onde uma das fases é o carboneto de metais refratários, podendo ser utilizado o tungstênio (W), molibdênio (Mo), Titânio (Ti), Vanádio (V), Nióbio (Nb), Tântalo (Ta), Cromo (Cr),... A outra fase constituinte é o ligante composto por uma fase metálica mais dúctil como o cobalto (Co), o níquel (Ni) ou o ferro (Fe) (ISHIDA; MORIGUCHI; IKEGAYA, 2011).

O metal duro de WC-Co vem sendo utilizado devido sua boa resistência aos diversos tipos de desgaste, como: Desgaste abrasivo, Desgaste por deslizamento e Desgaste erosivo (ASM, 1998a). Devido às características deste material, ele começou a ser chamado de “*cermet*”, devido combinar as propriedades de dureza das cerâmicas com a tenacidade dos metais (VINOD; DANIELE, 2014).

O cobalto é atualmente o metal mais utilizado como ligante para produção de metal duro, devido à fácil molhabilidade do WC pelo Co (ASM, 1998a; BATISTA, 2018). A produção do compósito de metal duro é realizada pela técnica de metalurgia do pó, onde os pós de WC e de Co são misturados seguindo de sinterização de 1300 a 1600°C com pressão média de 40MPa fundindo o Co entre os grão de WC. Com isso, o compósito resulta em um material de elevada dureza e alta resistência ao desgaste (ALLIBERT, 2001; FANG et al., 2009). Suas principais utilizações são em ferramentas de corte, brocas para perfuração, brocas e fresas dentárias e etc.. As principais composições de WC-Co em ferramentas de corte são de 3% a 13% e em peças resistentes ao desgaste de 3% a 30% (FANG et al., 2009).

Comercialmente, as ligas mais importantes para utilização na indústria da mineração são as ligas com porcentagem em massa de cobalto entre 3% e 25%, sendo fornecidas com as diversas variações de tamanho de grão de tungstênio, em geral de 0,1 a 10 μm (ASM, 1998b). Na Figura 1 são apresentadas as faixas de composição de metal duro utilizadas de acordo com a dureza, tamanho de grão e porcentagem de ligante de acordo com (KONYASHIN, 2023).

Figura 1 – Faixas de composição de metal duro de acordo com a dureza e conteúdo de ligante.



Fonte: (KONYASHIN, 2023).

2.1.2. Características do metal duro e microestrutura

As principais propriedades desejadas para este tipo de materiais são elevada dureza com média tenacidade. Estas propriedades dependem diretamente da microestrutura constituinte do compósito (ZHANG; WANG; ZHU, 2003). A diminuição do tamanho de grão de WC acarreta simultaneamente o aumento da dureza e diminuição da tenacidade à fratura da liga de metal duro (FANG et al., 2009; KIM, 2004; KONYASHIN, 2023). Na Tabela 1, são exibidos exemplos das propriedades do metal duro de acordo com a variação do teor de ligante.

Tabela 1 – Propriedades do WC-Co comparadas a outros materiais.

Composição	Dureza (HV)	Resistência à Compressão (MPa)	Resistência à Ruptura Transversal (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Tenacidade à Fratura ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$)	Coefficiente de Expansão Térmica ($\text{W/m}\cdot\text{K}$)	Densidade (g/cm^3)
WC-3Co	1900	7100	1600	673	8,5	5,0	15,25
WC-10Co	1625	6000	2280	580	10,8	5,5	14,50
WC-20Co	1050	3100	2850	490	14,5	6,4	13,55
WC-10Co-22(Ti, Ta, Nb, Mo)C	1500	5900	2000	510	9,0	6,1	11,40

Fonte: (VINOD; DANIELE, 2014)

Na Tabela 2 observam-se as propriedades dos carbonetos e dos ligantes mais utilizados na produção de compósitos de metal duro.

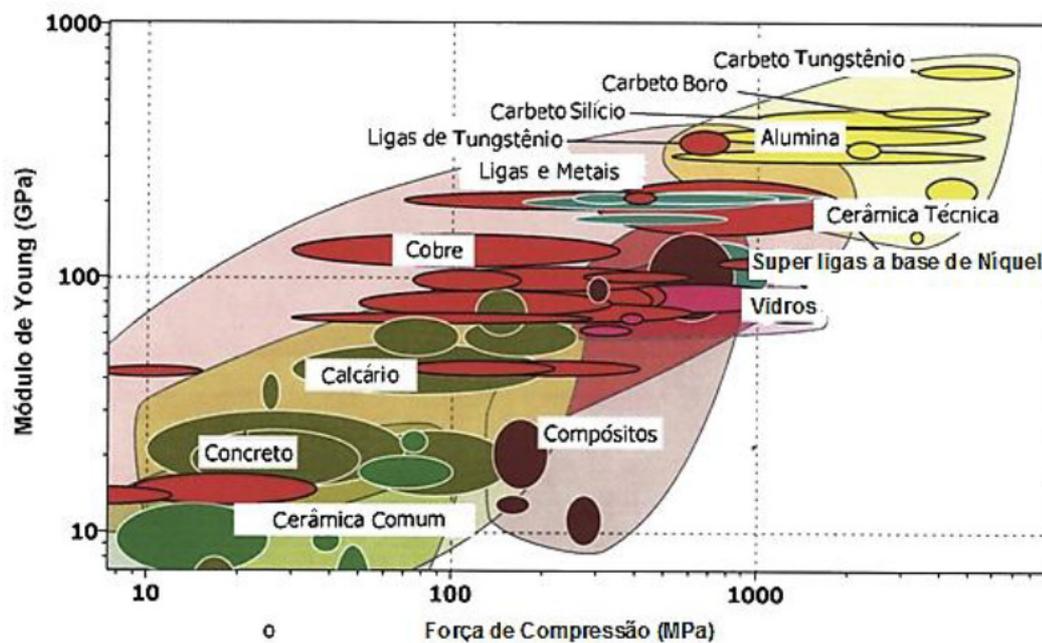
Tabela 2 – Propriedades dos constituintes comuns do metal duro.

Material	Dureza (HV)	Estrutura Cristalina	Temperatura de Fusão ($^{\circ}\text{C}$)	Densidade (g/cm^3)	Módulo de Young (GPa)	Coefficiente de Expansão Térmica ($\mu\text{m/m}\cdot\text{K}$)
WC	2200	HC	2800	15,63	696	5,2
TiC	3000	CFC	3100	4,94	451	7,7
VC	2900	CFC	2700	5,71	422	7,2
HfC	2600	CFC	3900	12,76	352	6,6
ZrC	2700	CFC	3400	6,56	348	6,7
NbC	2000	CFC	3600	7,80	338	6,7
TaC	1800	CFC	3800	14,5	285	6,3
Co	<100	CFC/HC	1495	8,9	207	16,0
Ni	<100	CFC	1455	8,5	207	15,0

Fonte: (VINOD; DANIELE, 2014)

Comparando-se o WC com outras classes de materiais nota-se sua elevada resistência e elevado módulo de elasticidade. Quando comparado a outros tipos de cerâmica de engenharia como a alumina e o carboneto de silício, o WC possui valor mais elevado de resistência a compressão e módulo de elasticidade, como se observa na Figura 2.

Figura 2 – Comparação do módulo de Young e força de compressão de diversos tipos de materiais.



Fonte: (FANG; KOOPMAN; WANG, 2014)

Quando formado o composto de WC-Co, há uma pequena diminuição da dureza e do módulo de elasticidade quando comparados com WC puro, que cai continuamente com a adição do ligante. Contudo, há uma melhora na tenacidade a fratura. Esta possibilidade de variação de propriedades é o que aumenta ainda mais a versatilidade deste material (FANG; KOOPMAN; WANG, 2014).

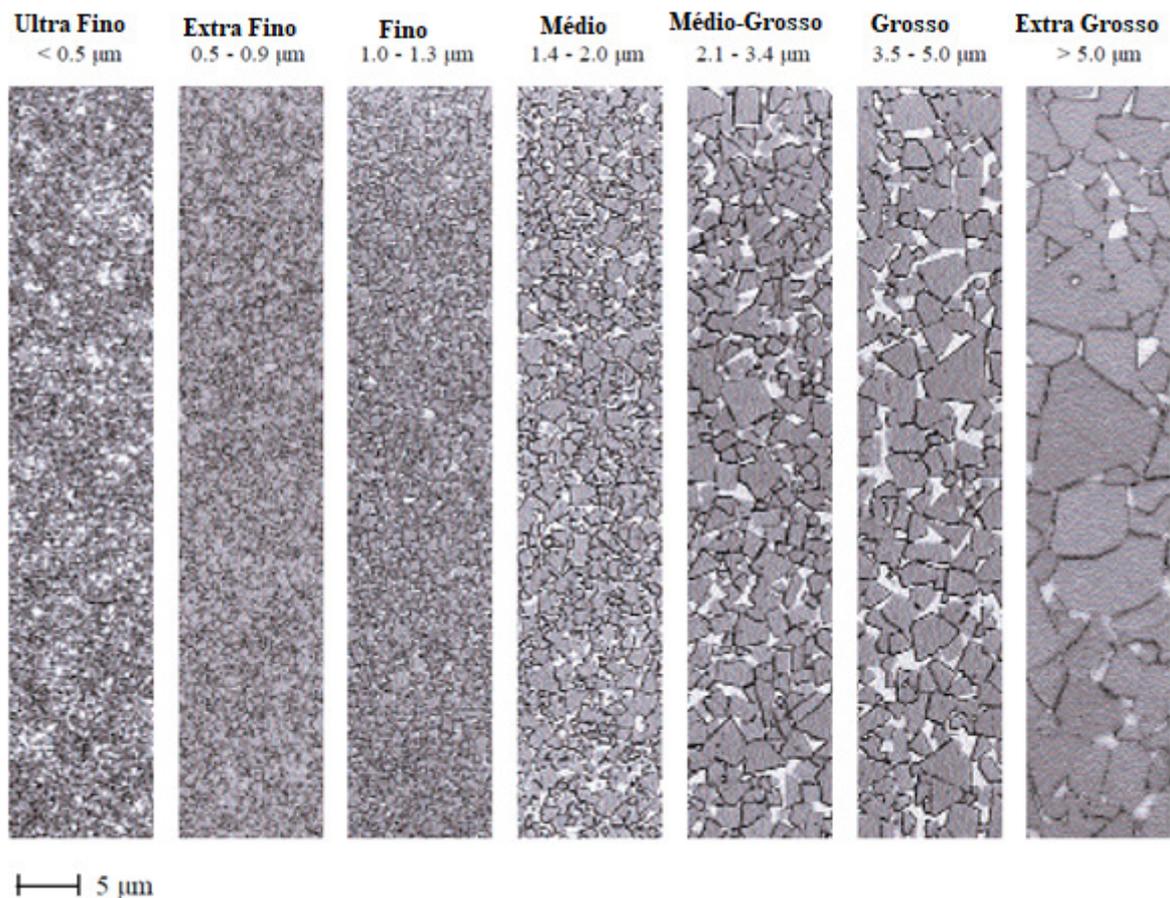
A dureza deste material é proporcionalmente inversa ao tamanho de grão. A redução do tamanho de grão gera mais áreas de contorno de grão e conseqüentemente aumenta a dureza devido a formação de barreiras à deformação do material (VOIGT, KLAUS, DR; KIPPERER, K; PITONAK, 2005). A classificação do tamanho de grão deste material foi inicialmente desenvolvida pela German Fachverband Für Pulvermetallurgie e adotada pela norma ISO 4499-2:2010, que é apresentada na Tabela 3.

Tabela 3 – Classificação do tamanho de grão do WC.

<i>Designação</i>	<i>Tamanho de grão WC (μm)</i>
Nano	< 0,20
Ultrafino	0,21 – 0,50
Submicron	0,51 – 0,80
Fino	0,81 – 1,30
Médio	1,31 – 2,50
Grosso	2,51 – 6,0
Extra Grosso	> 6,10

Fonte: (VOIGT, KLAUS, DR; KIPPERER, K; PITONAK, 2005)

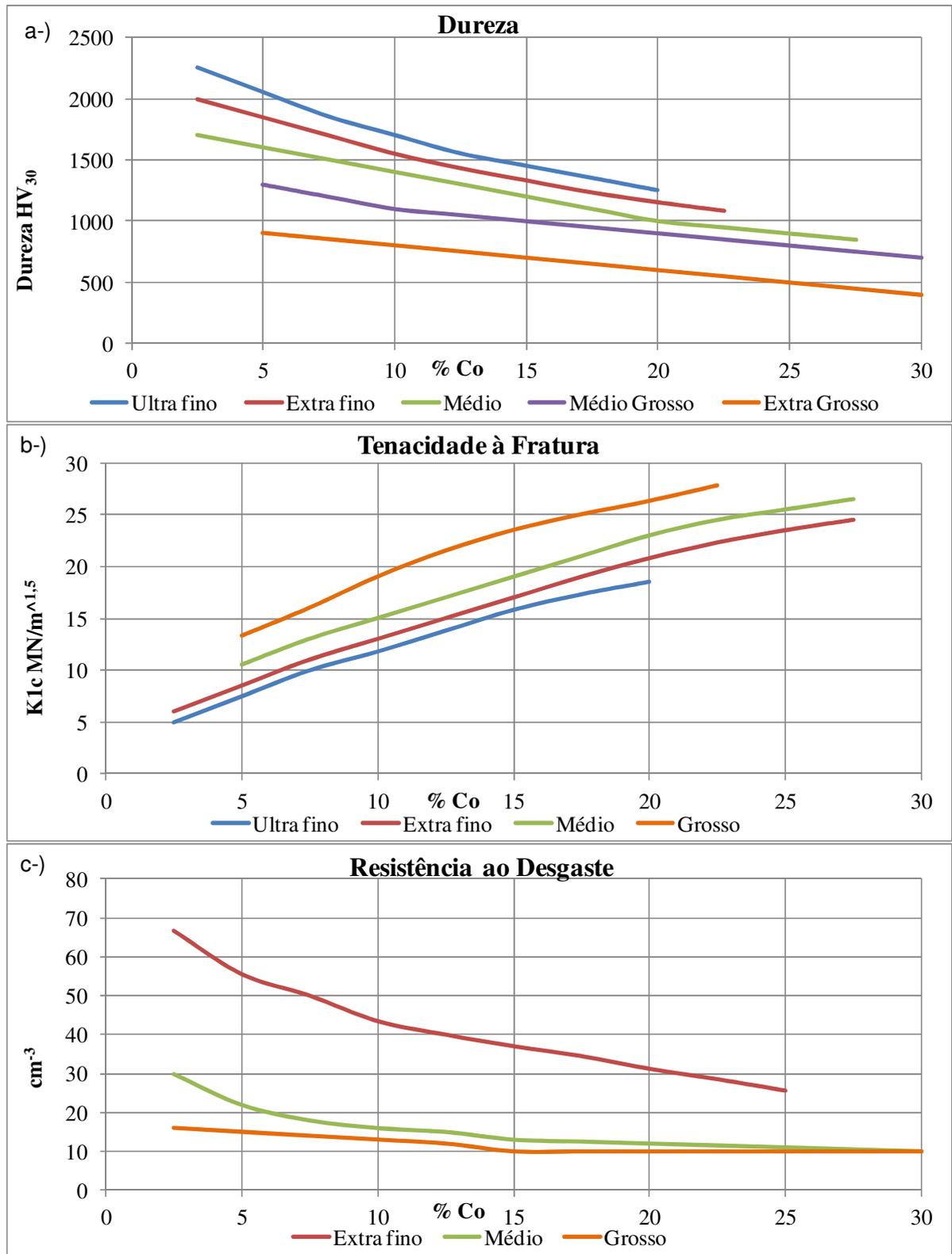
As propriedades do metal duro são fortemente ligadas às características de sua microestrutura, como formato e tamanho dos grãos, porcentagem de ligante, tipo de ligante etc.. Na Figura 3 observam-se as classes de tamanho de grão do metal duro.

Figura 3 – Classificação do tamanho de grão para diversas classes de grão de WC.

Fonte: (SANDVIK, 2018)

Na Figura 4 observa-se a variação das propriedades mecânicas do WC-Co com a variação da concentração em massa da quantidade de Co. Pode ser observado que para um mesmo teor de cobalto a dureza e a resistência à abrasão melhoraram com a diminuição do tamanho de grão do compósito, entretanto a tenacidade à fratura diminuiu com a diminuição do tamanho de grão. De acordo com ALMOND; ROEBUCK, 1988, este fenômeno ocorre devido à diminuição da fase dúctil da liga.

Figura 4 – Propriedades mecânicas de diferentes ligas de WC-Co. a-) Dureza x % de Cobalto; b-) Tenacidade à Fratura x % de Cobalto; c-) Resistência ao Desgaste x % de Cobalto.



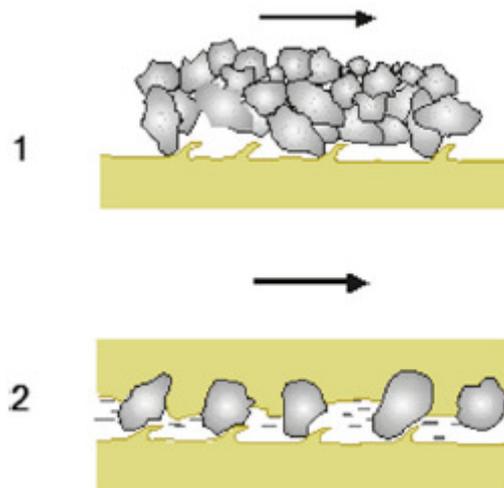
Fonte: Adaptado de (DENG et al., 2001, 2002; ENNETI et al., 2018; ENNETI; PROUGH, 2019; GANT; GEE, 2009; KENNAMETAL, 2010; ROEBUCK; GANT; GEE, 2007; SANDVIK, 2018)

2.2. Desgaste abrasivo

O desgaste abrasivo pode ser definido como a perda progressiva de material de uma superfície sólida devido à interação mecânica entre suas superfícies (ASTM, 2017c). Já ZUM GAHR, 1987 cita que desgaste abrasivo é causado pela ação da interação entre partículas duras ou saliências duras da superfície podendo ser identificado o mecanismo de desgaste pelo tipo de detrito formado. GEE et al., 2014, detalha o desgaste abrasivo ocorre quando uma partícula dura, solta ou fixa no material trabalhado, é arrastada através da superfície da ferramenta ou material que esta sofrendo desgaste.

O desgaste pode ser classificado de acordo com seu mecanismo físico, como abrasão de dois corpos, onde as partículas duras incorporadas a uma ou ambas as faces removem ou deslocam material devido ao movimento relativo entre elas; ou abrasão de três corpos, onde uma partícula dura movimentada livremente, rolando ou deslizando, removendo ou movendo material entre as superfícies em contato (BURWELL, 1957; ZUM GAHR, 1987), conforme apresentado na Figura 5.

Figura 5 – Tipos de desgaste abrasivo: 1-) abrasão a três corpos, 2-) abrasão a dois corpos.

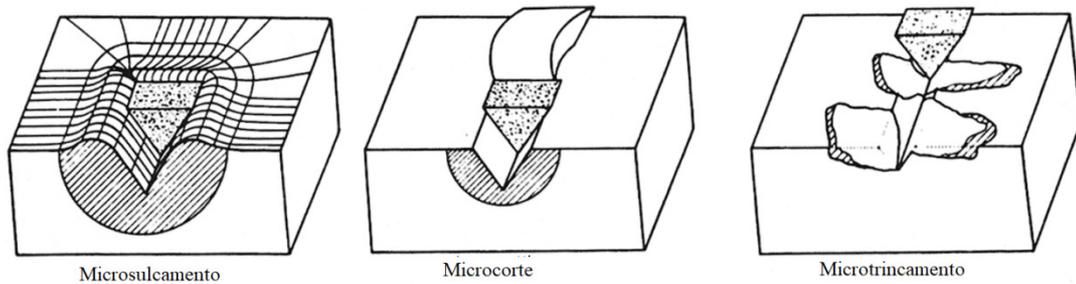


Fonte: (GEE, Mark G. et al., 2014)

A classificação proposta por (HUTCHINGS, 2017) divide os mecanismos de abrasão em dois grupos: abrasão por deformação plástica, que é regida pelos mecanismos de microsulcamento e microcorte; e abrasão por fratura frágil que é regida pelo mecanismo de microtrincamento, conforme é apresentado na Figura 6.

Os mecanismos atuantes no desgaste abrasivo são: o microcorte é o mecanismo ligado à remoção de material, onde o material é removido por cisalhamento como em operações de usinagem. Já o microsulcamento o material é deformado plasticamente e deslocado para as laterais e a frente da partícula abrasiva. O processo de microtrincamento é caracterizado pela formação de trincas propagação e remoção de “lascas” do material.

Figura 6 – Mecanismo de desgaste segundo (ZUM GAHR, 1987).



Fonte: (ZUM GAHR, 1987)

2.3. Fatores que afetam o desgaste abrasivo

O desgaste por abrasão e sua intensidade estão ligados às características do sistema tribológico do processo. Dentre as variáveis estudadas, este trabalho apresentará os aspectos da variação de tamanho do grão do abrasivo, da variação do tamanho de grão do carboneto (grão do material), efeito da microestrutura, efeito da dureza do material e efeito do meio aquoso (pH do meio).

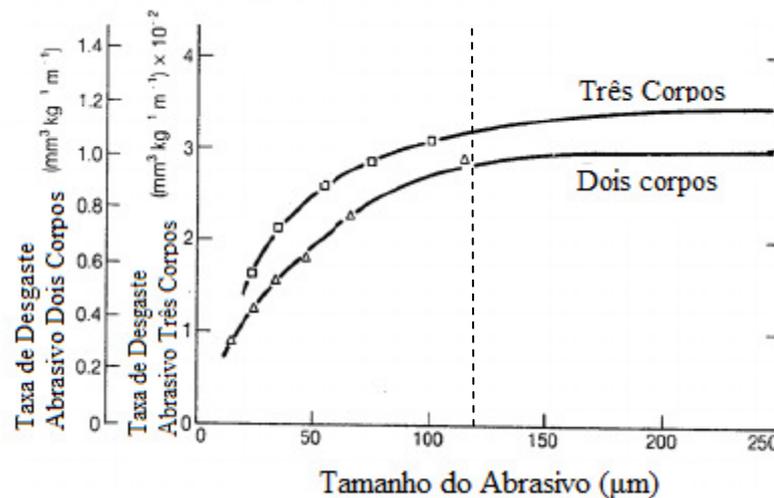
2.3.1. Tamanho do grão abrasivo

Para o estudo do mecanismo de desgaste com a variação do tamanho do grão abrasivo serão apresentados os principais trabalhos publicados neste tema, para tal será seguido como referência com os modelos apresentados por MARIN, 2010; TRESSIA, 2015.

O tamanho do grão abrasivo é um dos principais aspectos que define o regime e a intensidade do desgaste abrasivo. Estudos realizados em diversos tipos de materiais indicam que com o crescimento do tamanho do grão há um aumento na taxa de desgaste até certo ponto. Atingido este ponto de máximo desgaste a taxa de remoção de material passa a ser

constante, independente do aumento no tamanho do abrasivo. Este fenômeno é conhecido como tamanho crítico do abrasivo (TCA) e é moderado pelo entupimento dos grãos de abrasivo pelo aumento de remoção de material. Esta ocorrência é manifestada tanto no mecanismo de abrasão a dois corpos como o de abrasão a três corpos, conforme exibe a Figura 7.

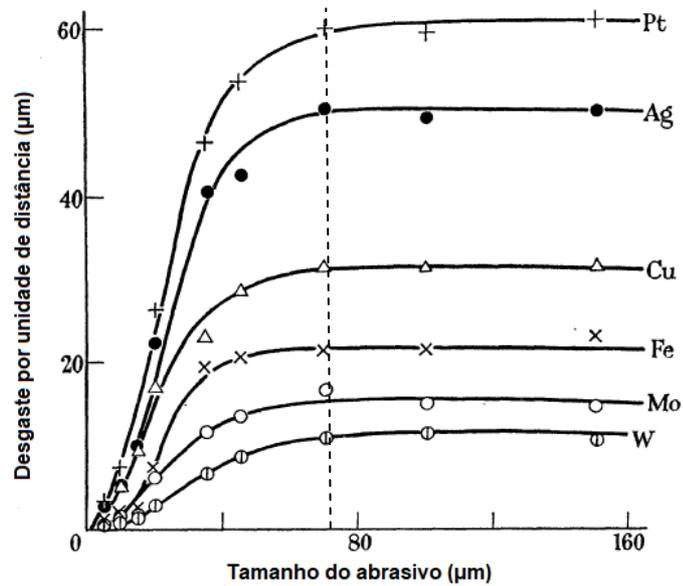
Figura 7 – Variação da taxa de desgaste de uma amostra de cobre com a variação do tamanho do abrasivo.



Fonte: Adaptado de (MISRA; FINNIE, 1981)

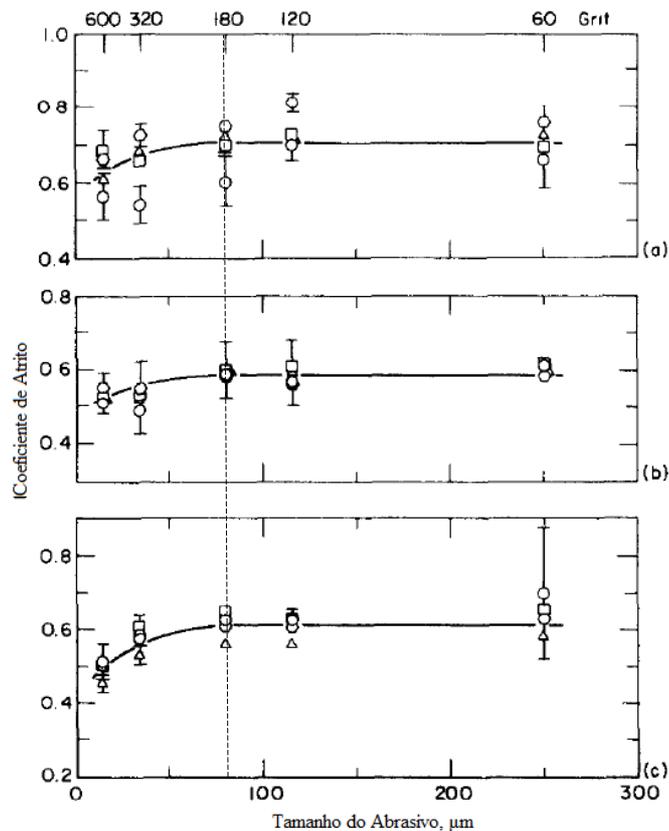
AVIENT; GODDARD; WILMAN, 1960 exibem na Figura 8 a ocorrência do mesmo comportamento da variação da perda e massa com o tamanho do abrasivo em diferentes tipos de materiais (Pt, Ag, Cu, Fe, Mo e W), entretanto estes materiais apresentaram um tamanho crítico de abrasivo com a mesma dimensão, $75\mu\text{m}$. Comportamento este que é corroborado por SIN; SAKA; SUH, 1978, exibindo que TCA não sofreu alteração para os três materiais analisados (PMMA, níquel e aço 1095), apresentado na Figura 9. Segundo (SIN; SAKA; SUH, 1978) o aparecimento de um mesmo TCA nos diferentes materiais pode ser explicado pela mudança no mecanismo de desgaste onde os abrasivos menores apresentaram uma geometria arredondada enquanto os abrasivos maiores apresentaram arestas mais angulosas.

Figura 8 – Variação da taxa de desgaste com a variação do tamanho do abrasivo para diferentes materiais.



Fonte: (AVIENT; GODDARD; WILMAN, 1960).

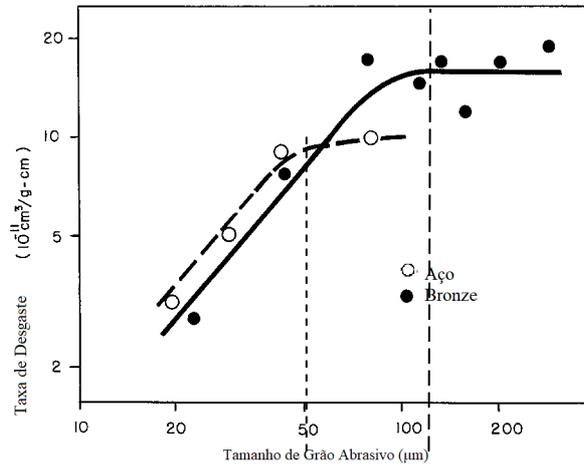
Figura 9 – Variação do coeficiente de atrito com a variação do tamanho do abrasivo, a-) em polímero (PMMA), b-) níquel, c-) aço 1095.



Fonte: (SIN; SAKA; SUH, 1978)

Entretanto (RABINOWICZ; DUNN; RUSSELL, 1961) mostraram que para diferentes tipos de materiais há diferentes TCA's, onde para bronze teve um TCA de aproximadamente 100 μm e para o aço de aproximadamente 50 μm , conforme apresenta a Figura 10.

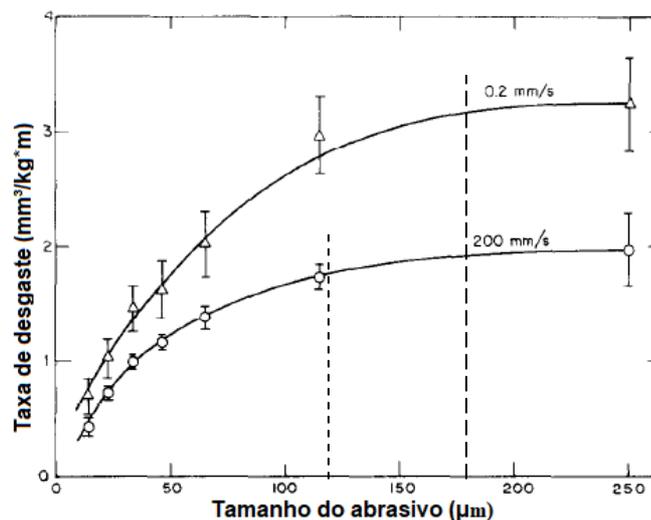
Figura 10 – Variação da taxa de desgaste para diferentes materiais, bronze e aço.



Fonte: (RABINOWICZ; DUNN; RUSSELL, 1961).

MISRA; FINNIE, 1981, observaram em ensaios com amostras de alumínio que ocorre variação na taxa de desgaste e tamanho crítico do abrasivo de acordo com a velocidade de realização do ensaio, onde com uma velocidade de 0,2 mm/s o tamanho crítico do abrasivo foi de aproximadamente 180 μm , já para uma velocidade de ensaio de 200 mm/s o tamanho crítico do abrasivo foi de aproximadamente 115 μm , conforme é exibido na Figura 11.

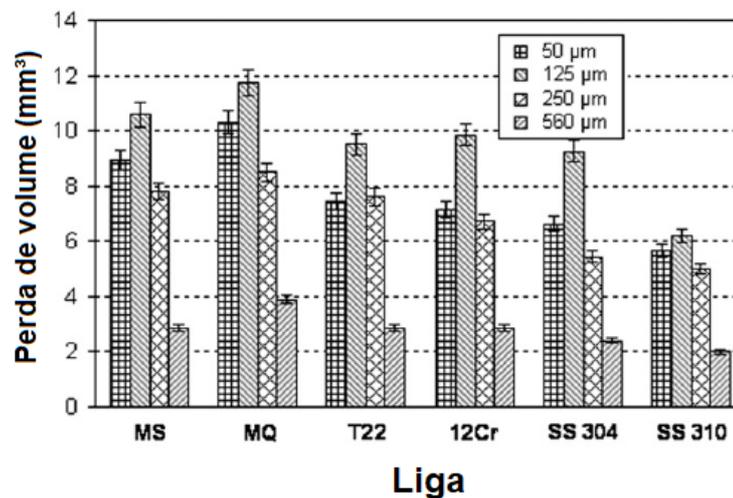
Figura 11 – Variação da taxa de desgaste com a variação do tamanho do abrasivo e velocidade de ensaio.



Fonte: (MISRA; FINNIE, 1981).

O fenômeno do TCA foi apresentado também por (CHACON-NAVA et al., 2010), que realizaram ensaio de abrasão de três corpos em amostras de aço e de aço inoxidável. Com o ensaio, a perda volumétrica aumentou com o aumento do tamanho do abrasivo. Entretanto, depois de atingido o tamanho crítico a perda volumétrica teve um grande declínio atingindo valores menores dos que foram atingidos com a utilização de abrasivos de menor tamanho. Este fato foi justificado pelos autores devido à mudança no formato do abrasivo que possuía formas mais arredondadas que as dos abrasivos de menores dimensões. Na Figura 12 observam-se os resultados obtidos por (CHACON-NAVA et al., 2010).

Figura 12 – Perda de volume em função do tamanho do abrasivo para diferentes ligas.

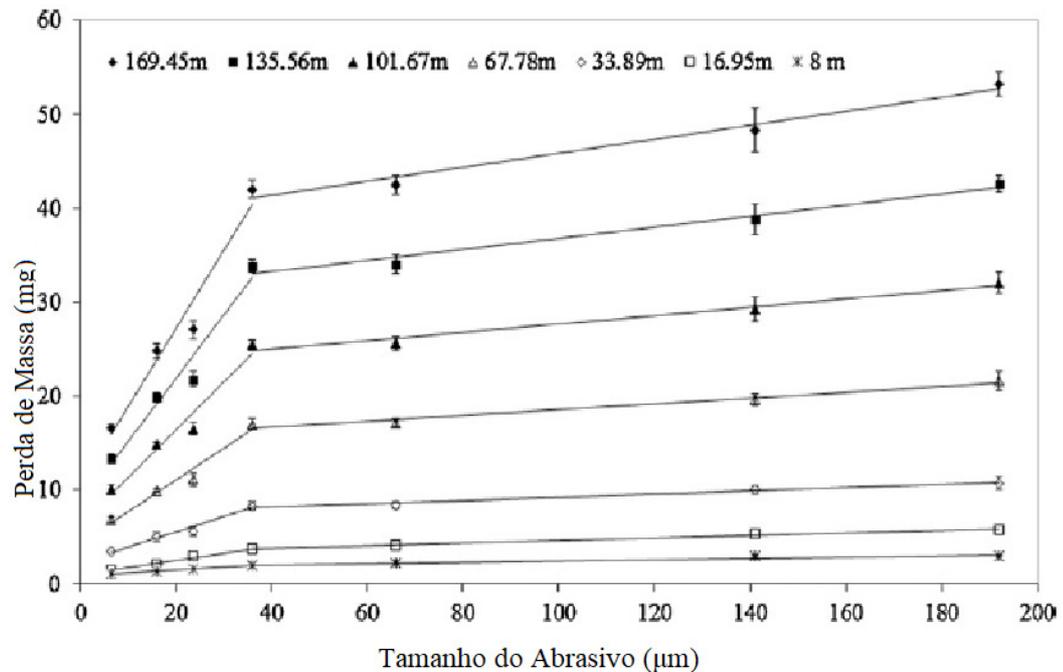


Fonte: (CHACON-NAVA et al., 2010).

Para verificação do TCA (CORONADO; SINATORA, 2011) testaram amostras de ferro fundido branco em ensaio de abrasão a dois corpos em ensaio de pino contra lixa, com variação da distância percorrida no ensaio de 8 a 169,45m. Foi observado que a perda de massa cresceu até um valor crítico de 36 µm a partir do qual a perda de massa teve um aumento muito pequeno com o aumento do tamanho do grão abrasivo. Foi observado que antes do TCA o mecanismo de abrasão foi de microcorte, enquanto no regime após o TCA houve a prevalência do mecanismo de microsulcamento da amostra. Na Figura 13 observam-se os resultados encontrados. O formato do abrasivo mostrou-se de grande importância para o micromecanismo de desgaste e conseqüentemente a alteração da taxa de desgaste, (CORONADO; SINATORA, 2011; HUTCHINGS, 2017) mostram que partículas com formas mais angulares promovem microcorte, aumentando a taxa de remoção de material, enquanto partículas abrasivas com formas arredondadas para um mesmo tamanho de abrasivo

promovem o microsulcamento da superfície, causando a deformação do material sem que haja perda de massa.

Figura 13 – Perda de massa em função do tamanho do abrasivo para ensaio pino contra lixa em ferro fundido branco.

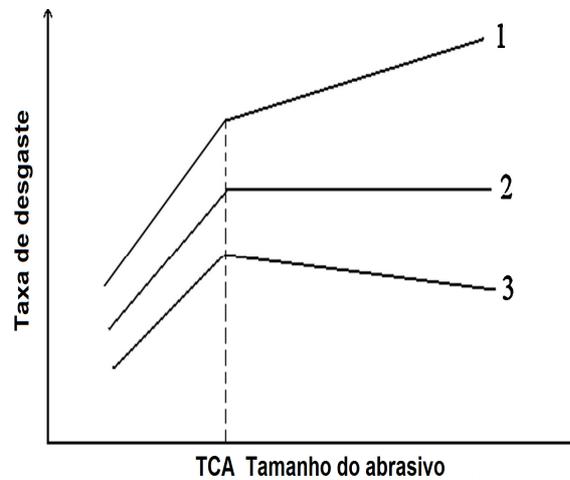


Fonte: (CORONADO; SINATORA, 2011).

O efeito do tamanho do abrasivo foi resumido por CORONADO; SINATORA, 2011, onde de acordo com a literatura foi proposto três comportamentos distintos para a variação do tamanho. Para tamanhos de abrasivo abaixo do tamanho crítico do abrasivo a taxa de perda de massa cresce com o crescimento do tamanho do abrasivo. Após atingido o tamanho crítico do abrasivo pode ocorrer três comportamentos distintos: curva 1, onde a taxa de desgaste aumenta com o aumento do tamanho do abrasivo; curva 2, onde a taxa de desgaste tem evolução quase constante independentemente do tamanho do abrasivo; e curva 3, onde a taxa de desgaste diminui com o aumento do tamanho de abrasivo.

Para verificação do TCA (CORONADO; SINATORA, 2011) testaram amostras de ferro fundido branco em ensaio de abrasão a dois corpos em ensaio de pino contra lixa, com variação da distância percorrida no ensaio de 8 a 169,45m. Foi observado que a perda de massa cresceu até um valor crítico de 36 µm a partir do qual a perda de massa teve um aumento muito pequeno com o aumento do tamanho do grão abrasivo. Foi observado que

Figura 14 – Resumo da alteração da taxa de desgaste com a variação do tamanho do abrasivo.



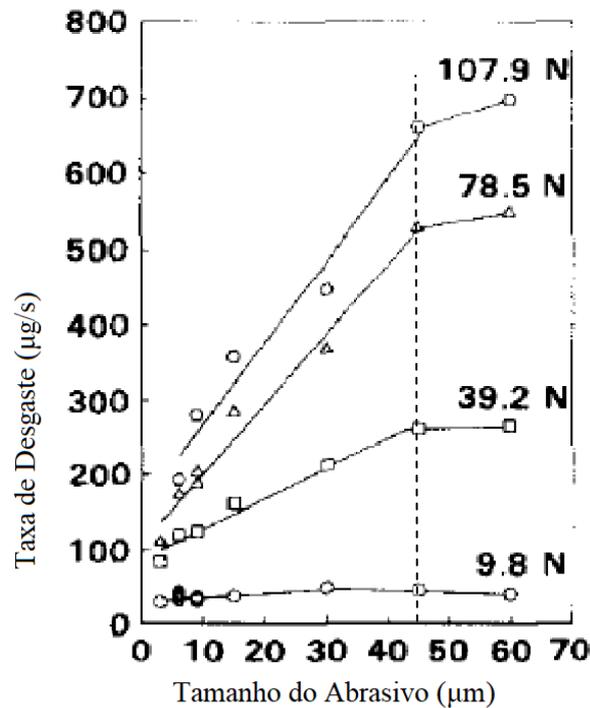
Fonte: (CORONADO; SINATORA, 2011).

O TCA também pode ser explicado com o fenômeno da fratura do abrasivo de maior dimensão, uma vez que por seu maior tamanho há menos pontos de contato e consequentemente uma maior tensão de contato entre a superfície e o abrasivo.

Para averiguação do efeito da força normal os trabalhos a seguir realizaram ensaios com a variação do tamanho do grão abrasivo e força normal aplicada. Foram obtidas correlações que demonstram a variação da perda de massa do material com a variação dos parâmetros tamanho de grão e força aplicada demonstrando o aumento da perda de massa com a carga aplicada como a tendência de quebra do grão abrasivo devido a grande pressão de contato do abrasivo de maior dimensão com a amostra.

MILLER, 1980, mostrou este fenômeno em ensaios de abrasão a três corpos em esferas de molibdênio utilizando partículas de diamante como abrasivo onde os abrasivos acima do TCA sofreram quebra após o ensaio. Na Figura 15 observam-se os dados obtidos por (MILLER, 1980) com um TCA de aproximadamente 48 μm .

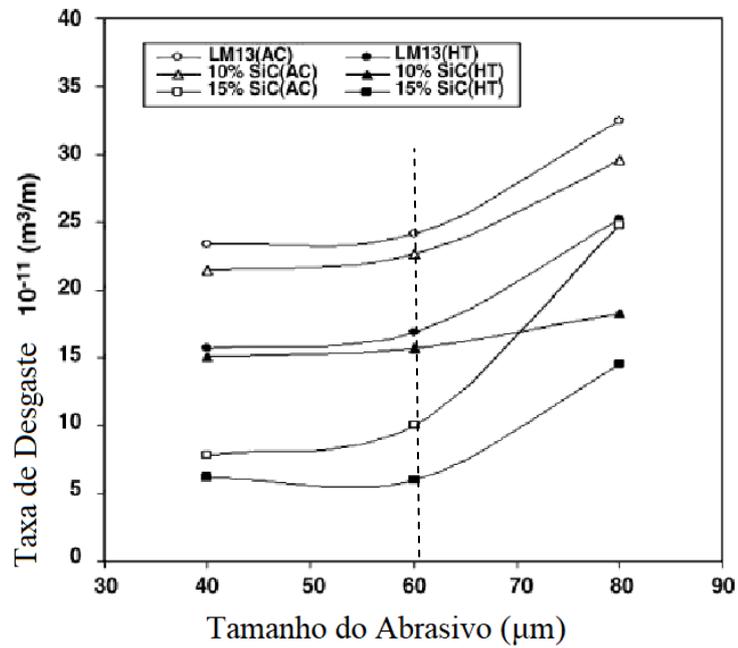
Figura 15 – Taxa de desgaste x tamanho do abrasivo, esfera de molibdênio contra pasta de diamante.



Fonte: (MILLER, 1980).

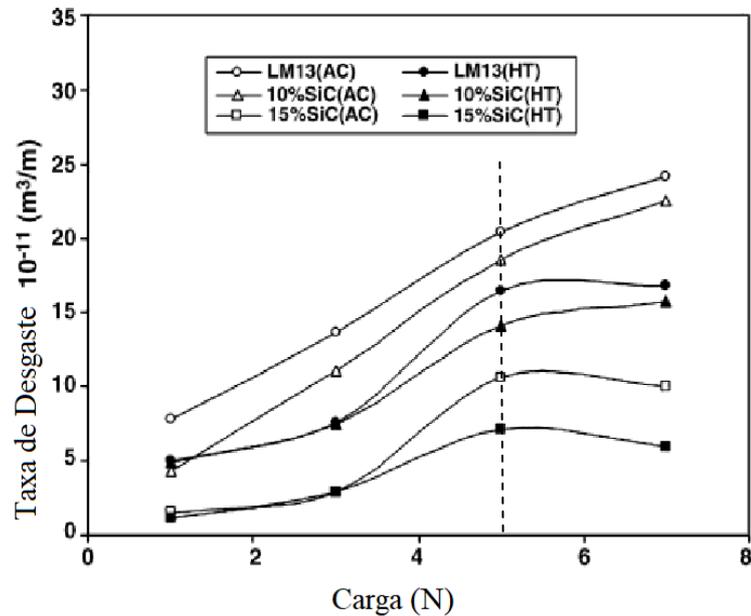
O TCA foi mostrado também por DAS et al., 2008 que, realizando ensaio de abrasão de dois corpos em amostras de alumínio-silício, mostraram que há aumento da taxa de desgaste com o aumento do tamanho do abrasivo. Este aumento foi esclarecido pelos autores devido à maior distribuição de tensão para abrasivos de menores dimensões, gerando uma maior taxa de desgaste quando há menor área de contato quando se utilizou tamanho maior de grão abrasivo, havendo uma maior penetração do abrasivo e consequente aumento da remoção de material. O efeito da maior penetração do abrasivo pelo aumento do tamanho de grão pode ser correlacionado com o mesmo efeito do aumento da carga normal para um abrasivo de menor tamanho. Na figuras Figura 16 observa-se o aumento da taxa de desgaste devido o aumento do tamanho de grão, enquanto na Figura 17 observa-se o aumento da taxa de desgaste devido ao aumento da carga normal para um mesmo tamanho de abrasivo.

Figura 16 – Taxa de desgaste x tamanho do abrasivo, para amostra de alumínio-silício.



Fonte: (DAS et al., 2008).

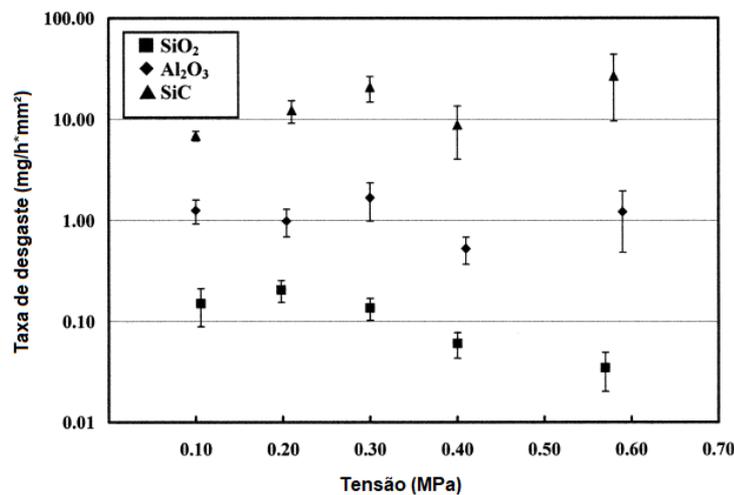
Figura 17 – Taxa de desgaste x aumento da carga normal, amostra de alumínio-silício.



Fonte: (DAS et al., 2008).

A variação da perda de massa com a variação da carga normal do ensaio também foi observado por BOZZI; DE MELLO, 1999. Com o estudo foi observado que com o aumento de carga normal do ensaio após certo ponto a taxa de desgaste sofreu uma considerável diminuição, conforme apresentado na Figura 18. Este fenômeno foi justificado como resultado da quebra do grão abrasivo, onde os ensaios realizados com dióxido de silício (SiO_2) tiveram maior redução após o ponto de máximo a uma pressão de 0,30 MPa, já os ensaios realizados com óxido de alumínio (Al_2O_3) e carbetto de silício (SiC) tiveram uma menor redução comparados ao abrasivo anterior, apresentando uma taxa de perda de massa quase constante após o ponto de máximo desgaste.

Figura 18 – Taxa de desgaste variação de tensão aplicada no abrasivo para amostras aço 1020 revestidas com uma camada de 100 μm de WC-12Co.

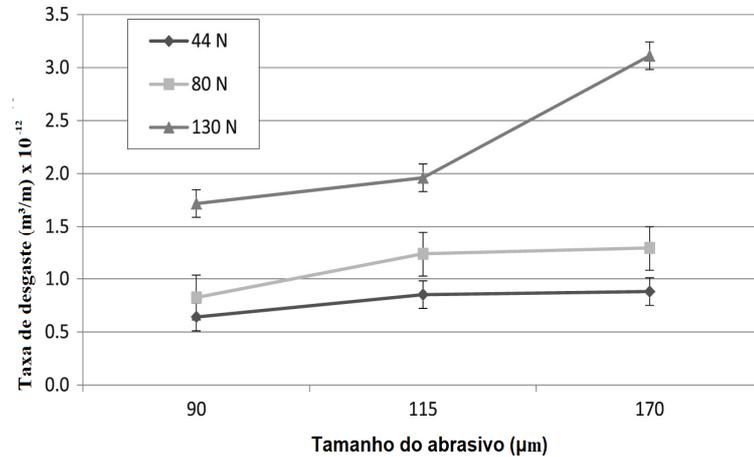


Fonte: (BOZZI; DE MELLO, 1999).

O efeito da força e do tamanho do abrasivo também foi estudado por TOZETTI; ALBERTIN; SCANDIAN, 2017. No trabalho foi realizado ensaio de abrasão a três corpos de prova de ferro fundido de alto cromo em abrasômetro do tipo roda de borracha com variação da carga e do tamanho de abrasivo ensaiado, o experimento demonstrou o aumento da perda de massa até o tamanho crítico de abrasivo encontrado próximo ao diâmetro de 115 μm , conforme apresentado na Figura 19. Para as cargas de 44 N e 130 N após este valor foi observada um valor aproximadamente constante de taxa de desgaste, já para a maior carga ensaiada (130N) foi observado um aumento significativo da taxa de desgaste, o que é justificado pelos autores devido à mudança de mecanismo de desgaste onde no ensaio com o

abrasivo de maior dimensão pode ser observadas marcas de desgaste nas fases duras do material, o que justifica o aumento na taxa de desgaste.

Figura 19 – Taxa de desgaste variação de tensão aplicada no abrasivo para amostras aço 1020 revestidas com uma camada de 100 μm de WC-12Co.



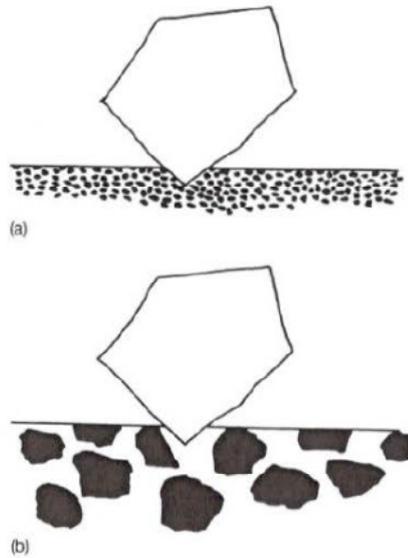
Fonte: (TOZETTI; ALBERTIN; SCANDIAN, 2017).

2.3.2. Efeito da microestrutura

O metal duro é um material compósito bifásico composto por uma fase dura, o carboneto e uma fase de maior tenacidade, o ligante (FANG et al., 2009). Os principais fatores que alteram a taxa de desgaste por abrasão são a dimensão dos carbonetos de fase dura e o teor de ligante do compósito, (GANT; GEE; ROEBUCK, 2005; GEE, Mark G. et al., 2014; KONYASHIN; ANTONOV; RIES, 2020).

Com a variação da dimensão do carboneto em relação ao tamanho do abrasivo, há uma alteração no mecanismo de desgaste. De acordo com (HUTCHINGS, 2017), materiais com a presença de carbonetos de menores dimensões propiciam um comportamento homogêneo e mais resistente do material, enquanto materiais com a presença de carbonetos de maior tamanho e mais dispersos mostram um comportamento variado, ora tendo grande perda de massa ora baixa perda de massa, dependendo da região desgastada (NDLOVU, 2009). Na Figura 20, observa-se o comportamento de um material com carbonetos menores (ilustração A) e o comportamento de material com carbonetos maiores (ilustração B) HUTCHINGS, 2017.

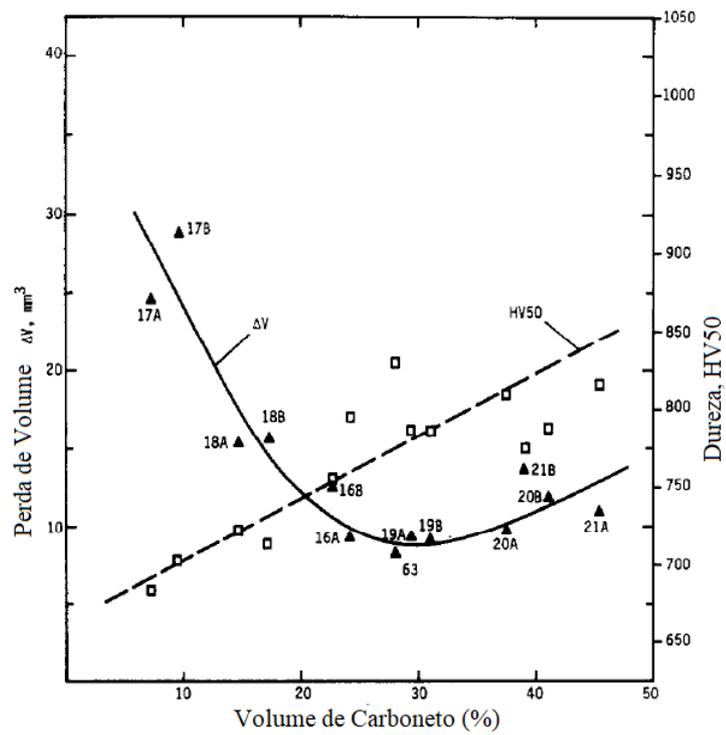
Figura 20 – Variação do mecanismo de abrasão para diferentes tamanhos de carbonetos.



Fonte: (HUTCHINGS, 2017).

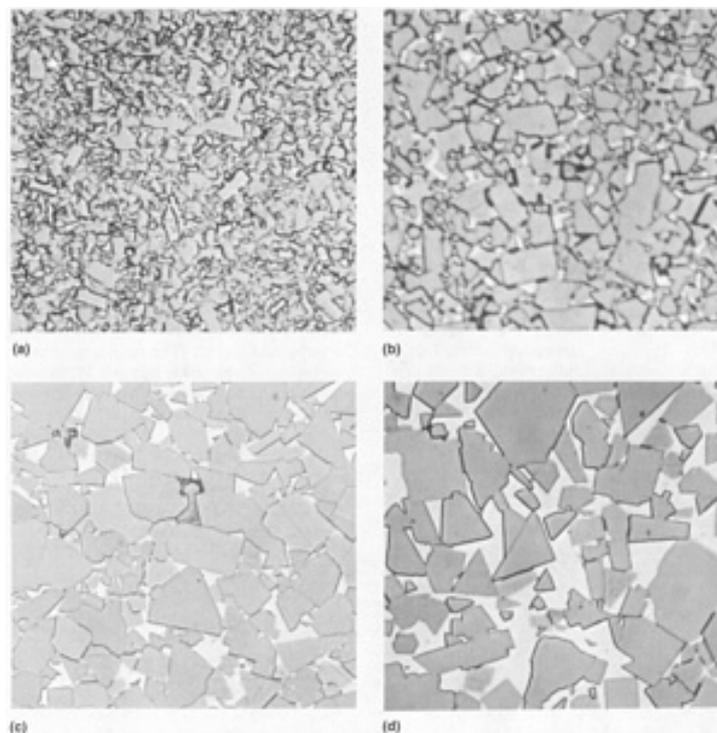
O efeito do tamanho de carbonetos na microestrutura também foi analisado por ZUM GAHR; ELDIS, 1980, que observaram que o aumento do volume de carbonetos na matriz eleva a resistência à abrasão da liga. Contudo, esta melhora é limitada por um valor máximo a partir do qual o excesso do volume de carbonetos aumenta novamente a taxa de perda de volume, devido à fragilização matriz devido à diminuição de material ligante. Na Figura 21 é observado este fenômeno, já na Figura 22 vemos um exemplo da distribuição de carbonetos encontrados no compósito de metal duro.

Figura 21 – Perda de volume VS volume de carboneto em ferros fundidos brancos.



Fonte: (ZUM GAHR; ELDIS, 1980).

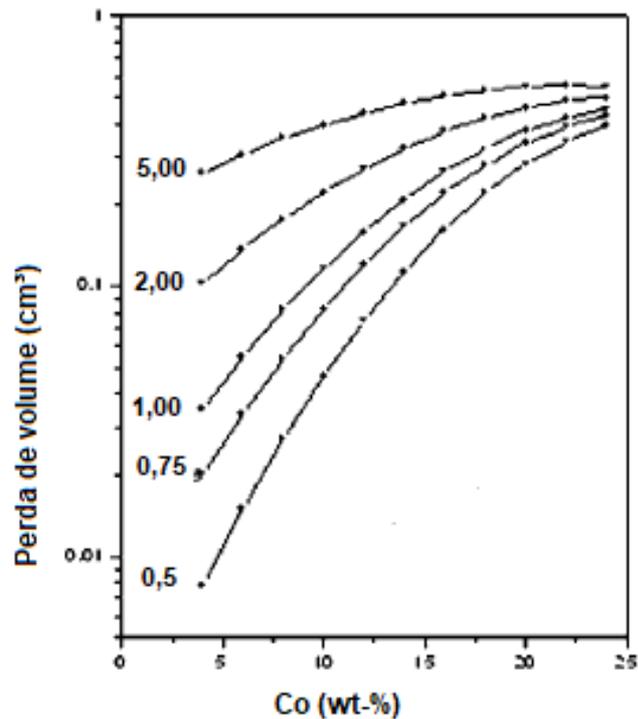
Figura 22 – Variação no formato e dimensões dos grãos de carboneto no compósito de WC-Co.



Fonte: (ASM, 1998b).

ROEBUCK; GANT; GEE, 2007 elaboraram em uma série de mapas com as propriedades de abrasão e tenacidade à fratura de diversas ligas de WC-Co contendo de 6 a 25% de cobalto, com tamanhos de grão de WC de 0,5 a 5 μm . Com este estudo foi obtido o gráfico exibido na Figura 23, nele se pode observar o comportamento da liga de WC-Co com a variação dos parâmetros, onde uma liga com o mesmo tamanho de grão possui menor resistência ao desgaste com o aumento do teor de ligante, cabendo também observar que uma liga com o mesmo teor de ligante apresenta uma maior resistência ao desgaste ao se utilizar menor tamanho de grão no composto. Este fenômeno pode ser explicado pela ilustração da Figura 20, que apresenta que uma liga com menor grão constituinte possui um comportamento mais homogêneo a resistência ao desgaste.

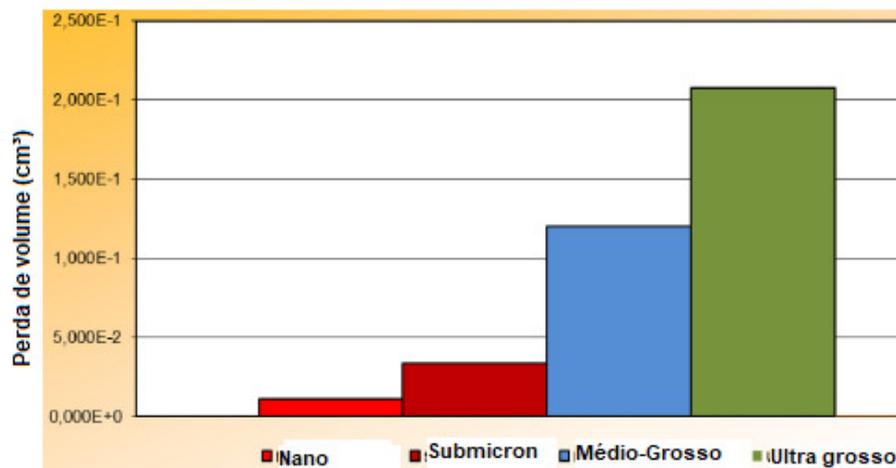
Figura 23 – Variação da perda de massa do WC-Co com alteração do teor de ligante e do tamanho médio de WC.



Fonte: (ROEBUCK; GANT; GEE, 2007).

Ensaio de roda de borracha a seco foram realizados por KONYASHIN; ANTONOV; RIES, 2020, os autores utilizaram para os ensaios amostras de WC-10Co com tamanhos de grão de: 0,2; 0,8; 2,5 e 5,0 μm com tamanho médio de abrasivo 0,2 a 0,3 mm, sendo obtido o diagrama apresentado na Figura 24. Os resultados mostraram as menores perdas de massa para a liga com tamanho de grão 0,2 μm , tendo uma variação de perda de massa de aproximadamente 20x da amostra com grão nano para a amostra com grão ultra-grosso, tendo todas as amostras o mesmo teor de ligante (10%Co).

Figura 24 – Diagramas de perda de volume para ligas de WC-Co com diferentes tamanhos de grão de WC.

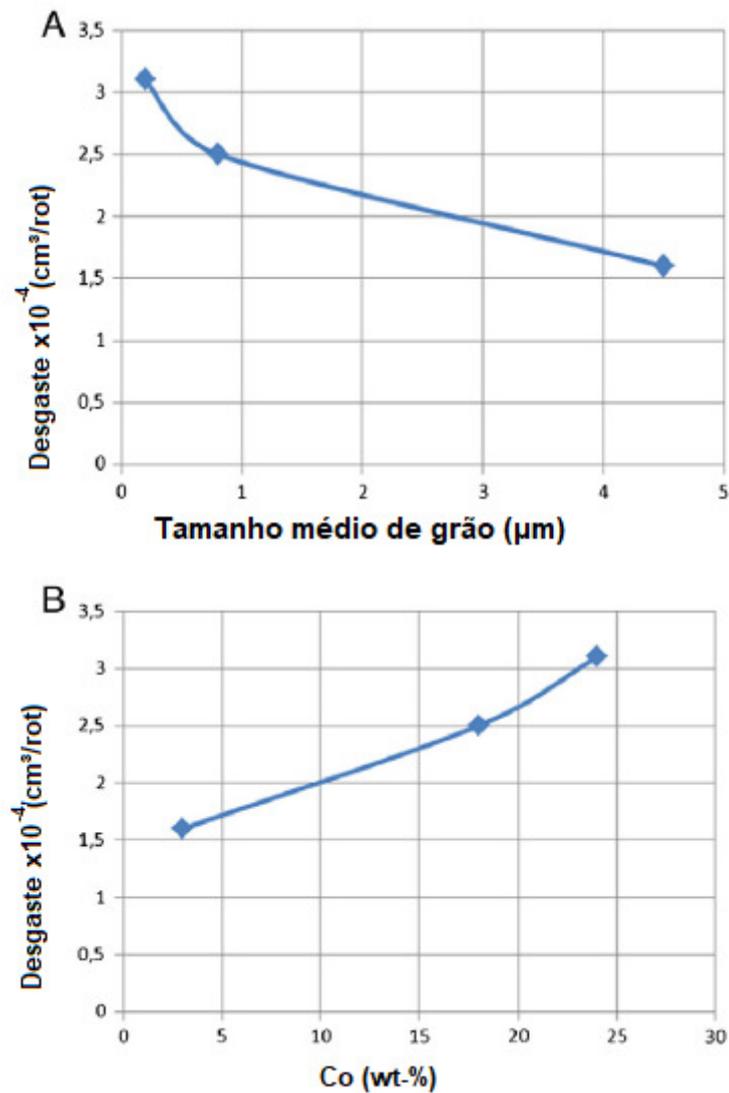


Fonte: (KONYASHIN; ANTONOV; RIES, 2020)

Para caracterização e comparação da relevância do ligante e tamanho de grão a resistência ao desgaste da liga KONYASHIN; RIES, 2014 realizaram ensaios de roda de borracha em amostras com diferentes composições de ligante e tamanhos de grão. Foram realizados ensaios com as amostras: WC-24Co com tamanho de grão de 200nm; WC-18Co com tamanho de grão 0,8 μm ; WC-3Co com tamanho de grão 4,5 μm , sendo apresentados os resultados nos gráficos A-) e B-) da Figura 25. Foi observado pelos autores que as ligas com menores tamanhos de grão (WC-24Co - grão de 200nm; WC-18Co - 0,8 μm) apresentaram as maiores perda de massa ($3,1$ e $2,5 \times 10^{-4} \text{ cm}^3/\text{rev}$) respectivamente, enquanto a liga maior tamanho de grão, mas menor teor de ligante (WC-3Co grão 4,5 μm) apresentou um desgaste de $1,5 \times 10^{-4} \text{ cm}^3/\text{rev}$. Em análise microscópica os autores observaram que a liga com menor

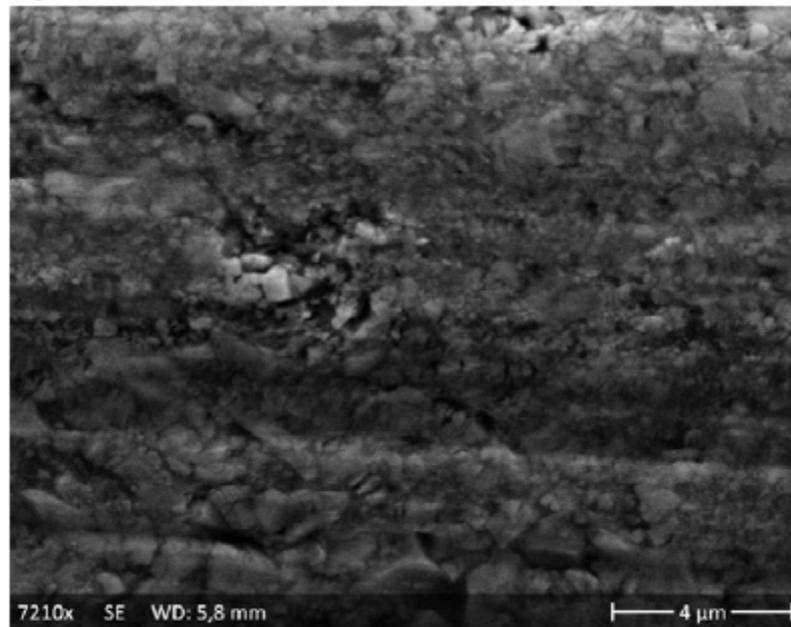
perda de massa e maior grão não apresentava marcas de abrasão na região de ligante, enquanto que as ligas com menor tamanho de grão, mas que com maior teor de ligante apresentaram severo desgaste na região do ligante com regiões de perda de carboneto da matriz, justificando assim o aumento da perda de massa da amostra, conforme apresentado na Figura 26.

Figura 25 – Perda de massa em amostras de WC-Co ensaiadas em abrasômetro de roda de borracha com diferentes tamanhos de grãos de WC e de teores de ligante.



Fonte: (KONYASHIN; RIES, 2014).

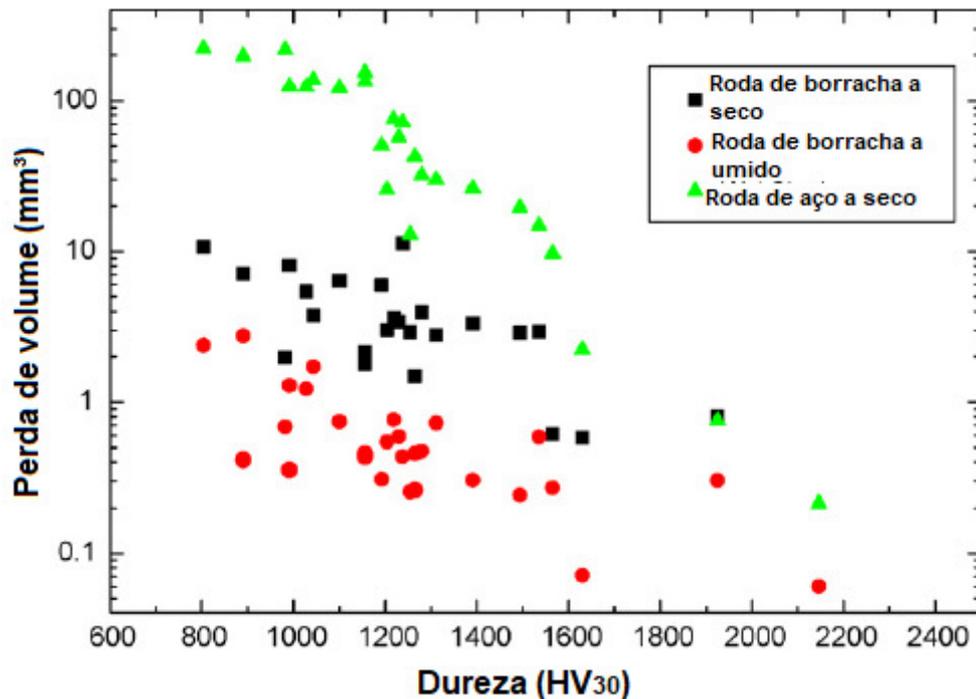
Figura 26 – Superfície desgastada de WC-18Co com tamanho de grão 0,8 μm , região com abrasão de ligante e perda de grãos de WC.



Fonte: (KONYASHIN; RIES, 2014).

GEE, M. G.; GANT; ROEBUCK, 2007 realizaram testes com três tribômetros diferentes para comparação da severidade do mecanismo de desgaste em amostras de WC-20Co através da variação da dureza decorrente da alteração da microestrutura da amostra. Os autores realizaram testes em roda de borracha, roda de borracha a úmido e roda de aço a úmido, foi observado que o tribômetro de roda de borracha a úmido foi o que apresentou menor severidade ao desgaste, seguido pelo ensaio de roda de borracha a seco e finalmente o que apresentou maior grau de severidade foi o ensaio de roda de aço a úmido. Os autores atribuíram este resultado, no caso da roda de aço a úmido a severidade do contracorpo que devido a sua elevada dureza causou microtrincamento no material e remoção de fragmentos inteiros da amostra com grãos de WC e de ligante. Na Figura 28 são mostrados os resultados comparativos obtidos pelos autores.

Figura 27 – Alteração do tribossistema com variação da roda utilizada e meio de ensaio (seco X úmido) e variação da microestrutura de amostras de WC-20Co.

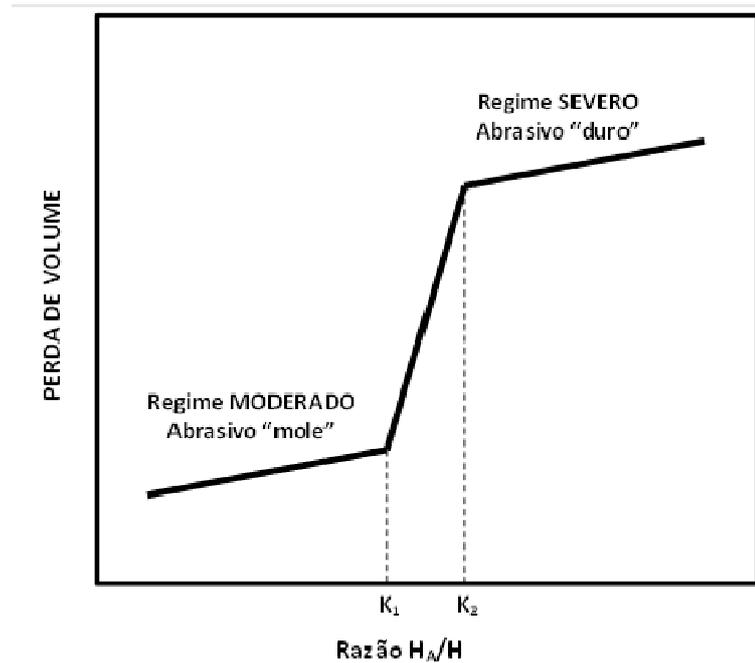


Fonte: (GEE, M. G.; GANT; ROEBUCK, 2007).

Outra característica importante da microestrutura é sua dureza. HUTCHINGS, 2017, dividiu o desgaste em dois regimes, de acordo com proporção entre a dureza do abrasivo e amostra. A divisão foi realizada em regime moderado e regime severo.

O regime de desgaste severo é caracterizado pelo abrasivo ter dureza pelo menos 20% superior à dureza do material da superfície, sendo apreciadas maiores taxas de perda de massa. Já o regime de desgaste moderado é definido pelo abrasivo possuir dureza menor que 1,2 vezes a dureza da superfície, tendo menores taxas de perda de massa (HUTCHINGS 2001). Na Figura 28 é mostrada esquematicamente a variação da perda de material com a razão H_A/H_m (Dureza do abrasivo/Dureza do material desgastado) apresentado por (ZUM GAHR, 1987).

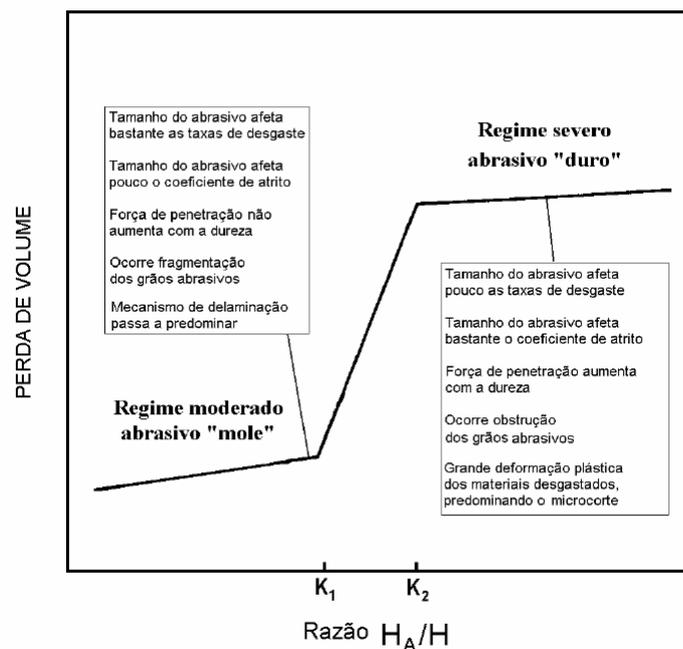
Figura 28 – Regime moderado e severo de acordo com a variação da razão H_A/H_m .



Fonte: (ZUM GAHR, 1987).

Estudos realizados por (PINTAUDE, 2002) mostraram que no regime moderado a importância do tamanho de grão do abrasivo na perda de massa é muito mais expressiva do que no regime severo, como mostra a Figura 29.

Figura 29 – Fatores que influenciam o regime de desgaste severo e moderado.



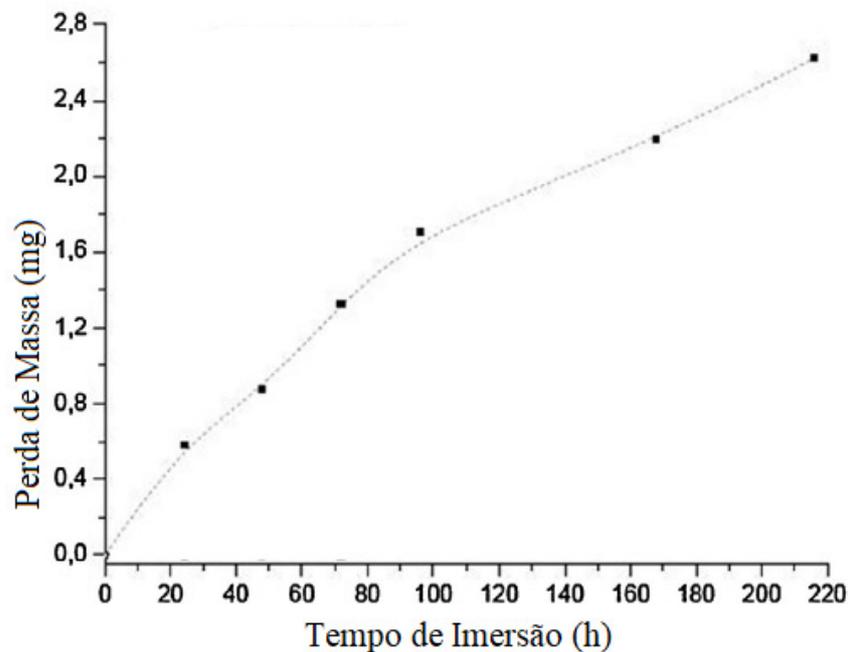
Fonte: (PINTAUDE, 2002).

2.4. Corrosão do metal duro

O estudo da corrosão mostra-se de grande importância na indústria da exploração mineral, uma vez que muitas das lavras são realizadas de forma subterrânea (mineração fechada) ou em valas abertas (mineração a céu aberto). Estas atividades envolvem um meio aquoso, por exemplo, na mineração a céu aberto a água tem origem das chuvas se juntando no fundo da cava; ou no caso da mineração subterrânea, a água se origina da percolação do lençol freático. Em ambos os casos ela entra no tribossistema originando corrosão ou ainda abrasão-corrosão.

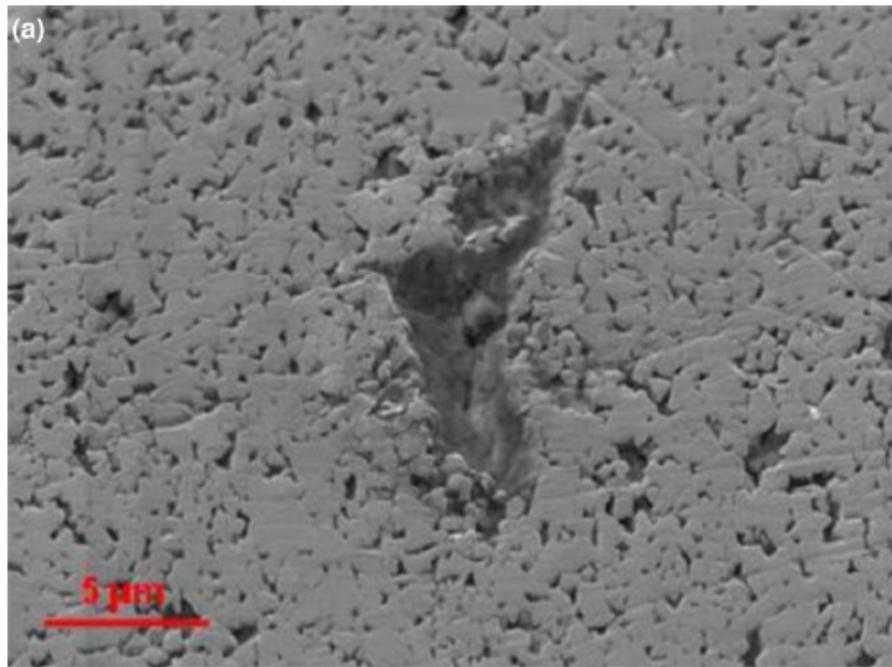
BROOKES, 2015, realizou testes em amostras de WC-Co imersas em uma solução criada em laboratório com as mesmas características da água de processo utilizada na mineração. As amostras ficaram imersas de 24 a 220 horas nesta solução. Os resultados são mostrados nas Figura 30 a Figura 33.

Figura 30 – Perda de massa por tempo de imersão em solução de “água de processo”.



Fonte: (BROOKES, 2015).

Figura 31 – Corrosão de ligante após 168 horas de imersão em “água de processo”.



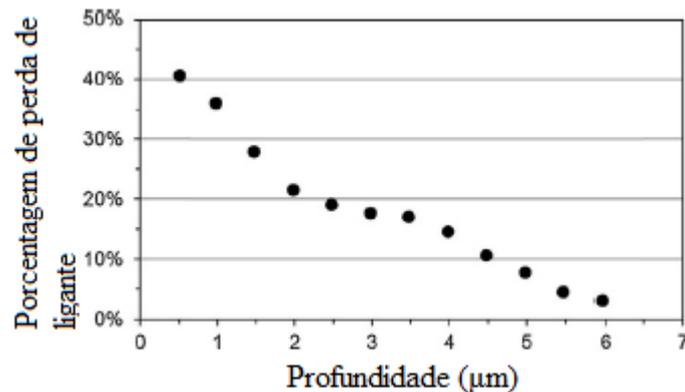
Fonte: (BROOKES, 2015).

Figura 32 – Corte realizado em FIB da seção mostrada na Figura 31.



Fonte: (BROOKES, 2015).

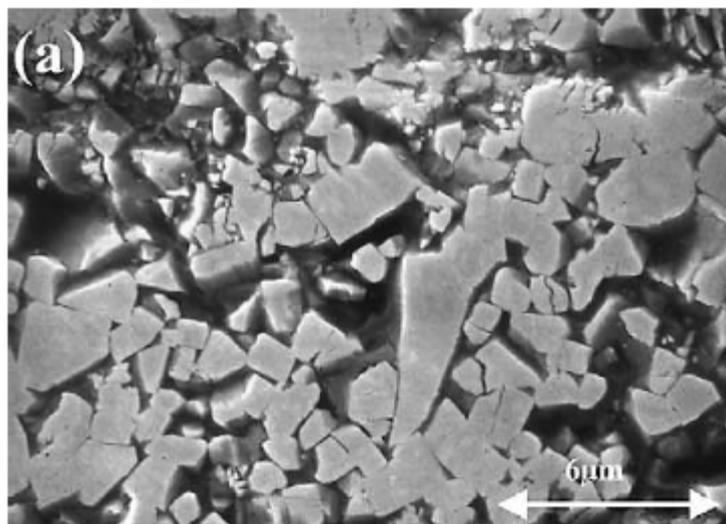
Figura 33 – Variação da perda de ligante com a profundidade.



Fonte: (BROOKES, 2015).

EDTMAIER et al., 2005, realizaram estudos de remoção seletiva do cobalto de amostras de WC-Co. O autor descreve a reação de remoção do cobalto como uma corrosão seletiva de oxiredução, conhecida comumente como leaching. Contudo o cobalto possui em sua superfície uma camada protetora de óxido de cobalto (CoO) que impede que o metal seja corroído livremente, por este motivo o autor esclarece que o cobalto mantém sua estabilidade em condições de pH neutro ou básico. Entretanto quando em contato com meio ácido o óxido de cobalto é dissolvido pelo ácido presente e exibe uma nova frente de metal puro a ser oxidado, iniciando o processo de oxiredução, onde a nova frente de óxido formada é novamente dissolvida reiniciando o processo. Na Figura 34 é apresentada microestrutura de amostra de WC-14Co após ataque de solução ácida.

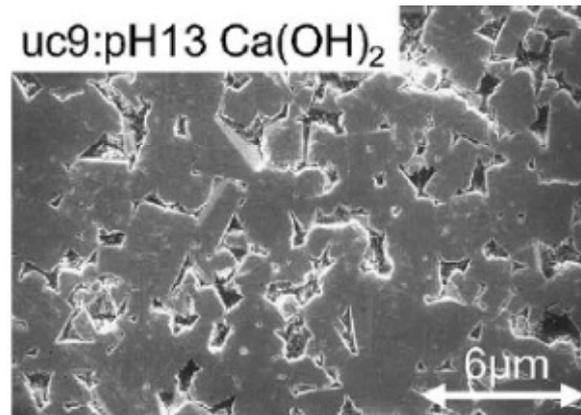
Figura 34 – Amostra de metal duro WC-14Co após ensaio em solução H_2SO_4 com pH 1,1 .



Fonte: (GANT; GEE; MAY, 2004a).

Entretanto quando a camada de óxido de cobalto (CoO) é exposta a meios alcalinos a camada de óxido superficial é ampliada gerando efeito protetor na amostra de metal duro. Na Figura 35 é apresentada microestrutura de metalduro WC-9Co ensaiada em meio aquoso com pH 13, na imagem é possível notar a formação de uma camada de óxido cobrindo os grãos de carboneto e o ligante da amostra

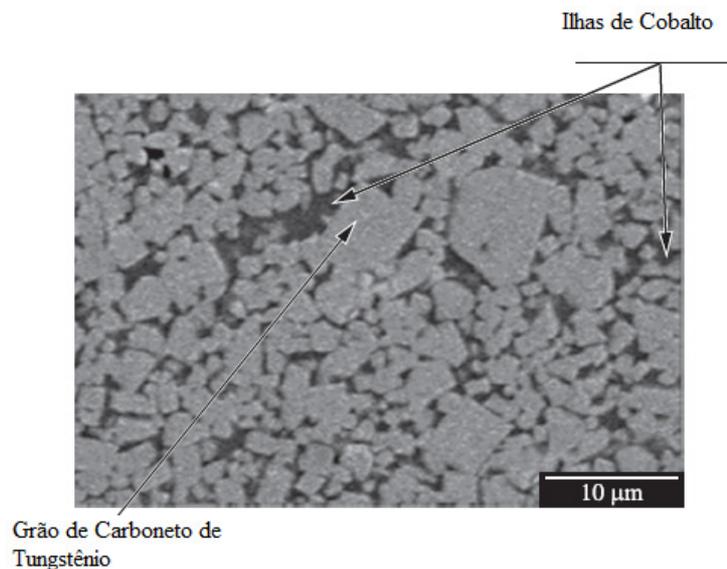
Figura 35 – Amostra de metalduro WC-9Co após ensaio em solução $\text{Ca}(\text{OH})_2$ com pH 13 .



Fonte: (GANT; GEE; MAY, 2004a).

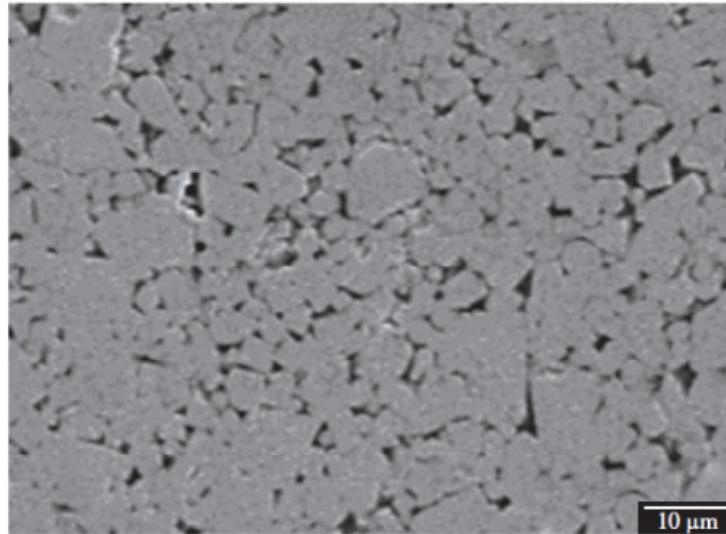
MARTINS et al., 2011 ainda observara que a corrosão se inicia nos pontos de maior concentração disponível de ligante. Estas regiões são denominadas como ilhas de ligante (no caso o cobalto) formada na estrutura do compósito, como se observa nas Figura 36 e Figura 37.

Figura 36 – “Ilhas” de cobalto em liga de WC10Co.



Fonte: (MARTINS et al., 2011).

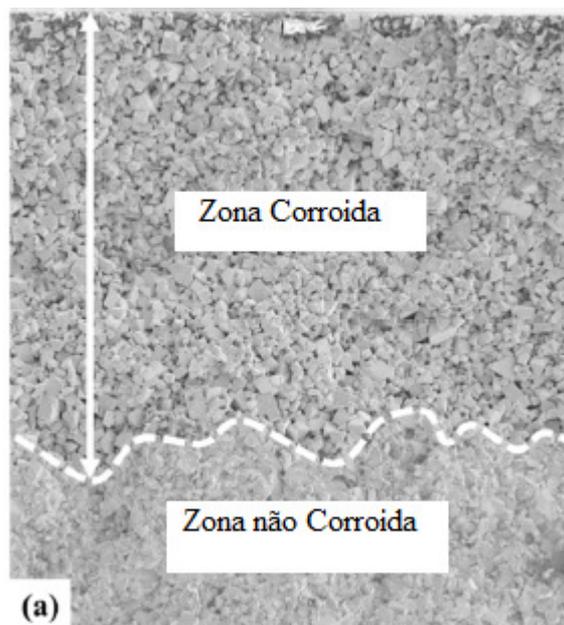
Figura 37 – Início da corrosão na região de “ilhas” de cobalto em liga de WC10Co.



Fonte: (BROOKES, 2015)

O mesmo fenômeno pôde ser observado por (RICHTER; MICHALIK, 2019; ZHENG et al., 2019). ZHENG et al., 2019 mostrou ainda a perda de ligante de 150 μm abaixo da superfície em uma amostra de WC-10Co submetida a ensaio de 240 h em ácido clorídrico (HCl). Na Figura 38 pode-se observar a amostra obtida por (ZHENG et al., 2019)

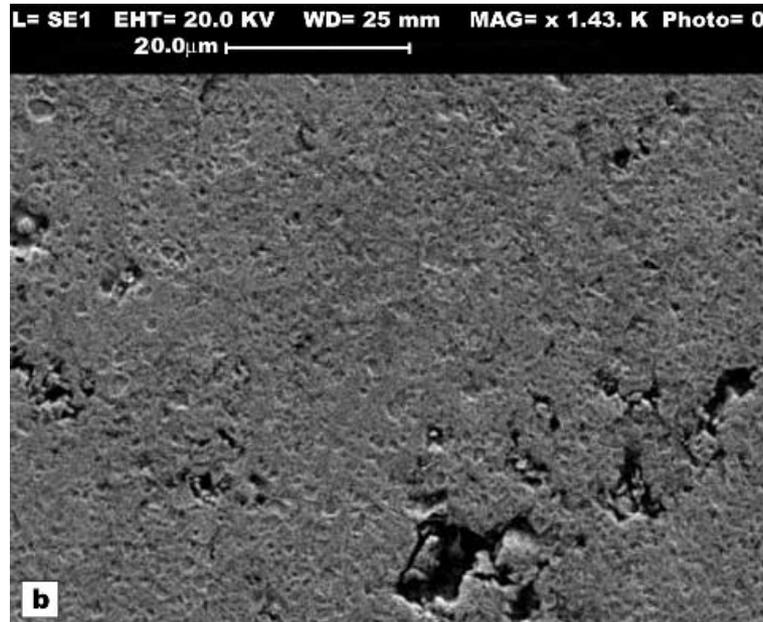
Figura 38 – Zona de corrosão na seção transversal do composto de WC10Co.



Fonte: (ZHENG et al., 2019)

Já PERRY; NEVILLE; HODGKIESS, 2002, obtiveram resultados semelhantes para corrosão do compósito de WC-Co, como se observa na Figura 39, com os pontos de corrosão iniciados a partir das regiões com alta concentração de ligante.

Figura 39 – Início da corrosão na região de “ilhas” de cobalto em liga de WC-10Co.



Fonte: (PERRY; NEVILLE; HODGKIESS, 2002)

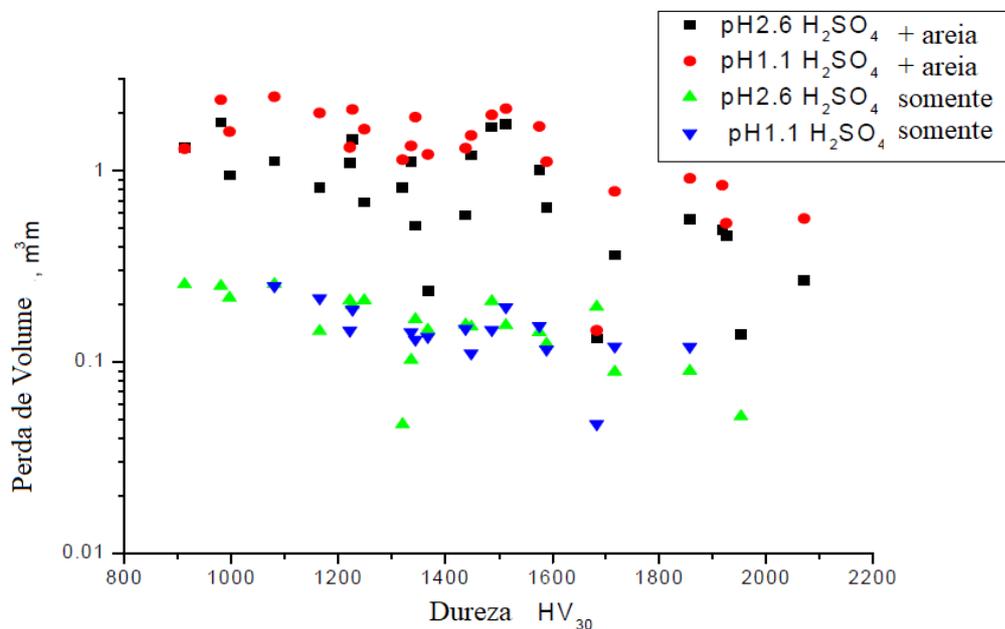
2.5. Desgaste corrosivo-abrasivo

O desgaste na indústria da mineração não ocorre de forma isolada, pois ao mesmo tempo em que há a presença de grão abrasivo, também ocorre à presença de água e umidade no mineral oriunda do solo e das intempéries. Da mesma maneira, a corrosão neste tipo de atividade não ocorre separadamente uma vez que há a liberação de sais básicos e ácido vindos do solo junto com o minério explorado.

Com isto há necessidade do estudo do sinergismo da abrasão-corrosão, onde há a abrasão pelas partículas endurecidas e a corrosão em meio aquoso. Os produtos de corrosão são removidos pela abrasão liberando uma nova frente de metal despassivado para nova frente de corrosão (S. LABIAPARI et al., 2019; WATSON et al., 1995).

GANT; GEE; MAY, 2004b realizaram ensaio de roda de borracha a úmido com carga de 130 N, com abrasivo de areia de sílica com granulometria entre 200-312 μm . O pH foi modificado com a adição de ácido sulfúrico sendo utilizado os valores de pH 1,1 e 2,6 para solução aquosa do ensaio. Os autores variaram o uso ou não de areia durante o ensaio. Conforme se pode observar na Figura 40, as amostras que sofreram o sinergismo de abrasão corrosão sofreram taxas de desgaste 5 vezes superiores às taxas de desgaste das amostras que não foram ensaiadas com a utilização de areia como abrasivo.

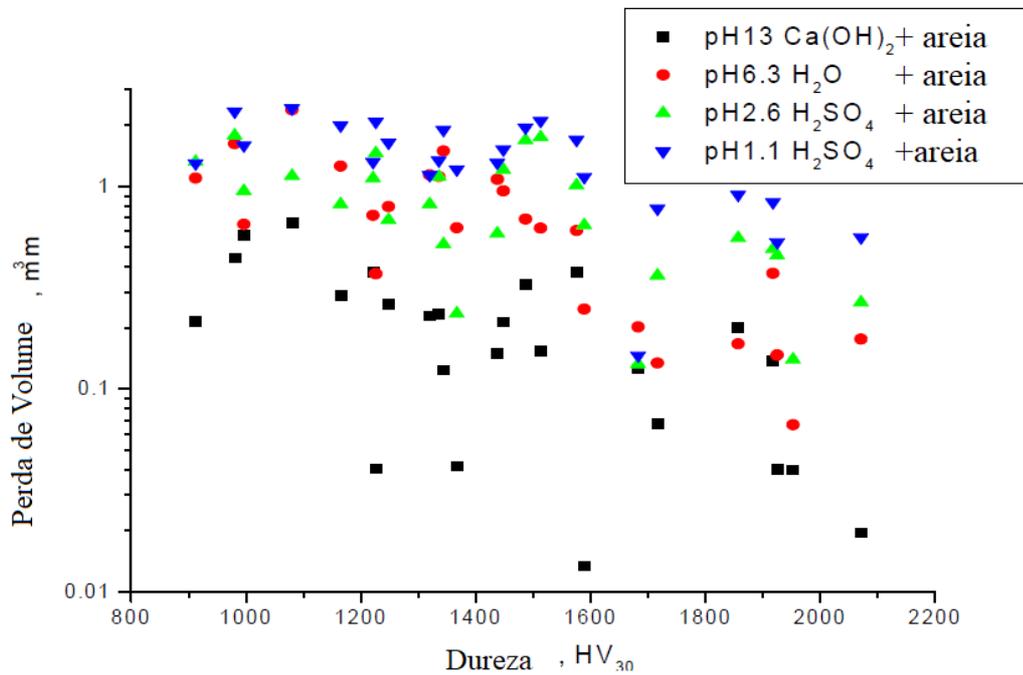
Figura 40 – Perda de volume em ensaio de roda de borracha a úmido com a variação da dureza da amostra de WC-Co em diferentes pH's.



Fonte: (GANT; GEE; MAY, 2004b)

Os autores ainda realizam ensaios com uma variação maior de valores de pH, sendo adotados valores de pH 1,1; 2,6; 6,3; 13. Com estes ensaios os autores verificaram uma queda abrupta da taxa de desgaste com o aumento do pH do meio ensaiado. Este fato foi relacionado pelos autores devido a redução da ação corrosiva no sinergismo abrasão-corrosão. Na Figura 41 observa-se a variação da perda de volume com a variação do pH do ensaio.

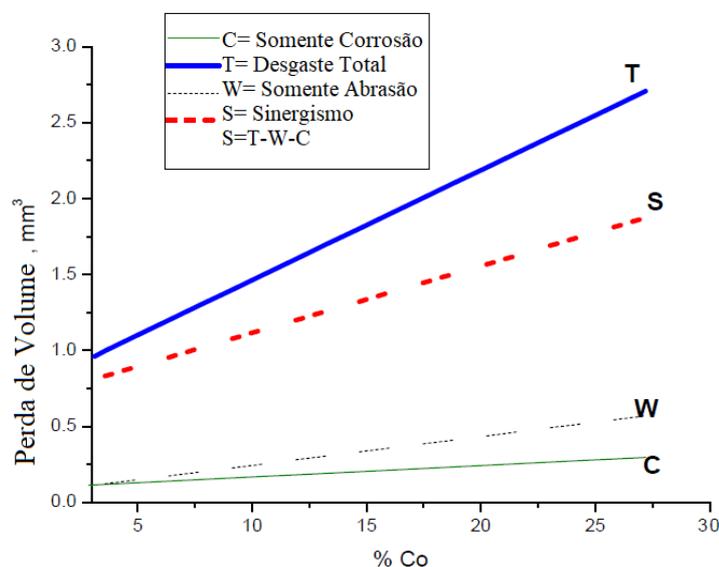
Figura 41 – Perda de volume em ensaio de roda de borracha a úmido com a variação do pH do meio ensaiado.



Fonte: (GANT; GEE; MAY, 2004b)

GANT; GEE; MAY, 2004b realizaram ensaio de corrosão nas amostras ensaiadas com diferentes teores de ligante, os autores separaram as influências de cada mecanismo para a taxa total de desgaste. Na Figura 42 observa-se a taxa de perda de massa para os mecanismos de corrosão, abrasão, total e a contribuição do sinergismo no processo de abrasão-corrosão.

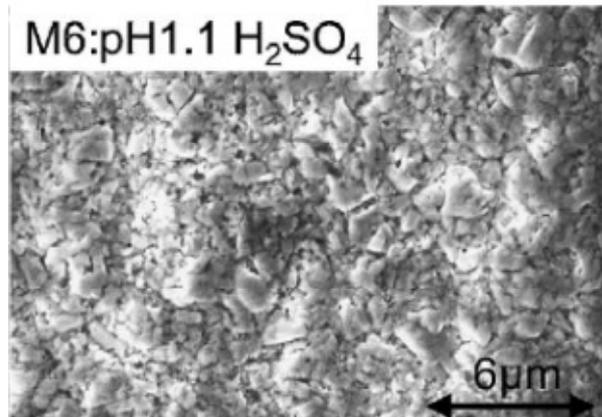
Figura 42 – Variação da perda de volume com a variação do teor de ligante da amostra de WC-Co.



Fonte: (GANT; GEE; MAY, 2004b).

GANT; GEE; MAY, 2004a, realizaram ensaio de microabrasão-corrosão em amostras de WC-Co com teores de ligante de 6 a 10% de cobalto, os autores realizaram ensaios nos pH's: 1,1; 2,6; 6,3 e 13. Com a realização do ensaio, foi observada a formação de uma superfície com os carbonetos expostos, mas sem a presença de ligante na superfície, conforme mostrado na Figura 43.

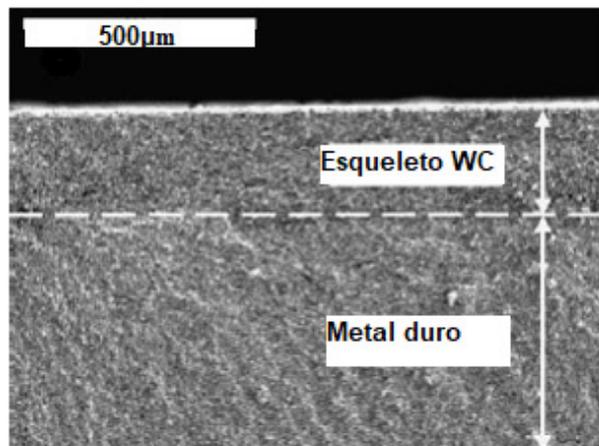
Figura 43 – Superfície de desgaste de amostra de WC-9Co após ensaio em pH 1,1.



Fonte: (GANT; GEE; MAY, 2004a).

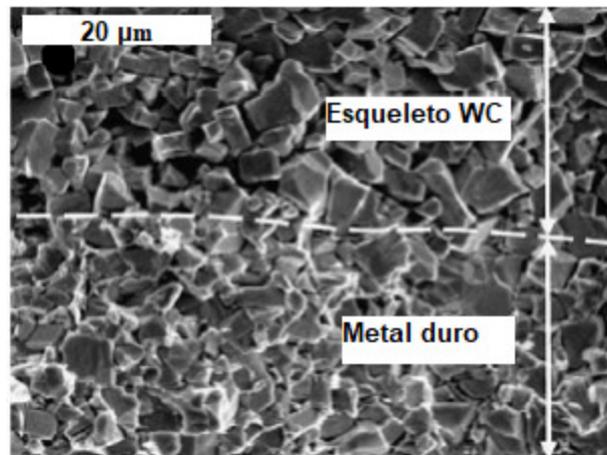
O fenômeno ocorrido na amostra da Figura 43 é descrito por SUTTHIRUANGWONG; MORI, 2003, como processo de esquelitização do metal duro. Onde devido o processo corrosivo o ligante é dissolvido permanecendo somente a estrutura com os grãos de carboneto interligados. Este processo ocorre até no máximo dezenas de micrometros da superfície em contato com o meio ácido, conforme se observa na Figura 44 e Figura 45.

Figura 44 – Seção transversal da amostra de WC-9Co ensaiada em solução de H_2SO_4 .



Fonte:(SUTTHIRUANGWONG; MORI, 2003).

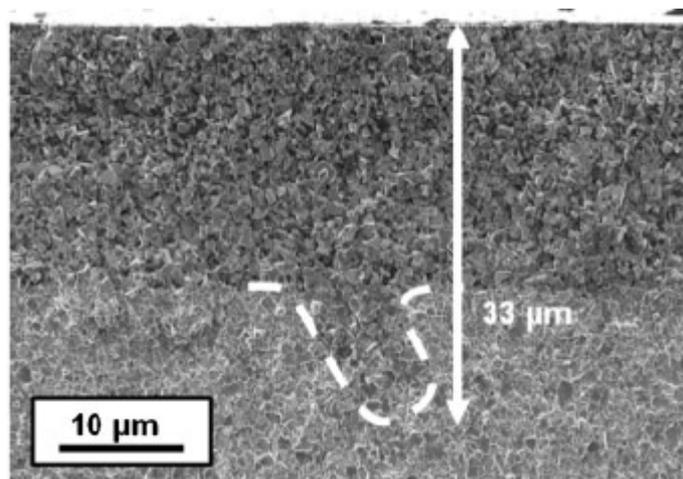
Figura 45 – Seção transversal da amostra de WC-9Co ensaiada em solução de H₂SO₄ com pH 1,0.



Fonte:(SUTTHIRUANGWONG; MORI, 2003).

O fenômeno de desgaste corrosivo foi observado por TARRAGÓ et al., 2014, em amostras de WC-15Co ensaiadas em solução ácida de água de mina sintética foi observado uma remoção de ligante de aproximadamente 33μm, conforme apresentado na Figura 46

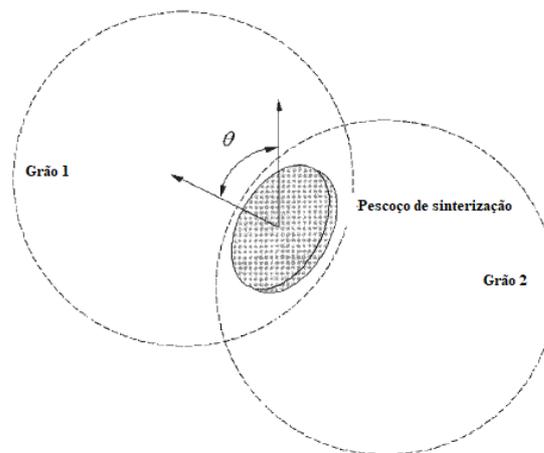
Figura 46 – Seção transversal da amostra de WC-15Co após ensaio em solução ácida.



Fonte:(TARRAGÓ et al., 2014).

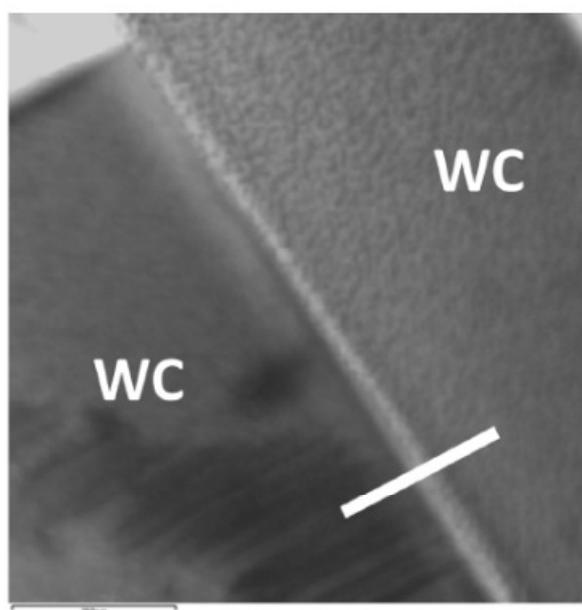
A ocorrência do processo esquelitização é esclarecido por LIU; FANG, 2004, como consequência devido ao processo líquido da sinterização do compósito onde devido a pressão de sinterização e a temperatura empregada é formado o processo de “pescoço de sinterização”, conforme mostrado na Figura 47. Neste processo há o contato dos grãos de WC e devido a alta pressão e alta temperatura ocorrendo a união dos grãos de WC, conforme apresenta a Figura 48 de ZAITSEV; SIDORENKO; KONYASHIN, 2022.

Figura 47 – Ilustração do contato formado entre dois grãos de WC durante o processo de sinterização.



Fonte:(LIU; FANG, 2004).

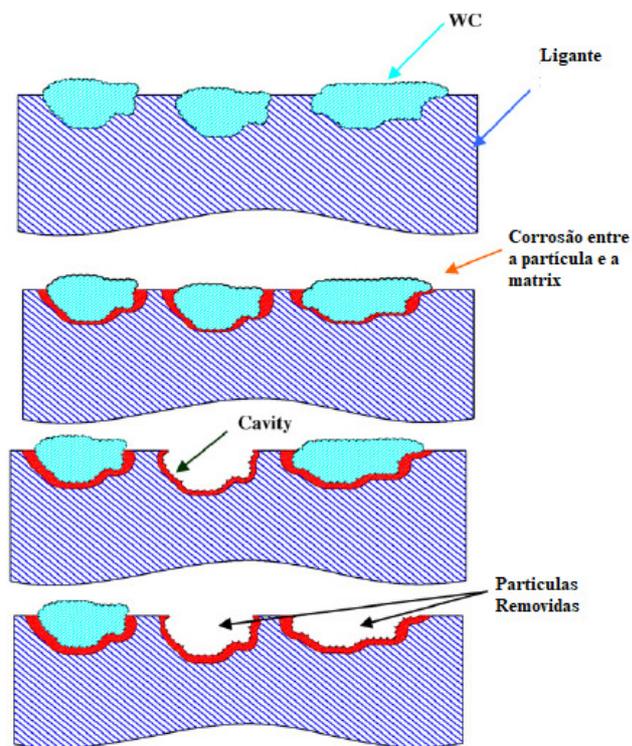
Figura 48 – União dos grãos de WC após sinterização de liga WC-6Co.



Fonte:(ZAITSEV; SIDORENKO; KONYASHIN, 2022).

Caso a liga possua tamanho de grão de WC pequeno ou alto teor de ligante STACK; ABD EL BADIA, 2006, demonstra a ocorrência do processo de abrasão-corrosão-erosão da amostra. Neste processo na qual a ação do abrasivo remove a fase de menor dureza (o ligante), iniciando-se então a corrosão entre o grão duro de WC e ligante, no caso cobalto. Sendo corroída a ligação entre o grão de WC e o cobalto, devido a força do processo abrasivo o grão de carboneto de tungstênio é arrancado iniciando-se novamente o processo de abrasão na fase menos dura de ligante. Na Figura 49 é exemplificado o processo de abrasão-corrosão-erosão de metalduro com alto teor de ligante.

Figura 49 – Diagrama do processo abrasivo-corrosivo-erosivo de amostras de metal duro.



Fonte:(STACK; ABD EL BADIA, 2006).

3. Objetivos da Dissertação.

Esta dissertação tem como objetivo contribuir para a seleção de metal duro na aplicação da indústria da mineração de acordo com a condição do sistema seja ele somente abrasivo ou abrasivo com sinergismo abrasão-corrosão. Por isso, estuda o efeito das variáveis do sistema, a força normal aplicada e o pH do meio, bem como a variável do material e os teores de ligante (Co e Ni), na resistência ao desgaste (abrasão-corrosão) do metal duro. Em decorrência das variações de microestrutura são também estudadas as grandezas como durezas do material, relação entre dureza do material e dureza do abrasivo no desgaste.

4. Materiais e Métodos.

Foram selecionadas diferentes composições de metal duro, com variação no teor de ligante utilizado (Co, Ni e Ni-Co) e diferentes teores de ligante (3% a 29%), sendo submetidos a ensaio de abrasão-corrosão com variação do pH do meio aquoso submetido, possibilitando assim a classificação e comparação das ligas utilizadas. A escolha das ligas decorreu da hipótese inicial do trabalho de que as classes mais adequadas de metal duro para a moagem de alta energia de minério de ferro têm durezas volumétricas superiores à da sílica, abrasivo mais comum naqueles minérios.

Este item apresenta os detalhes que levaram a escolha dos parâmetros e metodologia utilizada nos ensaios para verificação dos processos de abrasão-corrosão ocorrentes em campo. Este item foi dividido com os tópicos:

4.1 Corpos de prova: Neste item serão apresentados os corpos de prova utilizados nos ensaios, suas dimensões, composição química, teor de ligante.

4.2 Preparação Metalográfica e Metalografia: Nesta parte do item serão expostos os processos de preparação das amostras (corte, desbaste, polimento), bem como os reagentes utilizados para revelação da microestrutura e a descrição dos equipamentos utilizados para obtenção das imagens metalográficas.

4.3 Caracterização da superfície das amostras: É apresentado nesta parte do item a metodologia utilizada para mensuração dos parâmetros de superfície (rugosidade, dimensão dos picos e vales,...), como também o equipamento utilizado e os critérios observados para comparação dos processos.

4.4 Dureza: Neste segmento é apresentado o método de determinação da dureza superficial das amostras, bem como a norma utilizada para tal análise.

4.5 Ensaio de Desgaste à úmido: Nesta seção do texto é apresentado o tribômetro utilizado para os ensaios, como também, as cargas utilizadas, pHs do meio aquoso e tempos de ensaio.

4.6 Abrasivo: O tipo de abrasivo utilizado, sua origem, granulometria e caracterização são apresentados neste trecho do texto.

4.7 Solução aquosa: Esta seção do texto apresentará os pHs do meio utilizado, bem como suas composições e justificativas de seus usos.

4.8 Densidade das amostras: Esta subdivisão do texto irá expor o método utilizado para mensuração da densidade das amostras, as normas e os equipamentos utilizados.

Os resultados das aplicações destes procedimentos serão apresentados no item 5.

4.1. Corpos de Prova.

Os corpos de prova utilizados neste trabalho foram fabricados pela técnica de metalurgia do pó pela empresa HardItalia, com diferentes teores de cobalto como ligante sendo que em um caso se estudou uma liga com níquel para comparação. Os corpos de prova foram produzidos com dimensões de 25,4 mm de largura, 76,2 mm de comprimento e 12,5 mm de espessura conforme norma ASTM G105-17 (ASTM, 2017b).

Após recebimento todos os corpos de prova, eles passaram por processo de retífica plana horizontal, para obtenção de paralelismo das faces utilizadas, bem como obtenção de rugosidade superficial uniforme para os ensaios. Após o processo de retificação foi obtida uma superfície com acabamento superficial de Sa 0,08 µm em média.

Foram realizados ensaios exploratórios para determinar o tempo de ensaio e o tamanho de grão dos abrasivos a serem utilizados.

Foram selecionadas as composições mostradas na Tabela 4. Foram selecionadas ligas com cobalto, que é o tipo de ligante mais utilizado para este tipo de metal duro, e uma liga com níquel, que possui, segundo a literatura tecnológica, melhores características de resistência à corrosão (ASM 2001). Exceto a liga com 29% de cobalto, todos os materiais foram selecionados de modo a ter a dureza do abrasivo utilizado (areia normalizada IPT)

menor que a dureza volumétrica dos materiais. Com isso a dureza do abrasivo em relação a dureza do material foi menor que 1,10, indicando regime moderado de desgaste. A liga com 29% de cobalto foi usada com indicador seguro de que a abrasão ocorria não mais no regime moderado de desgaste, decorrendo assim em regime severo.

As amostras foram denominadas Co3, Co6, Co8, Ni8, Co11, Co13 e Co29 sendo diferenciados pelo tipo de ligante e seu teor, conforme apresentado na Tabela 4.

Tabela 4 – Classificação dos grupos e composição das amostras de acordo com o fabricante.

Amostra	Etapa	Ligante	Porcentagem de Ligante	Dureza HV10	H_a/H_m
Co3	2 ^a	Co	3%	1891	0,54
Co6	1 ^a	Co	6%	1810	0,57
Co8	2 ^a	Co	8%	1651	0,62
Ni8	1 ^a	Ni	8%	1379	0,74
Co11	1 ^a	Co	11%	1302	0,79
Co13	2 ^a	Co	13%	1203	0,85
Co29	2 ^a	Co	29%	799	1,29

	Primeira etapa de análises
	Segunda etapa de análises

Fonte: Próprio autor.

A escolha das ligas nesta ampla faixa de teores de cobalto visou cobrir largamente a faixa normamente utilizada em moinhos HPGR (entre 3 e 13% de cobalto), com isso ampliar a possibilidade de seleção de outras composições mais adequadas técnica e/ou economicamente.

4.2. Preparação Metalográfica e Metalografia.

Para preparação das amostras para metalografia, foram seccionadas partes das amostras com dimensões de 25,4 mm x 76,2 mm x 12,5 mm, posteriormente realizado embutimento “a quente” com baquelite. Em seguida, as amostras foram desbastadas por lixamento com “disco de cobre”, sendo utilizadas soluções de diamante de 15 μm e, posteriormente, 9 μm . Após desbastadas as amostras foram polidas em solução de diamante 6 μm , 3 μm , 1 μm e, finalmente, polidas em solução de sílica coloidal de 0,5 μm .

Para revelação das microestruturas, foram utilizados dois tipos de reagentes: Nital a 2% (formado por 2 ml de Ácido Nítrico (HNO_3) e 98 ml de Etanol) para formação de contraste entre os grãos componentes da liga; e o reagente de Murakami (formado por 10 g de $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ (Ferrocianeto de Potássio), 10 g de NaOH (Hidróxido de Sódio) e 100 ml de água deionizada) para diferenciação do Carboneto de Tungstênio (WC) e de suas fases (Co_3W_3 , Co_6W_6 e W_2C). As amostras foram imersas primeiramente em Nital por dois minutos sendo em seguida lavadas em água corrente e posterior análise em microscópio ótico OLYMPUS BX60M e microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM-6010LA. A posteriori as amostras foram polidas em solução de sílica coloidal 0,5 μm novamente e então imersas em solução de Murakami por dois minutos e lavadas em água corrente, sendo observadas então nos dois microscópios citados previamente.

Para medida do tamanho de grão e sua distribuição, foi utilizado o software IMAGEJ identificando o contorno dos grãos de WC presentes em uma imagem obtida em MEV com aumento de 5000x. Após isso o software forneceu a área de cada grão contornado. Para a determinação do tamanho médio, foi considerada uma geometria circular equivalente com a mesma área para obtenção do diâmetro médio de cada grão de acordo com a norma ASTM E112-2010 ASTM, 2013b. Para cada amostra foram realizadas cinco medições.

4.3. Caracterização das Superfícies das Amostras.

Para mensuração dos parâmetros topográficos da superfície das amostras, foi utilizado interferômetro óptico 3D, modelo CCI-MP da fabricante Taylor-Hobson. Foram realizadas medidas em todas as amostras antes e após os ensaios, sendo assim obtidos os parâmetros: S_a , média aritmética da rugosidade da superfície e S_q , média quadrática da rugosidade da superfície, indicando pela comparação pré e pós-ensaio, a profundidade média de penetração do abrasivo; e S_z , rugosidade média dos cinco picos mais altos e vales mais profundos, indicando a penetração máxima do abrasivo nas amostras após os ensaios, conforme mostrado por PINTAUDE, 2002.

4.4. Dureza.

Para o ensaio de dureza foi utilizado o método Vickers com durômetro da marca Buehler modelo VMT-7, com carga de 10 kgf (HV_{10}), conforme norma ASTM E92-17, esta carga foi adotada com a finalidade de que não houvesse a formação de trincas no carboneto durante a realização das medições. Cada medição foi realizada cinco vezes sendo apresentado seu valor médio e o desvio padrão. Para microdureza foi utilizado o método de Vickers, com microdurômetro da marca Buehler modelo MMT-3 com carga de 300 gf ($HV_{0,3}$) conforme norma ASTM E384-17 (ASTM, 2017a), sendo apresentado resultado médio e o desvio padrão para cinco repetições. O valor da dureza foi obtido de acordo com Equação 1.

$$HV = \frac{2 * F * \text{sen}\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{(dm)^2} \quad \text{(Equação 1)}$$

Onde:

$$dm = \frac{d_h + d_v}{2}$$

Sendo:

F= Força aplicada (N);

d_h = Diagonal Horizontal (μm);

d_v = Diagonal Vertical (μm).

4.5. Ensaio de Desgaste à úmido.

Para o ensaio de desgaste de abrasão-corrosão, foi utilizado o ensaio de "roda de borracha úmido", conforme mostrado na Figura 50.

Figura 50 - Tribômetro roda de borracha com meio úmido.



Fonte: Próprio autor

Este ensaio consiste em uma roda de aço, revestida com borracha (com dureza de 60 ± 2 Shore A) e acrescida de pás na lateral. A máquina de ensaio é dotada de um recipiente que é preenchido com uma mistura de água e areia, formada por 940 ml de solução aquosa e 1500 g de areia normalizada, conforme norma ASTM G105-17 (ASTM, 2017b). Com o movimento da roda essa mistura é movimentada pelas pás, fazendo com que esta seja direcionada para a interface e pressionada no contato borracha-amostra.

A roda de borracha tem uma rotação controlada de 200 rpm, conforme a norma ASTM G65. Foi utilizada força normal de 70 N, mínima capacidade do equipamento; 130 N, carga

preconizada pela norma ASTM G65-16 – Procedimento “A” (ASTM, 2016) e 200 N, carga máxima permitida pelo equipamento. Os ensaios foram realizados durante um período de 60 minutos. O pH do meio foi controlado nos valores de 2, 6 e 10 (a ser especificado no item 4.7). Para cada condição foram realizadas 4 repetições. Na Tabela 5 são mostrados os parâmetros utilizados para os ensaios. Em nenhuma das condições observou-se, a olho nu, dano à borracha ou a qualquer outra parte do equipamento.

Tabela 5 - Parâmetros de teste empregados nos ensaios.

Parâmetros Utilizados			
Carga (N)	pH		
70	2,0	6,0	10,0
130	2,0	6,0	10,0
200	2,0	6,0	10,0

Fonte: Próprio autor

Ao início e fim de cada ensaio, as amostras foram limpas em banho ultrassônico com solução de álcool por 15 minutos, secas em estufa a 45° C por 10 minutos, resfriadas ao ar livre por 10 min e pesadas em balança analítica de precisão de 0,0001 gramas, conforme utilizado na Figura 51. A variação massa foi obtida pela diferença da massa das amostras antes e após o ensaio.

Figura 51 – Balança utilizada na pesagem das amostra.



Fonte: Próprio autor

4.6. Abrasivo.

Como abrasivo, foi utilizada a areia Normal Brasileira fornecida pelo IPT (Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo). Inicialmente, foram utilizadas areia de diversas granulometrias, conforme apresentado na Tabela 6. Os abrasivos utilizados são classificados no padrão “Mesh”, que representa o número de aberturas da peneira por polegada linear, tendo o abrasivo as dimensões a seguir.

Tabela 6 - Granulometria dos abrasivos utilizados.

Granulometria "Mesh"	Tamanho do Abrasivo (mm)
#16	1,21 a 2,40
#30	0,61 a 1,20
#50	0,31 a 0,60
#100	0,16 a 0,30

Fonte: Próprio autor

Para caracterização do tamanho médio, bem como formato das partículas abrasivas antes e após os ensaios realizados, foi utilizado o método de análise de imagens dinâmicas gerado pelo granulômetro a laser CAMSIZER do Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Esta análise possibilitou a obtenção de parâmetros como a esfericidade, que é a relação entre a área da partícula abrasiva e seu perímetro ($SPHT = 4\pi \cdot A / (Per)^2$), quanto mais próximo de 1 mais esférica é a partícula. Determinou-se, também, o fator de forma (b/l) que é a relação entre o menor e o maior lado da partícula, indicando se o abrasivo possui ou não forma lamelar.

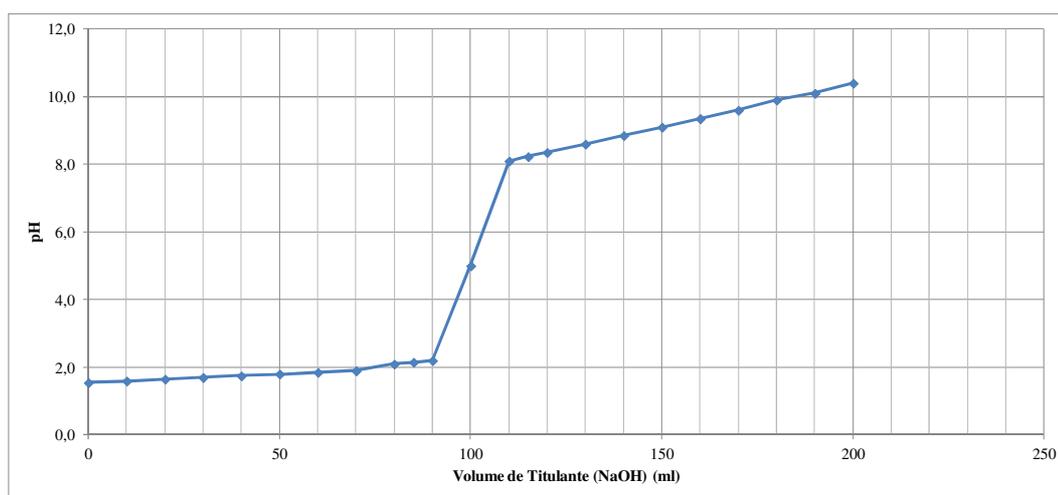
Com a finalidade da mensuração da dureza do dióxido de silício (sílica), foi embutida a quente uma pequena quantidade de areia #50 em baquelite e seguido o mesmo procedimento de polimento das amostras de metal duro, utilizando-se o lixamento com solução de diamante de 15 μm e em seguida 9 μm , sendo finalmente a amostra polida com solução de diamante 6 μm . Posteriormente foi realizado o ensaio de micro dureza Vickers conforme citado no item 4.4.

4.7. Soluções Aquosas.

Nos ensaios realizados, foram utilizadas três condições de pH do meio, com os valores de pH de 2, 6 e 10. O valor de pH 6 foi adotado devido sua obtenção direta com a utilização de “água deionizada” produzida pelo Deionizador da marca Quimis de dupla coluna com leito separado modelo Q380S. Para as soluções de meio ácido e básico houve a necessidade da utilização de solução tampão para estabilidade do pH durante o ensaio. O pH de 10 foi adotado devido a limitação da resistência química do elastômero utilizado na fabricação da roda de borracha do tribômetro. Este elastômero é padronizado de acordo com a norma ASTM G105. O pH de 2 foi utilizado por ser o valor na escala oposta ao de pH 10 ($10 - 6 = 4$; $6 - 4 = 2$), realizando assim o contra ponto à análise realizada em pH 10.

Utilizaram-se soluções como meios aquosos que são capazes de resistir a influências da adição de pequenas quantidades de bases ou ácidos. Estas soluções foram compostas pela mistura de ácido e base conjugados. Para preparação de uma solução ácida foi adicionado uma quantidade maior de ácido até um pH menor que o desejado e então adicionada uma base conjugada até que seja obtido o pH pretendido. A estabilidade química da solução de ácido clorídrico (HCl) com hidróxido de sódio (NaOH) é apresentada por MATOS 2014, como pode-se observar na Figura 52.

Figura 52 - Curva de Titulação NaOH x HCl.

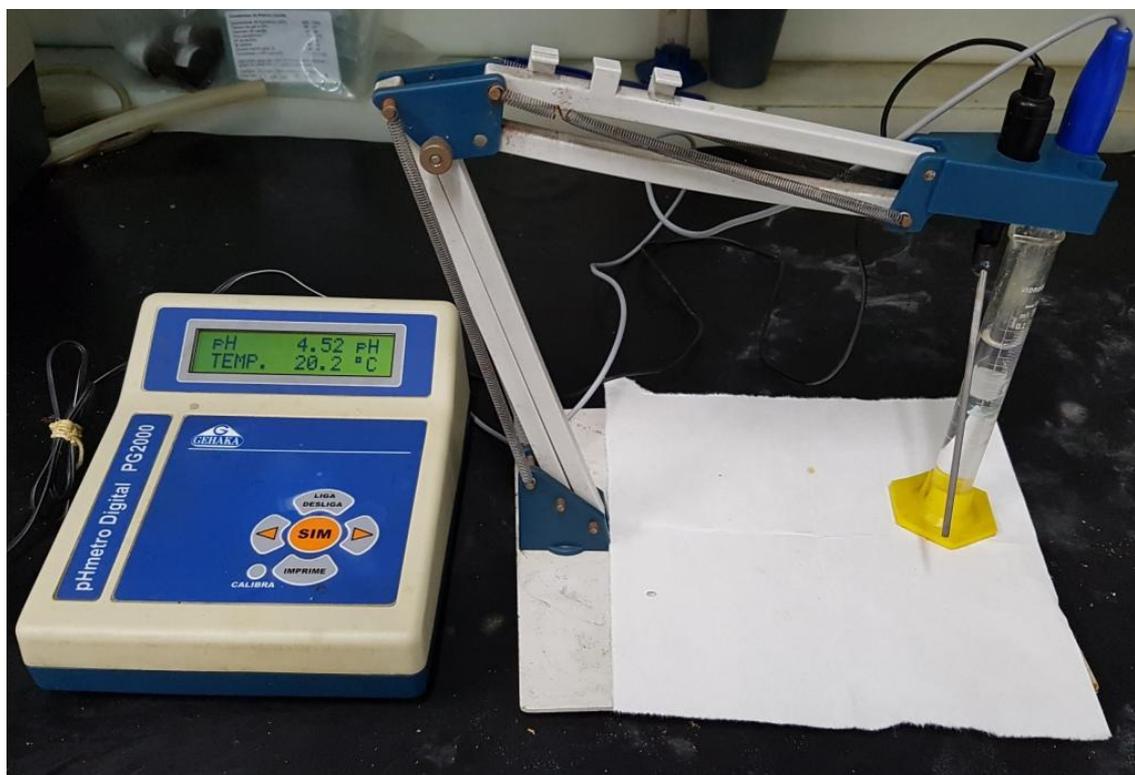


Fonte: Adaptado de MATOS 2014.

A solução de pH 2 foi elaborada com a utilização de 950 ml de água deionizada, sendo primeiramente adicionados 12 ml de ácido clorídrico (HCl) P.A.-A.C.S. com pureza de 98% e em seguida 4 mg de hidróxido de sódio (NaOH) em lentilhas P.A.-A.C.S. com pureza de 100%. Para a solução tampão de pH 10 foi utilizada 950 ml de água deionizada, sendo incorporados 12 mg de hidróxido de sódio (NaOH) em lentilhas P.A.-A.C.S. com pureza de 100% e subsequentemente 5 ml de ácido clorídrico (HCl) P.A.-A.C.S. com pureza de 98% com concentração de 37% em solução. Ambas as soluções ficaram em um tempo de repouso de 24 h com a finalidade que ocorra a estabilização e consequente equilíbrio químico.

As soluções tiveram seus valores aferidos após a mistura, 24 h após a preparação, antes do ensaio e após o ensaio realizado, tendo um parâmetro de controle de pH $\pm 0,2$. Para verificação do pH foi utilizado pHmetro digital da marca Gehaka, modelo PG2000, conforme Figura 53. O equipamento passou por aferição com soluções tampão para calibração de pH's 4,01, 7,01 e 10,01 da marca Gehaka.

Figura 53 - pHmetro utilizado nas medições.



Fonte: Próprio autor

4.8. Densidade das Amostras.

Para determinação da densidade das amostras foi utilizada uma balança de modelo AB204 da marca Mettler Toledo, com precisão de 0,1 mg, com acessório para medida de densidade pelo processo de balança hidroestática de Arquimedes. Este processo mede o peso da amostra seca e seu peso imerso em um fluido, no caso água destilada. O volume da amostra é dado pela diferença entre o peso da amostra seca e seu peso imerso no fluido, sendo este valor dividido pela densidade específica do fluido utilizado. Na Figura 54 é mostrado o equipamento utilizado para tal medição. Para validação estatística foram efetuadas cinco repetições em cada amostra.

Figura 54 – Arranjo experimental utilizado para determinação da densidade das amostras.



Fonte: Próprio autor

Abaixo é apresentada a Equação 2, utilizada no cálculo da densidade com o uso da balança hidroestática de Arquimedes de acordo com ASTM B962-17 (ASTM, 2013a).

$$D = \frac{W}{(W-H)} \times \rho \text{ (do fluido)} \quad \text{(Equação 2)}$$

Onde:

W= Peso da amostra seca (g);

H= Peso imerso no fluído (g);

ρ = Densidade do fluido utilizado para medição (g/cm³).

5. Resultados

A seguir serão apresentados os resultados: composição química das amostras, microestrutura, dureza, perda de massa e volume, superfície de desgaste, perfilômetria ótica, caracterização do abrasivo, seção transversal e análise química da solução aquosa.

5.1. Corpos de prova

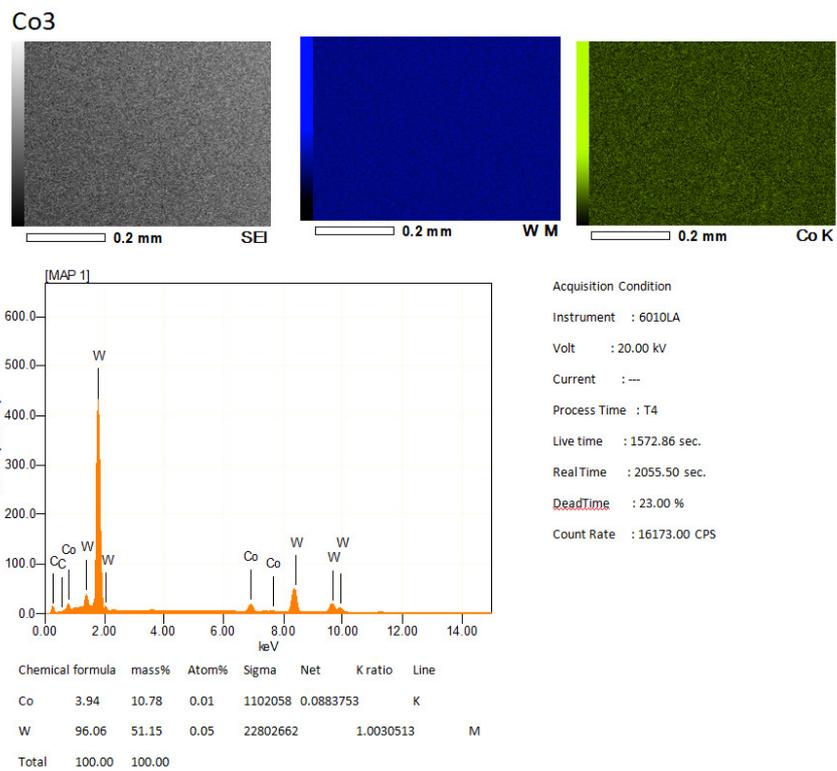
5.1.1 Composição Química

Com a finalidade da obtenção da composição química, foi seccionada uma pequena fatia das amostras de metal duro (aproximadamente 5 mm x 25 mm x 12,5 mm), então estas amostras foram levadas a processo de desbaste e polimento (conforme descrito na seção 4.2). Após este processo as amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) onde utilizando a técnica de EDS (Espectroscopia por energia dispersiva) foi obtida a composição química exibida na Tabela 7, nas Figura 55 a Figura 61 são apresentados os resultados obtidos nas análises de EDS.

Tabela 7 - Composição química das amostras.

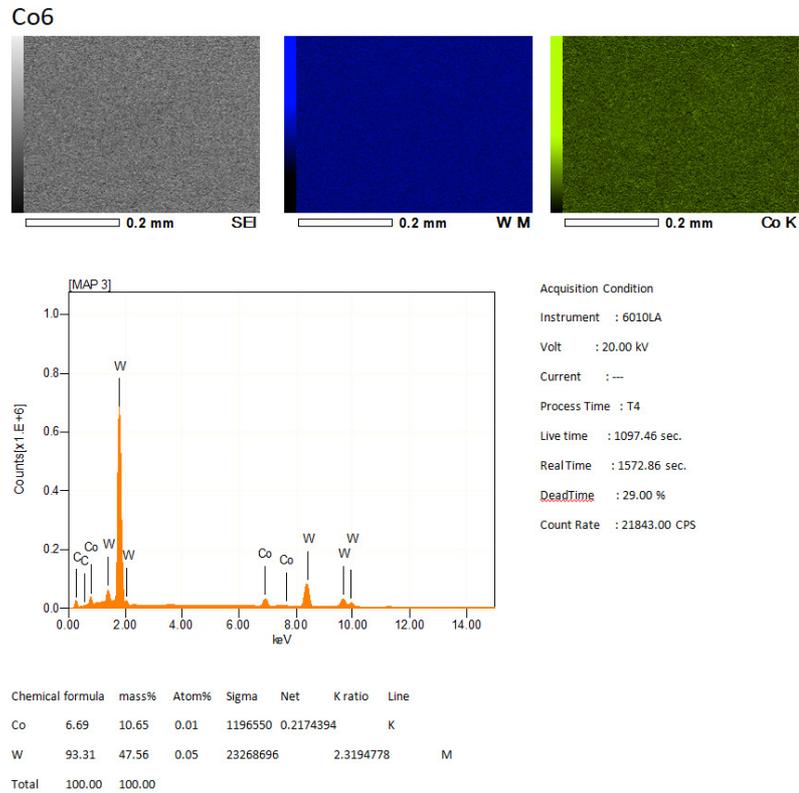
Amostra	Elemento (%)		
	W	Co	Ni
Co3	96,13	3,87	0,00
Co6	93,25	6,75	0,00
Co7,5	92,30	7,70	0,00
Ni8	91,87	0,00	8,13
Co11	88,41	11,59	0,00
Co13	86,52	13,48	0,00
Co29	70,40	29,60	0,00

Fonte: Próprio autor

Figura 55 - Análise de composição química da amostra CO3.

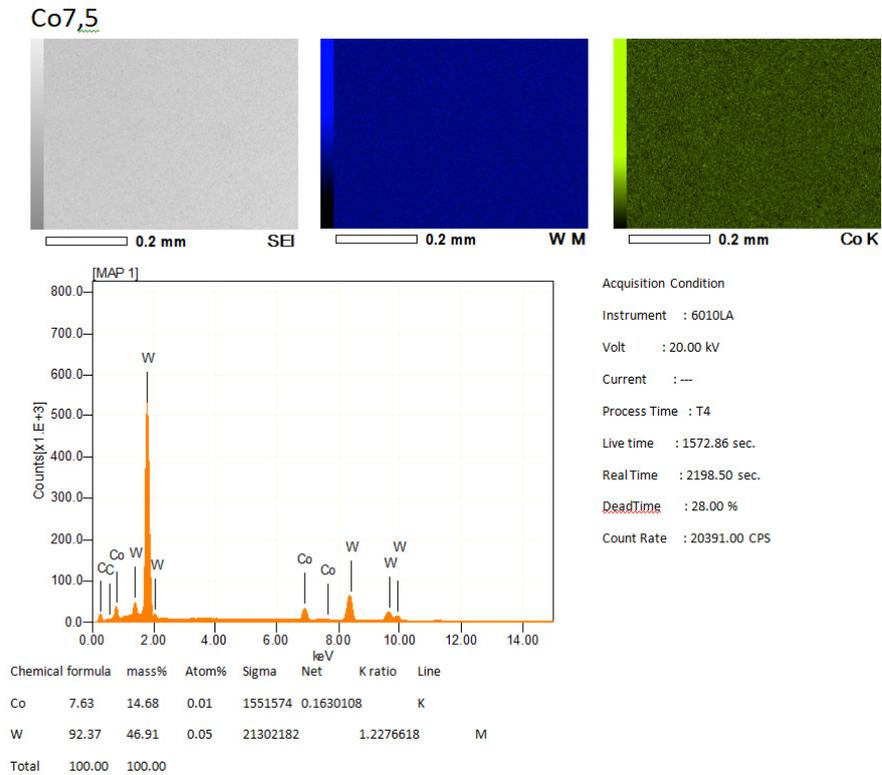
Fonte: Próprio autor

Figura 56 - Análise de composição química da amostra CO6.



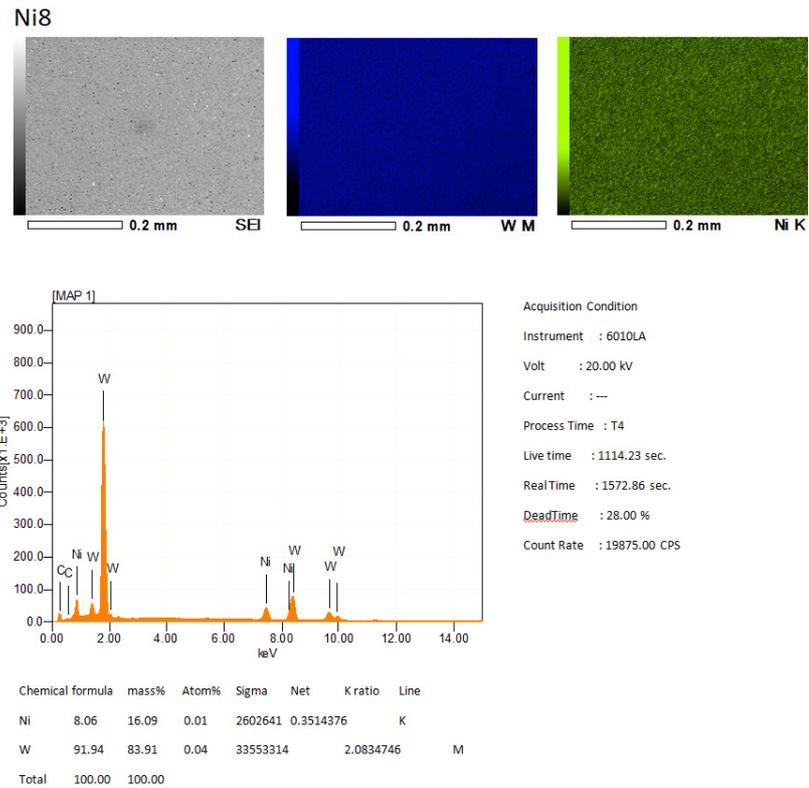
Fonte: Próprio autor

Figura 57 - Análise de composição química da amostra CO7,5.



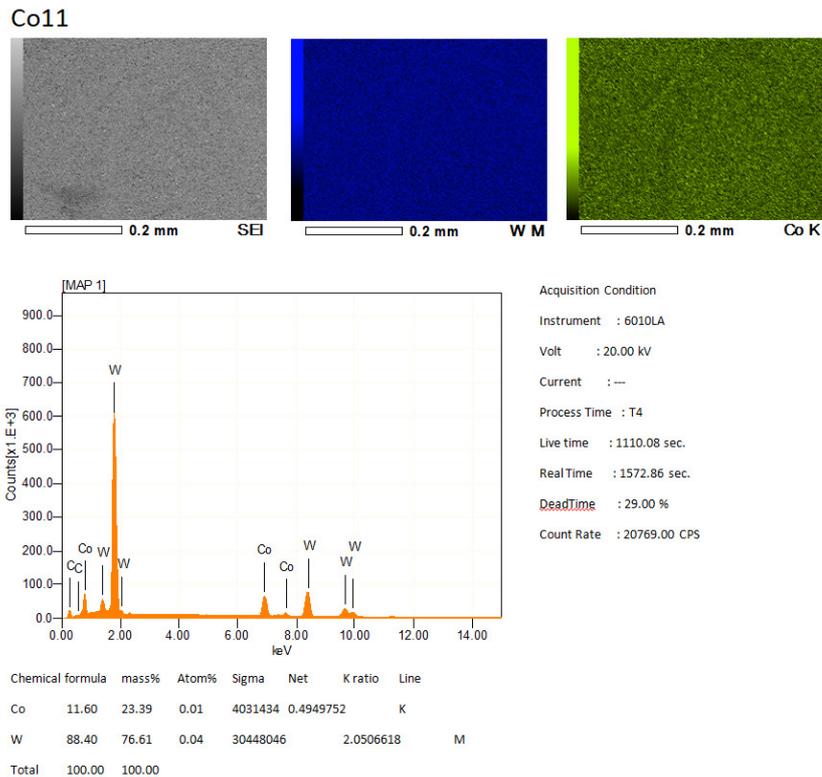
Fonte: Próprio autor

Figura 58 - Análise de composição química da amostra Ni8.



Fonte: Próprio autor

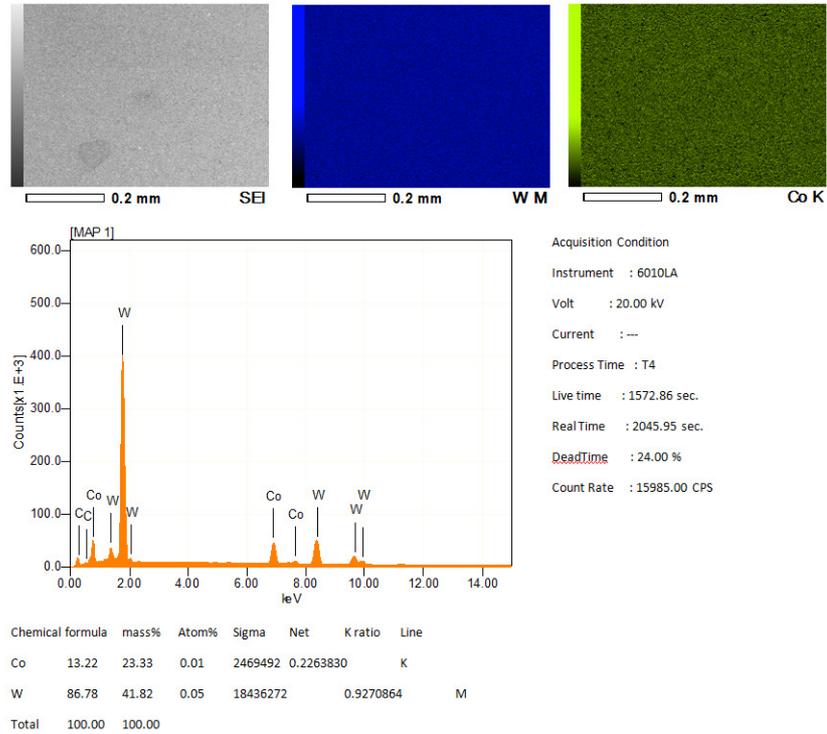
Figura 59 - Análise de composição química da amostra CO11.



Fonte: Próprio autor

Figura 60 - Análise de composição química da amostra CO13.

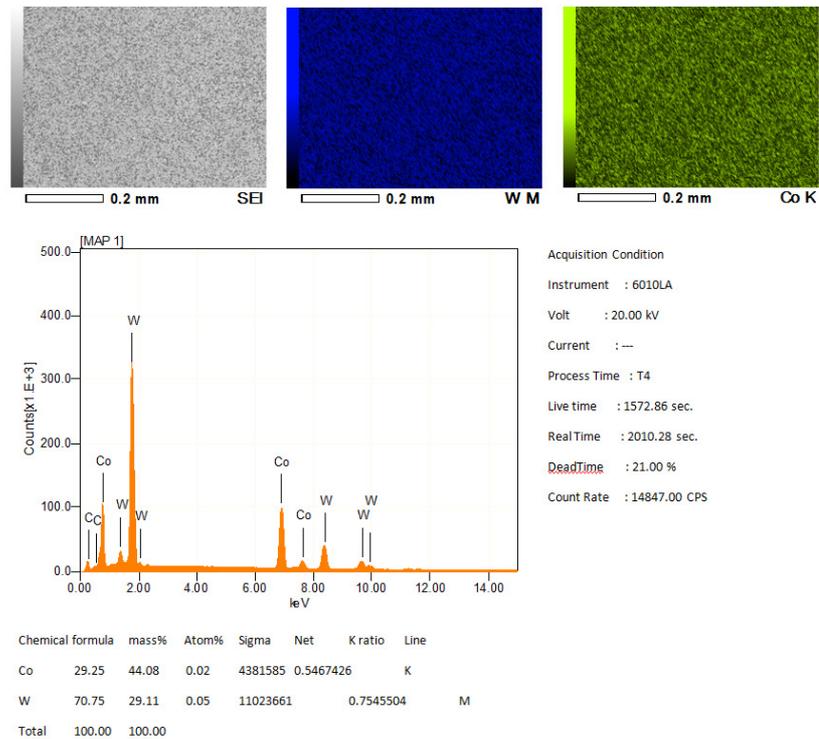
Co13



Fonte: Próprio autor

Figura 61 - Análise de composição química da amostra CO29.

Co29



Fonte: Próprio autor

As amostras apresentaram uma variação na composição química de 0,13% a 0,87% quando comparadas com as composições inicialmente propostas, o que se assemelha com a variação proposta pela ASM (2001) para este tipo de liga, que é de até 5%. Na Tabela 8 é apresentada a diferença de composição especificada e a composição das amostras fornecidas.

Tabela 8 – Composição química especificada versus composição química das amostras fornecidas.

Amostra		Elemento (%)		
		W	Co	Ni
Co3	Especificado	97,00	3,00	0,00
Co3	Medição Média	96,13	3,87	0,00
	Diferença (%)	0,87	0,87	0,00
Co6	Especificado	94,00	6,00	0,00
Co6	Medição Média	93,25	6,75	0,00
	Diferença (%)	0,75	0,75	0,00
Co7,5	Especificado	92,50	7,50	0,00
Co7,5	Medição Média	92,30	7,70	0,00
	Diferença (%)	0,20	0,20	0,00
Ni8	Especificado	92,00	0,00	8,00
Ni8	Medição Média	91,87	0,00	8,13
	Diferença (%)	0,13	0,00	0,13
Co11	Especificado	89,00	11,00	0,00
Co11	Medição Média	88,41	11,59	0,00
	Diferença (%)	0,59	0,59	0,00
Co13	Especificado	87,00	13,00	0,00
Co13	Medição Média	86,52	13,48	0,00
	Diferença (%)	0,48	0,48	0,00
Co29	Especificado	71,00	29,00	0,00
Co29	Medição Média	70,40	29,60	0,00
	Diferença (%)	0,60	0,60	0,00

Fonte: Próprio autor

5.1.2 Microestrutura

Para observação da microestrutura as amostras foram cortadas, embutidas, polidas e submetidas a ataque químico conforme descrito na seção 4.2 e 4.3. Após esta etapa as amostras foram avaliadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV), conforme as figuras apresentadas a seguir.

Com a adoção desta ampliação (4000x), pode-se utilizar métodos de análise de imagem e assim se mensurou a dimensão dos grãos do material, sua distribuição e a fração volumétrica de cada grão (área do grão em relação a área total da imagem), para cada amostra foram analisadas cinco imagens de sua microestrutura, como apresentado na Tabela 9.

Tabela 9 – Diâmetro médio equivalente, dispersão dos diâmetros e fração volumétrica das amostras.

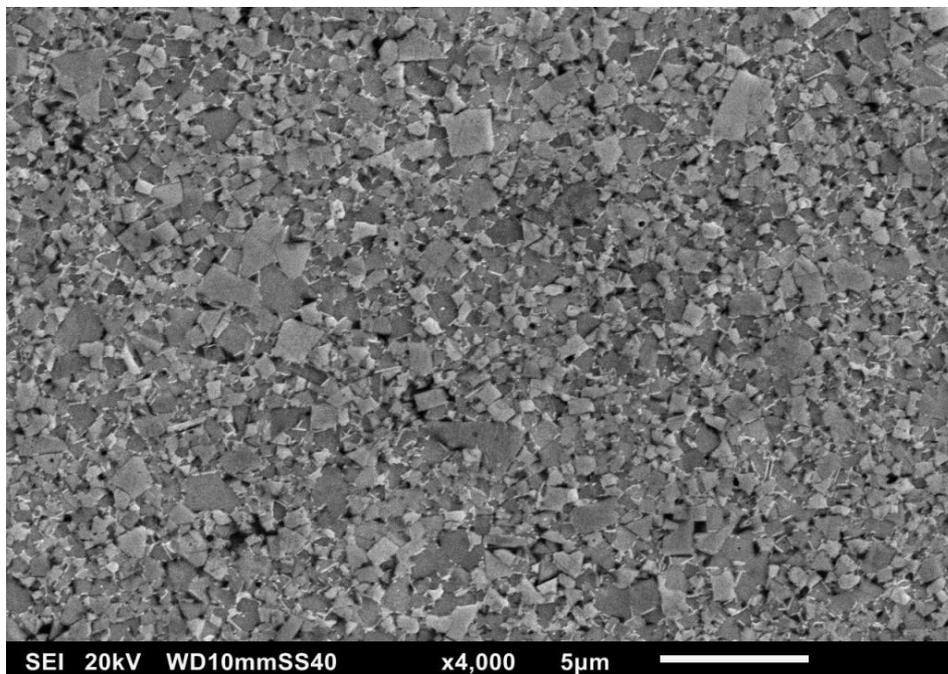
Freq.		Diâmetro de grão																	Diâmetro do grão (µm)										
		0,00	0,25	0,50	0,75	1,00	1,25	1,50	1,75	2,00	2,25	2,50	2,75	3,00	3,25	3,50	3,75	4,00	4,25	4,50	4,75	5,00	5,25	5,50	5,75	6,00	Média	Desvio	
Amostra		0,00	0,25	0,50	0,75	1,00	1,25	1,50	1,75	2,00	2,25	2,50	2,75	3,00	3,25	3,50	3,75	4,00	4,25	4,50	4,75	5,00	5,25	5,50	5,75	6,00			
Co3		0	1,6	40,1	42,6	11,8	2,9	0,5	0,4	0,1	0,1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,565	0,005
Co6		0	4,2	44,1	33,0	13,6	3,6	1,1	0,3	0,0	0,1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,570	0,006	
Co8		0	1,0	35,7	42,8	14,6	4,4	1,0	0,3	0,1	0,1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,603	0,004	
Ni8		0	1,2	32,8	32,8	18,4	8,2	3,9	1,9	0,7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,680	0,003	
Co11		0	1,1	30,2	29,3	16,8	12,9	3,6	3,4	0,9	0,5	0	0,2	0,5	0,2	0,2	0	0	0	0	0	0	0	0	0,2	0	0,769	0,003	
Co13		0	0	8,0	28,0	31,4	17,6	9,1	2,9	2,3	0,5	0,1	0,1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,808	0,004	
Co29		0	0	0	11,7	20,5	21,0	17,2	12,0	6,3	4,5	2,3	0,9	0,9	1,4	0	0,5	0,2	0,0	0,2	0,2	0,2	0	0	0	0	1,332	0,028	
		Fração volumétrica																											
Freq.		Diâmetro do grão																	Área de ligante (%)										
		0,00	0,25	0,50	0,75	1,00	1,25	1,50	1,75	2,00	2,25	2,50	2,75	3,00	3,25	3,50	3,75	4,00	4,25	4,50	4,75	5,00	5,25	5,50	5,75	6,00			
Amostra		0,00	0,25	0,50	0,75	1,00	1,25	1,50	1,75	2,00	2,25	2,50	2,75	3,00	3,25	3,50	3,75	4,00	4,25	4,50	4,75	5,00	5,25	5,50	5,75	6,00			
Co3		0	0,2	18,1	43,2	22,9	9,3	2,6	2,5	0,5	0,6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	9,08%	
Co6		0	0,6	18,8	33,6	27,1	11,8	5,5	1,7	0,0	1,0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	12,19%	
Co8		0	0,1	14,4	38,9	25,7	12,8	4,3	1,8	0,5	0,7	0,8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	17,61%	
Ni8		0	0,1	8,4	21,0	22,3	16,7	11,6	8,2	4,3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	46,29%	
Co11		0	0,1	5,9	13,6	15,8	19,5	8,0	10,1	3,9	2,6	0,0	1,7	4,3	2,5	3,2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8,9	0	52,80%	
Co13		0	0	1,6	12,1	24,4	22,4	17,6	8,0	8,4	2,6	0,8	0,9	1,3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	43,51%	
Co29		0	0	0	2,3	7,4	12,2	14,7	14,4	10,5	9,2	5,8	3,0	3,5	6,1	0,0	2,8	1,6	0,0	1,9	2,2	2,5	0	0	0	0	0	66,63%	

Fonte: Próprio autor

A seguir serão apresentadas imagens de MEV representativas da microestrutura de cada grupo de amostras analisado.

Na Figura 62 é observada a microestrutura da amostra Co3. São apresentadas duas fases no material, uma fase mais clara com formato de borda bem angular, o carboneto de tungstênio (WC) e um ligante, com aparência mais escura, o cobalto (Co), com uma ampliação de 4000x. A adoção do ataque químico revelou com mais os contornos de grão, conforme mostrado por (ISHIDA; MORIGUCHI; IKEGAYA, 2011).

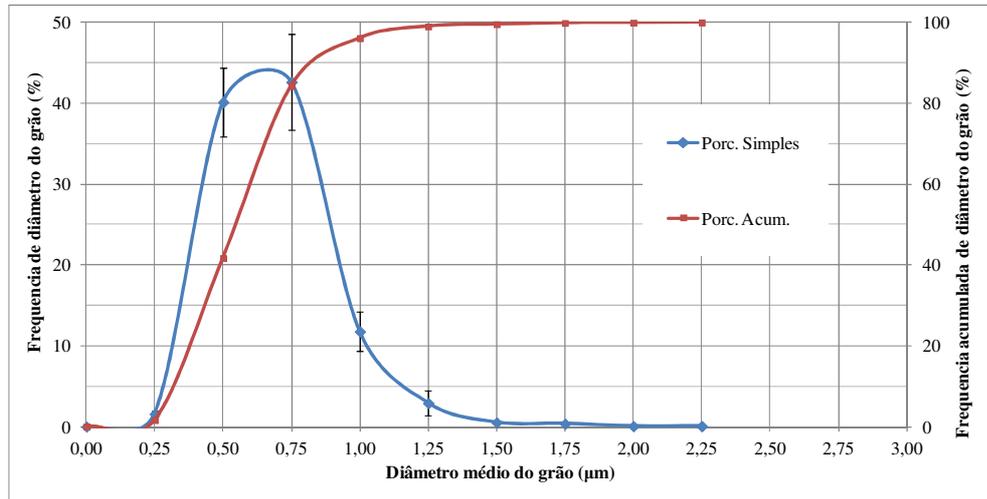
Figura 62 – Micrografia da amostra de Co3, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 63 observa-se a distribuição granulométrica obtida. Nesta figura se observa o diâmetro médio equivalente dos grãos da liga de Co₃ e seu desvio padrão. Os grãos de carboneto apresentaram um tamanho médio de 0,565 μm, com uma maior concentração de grãos na faixa de 0,50 a 0,75 μm.

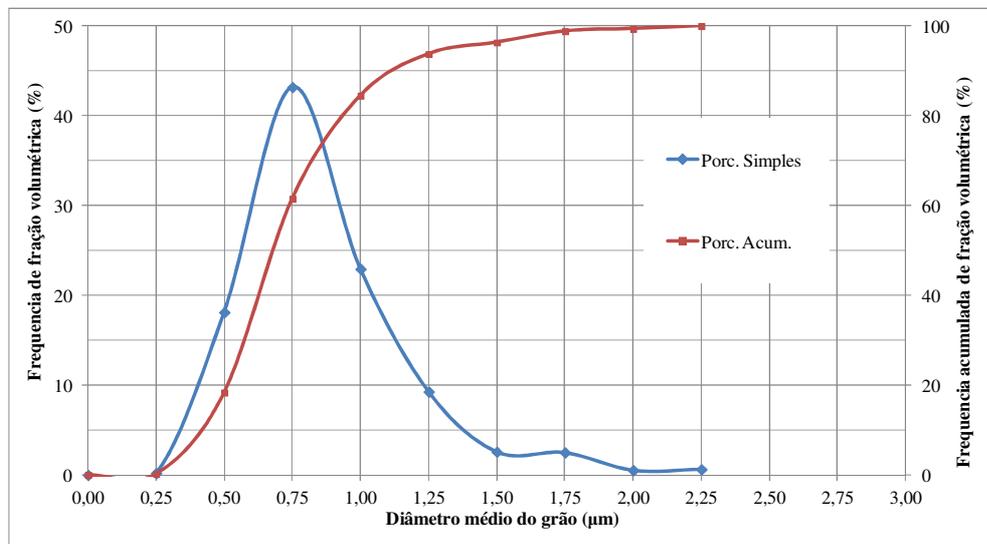
Figura 63 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co₃.



Fonte: **Próprio autor**

Na Figura 64 é apresentada a distribuição simples e acumulada da fração volumétrica dos grãos. A fração volumétrica é a proporção da área do grão do material dividido pela área total da imagem, apresentando assim a porcentagem da área do grão frente área total. A amostra de Co₃ apresentou os grãos com diâmetro 0,75 μm representando aproximadamente 42% da área da imagem.

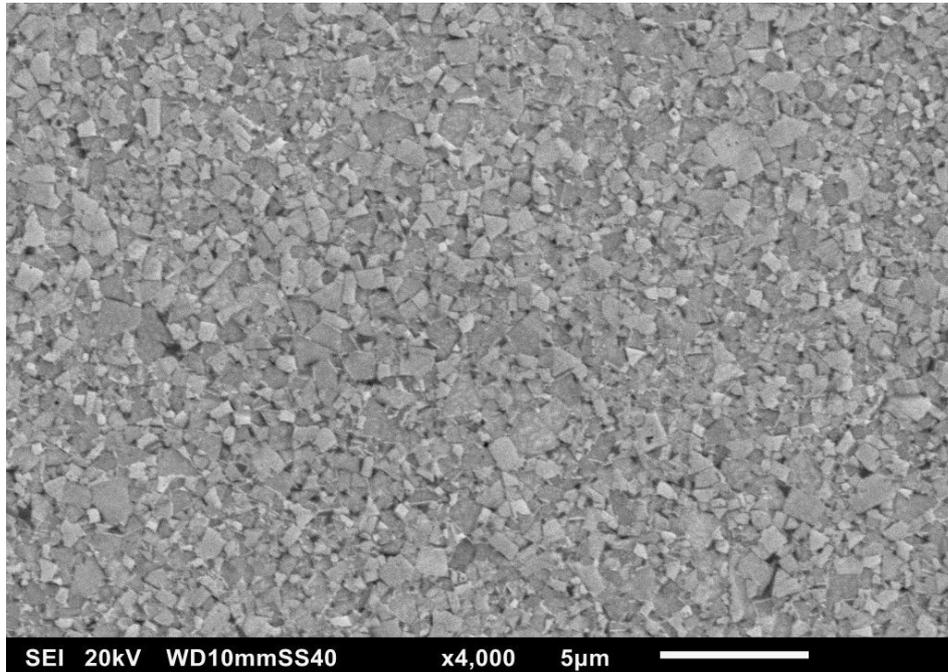
Figura 64 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co₃.



Fonte: **Próprio autor**

A Figura 65 apresenta a microestrutura da liga de Co6. Nesta imagem se observa um aumento do diâmetro dos grãos de carboneto, com aumento das regiões com ligante.

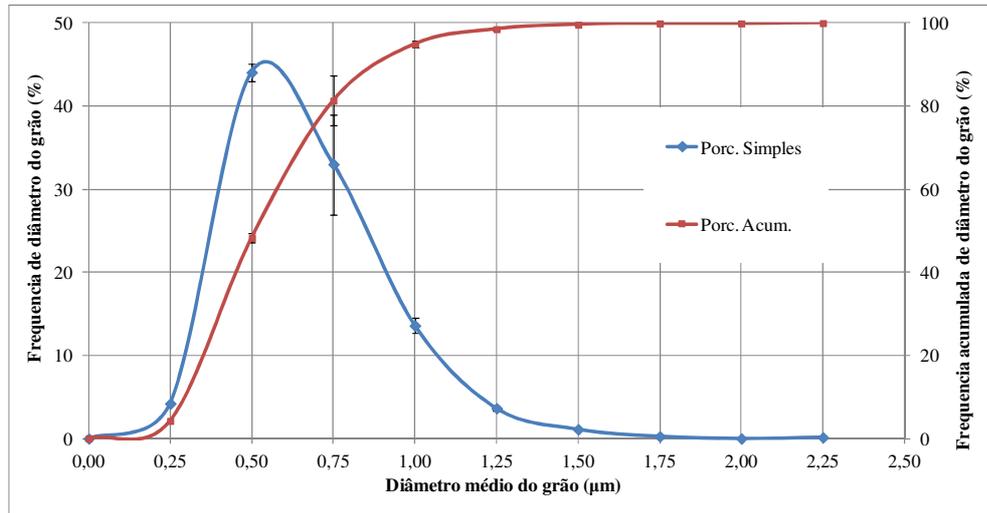
Figura 65 – Micrografia da amostra de Co6, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x.



Fonte: Próprio autor

Com a observação da mesma imagem se mensurou o tamanho de grão desta amostra. A Figura 66 apresenta a dispersão do tamanho de grão da amostra de Co6, nesta imagem nota-se que a maior densidade de grão ocorreu entre os diâmetros de 0,50 a 0,75 μm com uma maior frequência para o diâmetro de 0,50 μm (quase 45% do total de grãos).

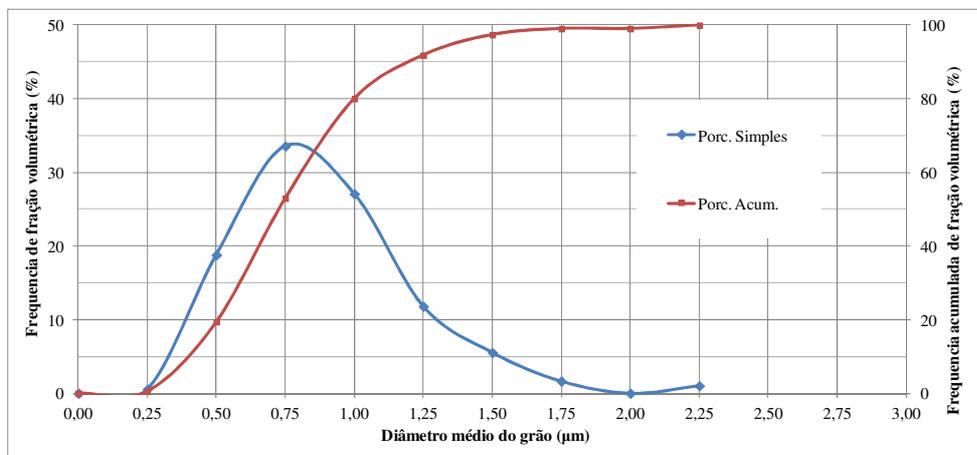
Figura 66 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co6.



Fonte: **Próprio autor**

Na Figura 67 é exibida a distribuição simples e acumulada da fração volumétrica dos grãos da liga de Co6. Esta amostra apresentou os grãos com diâmetro 0,75 e 1,00 μm representando aproximadamente 34% e 28% da área da imagem respectivamente. Observa-se ainda no gráfico que os grãos com diâmetro entre 0,50 a 1,25 apresentaram maior frequência, o que gerou um maior achatamento na parte central da curva (menor valor de curtose).

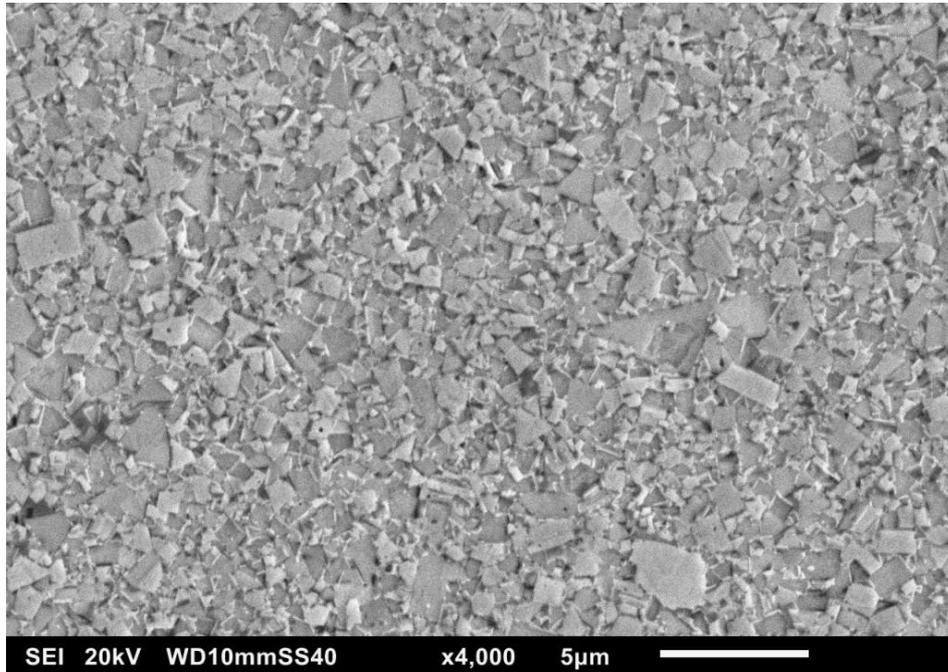
Figura 67 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co6.



Fonte: **Próprio autor**

A microestrutura da liga de Co8 é mostrada na Figura 68. Os grãos apresentam um tamanho médio maior com uma menor variabilidade, a imagem ainda apresentou um aumento da área de ligante.

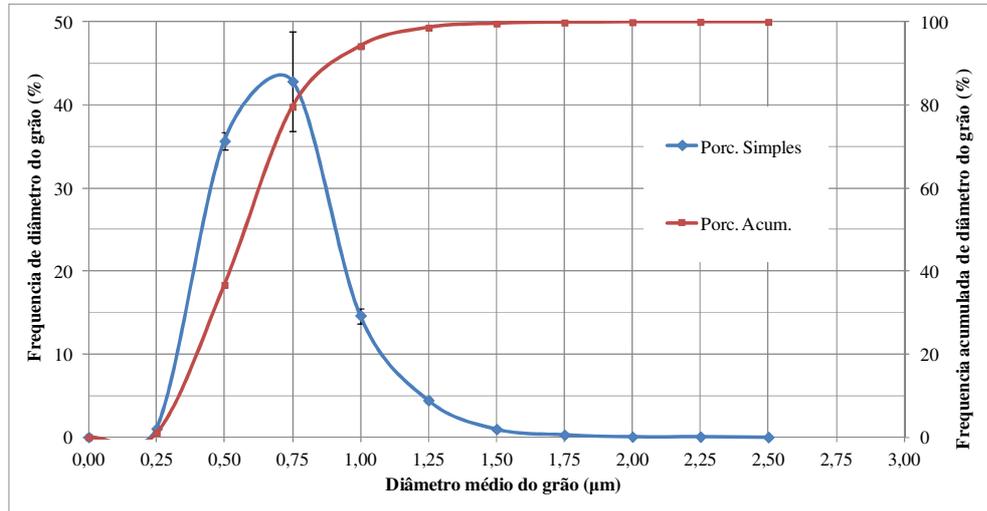
Figura 68 – Micrografia da amostra de Co8, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 69 é apresentada a dispersão do tamanho de grão da amostra de Co8, esta liga apresentou uma maior concentração de grão com diâmetro entre 0,50 a 0,75 μm , com uma frequência de 35 e 43% respectivamente.

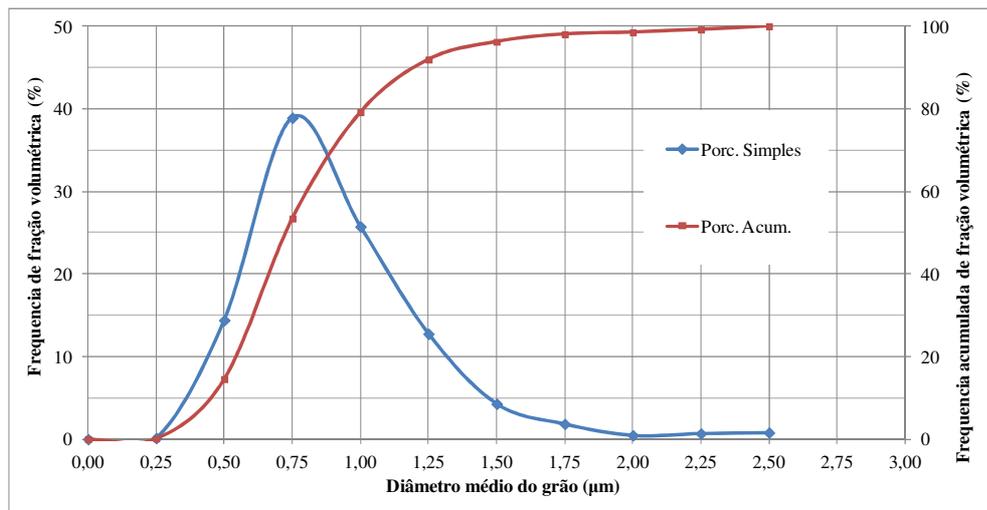
Figura 69 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co8.



Fonte: Próprio autor

A fração volumétrica da liga de Co8 apresentou uma variação conforme apresentado na Figura 70, onde esta liga apresentou uma maior frequência de fração volumétrica para os grãos com 0,75 μm de diâmetro (aproximadamente 39% do total).

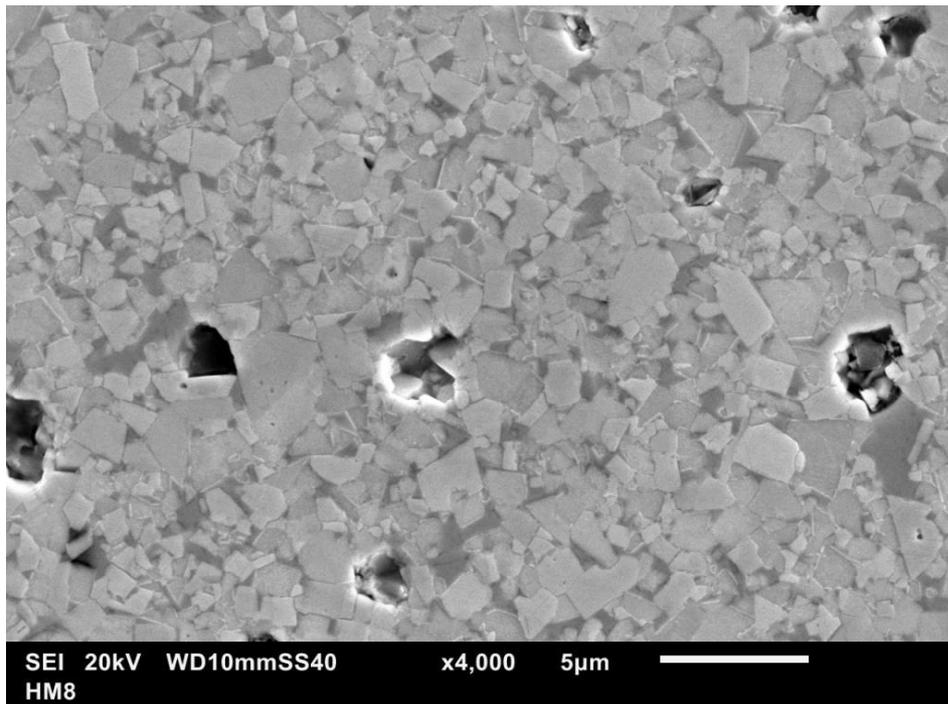
Figura 70 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co8.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 71 se apresenta a microestrutura da liga Ni8, observa-se como nas ligas anteriores um material de duas fases, composto por uma fase mais clara, o carboneto de tungstênio (WC) e outra fase mais escura, neste caso ligante de níquel (Ni). Esta liga mostrou ainda a elevada presença de poros.

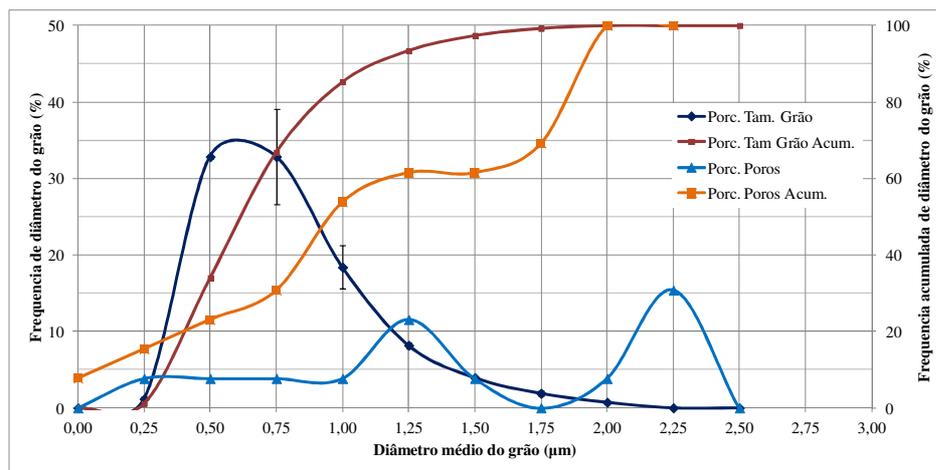
Figura 71 – Micrografia da amostra de Ni8, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x.



Fonte: Próprio autor

Observando-se o gráfico da Figura 72, nota-se que a liga de níquel apresentou um tamanho médio de grão de $0,680\ \mu\text{m}$, com as maiores frequências de tamanhos de grão nos diâmetros de $0,50$ e $0,75\ \mu\text{m}$ nas frequências de $32,84$ e $32,85\%$ respectivamente. No gráfico ainda se nota a presença da curva de densidade de poros e tamanho médio de poros da amostra, as maiores porcentagens de poros apresentaram diâmetro de $1,25$ e $2,25\ \mu\text{m}$ com porcentagens de $23,07$ e $30,76\%$ respectivamente.

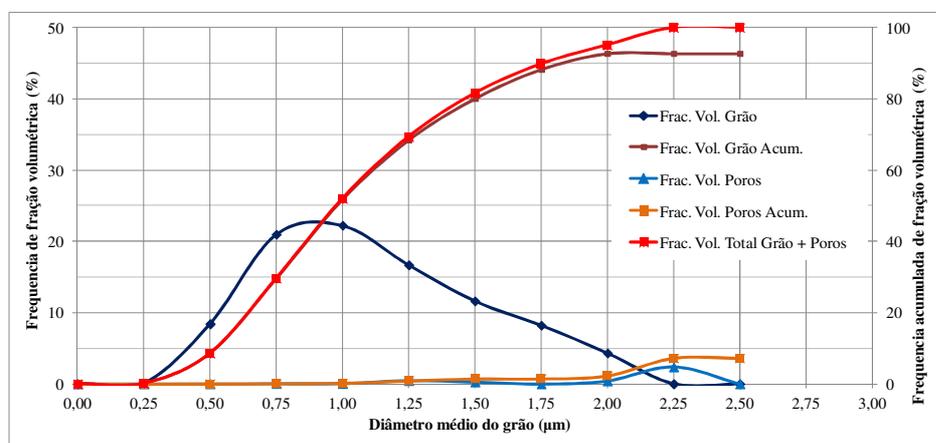
Figura 72 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co8.



Fonte: Próprio autor

No gráfico de fração volumétrica da amostra de Ni8, apresentado na Figura 73, observa-se a dispersão das frações volumétricas de grãos do material e de poros. Os grãos do material tiveram uma maior frequência entre $0,75$ e $1,00\ \mu\text{m}$, com porcentagens de 21 e 22% respectivamente. Enquanto isso os poros de maior frequência no material se apresentaram no diâmetro de $2,25\ \mu\text{m}$, com frequência de $4,76\%$, com o total de poros representando $7,22\%$ da área da amostra.

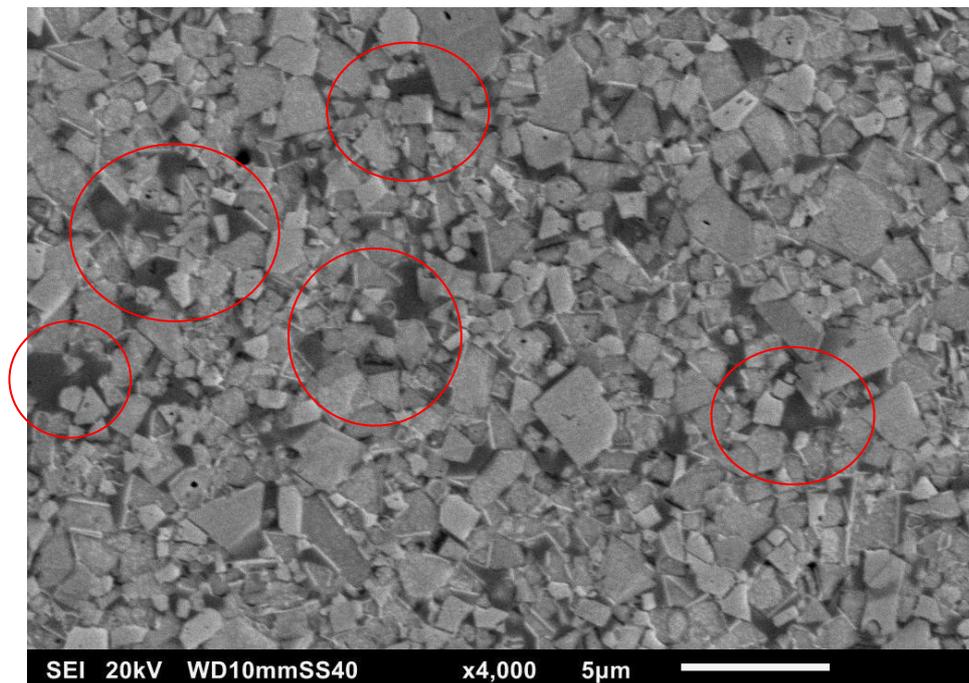
Figura 73 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co8.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 74 é apresentada a micro estrutura da amostra de Co11. Nota-se uma maior variação do tamanho dos grãos há presença de carboneto de tungstênio de maiores tamanhos circundados por grãos de menores tamanhos. Ainda são observadas regiões mais escuras onde são encontrados somente o ligante, no caso Co, confirmando o encontrado por (BROOKES, 2015).

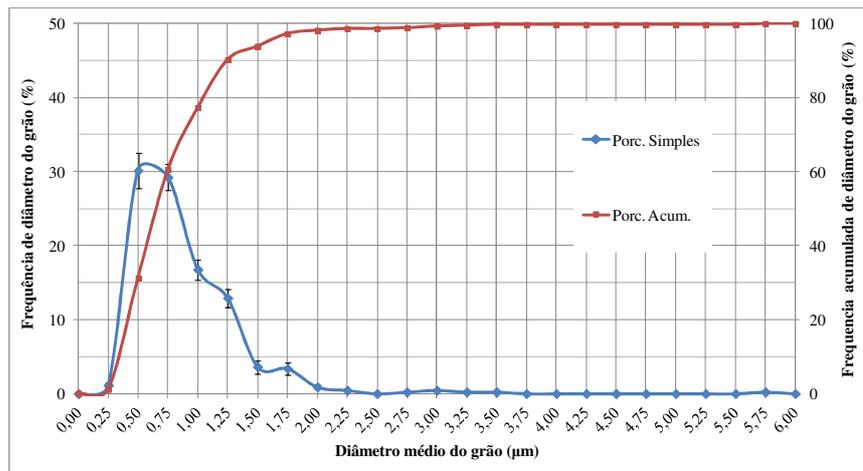
Figura 74 – Micrografia da amostra de Co11, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x, detalhe para regiões com “piscina” de ligante.



Fonte: Próprio autor

A dispersão do tamanho de grão da liga Co11 é mostrada na Figura 75, onde pode-se notar que os tamanhos de grão mais frequentes na amostra são 0,50 e 0,75 μm com porcentagens de 30 e 29% respectivamente. Entretanto observa-se também que os grãos com diâmetro médio de 1,00 e 1,25 μm tiveram uma frequência de 17 e 13% o que evidencia uma liga com tamanhos de grão mais variados, não sendo constituído por a prevalência de um único tamanho de grão característico.

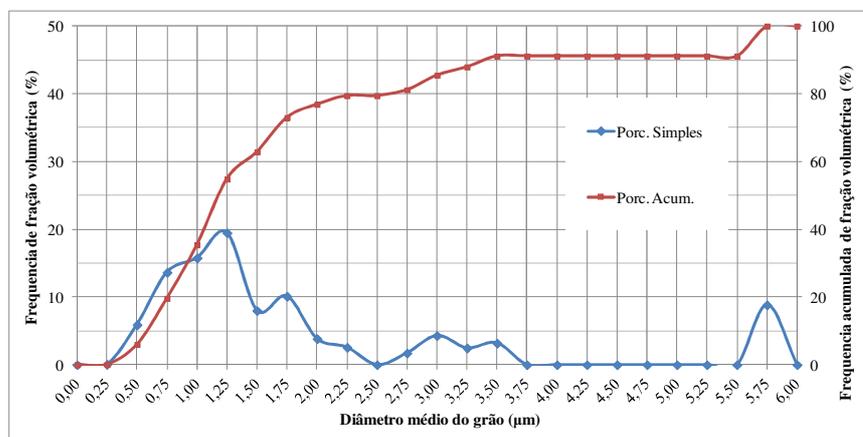
Figura 75 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co11.



Fonte: Próprio autor

A liga de Co11 apresentou uma dispersão da fração volumétrica, conforme mostrado na Figura 76. Os pontos com maior frequência de fração volumétrica mostraram-se na faixa do diâmetro entre 0,75 a 1,75 μm com porcentagens de 8,5 a 20%. Outra ocorrência mostrada pelo gráfico é que os grãos com 5,75 μm de diâmetro tiveram um ocorrência de 0,22% na frequência do numero de grãos, mas quando observando sua área na proporção da área da imagem, tiveram uma fração volumétrica de 9% em relação à área da imagem.

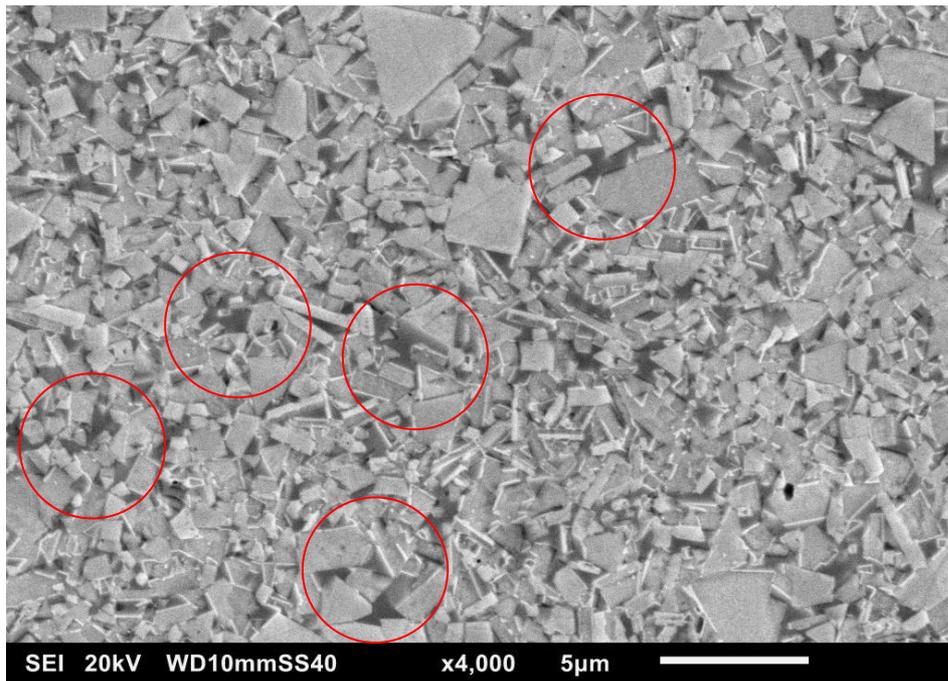
Figura 76 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co11.



Fonte: Próprio autor

Na figura Figura 77 é exibida a microestrutura da liga de Co13. Esta liga apresentou uma maior dispersão no tamanho de grão quando comparada as outras, os grãos mostraram-se com tamanhos variados, o que propiciou uma menor aparição do fenômeno de “piscinas de ligante”.

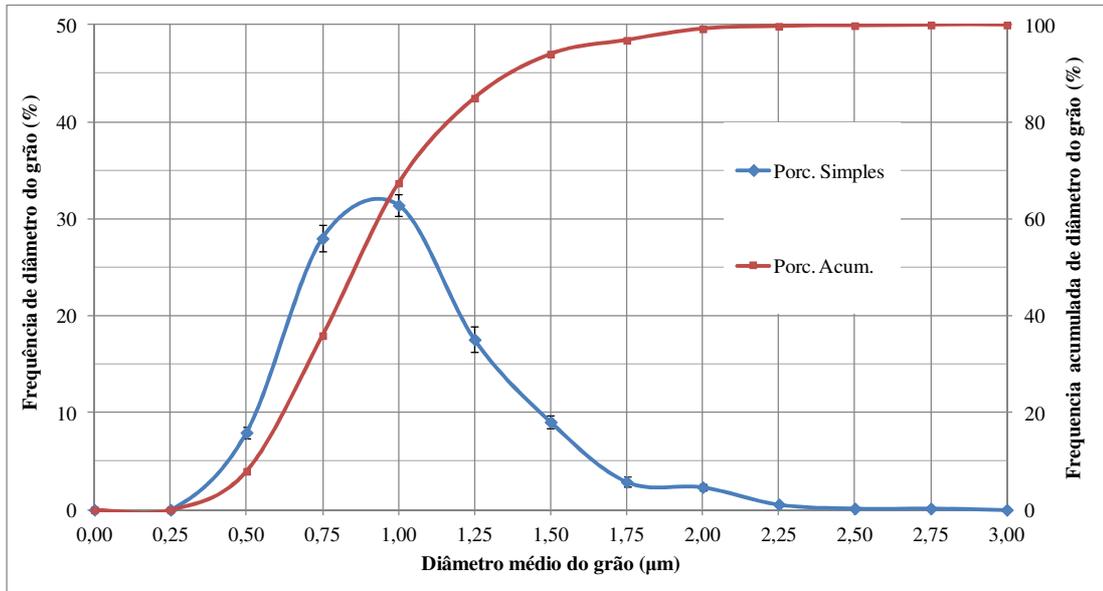
Figura 77 – Micrografia da amostra de Co13, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x, detalhe para regiões com “piscina” de ligante.



Fonte: Próprio autor

A liga Co13 apresentou uma dispersão no tamanho de grão conforme apresentado na Figura 78, o tamanho médio de grão calculado foi 0,808 μm , mas os grãos de maior frequência variaram entre 0,75 e 1,50 μm , com porcentagens entre 10 a 33% o que proporcionou a esta liga uma menor presença de áreas com concentração de ligante.

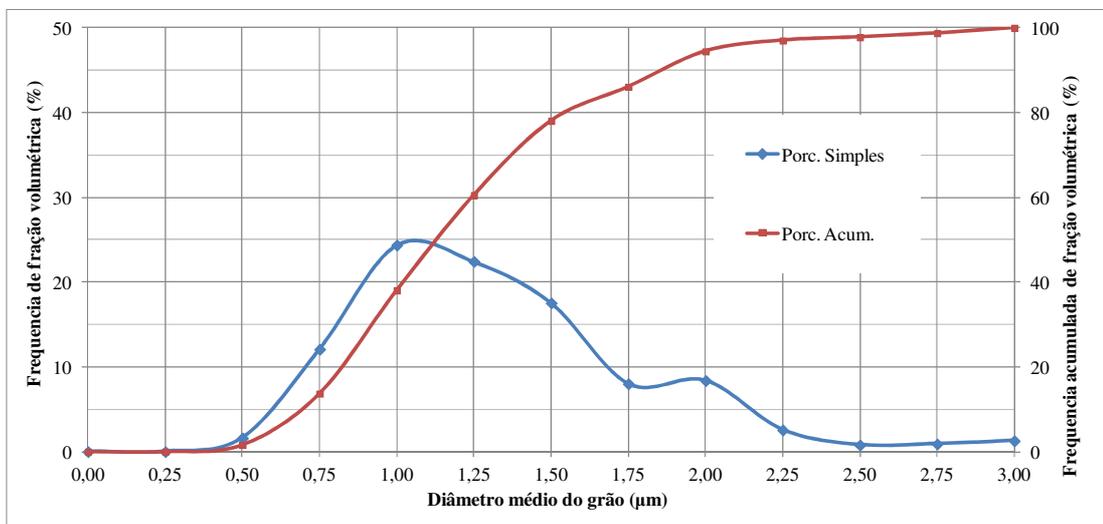
Figura 78 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co13.



Fonte: Próprio autor

A frequência da fração volumétrica dos grãos constituintes da liga Co13 apresentaram uma curva de frequência dispersa entre os diâmetros de 0,75 e 2,00 μm , conforme exibido na Figura 79. Os pontos com diâmetro entre 0,75 a 2,00 μm apresentaram as maiores frequências de fração volumétrica, com porcentagens de 8 a 25%.

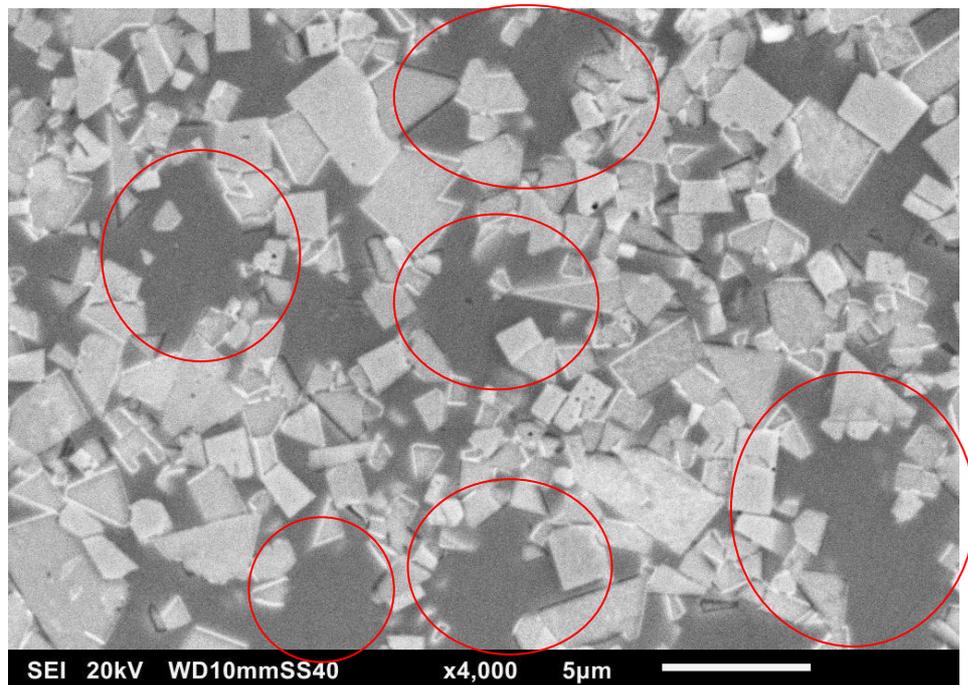
Figura 79 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co13.



Fonte: Próprio autor

A microestrutura da liga com maior teor de ligante (Co29) é apresentada na Figura 80. Nesta imagem se observa que esta liga é formada por grãos de carboneto de tungstênio com dimensões de maior tamanho quando comparadas as outras ligas, pode-se observar também que devido sua maior quantidade de ligante ocorre a formação de áreas com concentração exclusivamente de ligante, formando o fenômeno de “piscinas de ligante”.

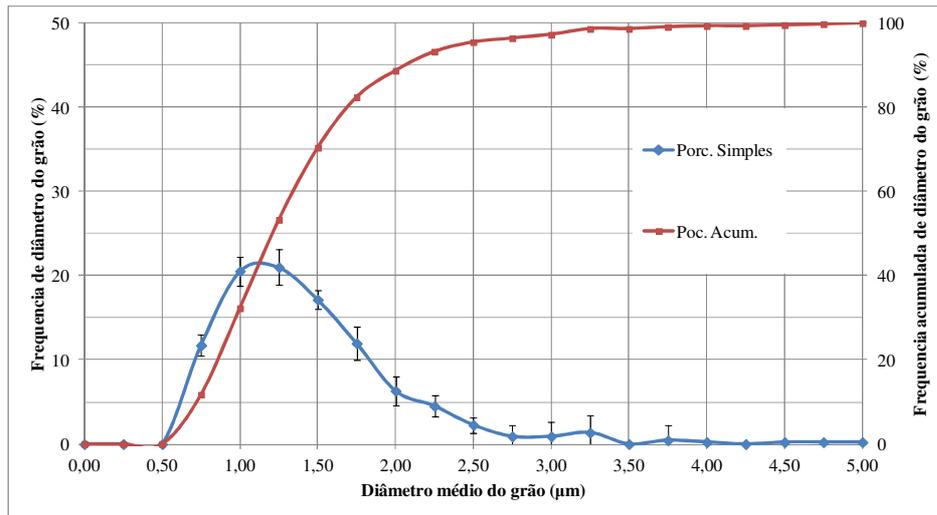
Figura 80 – Micrografia da amostra de Co29, ataque inicial com Nital a 2% e posteriormente com Murakami, ampliação de 4000x, detalhe para regiões com “piscina” de ligante.



Fonte: Próprio autor

A liga Co29 apresentou uma dispersão do tamanho de grãos de carboneto de tungstênio conforma mostra a Figura 81. Os diâmetros de grãos mais frequentes fora de 1,00 a 1,50 μm , representando quase 60% do total de grão exibidos na microestrutura da liga, os tamanhos de grão tiveram sua maior dispersão entre 0,75 a 2,25 μm , com um tamanho médio calculado de 1,33 μm .

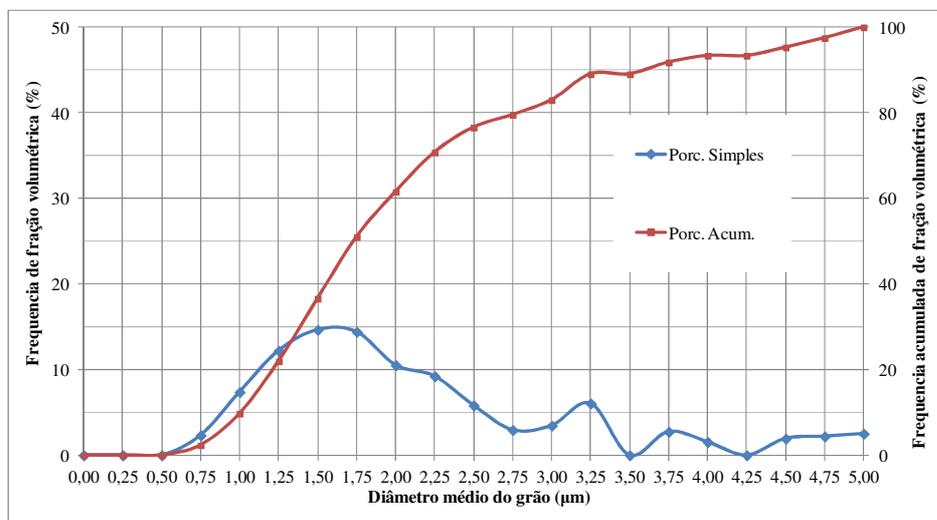
Figura 81 – Diâmetro médio equivalente de grão da amostra de Co29.



Fonte: Próprio autor

A fração volumétrica dos grãos constituintes da liga Co29 apresentou um diâmetro médio de fração volumétrica modal de 1,75 μm . A maior dispersão da fração volumétrica dos grãos ocorreu entre 1,25 a 2,50 μm , com a presença de frações volumétricas com maiores concentrações pontuais nos diâmetros de 3,25 μm e 3,75 μm , representando 6,0 e 4,5% respectivamente. A frequência da fração volumétrica dos grãos é apresentada na Figura 82.

Figura 82 – Fração volumétrica equivalente de grão da amostra de Co29.



Fonte: Próprio autor

5.1.3 Densidade das amostras

Para determinação da densidade das amostras foi utilizado o processo da balança hidroestática de Arquimedes de acordo com ASTM B962-17 (ASTM, 2013a), conforme apresentado no item 4.8.

Para medição foi retirado de cada liga uma amostra de 10x10x10 mm e subtida a pesagem a seco e imersa. Para cada liga foram realizadas cinco medições sendo apresentado na Tabela 10 abaixo, a média e o desvio padrão.

Tabela 10 – Densidade das amostras ensaiadas.

Amostra	Peso Seco (g)		Peso Imerso (g)		Volume (cm ³)		Densidade (g/cm ³)		Densidade Catálogo (g/cm ³)
	Média	Desv. Pad.	Média	Desv. Pad.	Média	Desv. Pad.	Média	Desv. Pad.	
Co3	14,17923	5,48E-06	13,24960	5,48E-04	0,92963	5,48E-04	15,252	5,48E-04	15,26
Co6	8,04663	8,37E-06	7,50428	8,37E-05	0,54235	8,41E-05	14,837	8,45E-05	14,85
Co8	12,19960	8,37E-06	11,37988	2,39E-04	0,81972	2,39E-04	14,883	2,39E-04	14,90
Co11	8,60291	8,37E-06	8,00454	1,14E-04	0,59837	1,14E-04	14,377	1,15E-04	14,40
Co13	9,76254	5,48E-06	9,06834	5,48E-05	0,69420	5,50E-05	14,063	5,53E-05	14,09
Co29	7,23864	5,48E-06	6,66866	5,48E-05	0,56998	5,50E-05	12,700	5,53E-05	12,73
Ni8	11,36840	8,37E-06	10,58952	1,92E-04	0,77888	1,93E-04	14,596	1,93E-04	14,60

Fonte: Próprio autor

Com os resultados da Tabela 10, se observou que a densidade obtida em laboratório variou de 0,03 a 0,87% do valor especificado pelo fabricante.

5.1.4 Dureza das amostras

Para mensuração da dureza das amostras foi utilizado o método de Vickers, conforme apresentado no item 4.5. Para este ensaio as amostras foram separadas antes do ensaio, sendo sua superfície retificada para garantia da manutenção do paralelismo das superfícies superior e inferior. Após esta etapa as amostras foram ensaiadas com escala de HV₁₀(carga de 10kgf), sendo obtido o resultado mostrado na Tabela 11.

Tabela 11 – Dureza média das amostras.

Amostra	Dureza HV ₁₀					Média	Desvio Padrão	Dureza Indicada pelo Fabricante HV ₁₀
Co3	1880	1905	1889	1877	1904	1891	13	1850
Co6	1795	1814	1824	1840	1776	1810	25	1765
Co8	1690	1638	1646	1620	1660	1651	26	1680
Ni8	1396	1372	1383	1374	1369	1379	11	1420
Co11	1291	1309	1307	1301	1300	1302	7	1250
Co13	1182	1208	1176	1231	1220	1203	24	1175
Co29	805	797	794	804	796	799	5	780

Fonte: Próprio autor

Comparando-se o resultado da Tabela 11 com os dados especificados pelo fabricante, observou-se que as amostras tiveram uma variação na dureza entre 2,90% inferior para a liga de Ni8 e 4,13% superior para a liga de Co11 quando comparadas as especificações de produção, o que corrobora as características mostradas por (SANDVIK, 2018; VINOD; DANIELE, 2014; VOIGT, KLAUS, DR; KIPPERER, K; PITONAK, 2005).

5.1.5 Dureza do abrasivo

Para determinação da dureza do abrasivo, fez-se o embutimento de pequena quantidade de areia #50 em baquelite, realizando-se o desabaste e polimento conforme procedimento apresentado no item 4.5. Conduziu-se então a amostra preparada para o ensaio de micro dureza, adotando-se uma carga de ensaio de 10 mN. Devido à marca realizada pelo ensaio ser de pequeno tamanho, não pode ser observada no próprio aparelho, encaminhou-se então a amostra para o microscópio ótico onde se realizou a medição com maior resolução. Foram realizadas cinco medições em três diferentes grãos, sendo apresentado o resultado na Tabela 12.

Tabela 12 – Micro dureza média do abrasivo #50.

Areia	Dureza HV _{0,1}					Média
#50	1054	1122	1094	1070	1109	1090
#50	1041	1104	1066	1115	1110	1087
#50	1048	1036	1073	1092	1196	1089
					Média	1089
					Desv. Pad	1,33

Fonte: Próprio autor

5.2. Ensaio de desgaste

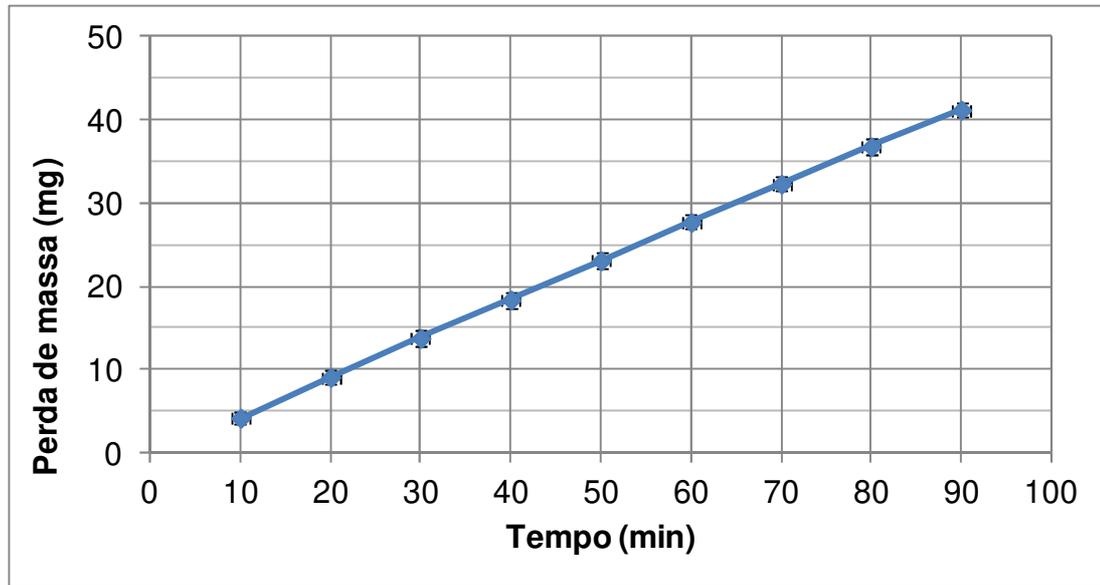
A seguir serão apresentados os resultados dos ensaios de abrasão em roda de borracha a úmido, com a variação da carga, pH do meio.

5.2.1 Configuração dos parâmetros de ensaio

Para início do ensaio de desgaste houve a necessidade da determinação dos parâmetros a serem utilizados nos ensaios como, tempo de ensaios e tamanho do abrasivo. Com a finalidade da determinação do tempo necessário de ensaio se adotou como padrão a amostra com teor médio de cobalto, no caso Co11 e o abrasivo de tamanho disponível de tamanho médio, areia #50. Procedeu-se então cinco ensaios iniciais com carga de 130N (carga padrão da norma), pH6 utilizando-se somente água deionizada pura.

O ensaio foi realizado com interrupções a cada 10 min com a finalidade da obtenção da variação da perda de massa com o tempo, para isto se tomou cuidado para em todo o tempo fosse utilizado o mesmo abrasivo e o mesmo líquido desde o início do ensaio. A cada paralisação a amostra foi retirada da máquina sem que fossem removidos o abrasivo e o líquido, e então foi lavada e pesada em balança com precisão de 0,1 mg. Após pesada e amostra foi cuidadosamente colocada na máquina de ensaios para os próximos 10 min. Este ciclo foi realizado até a obtenção de 90 min de ensaio. Para que houvesse uma constatação estatística dos valores, este ensaio foi realizado em quatro amostras de Co11, sendo apresentada variação média da perda de massa com o tempo na Figura 83.

Figura 83 – Variação média da perda de massa com o tempo de ensaio em amostra de Co11.



Fonte: Próprio autor

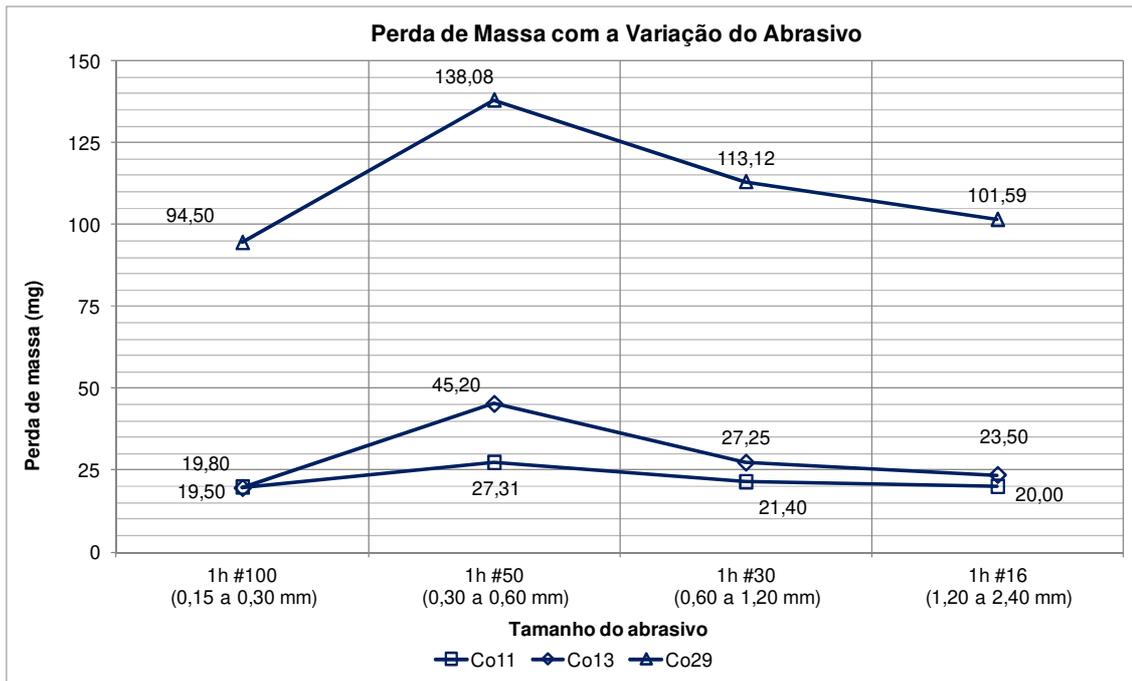
Obs: As barras de erro podem não ser visíveis devido sua pequena magnitude.

Com o ensaio realizado observou-se que a taxa de desgaste do material teve um comportamento constante ao longo do ensaio, conforme apresentado na Figura 83. Como a taxa de desgaste não variou entre os primeiros 10 e 20 min se inferiu que o fenômeno de running-in do material ocorreu no intervalo entre 0 a 10 min, por este motivo poderia adotar-se um ensaio de 10 ou 20 min para medição das perdas de massa. Entretanto inicialmente verificando a literatura se observou que algumas ligas selecionadas poderiam ter uma maior resistência ao desgaste, como o caso das amostras de Co3, devido a balança utilizada nas medições possui precisão de 0,1 mg, empregou-se a utilização de ensaios com 60 min de duração para que com esta finalidade fosse possível a medição da perda de massa nas ligas de maior resistência sem interferência do erro de medição do equipamento utilizado.

Analisado o tempo de ensaio, se prosseguiu com o estudo do tamanho crítico do abrasivo (TCA), para isto se realizou o ensaio de roda de borracha a úmido em todas as sete ligas utilizadas neste trabalho. Adotou uma repetibilidade de quatro testes por liga, com o meio em pH6 (utilizando-se água deionizada pura) e carga padrão de 130N (de acordo com norma ASTM G-105). Nos ensaios foi utilizado como abrasivo “Areia Normal Brasileira” fornecida pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas da Universidade de São Paulo (IPT-SP), empregou para tal as areias de granulometrias: #16 (1,20 a 2,40 mm); #30 (0,60 a 1,20 mm);

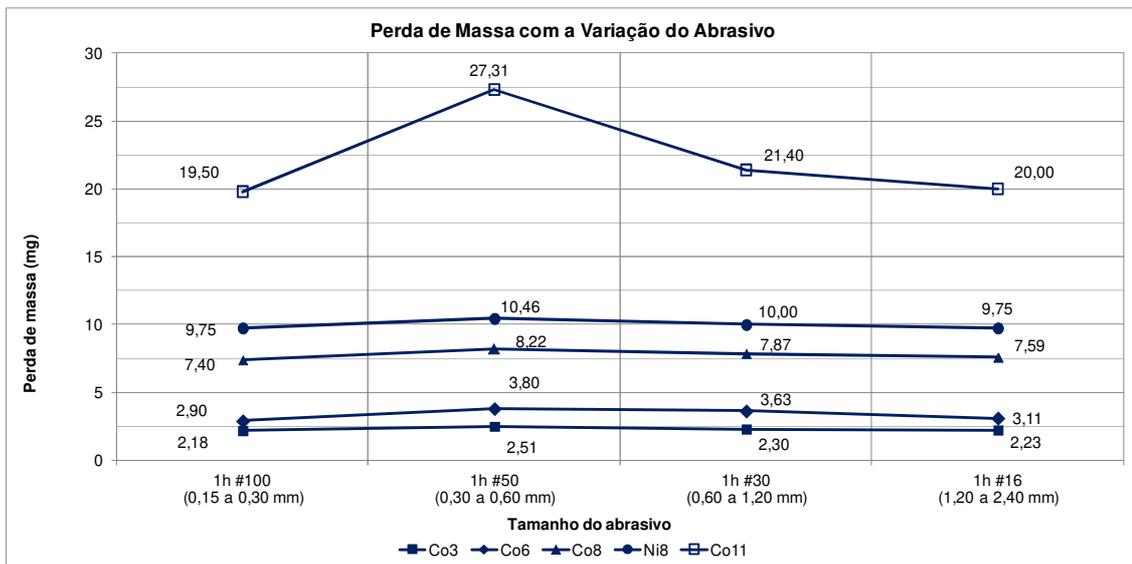
#50 (0,30 a 0,60 mm) e #100 (0,15 a 0,30 mm). Na Figura 84 é apresentada a variação da perda de massa com o tamanho do abrasivo para as ligas Co29, Co13 e Co11, já na Figura 85 é apresentada a variação da perda de massa com a variação do tamanho do abrasivo para as ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3.

Figura 84 – Perda de massa das ligas Co29, Co13 e Co11 com a variação do tamanho do abrasivo.



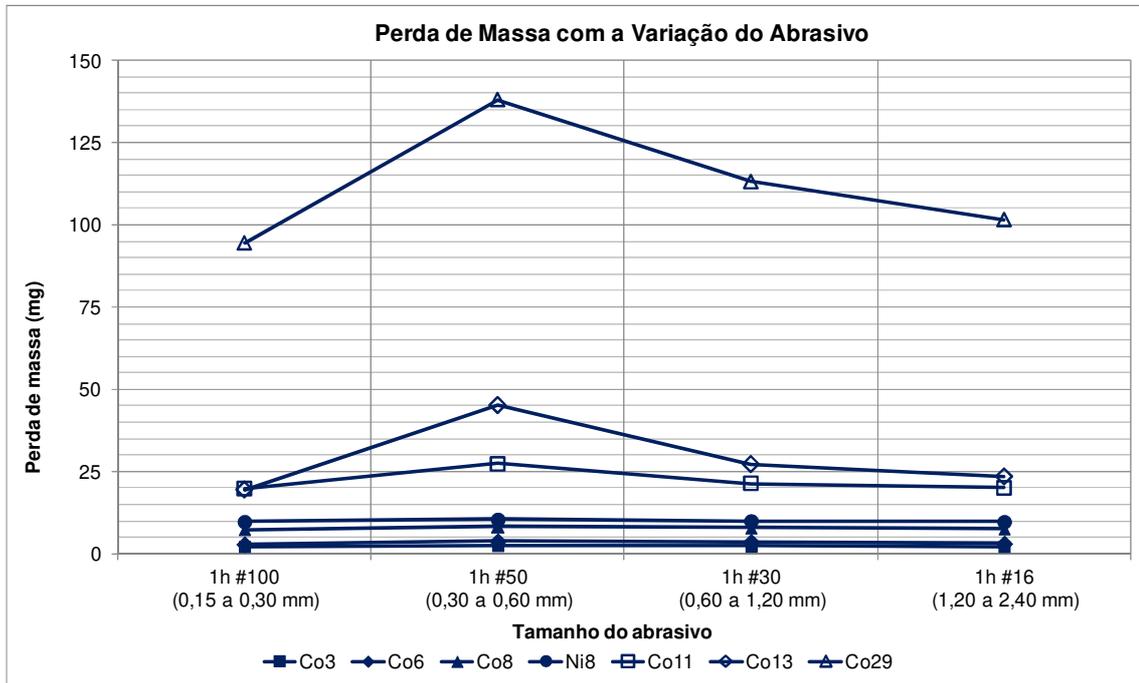
Fonte: Próprio autor

Figura 85 – Perda de massa das ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 com a variação do tamanho do abrasivo.



Fonte: Próprio autor

Figura 86 – Perda de massa das ligas Co29, Co13, Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 com a variação do tamanho do abrasivo.



Fonte: Próprio autor

A Figura 86 apresentou um resumo da variação da perda de massa com a variação do tamanho do abrasivo para as sete ligas ensaiadas (Co29, Co13, Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3). Com a execução destes ensaios observou-se que a perda de massa das amostras em ensaios com abrasivo #100 aumentou até o limiar do abrasivo #50, chegando ao ponto máximo (TCA). Após este ponto com a utilização de abrasivos maiores ocorreu uma redução da perda de massa da amostra até a utilização do abrasivo de maior dimensão (#16). Com estes dados observou-se que o tamanho crítico de abrasivo (TCA) para as amostras foi entre 0,30 e 0,6 mm (areia #50), este fato se opõem ao mostrado por (DAS et al., 2008) e confirma o comportamento do abrasivo mostrado por (CHACON-NAVA et al., 2010).

Com a adoção do ensaio de perda de massa com a variação do tamanho do abrasivo em todas as amostras pode-se realizar a comparação da mudança de comportamento entre todas as ligas. As ligas com maior teor de ligante, como Co29 e Co13, apresentaram um aumento maior da perda de massa quando avaliada seu valor em módulo, (Co29: 94,50 para 138,08; Co13: 19,80 para 45,20). Já as ligas com menores teores de ligante apresentaram também o abrasivo #50 como sendo o tamanho crítico do abrasivo, mas com um menor aumento da perda de massa quando analisada em módulo (Co6: 2,90 para 3,80; Co3 2,18 para

2,51). Na Tabela 13 é apresentada a variação da perda de massa com a variação do tamanho do abrasivo utilizado em cada ensaio.

Tabela 13 – Variação da perda de massa com o tamanho do abrasivo.

Liga	Abrasivo									
	#100			#50			#30			#16
	Perda de massa (mg)	Varição (mg)	Var. Percentual	Perda de massa (mg)	Varição	Var. Percentual	Perda de massa (mg)	Varição	Var. Percentual	Perda de massa (mg)
Co3	2,18	0,33	13,15%	2,51	0,21	8,37%	2,30	0,07	3,04%	2,23
Co6	2,90	0,90	23,68%	3,80	0,17	4,47%	3,63	0,52	14,33%	3,11
Co8	7,40	0,82	9,98%	8,22	0,35	4,26%	7,87	0,28	3,56%	7,59
Ni8	9,75	0,71	6,79%	10,46	0,46	4,40%	10,00	0,25	2,50%	9,75
Co11	19,50	7,81	28,60%	27,31	5,91	21,64%	21,40	1,40	6,54%	20,00
Co13	19,80	25,40	56,19%	45,20	17,95	39,71%	27,25	3,75	13,76%	23,50
Co29	94,50	43,58	31,56%	138,08	24,96	18,08%	113,12	11,53	10,19%	101,59

Fonte: Próprio autor

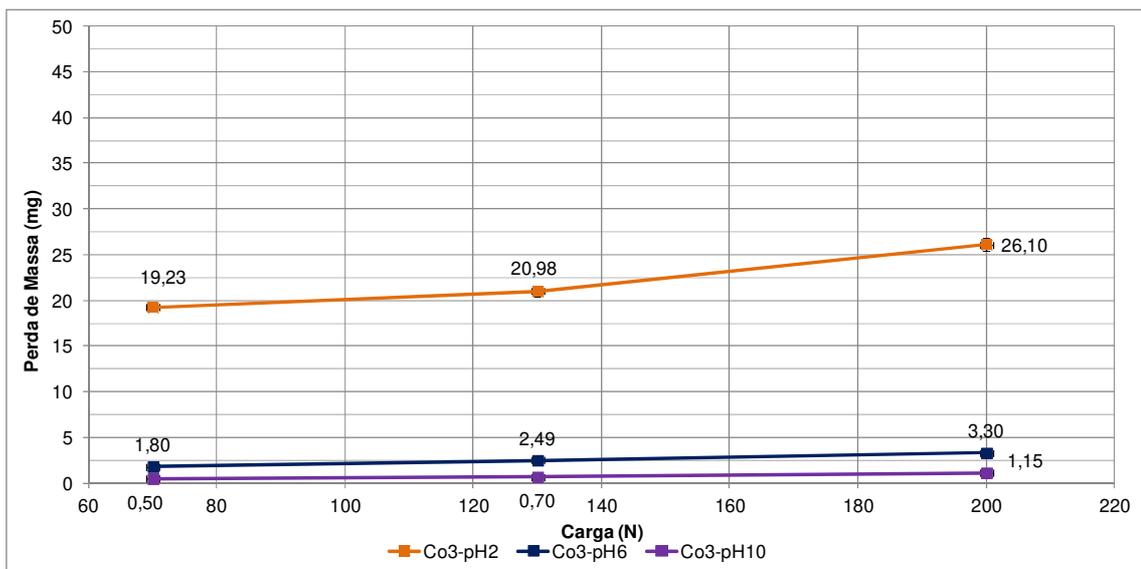
Com a observação da Tabela 13 acima, nota-se que apesar da amostra Co29 possuir a maior perda de massa em módulo, quando se comparam percentualmente as perdas de massa a, liga que teve a maior perda de massa percentualmente foi a liga Co13, enquanto que a liga que teve o menor percentual de perda de massa foi a liga Ni8.

5.2.2 Ensaios com variação do pH do meio e da carga aplicada.

Observou-se que todas as ligas apresentaram o abrasivo de granulometria #50 sendo este o tamanho crítico de abrasivo, foi adotado este abrasivo para os ensaios com variação de carga e ph do meio. Realizaram-se então os ensaios para as sete ligas constituintes deste trabalho com a adoção das cargas: 70, 130 e 200N, pH's: 2, 6 e 10, com tempo de ensaio estabelecido anteriormente de 60 min.

A variação da perda de massa da liga de Co3 com a variação da carga de ensaio e pH do meio é apresentada no gráfico da Figura 87, nele observa-se que a variação da carga aplicada no ensaio teve menor contribuição na perda de massa da liga, enquanto que a alteração do pH do meio apresentou uma maior importância para a redução da resistência ao desgaste e corrosão da liga. Pode-se ainda verificar que os ensaios em condições de pH6 e pH10 apresentaram uma variação aproximadamente linear com o aumento de carga, enquanto o ensaio em condição do meio em pH2 apresentou uma pequena deflexão positiva a partir do ensaio realizado com carga de 130N. Ainda se pode averiguar que a diminuição de pH6 para pH2 gerou um aumento da perda de massa na ordem de 10x, enquanto que a diminuição de pH10 para pH6 resultou em um aumento da perda de massa da ordem de 3,5x.

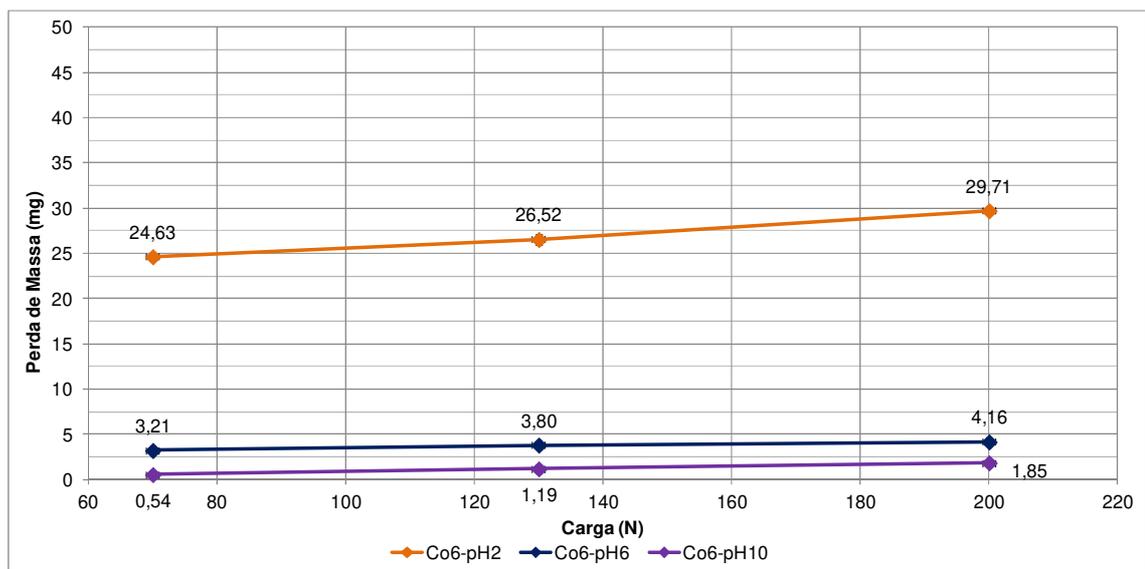
Figura 87 – Perda de massa para a liga Co3 com a variação da carga e pH do meio aquoso.



Fonte: Próprio autor

A liga de Co6 apresentou uma variação da perda de massa a alteração do pH do meio e carga aplicada conforme representado na Figura 88. Analisando-se o gráfico pode-se constatar que a alteração do pH do meio aquoso de pH10 para pH6 ocasionou uma menor elevação da perda de massa da amostra (aproximadamente 3x) quando comparado com o aumento da perda de massa com a alteração do meio aquoso de pH6 para pH2 (aumento de aproximadamente 7x). A carga aplicada no ensaio surtiu menor alteração no regime abrasivo-corrosivo de desgaste da liga gerando um comportamento próximo a uma variação linear com o aumento de carga, observa-se também uma menor deflexão positiva da perda de massa em pH2 a partir da carga de 130N quando comparado ao comportamento observado na liga Co3.

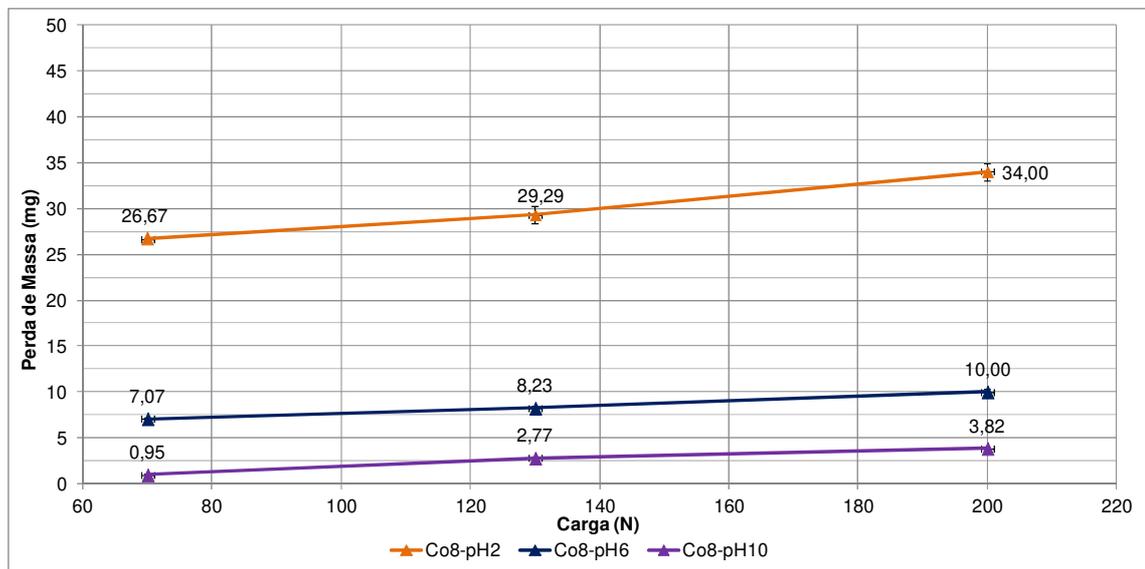
Figura 88 – Perda de massa para a liga Co6 com a variação da carga e pH do meio aquoso.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 89 é apresentado o comportamento de resistência ao desgaste por abrasão-corrosão da liga Co8. Neste gráfico observa-se que a alteração do pH do meio apresentou maior severidade ao desgaste quando comparado com a variação da carga aplicada no teste, a variação do pH10 para pH6 apresentou um aumento na taxa de desgaste de aproximadamente 3x, enquanto que a diminuição do pH do meio de pH6 para pH2 mostrou um aumento na taxa de desgaste de 3,5x. O aumento da carga aplicada no ensaio apresentou uma menor contribuição no desgaste da amostra manifestando um comportamento próximo a uma variação linear.

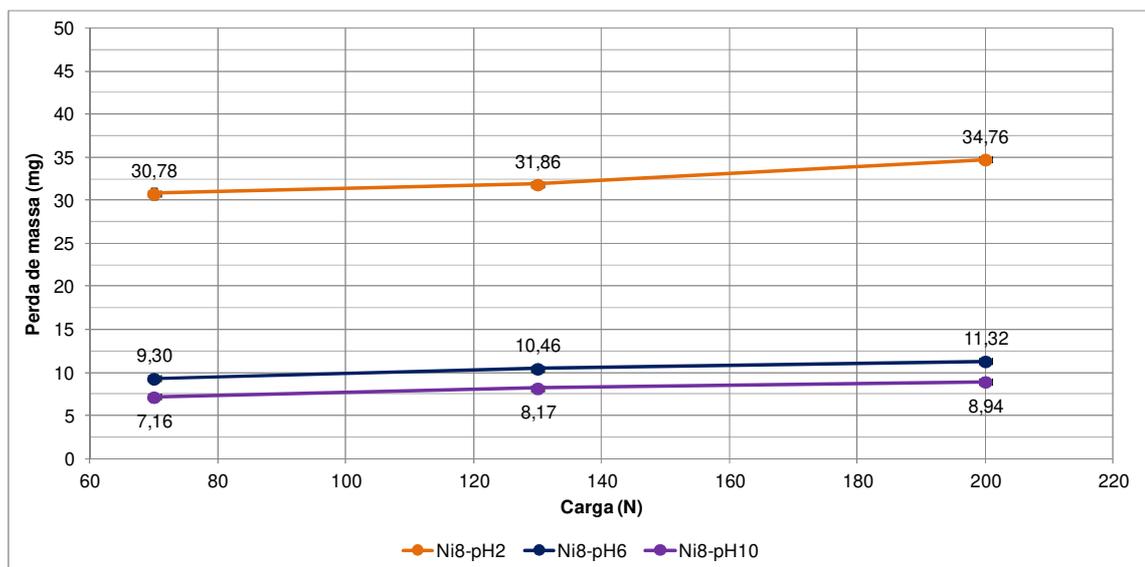
Figura 89 – Perda de massa para a liga Co8 com a variação da carga e pH do meio aquoso.



Fonte: Próprio autor

O comportamento da liga Ni8 com a alteração da carga aplicada e pH do meio é exibido na Figura 90. No gráfico pode-se constatar que na liga Ni8 a variação da carga de ensaio não apresentou grande alteração nos valores de perda de massa (aumento máximo, 9,30 para 10,46 mg de 12% ou 1,12x). Contudo a alteração de pH10 para pH6 propiciou um aumento da perda de massa de 30% (de 7,16 para 9,30 mg), já a alteração do pH do meio de pH6 para pH2 causou um aumento da perda de massa de 3,3x (de 9,30 para 30,78 mg), mostrando assim uma maior sensibilidade da resistência ao desgaste da liga Ni8 a alteração de pH abaixo de 6, o que contradiz os resultados de (BROOKES, 2015) para amostras de WC-Ni ensaiadas em roda de borracha à úmido.

Figura 90 – Perda de massa para a liga Ni8 com a variação da carga e pH do meio aquoso.

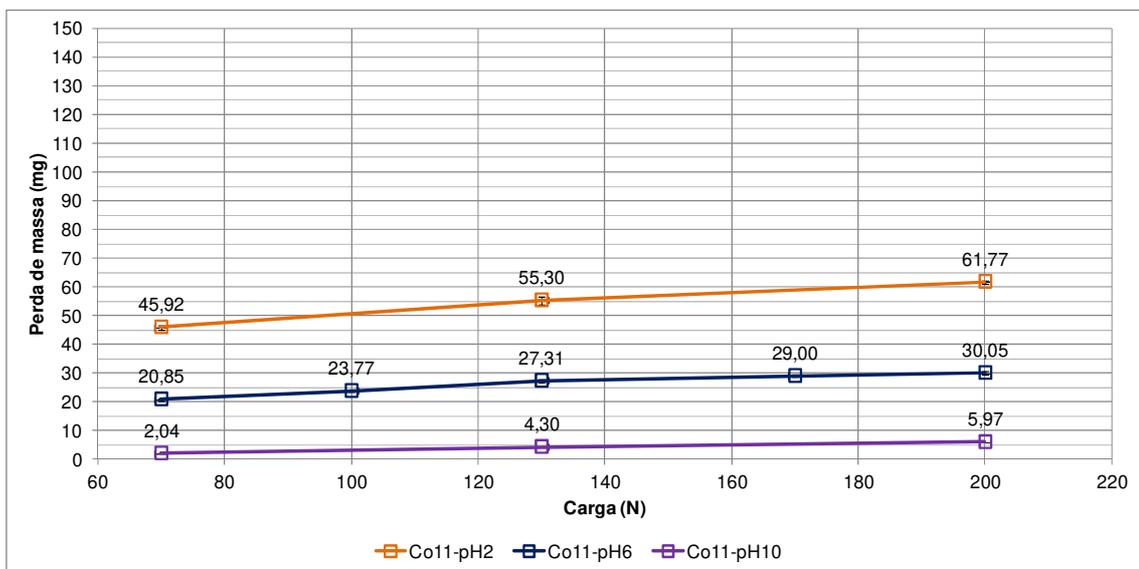


Fonte: Próprio autor

Na Figura 91 é apresentado o comportamento da liga Co11 para as variações de pH do meio e carga aplicada nos testes. Novamente se observa um comportamento semelhante as ligas anteriores onde o aumento da carga aplicada no ensaios apresentou uma variação semelhante a linear com o aumento da carga. A maior taxa de aumento na perda de massa ocorreu com o aumento da carga de 70N para 130N em pH10 onde a variação da perda de massa foi de 2,1x (2,04 para 4,30 mg) as demais variações ocorreram entre 10 a 30% de aumento. Para uma aferição do comportamento da liga Co11 com a variação da carga adotou-se para esta liga ensaio com cargas intermediárias (100N e 170N) em pH6, esta observação corroborou o comportamento linear da variação da perda de massa com o aumento da carga de ensaio do material.

Entretanto a variação do pH do meio mostrou-se novamente mais nociva a resistência ao desgaste da amostra, variando-se de pH10 para pH6 observou-se um aumento de 5x a 10x na taxa de desgaste da amostra, já a diminuição de pH6 para pH2 apresentou um aumento de 2x na perda de massa da amostra. Este comportamento mostra-se oposto ao ocorrido nas ligas de menor teor de ligante onde as maiores variações na taxa de desgaste foram exibidas nas alterações de pH6 para pH2, já nesta liga, Co11, as maiores taxas de desgaste ocorreram na variação de pH10 para pH6.

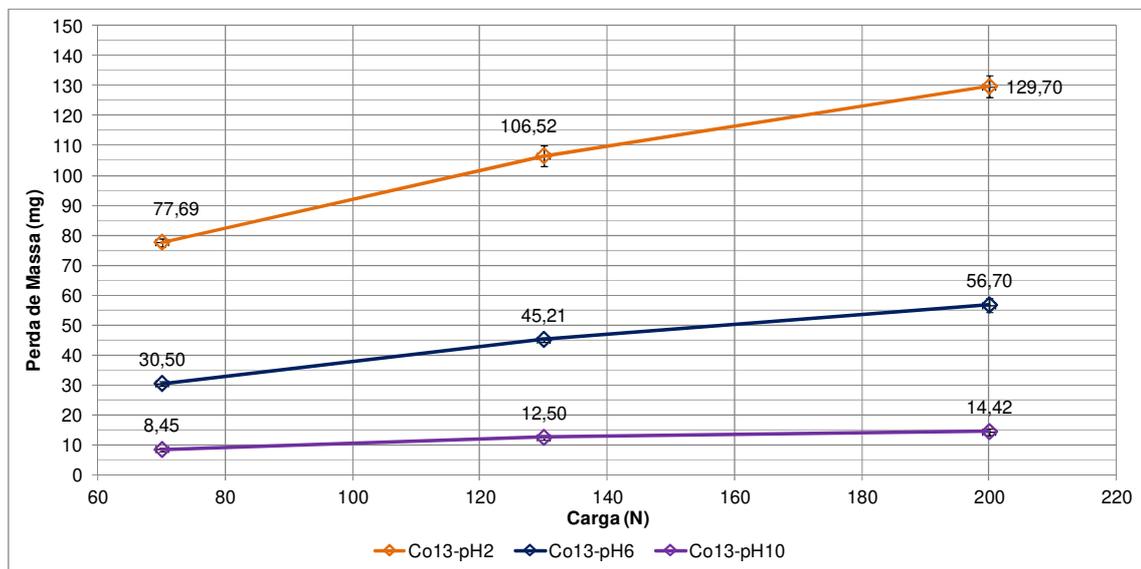
Figura 91 – Perda de massa para a liga Co11 com a variação da carga e pH do meio aquoso.



Fonte: Próprio autor

A variação da perda de massa da liga de Co13 com a variação da carga de ensaio e pH do meio é apresentada no gráfico da Figura 92. No gráfico observa-se que a variação da carga aplicada no ensaio teve menor colaboração no aumento da perda de massa da liga, enquanto que a alteração do pH do meio apresentou uma maior relevância no aumento do desgaste e corrosão da liga de Co13. Os resultados obtidos exibiram que o aumento da carga aplicada gerou um acréscimo médio de 20 a 40% no valor de perda de massa do compósito, entretanto a diminuição de pH10 para pH6 causou um aumento de aproximadamente 4x na perda de massa da amostra, já a diminuição de pH6 para pH2 ocasionou um aumento de 2,5x na perda de massa da amostra. Este comportamento assemelha-se ao comportamento apresentado pela liga Co11 onde a redução de pH10 para pH6 gerou também maiores aumentos na variação de perda de massa quando comparado a variação da perda de massa com a alteração de pH6 para pH2. Pode-se salientar também o aparecimento de deflexão negativa quando observado o comportamento da liga no ensaio em pH2, onde a partir da carga de 130N a reta apresentada no gráfico apresentou uma deflexão negativa, fenômeno oposto ao exibido nas ligas Co3 e Co6.

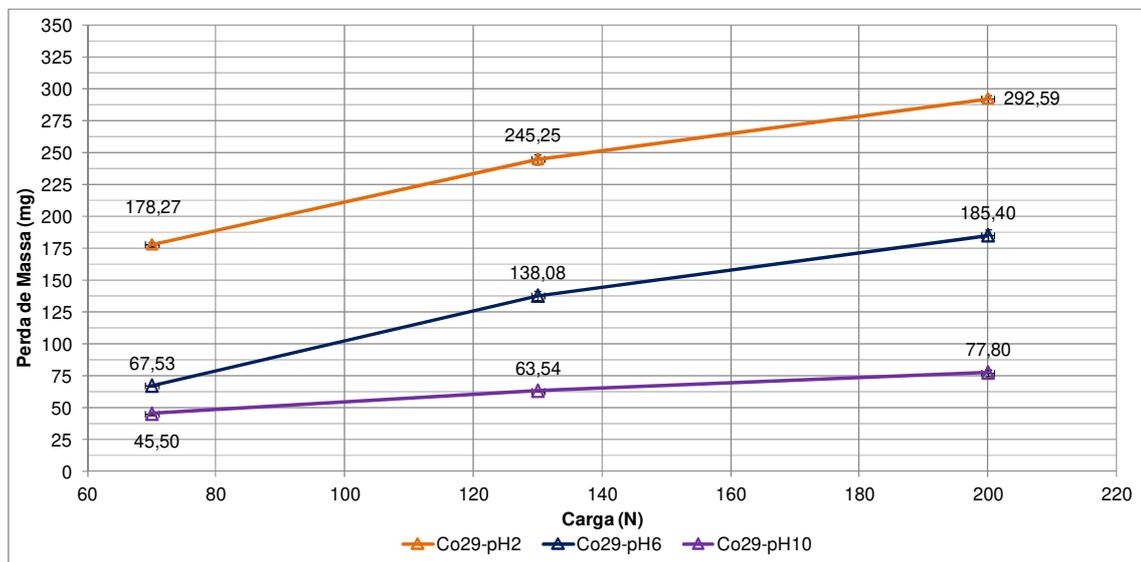
Figura 92 – Perda de massa para a liga Co13 com a variação da carga e pH do meio aquoso.



Fonte: Próprio autor

A liga com maior teor de ligante deste trabalho (Co29) apresentou uma variação da perda de massa a alteração do pH do meio e carga aplicada conforme representado na Figura 93. Observa-se no gráfico que alteração do pH do meio teve maior relevância no desgaste abrasivo-corrosivo do material, a modificação de pH10 para pH6 gerou um aumento de 2x na taxa de perda de massa do material, enquanto a alteração de pH6 para pH2 propiciou um incremento de 1,5x no desgaste do material, este fenômeno foi apresentado pelas ligas de maior teor de ligante (a partir da liga Co11) onde a variação de pH10 para pH6 mostrou maiores variações na taxa de desgaste quando comparada a variação de pH6 para pH2. Contudo a variação da carga aplicada exibiu menor modificação na perda de massa da liga, originando um comportamento próximo variação linear com o aumento da carga aplicada. O aumento da carga aplicada gerou um acréscimo de 20 a 30% na perda de massa da liga, observou ainda a deflexão negativa da reta constituinte dos valores de perda de massa, deflexão esta observada nas ligas anteriores com maiores teores de ligante (a partir de Co11), entretanto mostrado agora para os ensaios em pH2 e pH6 e não somente nos ensaios em pH2 como apresentado anteriormente.

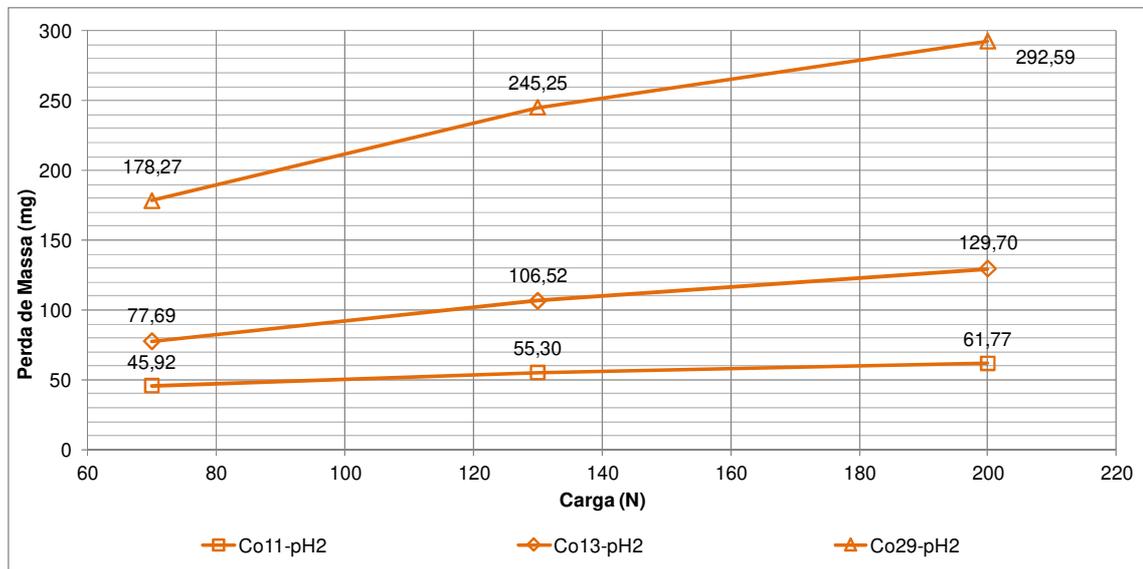
Figura 93 – Perda de massa para a liga Co29 com a variação da carga e pH do meio aquoso.



Fonte: Próprio autor

Abaixo na Figura 94 é apresentada a variação da perda de massa para as ligas Co29, Co13 e Co11 nos ensaios com o meio aquoso em pH2. Comparando-se os resultados se observa que o aumento do teor de ligante da amostra de Co13 para Co29 aumentou em 2,3x a perda de massa da amostra, enquanto que o aumento do teor de ligante de Co11 para Co13 gerou um aumento médio de 2x o valor da perda de massa para o mesmo pH (pH2). Pode-se ainda observar que o aumento do teor de ligante ocasionou o aumento do coeficiente angular das retas, apresentando maior inclinação as amostras com maior teor de ligante.

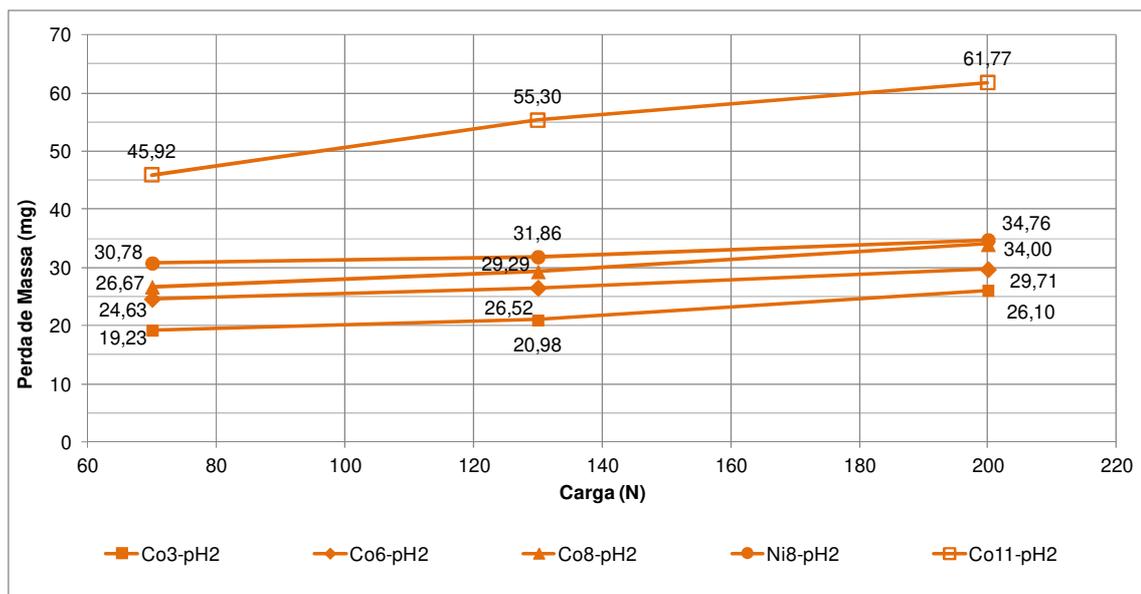
Figura 94 – Perda de massa das liga Co29, Co13e Co11 com pH2 e variação da carga.



Fonte: Próprio autor

A Figura 95 é apresentada o resumo dos resultados de perda de massa para as ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 nos ensaios com o meio aquoso em pH2. Na parte superior do gráfico se observa a liga de Co11 com valor de perda de massa superior ao das outras ligas e com maior inclinação da reta com os resultados, abaixo se nota as ligas Ni8, Co8, Co6 e Co2, com um comportamento semelhante a variação da carga do ensaio, a diferença de perda de massa entre estas ligas variou na ordem média: Co3 para Co6, aumento de 20%; Co6 para Co8, aumento 10%; Co8 para Ni8, aumento 10%. Esta fato mostra que para pH2 neste regime de ensaio um aumento de 3% de ligante (Co3 para Co6) gerou um aumento de 20% na perda de massa e que a alteração do tipo de ligante de cobalto para níquel propiciou um aumento de 10% no desgaste do material para as mesmas condições de ensaio.

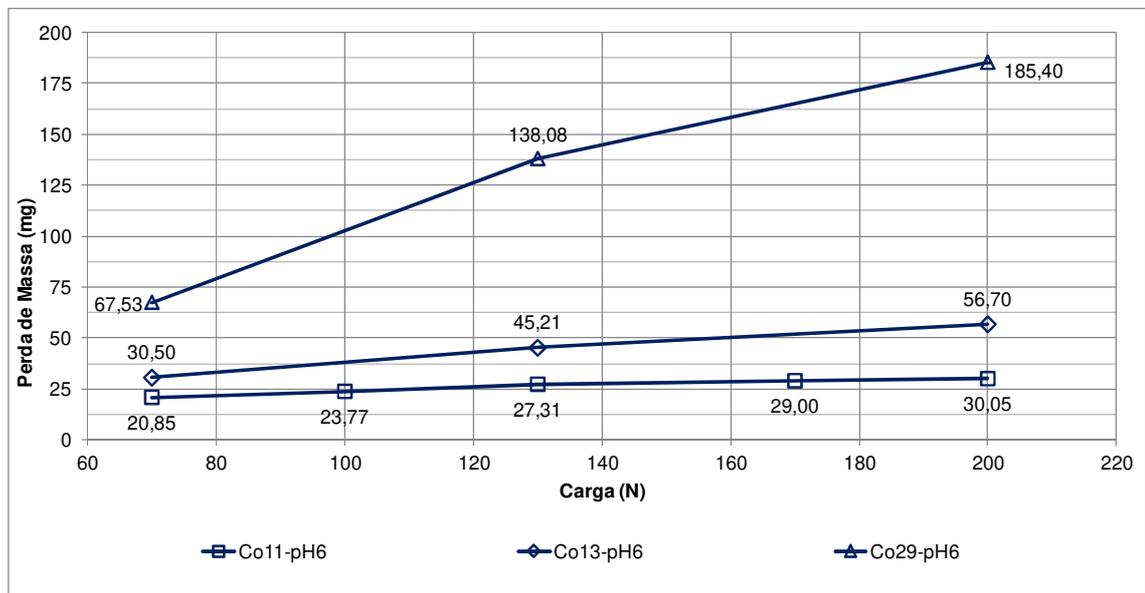
Figura 95 – Perda de massa para a liga Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co2 com pH2 e variação da carga.



Fonte: Próprio autor

A seguir na Figura 96 é apresentada a variação da perda de massa para as ligas Co29, Co13 e Co11 nos ensaios com o meio aquoso em pH6. Observando-se os resultados nota-se que o aumento do teor de ligante de Co13 para Co29 acarretou em um aumento aproximado de 3x na perda de massa enquanto o aumento do teor de ligante de Co11 para Co13 desencadeou um aumento aproximado de 2x na perda de massa da amostra. Novamente constata-se que o aumento do teor de ligante nas amostras gerou um aumento da inclinação na reta média com os resultados, este fenômeno é observado com maior intensidade na liga Co29.

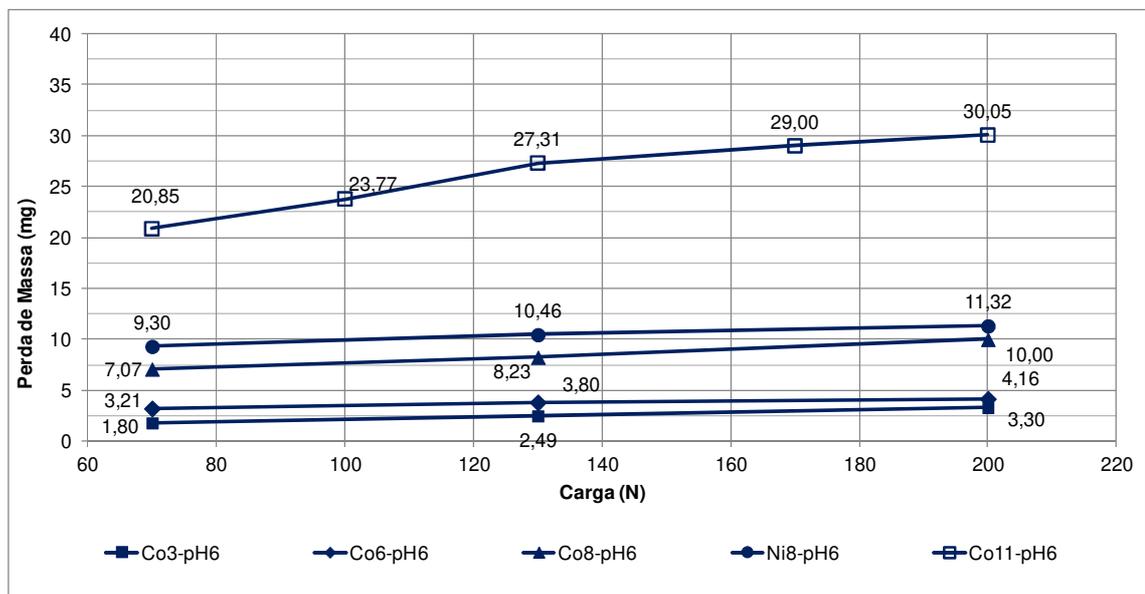
Figura 96 – Perda de massa para a liga Co29, Co13 e Co11 em pH6 com a variação da carga.



Fonte: Próprio autor

A variação da perda de massa para as ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 em meio aquoso de pH6 é exposta na Figura 97. Neste gráfico se observa que o aumento do teor de ligante de Co8 para Co11 ocasionou em um aumento de 3x no valor de perda de massa, enquanto que a variação de Co6 para Co8 resultou em um aumento de 2x na perda de massa da amostra. Já o aumento de ligante de Co3 para Co6 sucedeu um aumento de somente 50% na perda de massa da amostra. Notou-se também que como ocorrido nos outros arranjos experimentais as amostras com maiores teor de ligante apresentaram uma maior inclinação da reta média de resultados enquanto que as ligas com menores teores de ligante tiveram resultados tendendo a horizontalidade. Observa-se ainda que utilização do ligante de níquel ocasionou um aumento médio de 30% na perda de massa da liga Ni8 quando comparada a liga Co8.

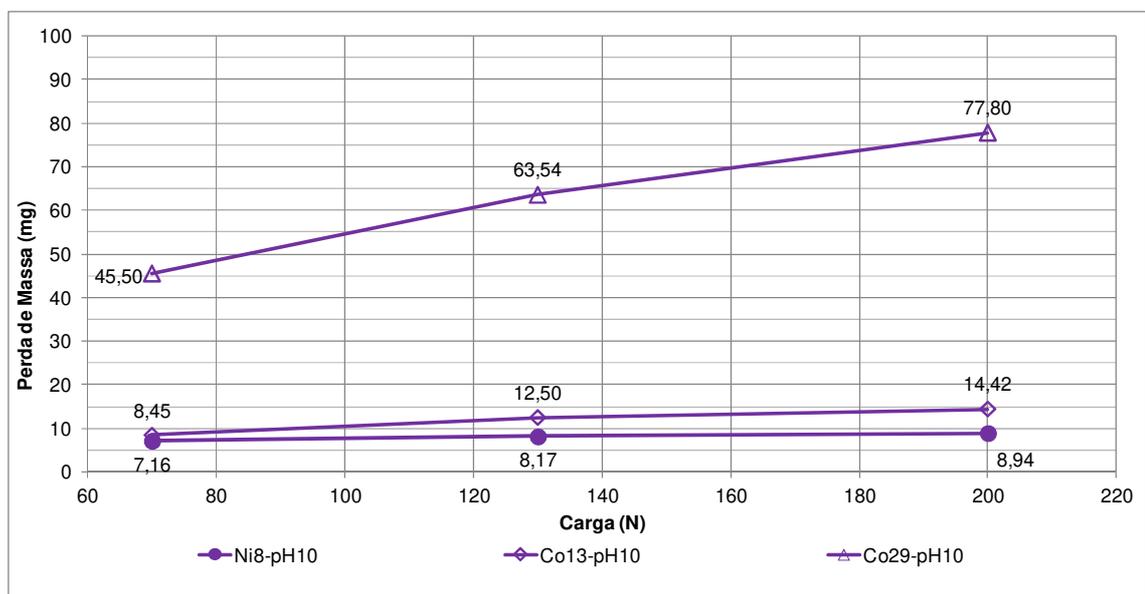
Figura 97 – Perda de massa para a liga Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 em pH6 e variação da carga.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 98 são exibidos os resultados de perda e massa para as ligas Co29, Co13 e Co11 ensaiadas em meio aquoso de pH10. Observa-se no gráfico abaixo que o aumento do teor de ligante de Co13 para Co29 gerou um aumento de 5x na taxa de desgaste da amostra, já o aumento do teor de ligante de Co11 para Co13 culminou em um aumento médio de 3x na perda de massa da amostra, tal taxa de crescimento (5x) não foi apresentada nas outras variações de ensaio, o leva a ilação que o aumento do pH dos ensaios gerou uma maior sensibilidade de resposta no sistema abrasivo-corrosivo a variação do teor de ligante da amostra.

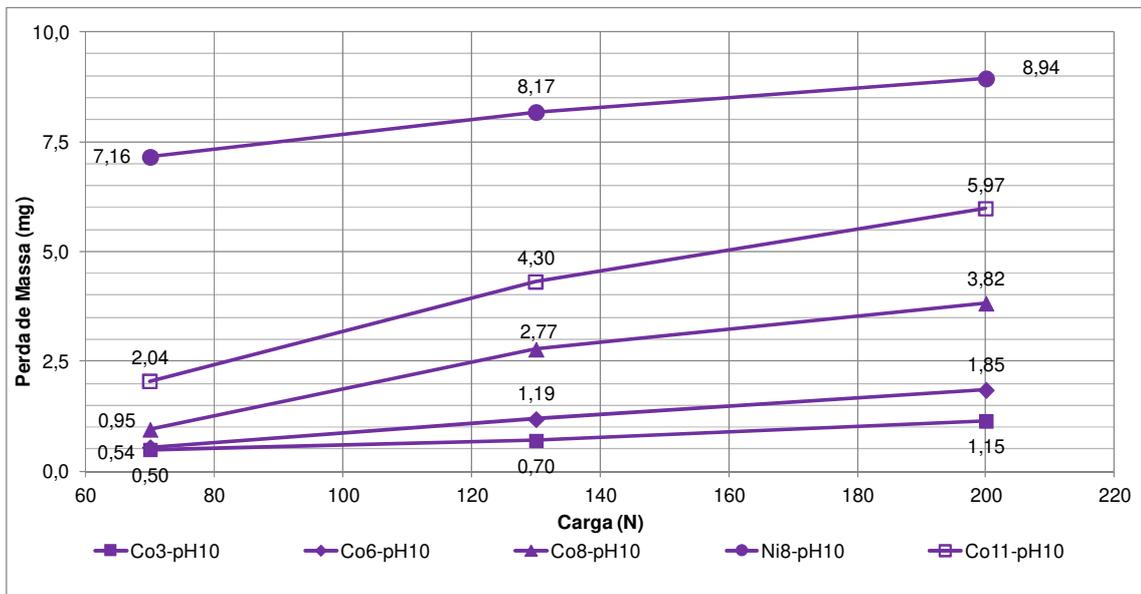
Figura 98 – Perda de massa para a liga Co29, Co13 e Ni8 em pH10 e variação da carga.



Fonte: Próprio autor

A exibição alteração na perda de massa das ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 em meio aquoso de pH10 é exposta na Figura 99. Na exibição de resultados abaixo se contata que a alteração do ligante de cobalto para níquel promoveu um aumento médio na perda de massa da amostra de 3x. Já a alteração no teor de ligante de Co8 para Co11 e de Co6 para Co8 ocasionaram um aumento médio de 2x na perda de massa para cada transição, contudo para a variação de teor de ligante de Co3 para Co6 o aumento da perda de massa foi da ordem de 1,5x. Atentando-se ao gráfico se nota-se a presença de duas ocorrências distintas, a primeira que a alteração do teor de ligante alterou com maior intensidade a inclinação das retas médias que exibem os resultados; a segunda, para as amostras Co11, Co8, Co6 e Co3 a variação da carga de ensaio apresentou maior relevância, ocorrendo uma variação de 2x a 3x no aumento da perda de massa com a alteração da carga de ensaio.

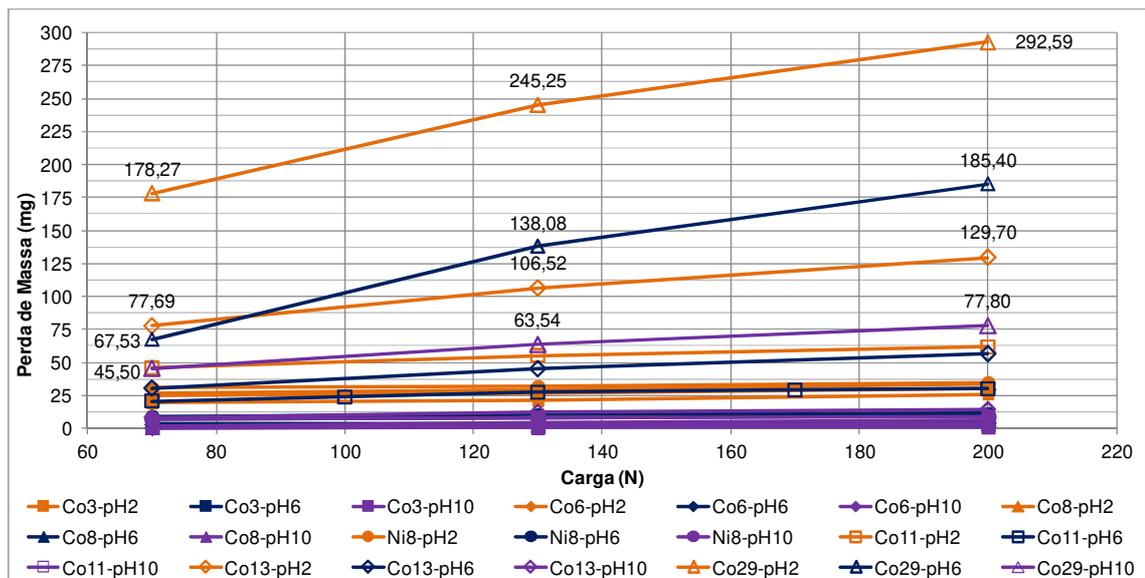
Figura 99 – Perda de massa para a liga Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3 em pH10 e variação da carga.



Fonte: Próprio autor

Com a plotagem de todos os resultados obtemos o gráfico apresentado na Figura 100. Nesta representação de resultados se pode observar alguma interação entre os resultados, como por exemplo, a liga de Co13-pH2 apresentou uma maior resistência ao desgaste quando comparada a liga Co29-pH6 exceto na menor carga de ensaio de 70N.

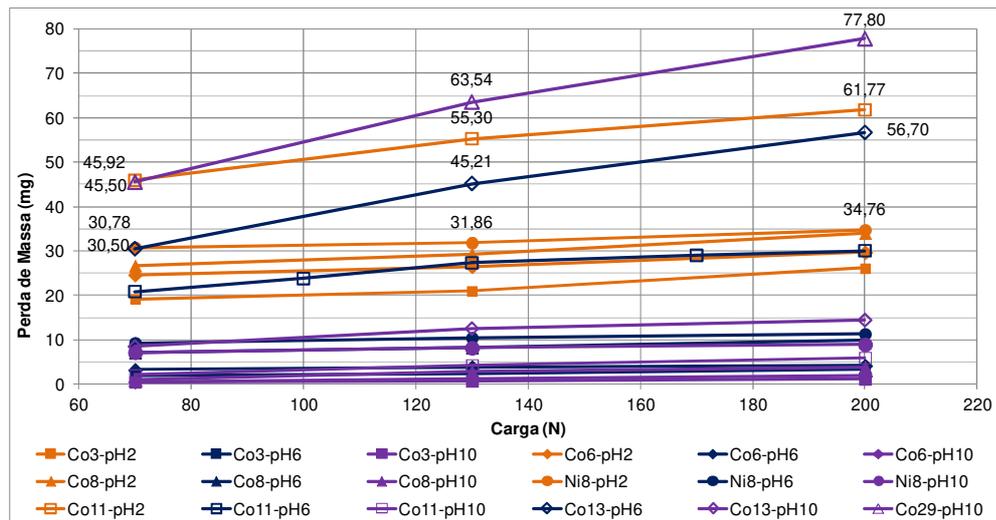
Figura 100 – Comparação da perda de massa para as ligas ensaiadas com variação da carga e pH do meio aquoso. Com destaque para as ligas: Co29-pH2, Co29-pH6, Co29-pH10 e Co13-pH2.



Fonte: Próprio autor

A liga de Co11-pH2 apresentou um melhor resultado de resistência ao desgaste quando confrontada a liga Co29-pH10. Já a liga Co13-pH6 apresentou uma maior resistência quando defrontada a liga Co11-pH2, como apresentado na Figura 101.

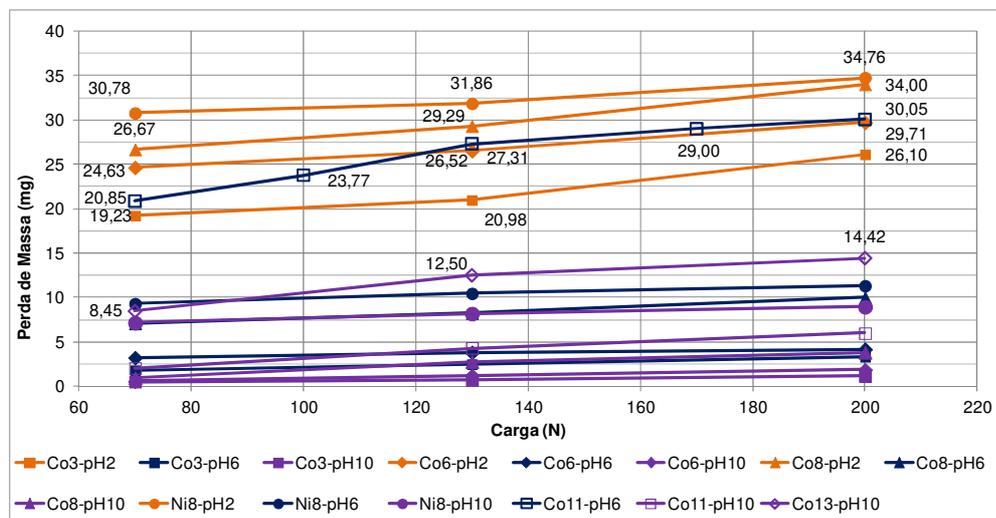
Figura 101 – Comparação da perda de massa para as ligas ensaiadas com variação da carga e pH do meio aquoso. Com destaque para as ligas: Co29-pH10, Co13-pH6, Co11pH2 e Ni8-pH2.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 102 observa-se que a liga Co11-pH6 apresentou melhor resistência ao desgaste abrasivo-corrosivo quando comparados a todos ensaios em pH2 exceto a amostra Co3-pH2.

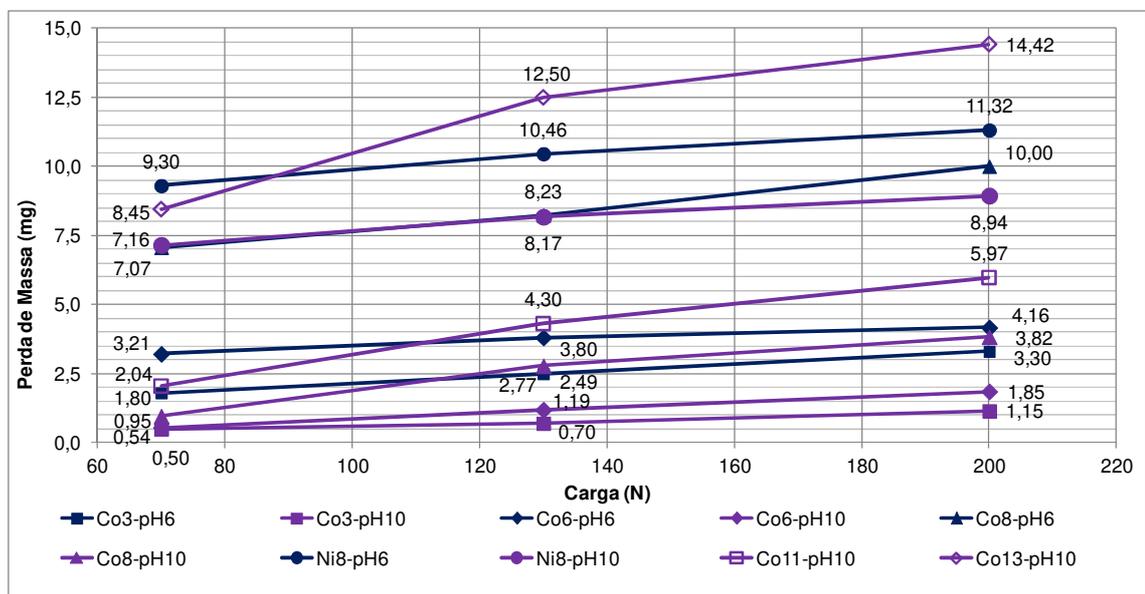
Figura 102 – Comparação da perda de massa para as ligas ensaiadas com variação da carga e pH do meio aquoso. Com destaque para as ligas: Co13-pH10, Co11-pH6, Ni8-pH2, Co8-pH2, Co6-pH2 e Co3-pH2 .



Fonte: Próprio autor

Com a análise do gráfico apresentado na Figura 103, observa-se que a liga Ni8-pH6 teve uma resposta mais resistente aos ensaios quando comparada à liga Co13-pH10. A liga Ni8-pH10 teve um comportamento semelhante à liga Co0-pH6 observando-se a variação da perda de massa com a alteração da carga de ensaio. A liga Co3-pH6 apresentou uma menor perda de massa quando confrontada à liga Co8-pH10, exceto para os ensaios com menor carga aplicada em que o resultado se inverteu.

Figura 103 – Comparação da perda de massa para as ligas ensaiadas com variação da carga e pH do meio aquoso. Com destaque para as ligas: Co13-pH10, Co11-pH10, Ni8-pH10, Ni8-pH6, Co8-pH10, Co8-pH6, Co6-pH10, Co6-pH6, Co3-pH10 e Co3-pH6.



Fonte: Próprio autor

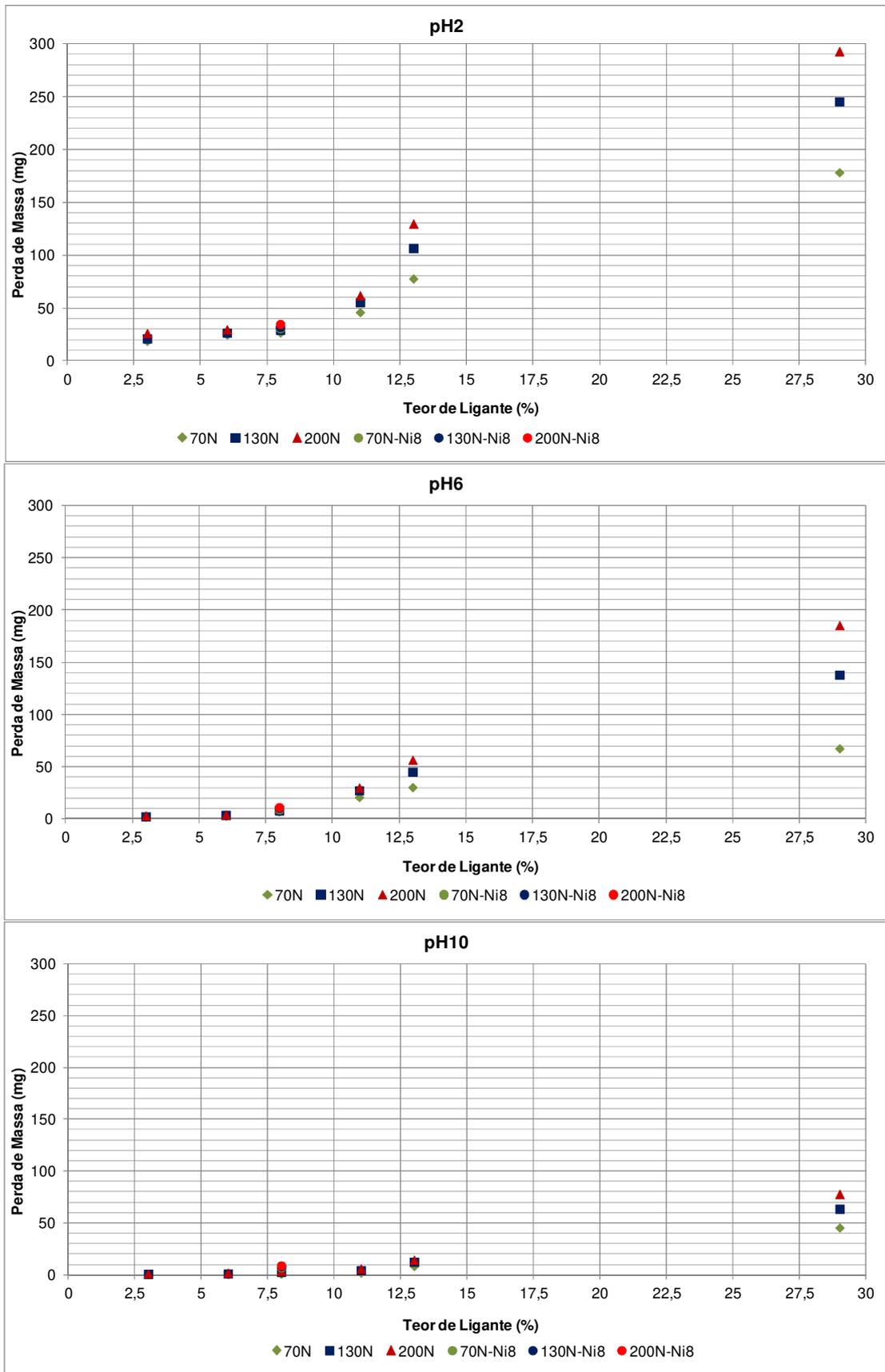
5.2.3 Apresentação dos resultados de ensaios com variação do pH do meio e da carga aplicada.

A seguir serão apresentados os resultados dos ensaios com a alteração dos parâmetros de exibição, serão expostas variações dos gráficos de perda de massa para estudo das correlações dos parâmetros ensaiados.

Perda de massa X Teor de ligante X Força aplicada

O gráfico da Figura 104 apresenta a variação da perda de massa das ligas ensaiadas em função do teor de ligante das amostras. Observa-se que com o aumento do teor de ligante houve o aumento da perda de massa da amostra, entretanto nota-se que para teores de ligante até 8% o incremento na quantidade de ligante surtiu pequeno acréscimo no aumento da perda de massa, já entre os teores de 8% a 13% de ligante houve um significativo aumento na taxa de desgaste da amostra, atingindo seu ápice na liga de 29% de ligante onde ocorreram as maiores perdas de massa para as três condições de pH. Pode-se ainda observar que o aumento do pH do meio ensaiado aumentou a influencia da carga aplicada nas ligas com maior teor de ligante.

Figura 104 – Perda de massa X Teor de ligante X Força aplicada em pH2, pH6 e pH10.

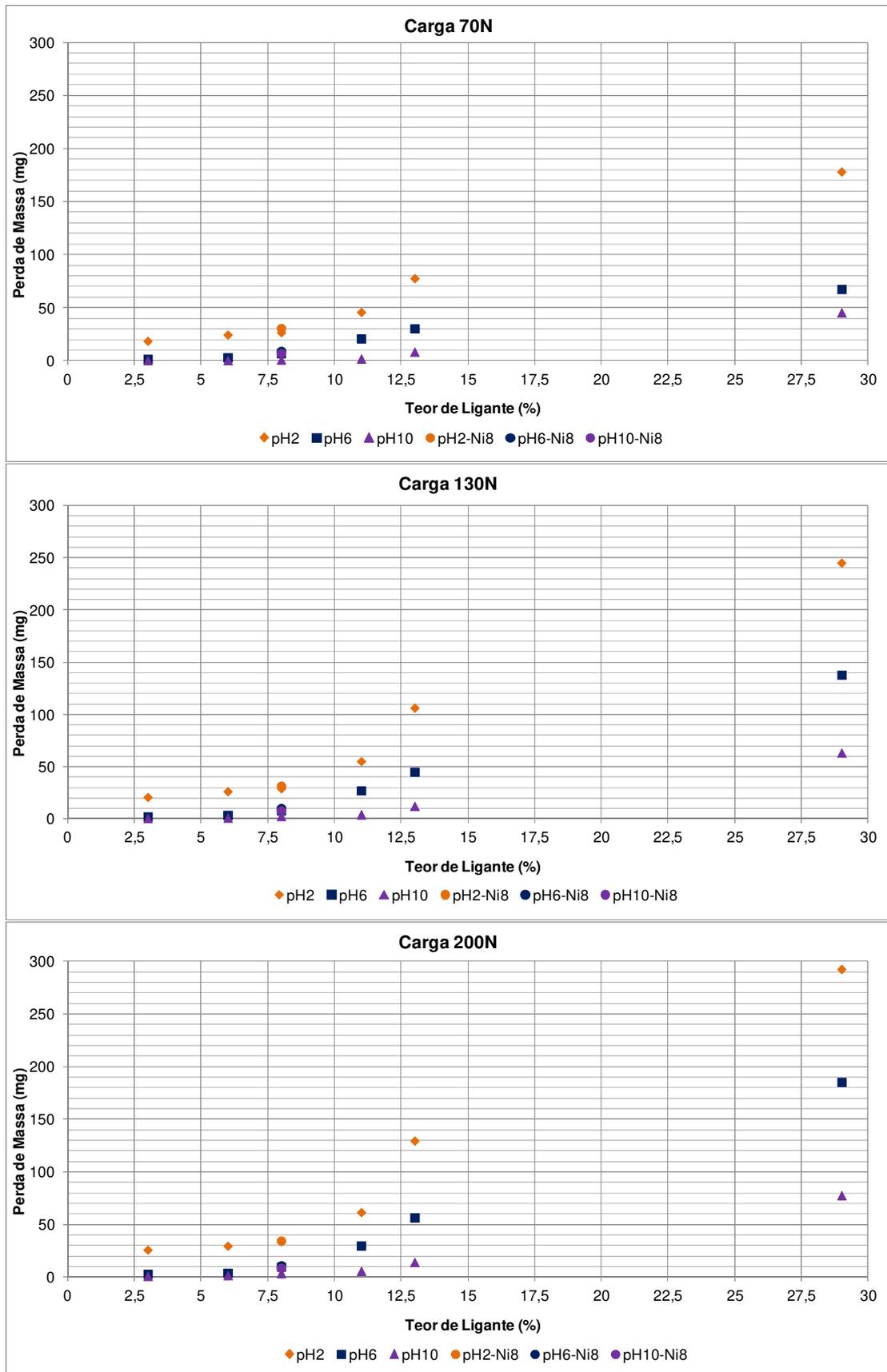


Fonte: Próprio autor

Perda de massa X Teor de ligante X pH

Na Figura 105 é apresentado o gráfico que exhibe a variação de perda de massa com a variação do teor de ligante e pH do meio aquoso. Nele se observa para as três cargas aplicadas um regime semelhante de desgaste de 3 a 8% de ligante, onde com o aumento do teor de ligante houve um pequeno acréscimo na perda de massa do material, já na faixa de 8 a 13% observa-se uma maior elevação na perda de massa com a variação do teor de ligante, chegando ao ponto de máximo com a liga de 29% de ligante. Nota-se também para as amostras que no ensaio com carga de 70N houve um menor aumento da perda de massa para os meios em pH10 e pH6, enquanto houve um maior aumento entre pH6 e pH2. Este comportamento não foi observado nos experimentos com carga aplicada de 130N e 200N onde a variação da perda de massa apresentou uma taxa variação mais constante.

Figura 105 – Perda de massa X Teor de ligante X pH com cargas de 70, 130 e 200N.

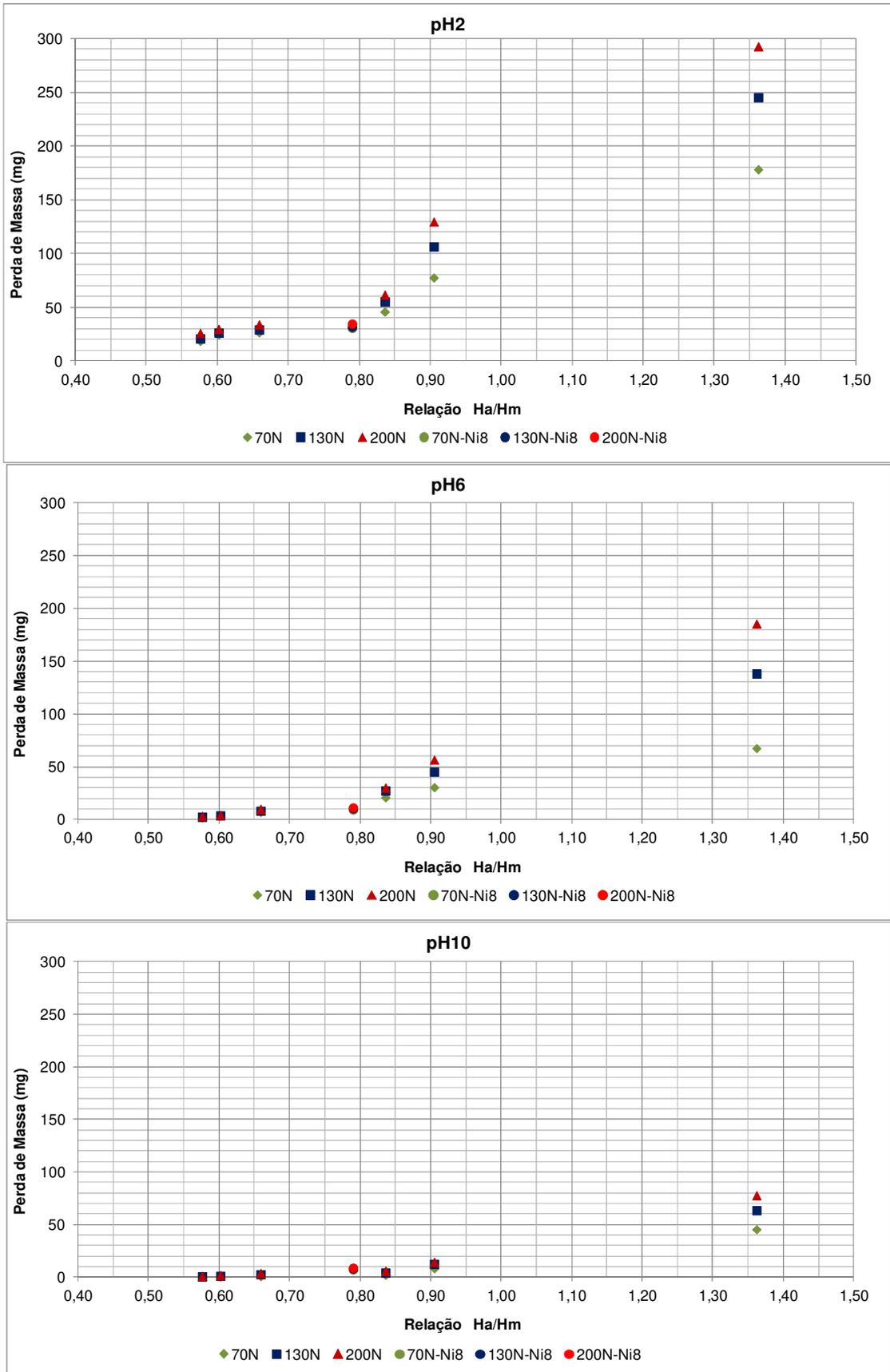


Fonte: Próprio autor

Perda de massa X Relação Ha/Hm X Força aplicada

O gráfico com a variação da perda de massa correlacionado a relação Ha/Hm (Dureza do abrasivo / Dureza do material) é apresentado na Figura 106. Pode ser observado no gráfico que para o aumento da relação Ha/Hm houve o aumento da perda de massa das amostras, se destaca ainda que para os três pH's do meio houve uma região de menor crescimento da perda de massa entre os valores de 0,55 a 0,70, indicando a ocorrência de regime moderado de desgaste. Este acontecimento foi seguido por um expressivo aumento da taxa de desgaste entre os valores 0,80 e 0,95, o que sugere uma mudança no regime de desgaste do material indicando uma região de regime de transição. Após este setor o gráfico é findando no valor máximo de 1,38 já em regime severo de desgaste onde são observados os maiores valores de perda de massa das amostras. Observou-se também que alteração do pH do meio ensaiado corroborou para uma amplificação dos valores do regime de transição, ocorrendo na faixa de 78 a 130 mg nos ensaios em pH2; entre 30 a 56 mg em pH6 e entre 8 a 14 mg nos ensaios em pH10. A semelhança apresentada entre os gráficos Figura 105 e Figura 106 ocorre devido a relação Ha/Hm crescer com o aumento porcentagem de ligante das amostras.

Figura 106 – Perda de massa X Relação Ha/Hm X Força aplicada em pH2, pH6 e pH10.



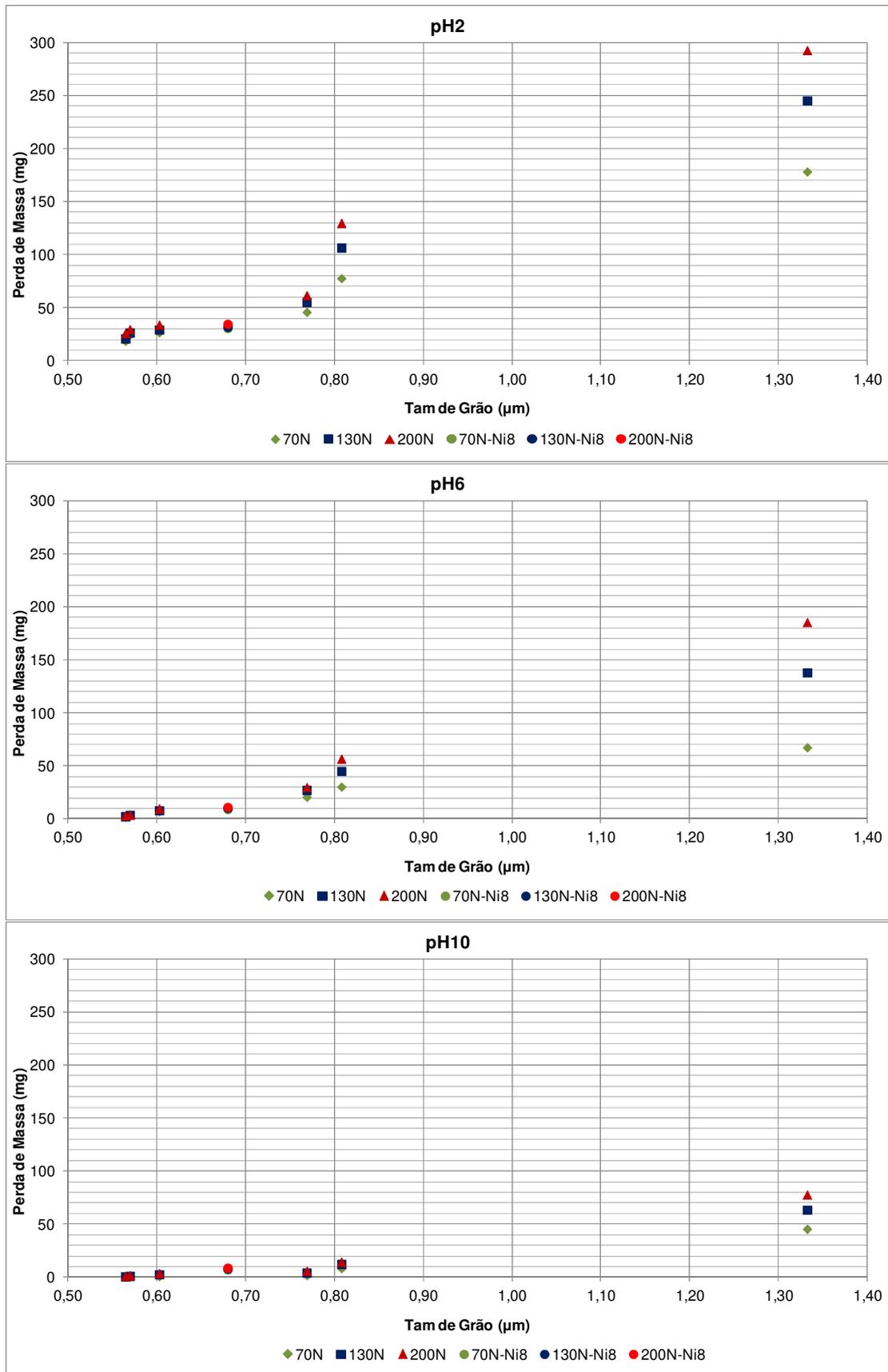
Fonte: Próprio autor

Perda de massa X Tamanho de grão X Força aplicada

A variação da perda de massa do material com a alteração do tamanho de grão constituinte da liga, da carga aplicada no ensaio e pH do meio é apresentada no gráfico da Figura 107. Neste gráfico se observou um comportamento das amostras ensaiadas semelhante ao apresentado no gráfico da Figura 106, onde houve um pequeno acréscimo na perda de massa com os tamanhos de grão do material de 0,55 a 0,68 μm , passando posteriormente para um regime transitório com os tamanhos de grão entre 0,77 e 0,81 μm , assemelhando-se a um regime de transição no desgaste do material. Finalmente o gráfico apresenta os valores de perda de massa para a amostra de tamanho de grão 1,35 μm , a qual apresenta os valores máximo de desgaste para todos os pH's ensaiado.

Com aumento do tamanho de grão de carboneto de tungstênio foi observado nas amostra utilizadas o conseqüente aumento de ligante, conforme apresentado na Tabela 9 pag. 62, o que esclarece a semelhança encontrada nas Figura 105 e Figura 107. A ocorrência deste aumento na perda de massa é corroborada os resultados encontrados por GEE, M. G.; GANT; ROEBUCK, 2007 e KONYASHIN; ANTONOV; RIES, 2020, que observaram o aumento do tamanho de grão e conseqüente aumento do teor de ligante da amostra que por conseqüência gera a diminuição da dureza do material e aumento da perda de massa nos ensaios abrasivos.

Figura 107 – Perda de massa X Tamanho de Grão X Força aplicada em pH2, pH6 e pH10.

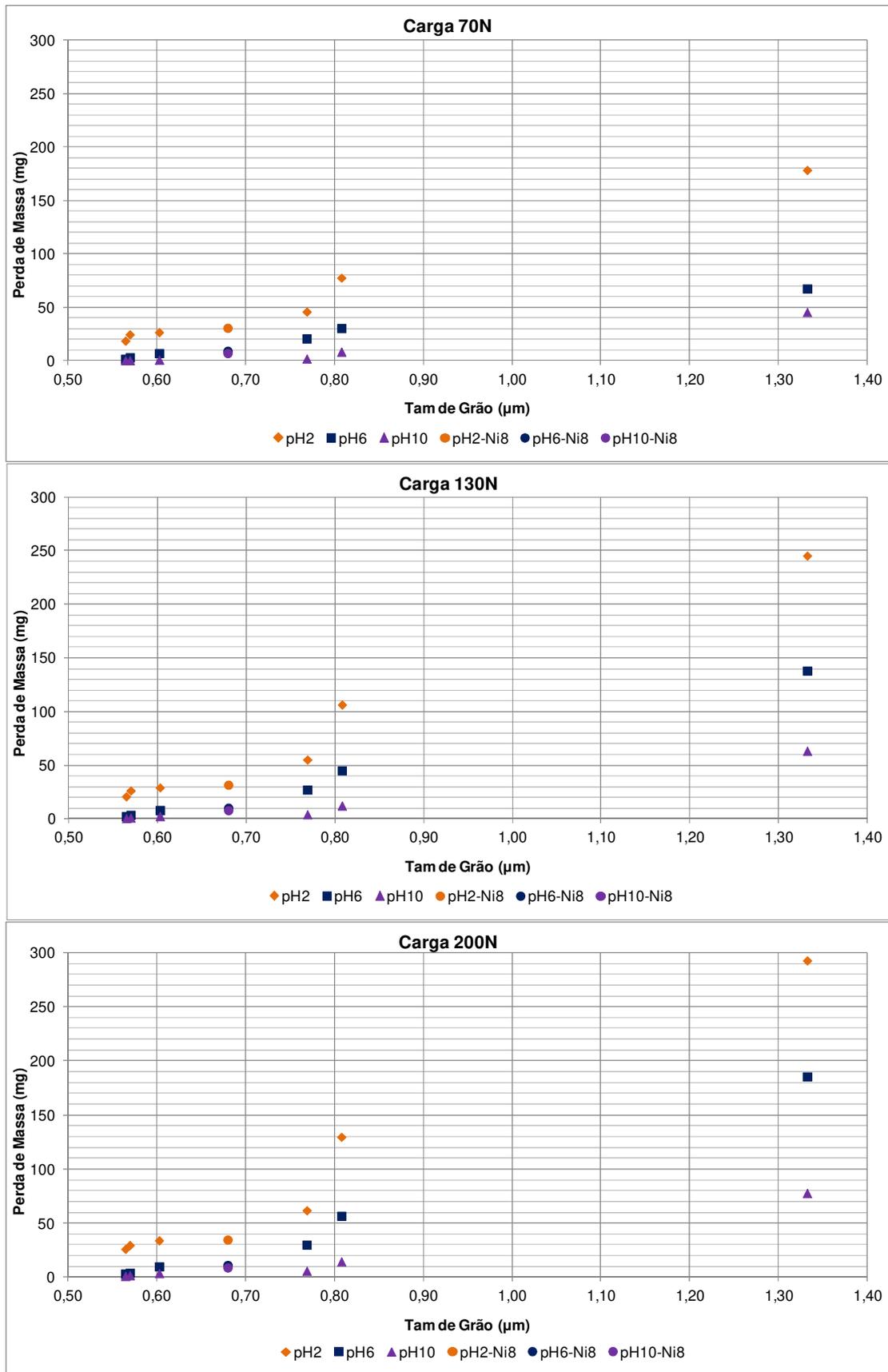


Fonte: Próprio autor

Perda de massa X Tamanho de grão X pH do meio

A seguir na Figura 108 é apresentado o gráfico da alteração de perda de massa com a variação do tamanho de grão constituinte de liga e pH do meio aquoso. Com a observação deste gráfico nota-se a presença de três regimes de desgaste, como ocorrido no gráfico anterior, onde ocorreria uma região de menor variação na perda de massa com a alteração do tamanho de grão da amostra, uma região intermediária e uma região de valores máximos. Além deste fenômeno se observa para o gráfico de 200N certa periodicidade entre os valores em pH2, pH6 e pH10, já no gráfico que apresenta os resultados de ensaio em carga 130N a diferença entre os valores de pH10 e pH6 é menor do que quando comparada a diferença dos valores em pH6 e pH2, finalmente no gráfico de carga 70N a variação entre a perda de massa entre os ensaios de pH6 e pH2 é 2x maior que a diferença entre a perda de massa do ensaios em pH10 e pH6, mostrando uma maior sensibilidade do sistema a alteração do pH em carga mais baixas de ensaio.

Figura 108 – Perda de massa X Tamanho de Grão X pH com cargas de 70, 130 e 200N.

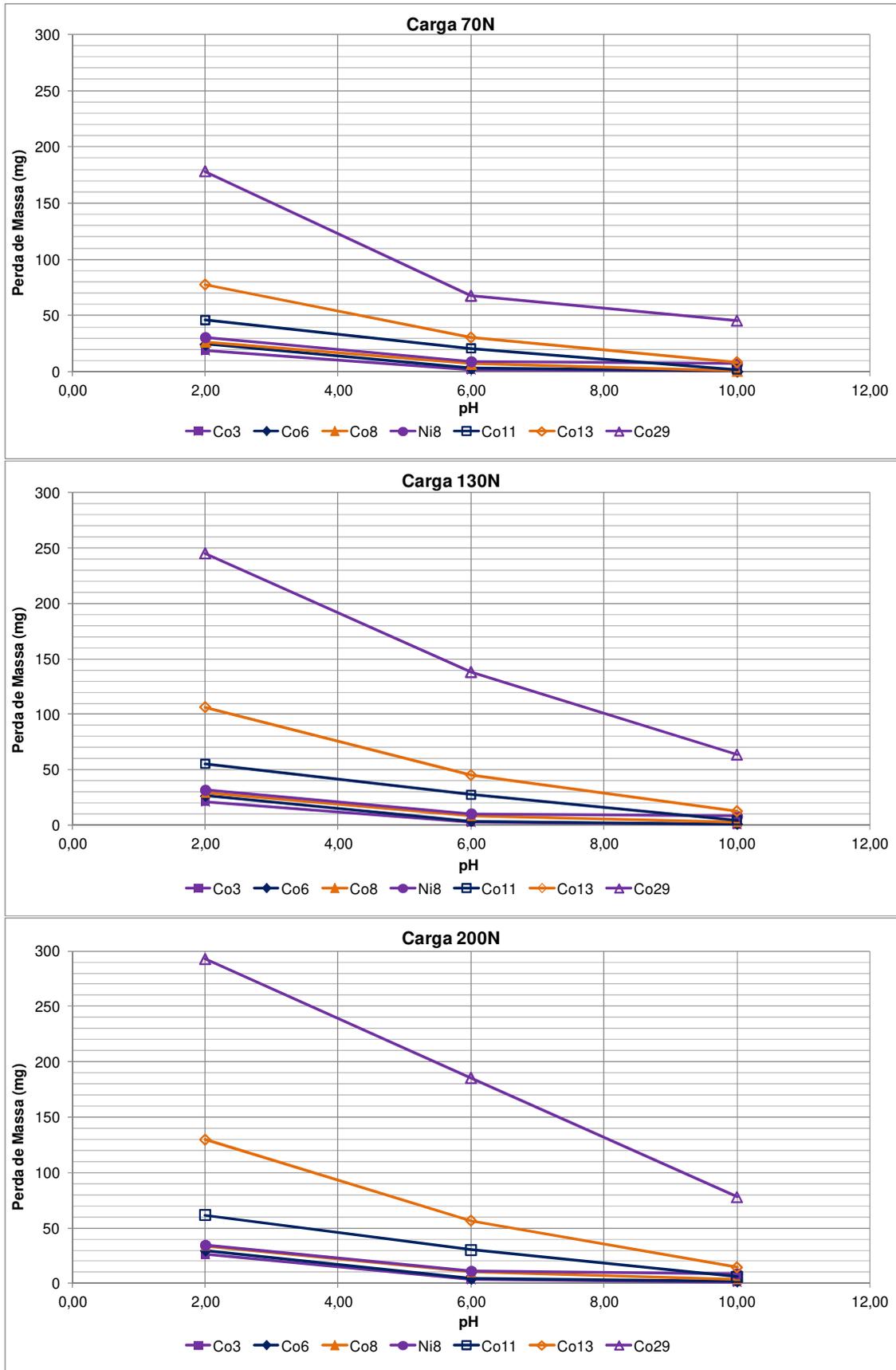


Fonte: Próprio autor

Perda de massa X pH do meio X teor de ligante

É apresentado na Figura 109 a seguir o gráfico da alteração da perda de massa com a variação do pH de ensaios para as cargas aplicadas de 70N, 130N e 200N. Nos gráficos constata-se a diminuição da perda de massa com a diminuição do teor de ligante da amostra e aumento do pH do meio. Nota-se ainda que o aumento da carga aplicada gerou uma maior distancia entre as curvas das ligas com teores de ligante acima de 11%, observa-se ainda que o aumento da carga aplicada gerou o alinhamento dos três pontos para as maiores cargas, enquanto que para os ensaios de 70N foi exibida uma inflexão no alinhamento dos pontos gerado nos ensaios com meio aquoso em pH6.

Figura 109 – Perda de massa X pH do meio X Teor de ligante com cargas de 70, 130 e 200N.



Fonte: Próprio autor

5.2.4 **Resumo dos resultados obtidos**

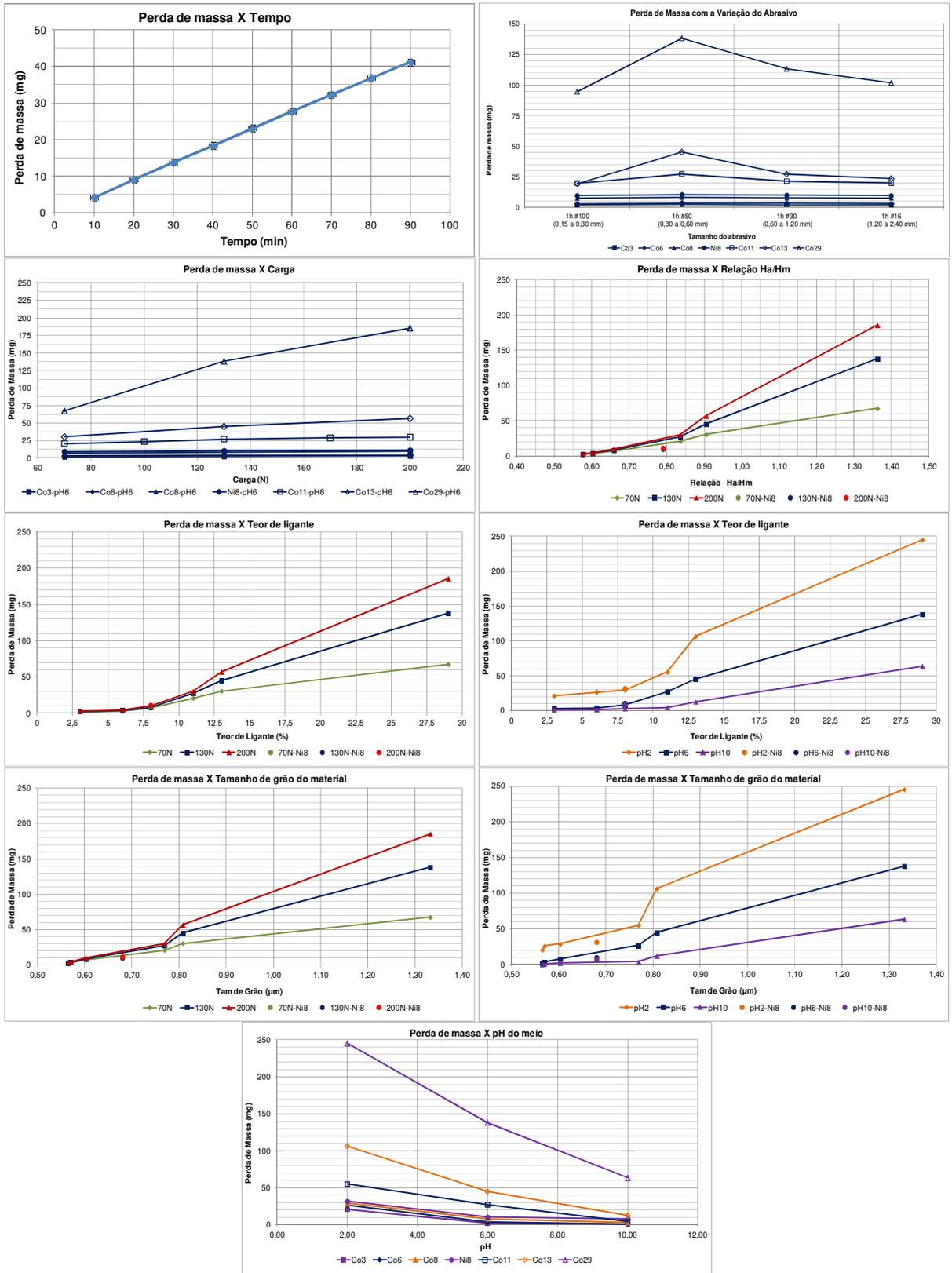
Na Tabela 14 é apresentado um resumo com os valores de: Tamanho de grão do material, Dureza do material, Relação H_a/H_m , Fração volumétrica de ligante, Carga aplicada, pH e perda de massa das amostras em todas as condições adotadas neste trabalho. Já na Figura 110 são exibidos os gráficos com o resumo dos dados obtidos.

Tabela 14 – Resumo dos resultados obtidos nos ensaios.

Liga	Tam de Grão do Material (µm)	Dureza do material (HV)	Relação (Ha/Hm)	Fração volumétrica de ligante (%)	Carga (N)	Perda de Massa (mg)																	
						2						6						10					
						Media	Desv Pad	Coef Var	Media	Desv Pad	Coef Var	Media	Desv Pad	Coef Var	Media	Desv Pad	Coef Var						
Co3	0,570	1891	0,576	9,08%	70	18,73	0,70	3,74%	1,79	0,15	8,38%	0,49	0,27	55,10%									
					130	21,00	1,18	5,62%	2,51	0,20	7,97%	0,69	0,11	15,94%									
					200	26,08	1,38	5,29%	3,30	0,26	7,88%	1,14	0,20	17,54%									
Co6	0,565	1810	0,602	12,19%	70	24,63	0,55	2,23%	3,21	0,22	6,85%	0,54	0,13	24,07%									
					130	26,52	1,04	3,92%	3,80	0,19	5,00%	1,19	0,11	9,24%									
					200	29,71	0,66	2,22%	4,16	0,28	6,73%	1,85	0,12	6,49%									
Co8	0,603	1651	0,659	17,61%	70	26,69	0,30	1,12%	7,09	0,28	3,95%	0,96	0,21	21,88%									
					130	29,30	1,86	6,35%	8,22	0,46	5,60%	2,77	0,29	10,47%									
					200	34,01	1,92	5,65%	10,01	0,77	7,69%	3,82	0,22	5,76%									
Ni8	0,68	1379	0,790	46,29%	70	30,78	1,23	4,00%	9,30	0,25	2,69%	7,16	0,27	3,77%									
					130	31,86	0,70	2,20%	10,46	0,45	4,30%	8,17	0,19	2,33%									
					200	34,76	0,76	2,19%	11,32	0,70	6,18%	8,94	0,27	3,02%									
Co11	0,769	1302	0,836	52,80%	70	45,92	1,37	2,98%	20,85	0,77	3,69%	2,04	0,14	6,86%									
					130	55,30	3,02	5,46%	27,31	1,56	5,71%	4,30	0,17	3,95%									
					200	61,77	1,27	2,06%	30,05	1,12	3,73%	5,97	0,13	2,18%									
Co13	0,808	1203	0,905	43,51%	70	77,68	2,76	3,55%	30,50	1,31	4,30%	8,45	1,50	17,75%									
					130	106,53	6,72	6,31%	45,20	1,71	3,78%	12,50	1,29	10,32%									
					200	129,69	7,28	5,61%	56,70	4,78	8,43%	14,45	2,63	18,20%									
Co29	1,332	799	1,362	66,63%	70	178,27	4,12	2,31%	67,52	0,95	1,41%	45,50	1,29	2,84%									
					130	245,25	8,22	3,35%	138,08	6,68	4,84%	63,55	1,27	2,00%									
					200	292,60	6,32	2,16%	185,40	8,40	4,53%	77,79	5,15	6,62%									

Fonte: Próprio autor

Figura 110 – Resumo dos gráficos obtidos nos ensaios.



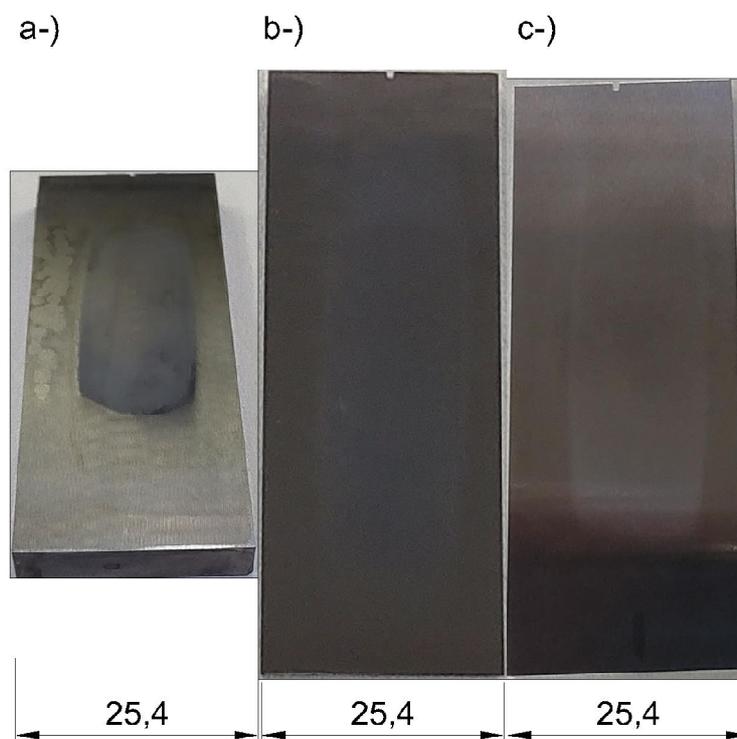
Fonte: Próprio autor

5.2.5 Superfície de desgaste

Posteriormente aos ensaios de desgaste de roda de borracha a úmido, as amostras foram inicialmente fotografadas e posteriormente levadas para microscópio eletrônico de varredura (MEV) para observação das marcas geradas pelo ensaio. Nesta seção serão mostradas as principais imagens obtidas das superfícies de desgaste.

Na Figura 111 são apresentadas as marcas do ensaio de roda de borracha a úmido ocorridas na amostra Co3, na figura a-) é exibida a marca do ensaio realizado com meio aquoso em pH2, nota-se a oxidação da superfície devido ao baixo pH do ensaio, além de aparentar uma ação mais intensa do mecanismo de desgaste. Na figura b-) é apresentada a marca de desgaste com meio em pH6, nota-se uma impressão mais branda do ensaio realizado, quando comparado a condição anterior. Finalmente na figura c-) é exibida a imagem da amostra após o ensaio em pH10, com menores dimensões e marca visual mais suave resultante do ensaio.

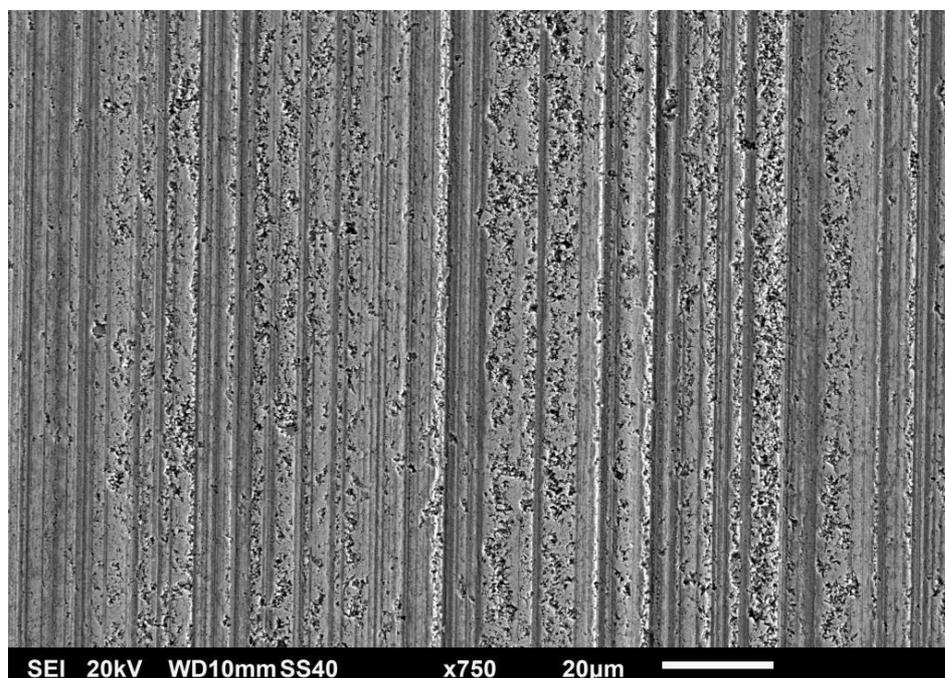
Figura 111 – Superfície das amostras Co3 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 112 é exibida a superfície de desgaste da amostra Co3 ensaiada em pH2, com ampliação de 750x. Na imagem é possível observar o padrão de micro corte vertical, no sentido percorrido pelo abrasivo no ensaio, também é apresentada grande quantidade de pontos de abrasão-corrosão onde o ligante da amostra foi removido o que corrobora os resultados encontrados por GANT; GEE; MAY, 2004a e em alguns casos perda de grãos de carboneto pertencentes à amostra, conforme esclarece o modelo de remoção de carbonetos sugerido por STACK; ABD EL BADIA, 2006.

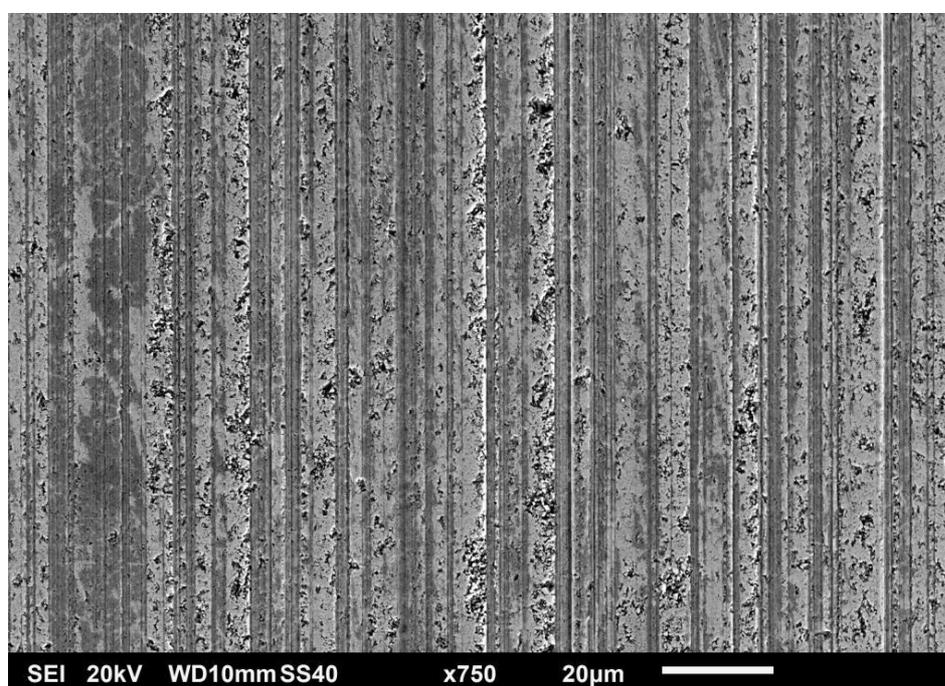
Figura 112 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co3 após ensaio em pH 2 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

É apresentada na Figura 113 a imagem em MEV da superfície de desgaste da amostra de Co_3 ensaiada com meio aquoso em pH6. Na figura é possível observar-se o padrão de microcorte vertical da amostra, nota-se também a presença de pontos com remoção de ligante ocasionada pelo mecanismo de abrasão-corrosão do ensaio. O sinergismo de abrasão corrosão em pH6 é mencionado por GANT; GEE; MAY, 2004a, onde mesmo amostra ensaiadas com água deionizada apresentaram indícios de corrosão e remoção de ligante em sua superfície.

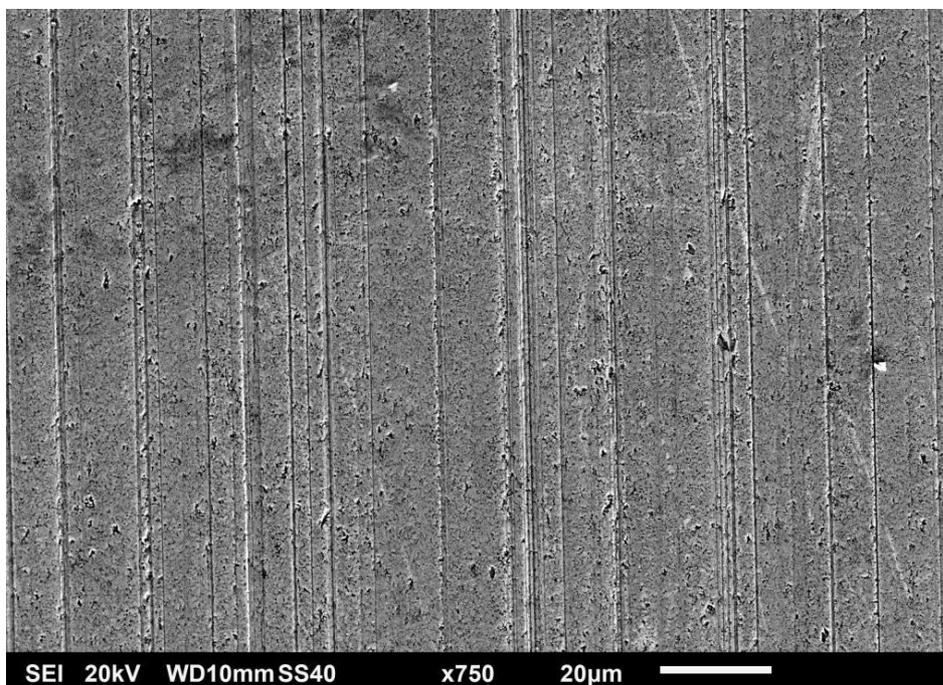
Figura 113 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co_3 após ensaio em pH 6 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

Observa-se na Figura 114 a superfície de ensaiada da amostra de Co3 em meio aquosos de pH10, nela se verifica um menor densidade de microcortes na superfície da amostra, com menor periodicidade e menor profundidade aparente, atenta-se também para o fato da superfície apresentar pequenos pontos esparsos de perda de ligante, o que justificaria a menor perda de massa relatada no ensaio desta liga. GANT; GEE; MAY, 2004a atribuem a redução de perda de massa do metal duro em pH alcalinos devido a formação de espessa camada de óxido sobre a amostra, que o protege diretamente de corrosão e do desgaste abrasivo.

Figura 114 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co3 após ensaio em pH 10 com ampliação de 750x.

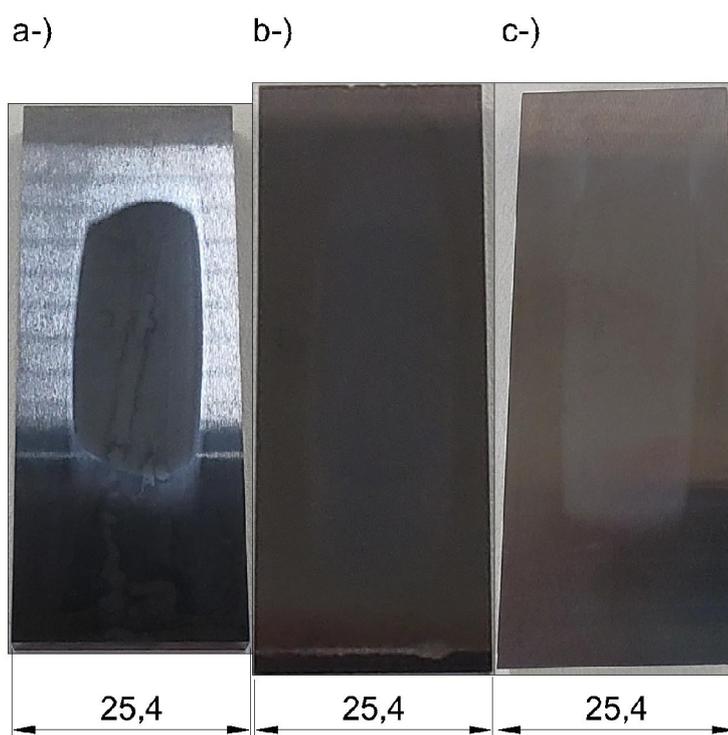


Fonte: Próprio autor

As amostras Co6 e Co8 tiveram as imagens da marca de desgaste bem como imagens de microscopia eletrônica praticamente idênticas, por este motivo serão apresentadas somente as imagens da amostra Co8.

A comparação das superfícies de desgaste após o ensaio da amostra Co8 é exibida na Figura 115. Na imagem a-) é apresentada a marca desgastada realizada pelo ensaio em pH2, se constata uma marca de desgaste mais pronunciada com oxidação da superfície exposta ao meio aquoso. Na imagem b-) é exibida a marca de desgaste originada pelo ensaio em pH6, que aparentemente gerou um sinal de desgaste intermediário as condições ensaiadas desta liga. Por fim na imagem c-) é exposta a superfície desgastada gerada pelo ensaio em pH10, nela se observa uma superfície mais escurecida gerada pelo pH mais alto desta condição de ensaio.

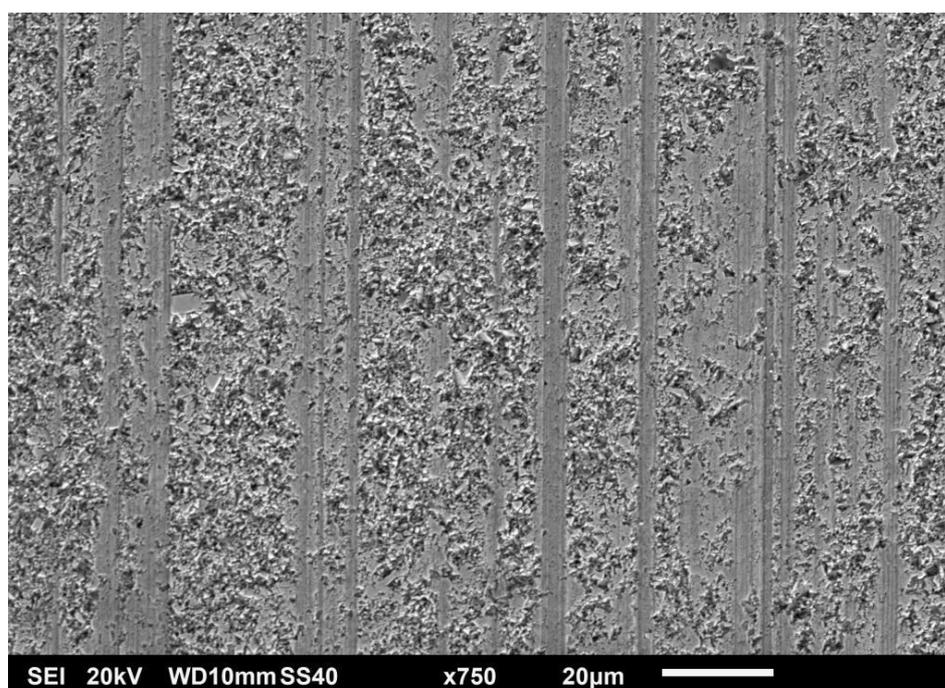
Figura 115 – Superfície das amostras Co6 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.



Fonte: Próprio autor

É exposta na Figura 116 a imagem obtida pela análise de MEV do centro da superfície de desgastada na amostra de Co8 ensaiada em pH2. Na figura constata-se poucas linhas verticais onde o ligante da amostra não foi removido, a superfície em sua maioria se apresenta a fase dura do compósito (carboneto de tungstênio) exposta sugerindo uma forte intensidade do mecanismo de abrasão-corrosão sugestionando que a perda de massa desta amostra não foi gerada somente pela remoção superficial de material, mas sim pela lixiviação do ligante constituinte do material. Este fenômenos também foram observados por ROEBUCK; GANT; GEE, 2007, onde a amostra de WC-Co ensaiadas em solução de H_2SO_4 tiveram comportamento semelhante, com perda de ligante e de grãos de carboneto devido a ação abrasivo-corriva do ensaio.

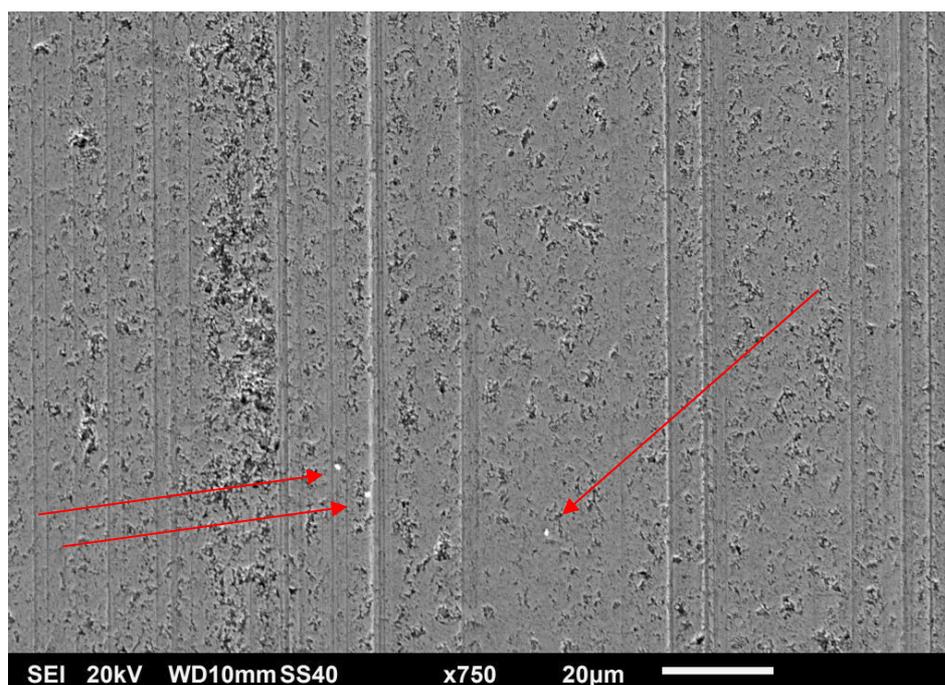
Figura 116 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co8 após ensaio em pH 2 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

A Figura 117 apresenta o centro da marca de desgaste da amostra Co8 após o ensaio com meio em pH6. Na imagem é possível observar uma maior quantidade de ligante preservada no material, salientam-se ainda alguns pontos em menor quantidade onde houvera remoção do ligante. Apresentam-se linhas verticais com onde o mecanismo predominante de abrasão foi o microcorte, com a observação dos sulcos deixados pelo mecanismo abrasivo se constatou a presença de grão de carboneto de tungstênio incrustados dentro dos cortes, o que leva a inferir que não somente o abrasivo utilizado (areia #50) participou do mecanismo de abrasão-corrosão como também partículas do carboneto desprendidas do próprio material. O desprendimento e fragmentação dos grãos de carboneto são apresentados por GANT; GEE; MAY, 2004b e por STACK; ABD EL BADIA, 2006, que apresentam o fenômeno de remoção de grãos de carboneto e sua contribuição no aumento da severidade do desgaste.

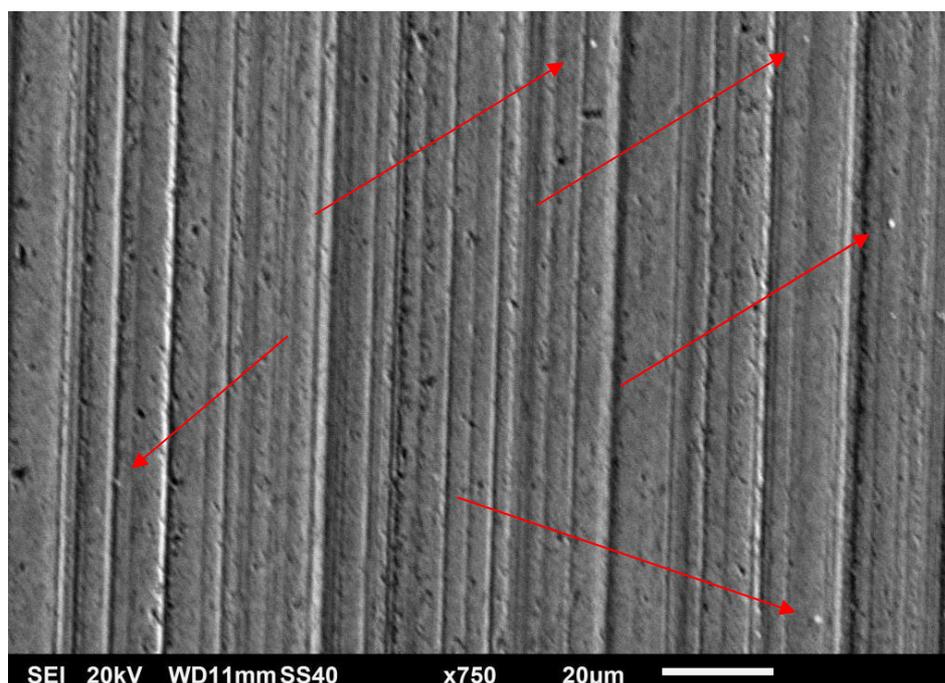
Figura 117 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co8 após ensaio em pH 6 com ampliação de 1500x, detalhe para os fragmentos de carboneto na superfície.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 118 é exibida a imagem da maca de desgaste da amostra Co8 ensaiada em pH10. Observa-se na imagem que dentre as condições ensaiadas o meio em pH10 foi o que permitiu a presença de maior quantidade de ligante preservado na superfície da amostra. Pela preservação do ligante a superfície mostrou-se com mais linhas causadas pelo mecanismo de microcorte, com a criteriosa observação dos cortes presentes na superfície da amostra observou maior quantidade de carbonetos do material incrustados dentro das marcas deixadas pelo mecanismo de abrasão. O aumento do teor de ligante apresentado pela liga é justificado pelo mecanismo de formação de óxido superficial devido o meio alcalino realizado no ensaio, conforme mostrado por GANT; GEE; MAY, 2004a. Comparando-se a condição em pH6 com a de pH10 a presença de carbonetos nas marcas abrasivas foi sensivelmente superior indicando uma maior contribuição do mecanismo abrasivo quando adotado um maior pH de ensaio.

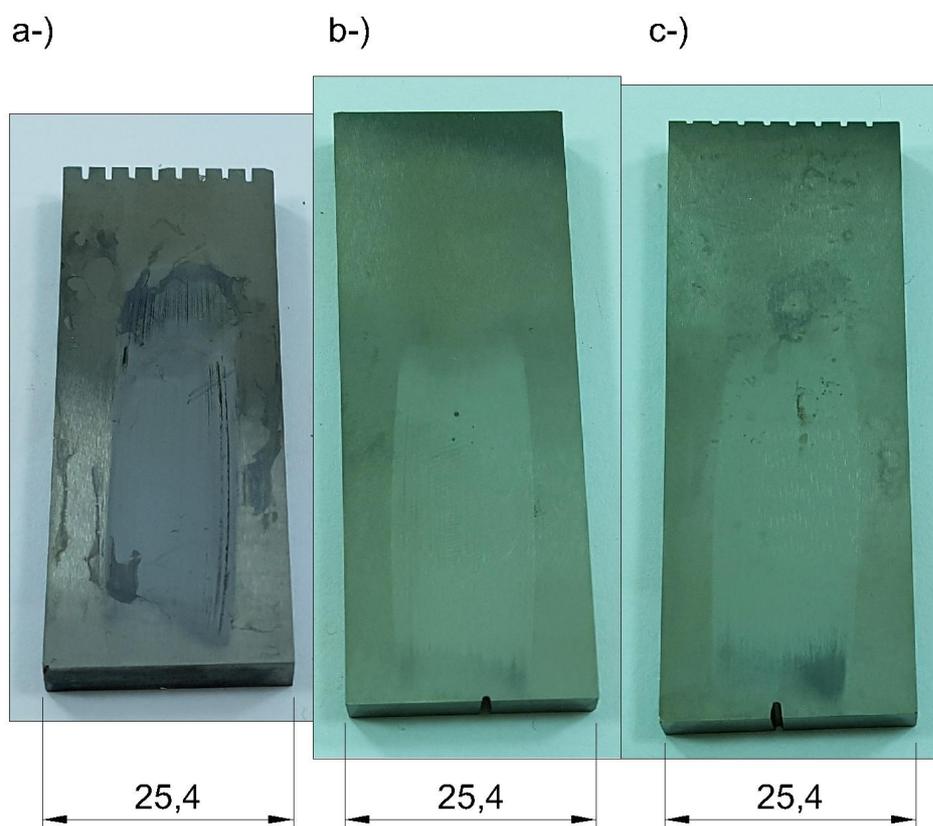
Figura 118 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co8 após ensaio em pH 10 com ampliação de 500x, detalhe para fragmentos de carboneto presentes na superfície de desgaste.



Fonte: Próprio autor

A Figura 119 apresenta as marcas do ensaio de roda de borracha nas amostras de Ni8, na figura a-) é mostrada a marca da roda de borracha para ensaio de pH 2, nota-se uma pequena alteração na coloração da superfície devido ao pH ácido do meio ensaiado, pode-se notar também uma severidade maior do mecanismo de desgaste na amostra. Na figura b-) é apresentada a marca de desgaste obtida pelo ensaio de pH 6 onde a superfície da amostra continuou com a coloração inicial do ensaio. Na figura c-) é apresentada a imagem da amostra após o ensaio com pH 10, pode-se notar que houve uma alteração menor na coloração da amostra quando comparada com a amostra a-), apesar deste fato a área impressa resultante do ensaio teve menores dimensões quando comparada ao ensaio mostrado na imagem “b-”).

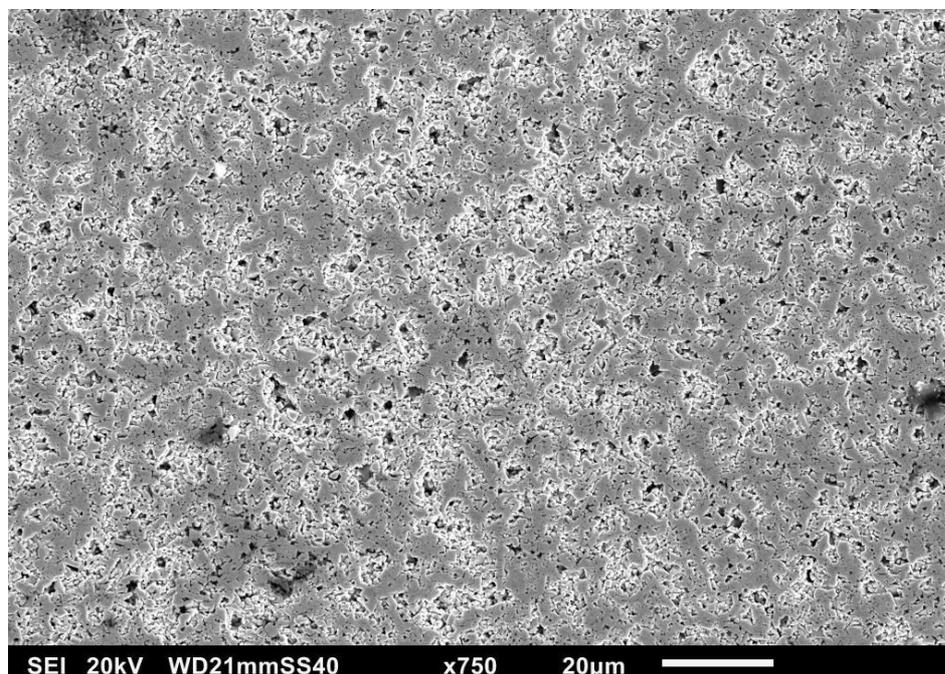
Figura 119 – Superfície das amostras Ni8 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.



Fonte: Próprio autor

A Figura 120 exibe o centro da marca de desgaste da amostra de Ni8 após o ensaio em pH2. Na superfície originada pelo ensaio não se pode observar um padrão nítido de riscamento e microcorte, sendo observada a formação de pequena “calotas erosivas” ao longo de toda superfície da amostra, indicando a ocorrência de corrosão por “pite”. Este fenômeno é descrito na literatura como frequente em ligas com a presença de: níquel, cromo, alumínio, aços inox e aços inox duplex, quando há ocorrência de íons Cl⁻ no meio corrosivo, este tipo de corrosão inicia-se de forma intergranular, onde o ligante é despassivado e corroído. Este fenômeno assemelha-se ao observado por STACK; ABD EL BADIA, 2006, em amostras de WC-14Co-5Cr submetidas a desgaste abrasivo-erosivo-corrosivo, onde a corrosão intergranular é influenciada pela formação de sítios de adsorção de cloreto entre os grãos do material, conforme mostra a Figura 121. O grão, no caso carboneto de tungstênio, por ser inerte a este tipo de íons é preservado e por toda corrosão se potencializa no elemento químico do ligante propiciando uma frente corrosiva contínua e alta intensidade na forma intergranular ou transgranular.

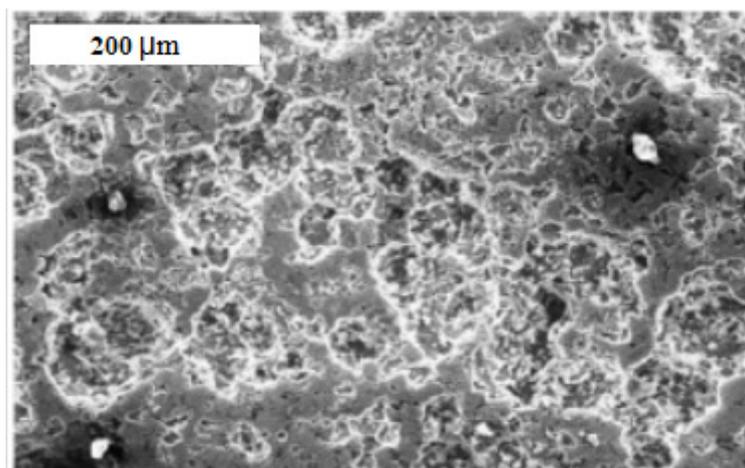
Figura 120 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Ni8 após ensaio em pH 2 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

A formação de cavidades de pite sugere a contribuição deste mecanismo para o desprendimento de grãos de carboneto de tungstênio e consequente contribuição para a perda de massa não somente pela perda do grão como aumento da severidade da abrasão pela adição de grãos de carboneto ao abrasivo utilizado.

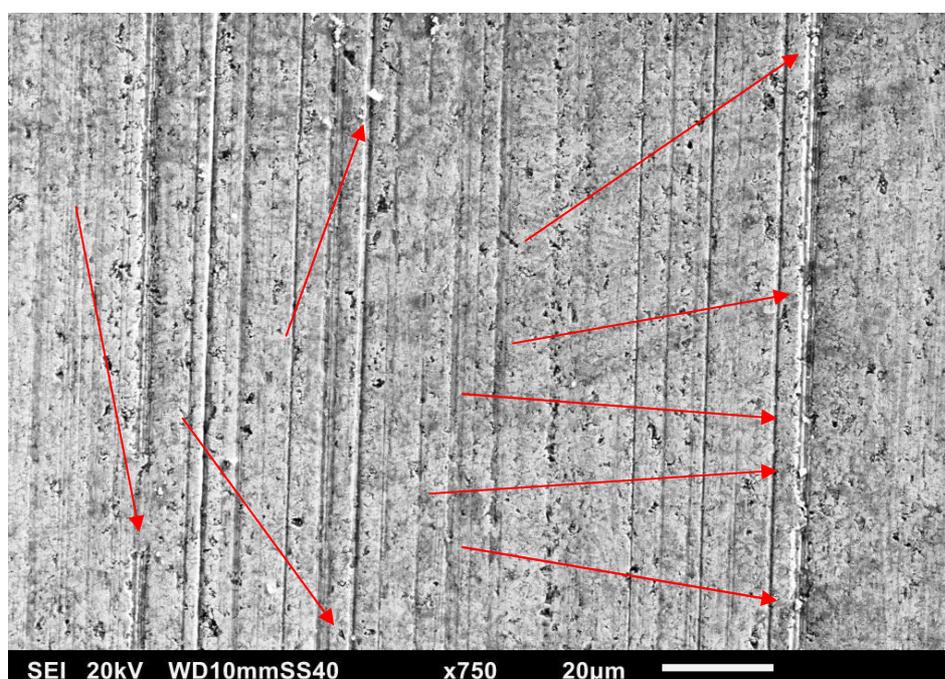
Figura 121 – Corrosão por pite em amostra de WC-14Co-5Cr, corrosão intergranular influenciada por sítios de adsorção de cloreto.



Fonte: (STACK; ABD EL BADIA, 2006).

Na Figura 122 é apresentada a região central da marca de desgaste da amostra de Ni8 ensaiada em pH 6. Nela pode-se observar a formação de um padrão de riscamento vertical por microcorte, o que não ocorreria na amostra ensaiada em pH2. É possível identificar pequenos pontos de perda de ligante localizados principalmente na região próxima ao riscamento gerado pelo ensaio, esta ocorrência também foi observada por GANT; GEE; MAY, 2004a em amostras de WC-9Co ensaiadas diretamente com água deionizada em pH 6.3. A maior quantidade de ligante preservada na amostra propiciou a presença de material aderido às marcas de desgaste, com a análise em EDS-MEV este conteúdo foi caracterizado como grãos de carboneto oriundos da própria amostra, conforme é apresentado na figura abaixo.

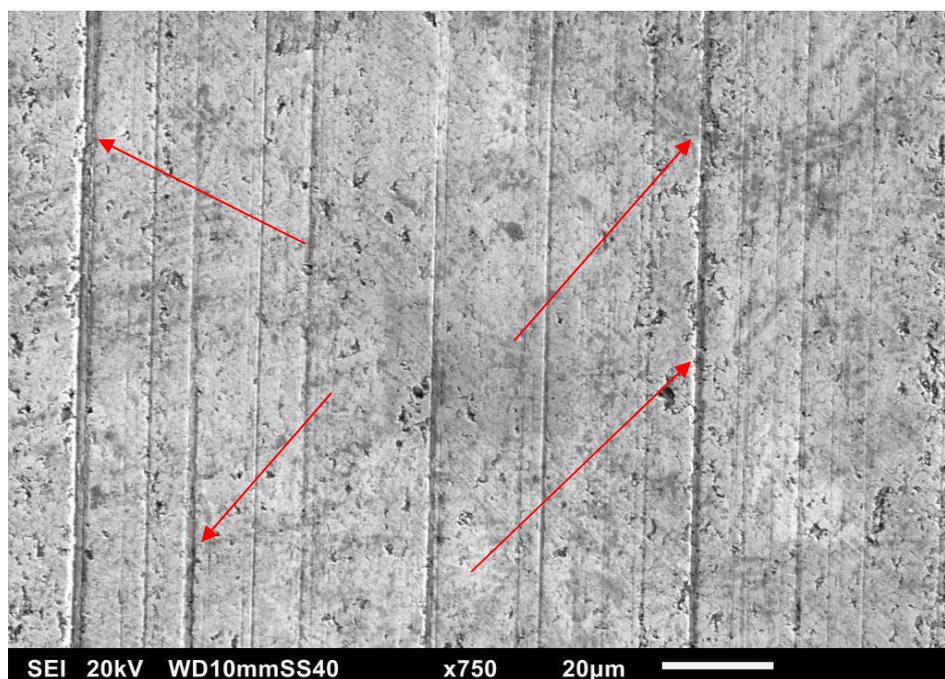
Figura 122 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Ni8 após ensaio em pH 6 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

Com a Figura 123 é possível observar a formação do padrão de desgaste do ensaio na amostra Ni8 com solução de pH 10. Pode-se verificar a diminuição da perda de ligante quando comparada a imagem da amostra ensaiada em pH6, nota-se também a presença mais intensa das marcas de microcorte geradas verticalmente na imagem o que acarretou na incrustação de certa quantidade de material na parte interna dos cortes. Após análise em EDS-MEV foi detectada a presença de grãos de carboneto aderidos na parte interna das marcas, como observado também na amostra ensaiada em pH6.

Figura 123 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Ni8 após ensaio em pH 10 com ampliação de 750x, detalhe para marcas de desgaste com a presença de fragmentos de carboneto da amostra.

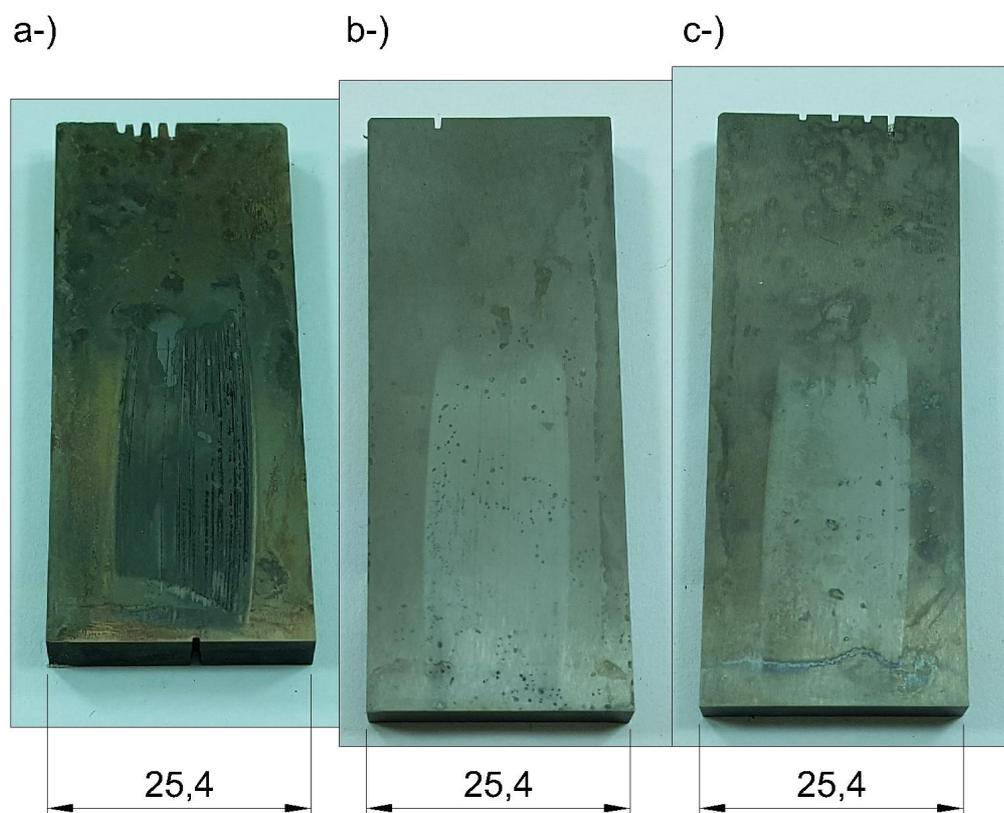


Fonte: Próprio autor

As amostras Co11 e Co13 tiveram as imagens da marca de desgaste bem como imagens de microscopia eletrônica muito semelhantes, por este motivo serão enfatizadas somente as imagens da amostra Co11.

A comparação das superfícies de desgaste após o ensaio da amostra Co11 é exibida na Figura 124. Na figura a-) é mostrada a marca da roda de borracha para ensaio de pH 2, nota-se uma sensível alteração no aspecto e coloração da superfície devido ao pH ácido do meio ensaiado, pode-se notar também uma ação mais proeminente do mecanismo de desgaste na superfície da amostra. Na figura b-) é apresentada a marca de desgaste obtida pelo ensaio de pH 6 onde a superfície da amostra permaneceu com a coloração inicial de antes do ensaio. Na figura c-) é apresentada a imagem da amostra após o ensaio com pH 10, pode-se notar que apesar de uma sutil mudança de coloração na superfície da amostra, a área impressa oriunda do ensaio foi de menores dimensões quando comparada com o ensaio mostrado na imagem “b-)”.

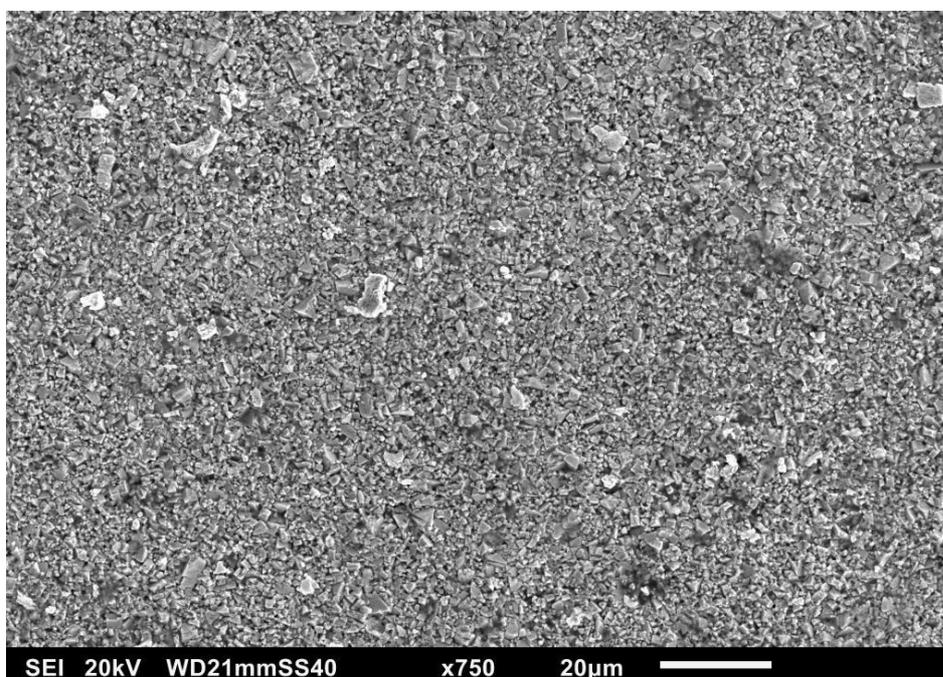
Figura 124 – Superfície das amostras Co11 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 125 é apresentada a superfícies de desgaste da amostra Co11 ensaiada em pH2. Nesta imagem do centro da marca de desgaste da amostra é possível se notar uma forte presença do processo de remoção do ligante (lixiviação), onde prevaleceu à permanência somente dos grãos de carboneto constituintes da amostra original. A forte perda de ligante ocorrida na amostra indica que a perda de massa da amostra pode ter sido potencializada além da perda de ligante, mas também pelo desprendimento de grãos de carboneto constituintes do material, conforme o modelo sugerido por STACK; ABD EL BADIA, 2006. Devido a grande perda de ligante ocorrida e a elevada dureza do carboneto constituinte da liga, não foi possível se observar a presença de fenômenos abrasivos na superfície do material ensaiado.

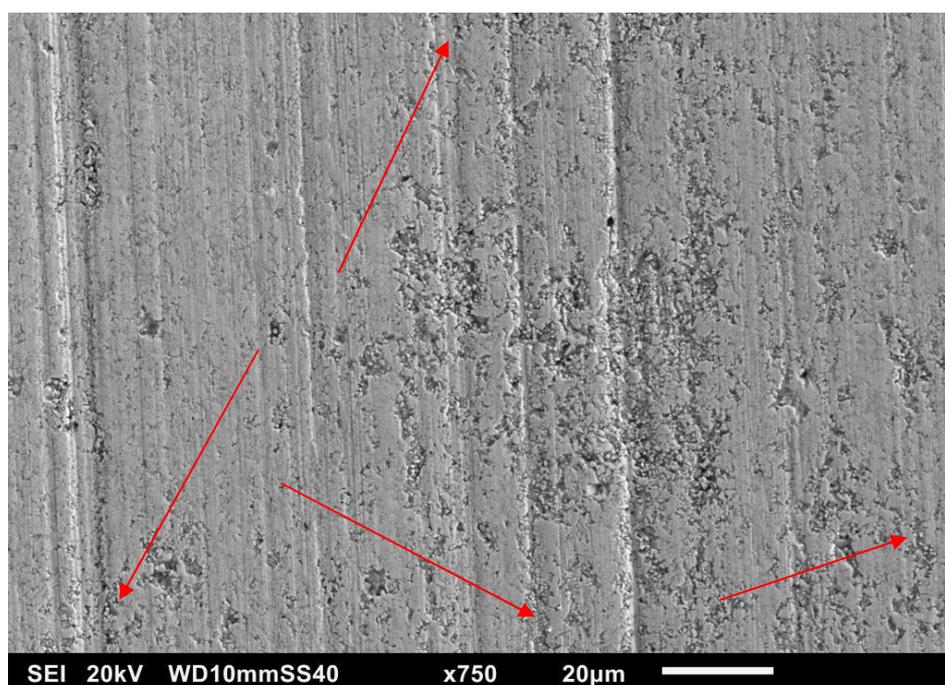
Figura 125 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co11 após ensaio em pH 2 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

A Figura 126 exibe o centro da amostra Co11 ensaiada em pH6. Com esta imagem pode-se notar primeiramente a maior presença de ligante após o ensaio do material, ligante este que mostra um padrão de microcorte vertical (no sentido de rotação da roda de borracha). Observa-se ainda que a maior presença de ligante há a existência de grãos do processo abrasivo depositados dentro dos cortes, grão estes parte oriundo da areia utilizada no ensaio parte provenientes da própria amostra ensaiada, fato este corroborado pela análise de EDS-MEV da liga após ensaiada. Ainda pode ser observada na análise da superfície ensaiada a presença de pontos espaçados com regiões de perda de ligante devido o início do processo corrosivo experimentado pela amostra, o processo de corrosão em meio aquoso de pH6 é apresentado por GANT; GEE; MAY, 2004b.

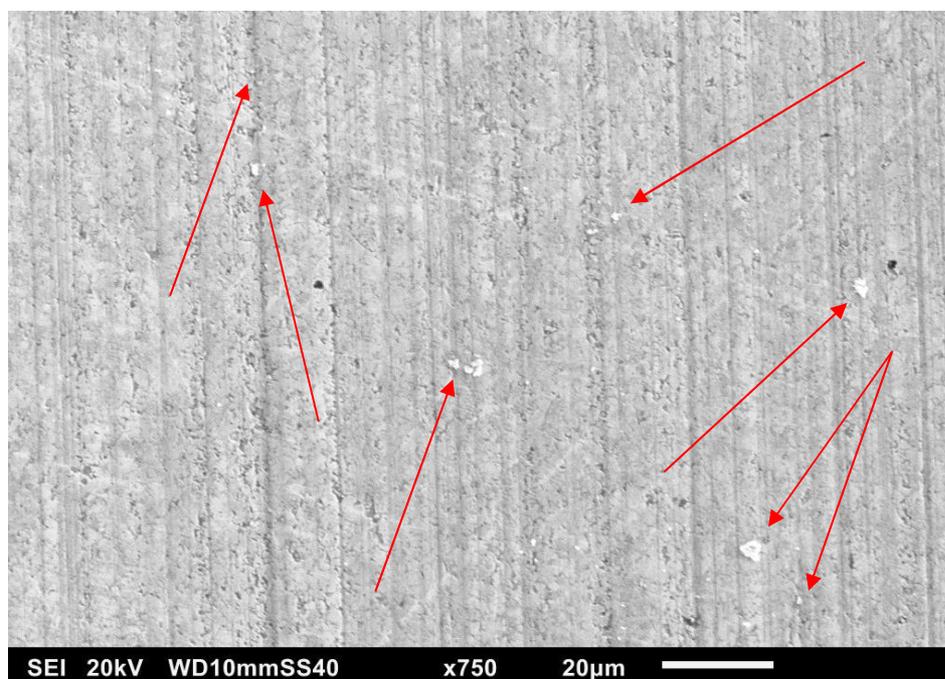
Figura 126 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co11 após ensaio em pH 6 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

Abaixo, na Figura 127 é apresentada a superfície desgastada da amostra Co11 ensaiada em pH10. Na superfície desta amostra é possível notar-se o significativo aumento do teor de ligante da superfície do material, quando comparado às condições de ensaio anteriores (pH2 e pH6), o que é justificado por GANT; GEE; MAY, 2004a devido a formação de camada de óxido sobre a superfície da amostra devido ao pH utilizado (pH10) no ensaio. Se observa ainda na imagem a maior presença de microcortes verticais sem que houvesse a aparente remoção de ligante, remoção esta que ocorrera em pequena quantidade somente na parte interna dos corte gerados pelo ensaio abrasivo-corrosivo. Podem-se notar ainda pequenos pontos onde ocorrera a inclusão do abrasivo no sulco gerado pelo microcorte no material.

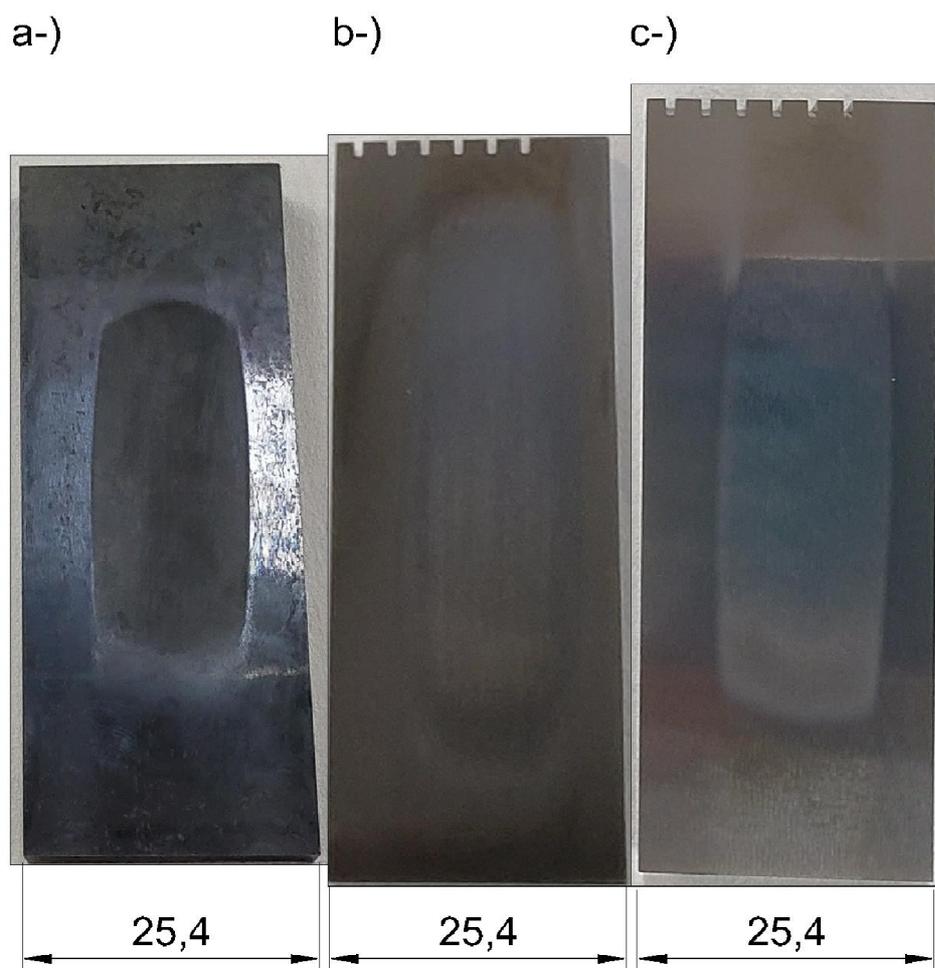
Figura 127 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co11 após ensaio em pH 10 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

São apresentadas na Figura 128 as marcas do ensaio de roda de borracha a úmido ocorridas na amostra Co29, na figura a-) é exibida a marca do ensaio realizado com meio aquoso em pH2, nota-se a oxidação e o escurecimento da superfície devido ao baixo pH do ensaio, além de aparentar uma ação mais intensa do mecanismo de desgaste (que pode ser observado a olho nu). Na figura b-) é apresentada a marca de desgaste com meio em pH6, nota-se uma impressão mais branda do ensaio realizado, quando comparado a condição anterior e a manutenção da coloração inicial da amostra mesmo após o término do ensaio. Finalmente na figura C-) é exibida a imagem da amostra após o ensaio em pH10, com menores dimensões e marca visual mais suave resultante do ensaio, com uma suave tonalidade acinzentada proporcionada pelo alto pH do ensaio realizado.

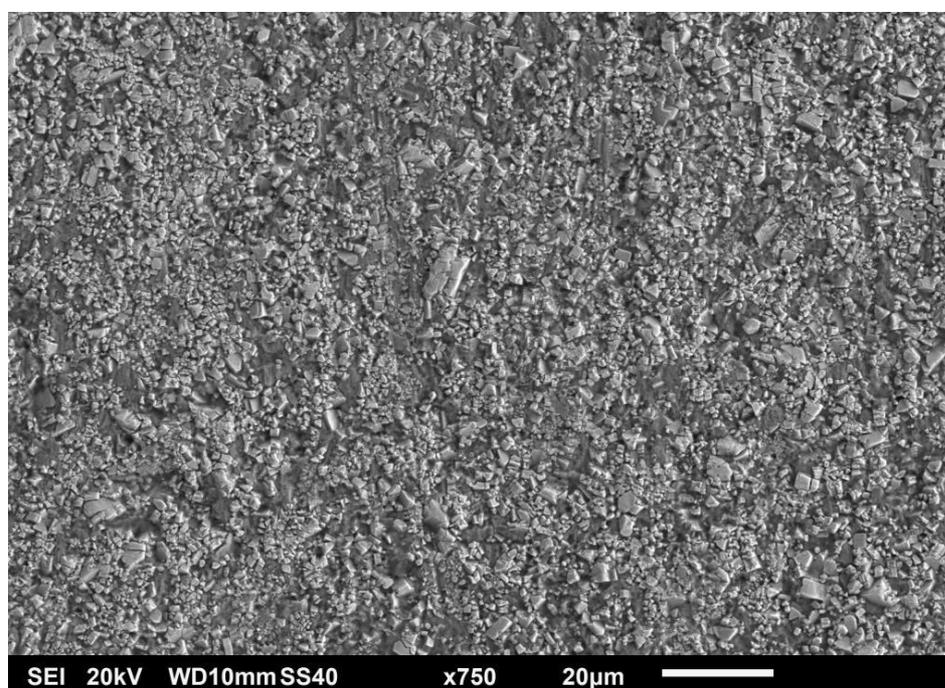
Figura 128 – Superfície das amostras Co29 após os ensaios de roda de borracha a úmido, a-) pH 2, b-) pH 6 e c-) pH 10.



Fonte: Próprio autor

É exposta na Figura 129 a imagem obtida pela análise de MEV do centro da superfície de desgastada na amostra de Co29 ensaiada em pH2. Na figura constata-se a elevada degradação da estrutura superficial da amostra, nela são expostos os grãos de carboneto sem qualquer proteção ou suporte do ligante utilizado no na fabricação do material. Por este motivo não foi possível que houvesse a observação de marcas abrasiva na superfície ensaiada, este fato leva a inferência que a perda de massa do material foi controlada em sua maior parte pelos fenômenos de corrosão e lixiviação do ligante e remoção e arrancamento dos grãos de carboneto da matriz constituinte do material.

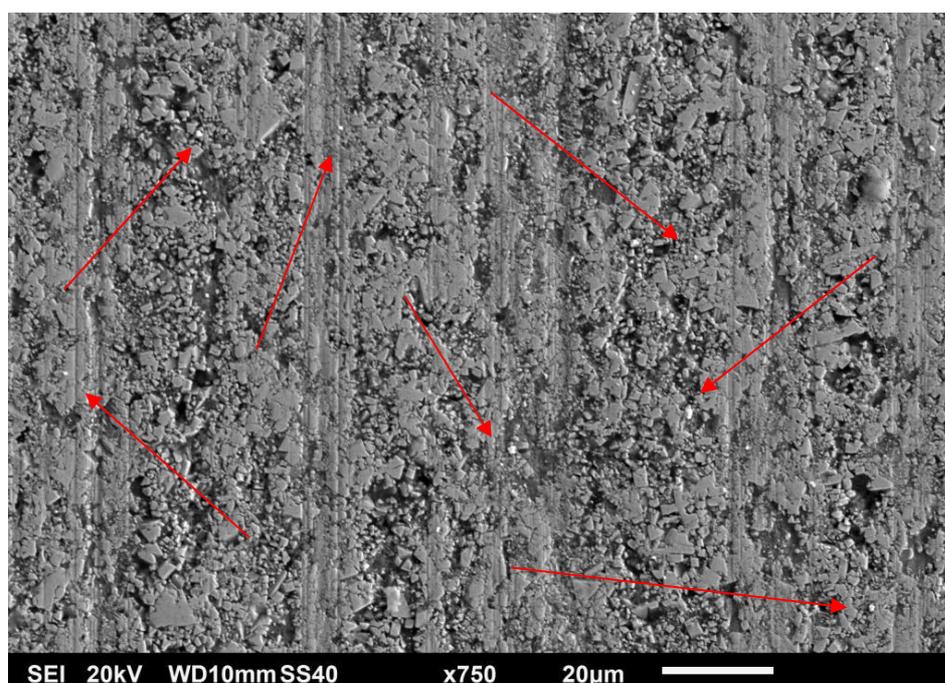
Figura 129 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co29 após ensaio em pH2 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

A Figura 130 apresenta imagem em MEV da superfície de desgaste da amostra de Co29 ensaiada com meio aquoso em pH6. Nesta imagem é possível notar-se a maior permanência do ligante após a realização do ensaio, observa-se ainda a presença de um padrão de microcorte vertical no ligante da amostra, fenômeno este gerado pelo mecanismo abrasivo do ensaio. Pode-se atentar na imagem a presença de grãos oriundos do ensaio presos dentro e nas proximidades dos sulcos gerado pelo mecanismo de microcorte, grãos estes que analisados em composição química de MEV mostraram-se ser em menor parte areia do abrasivo utilizado e em maior parte grãos de carbonetos desprendidos do material, conforme descrito por GEE, M. G.; GANT; ROEBUCK, 2007, grãos estes que colaboraram para o aumento da severidade do fenômeno abrasivo na amostra.

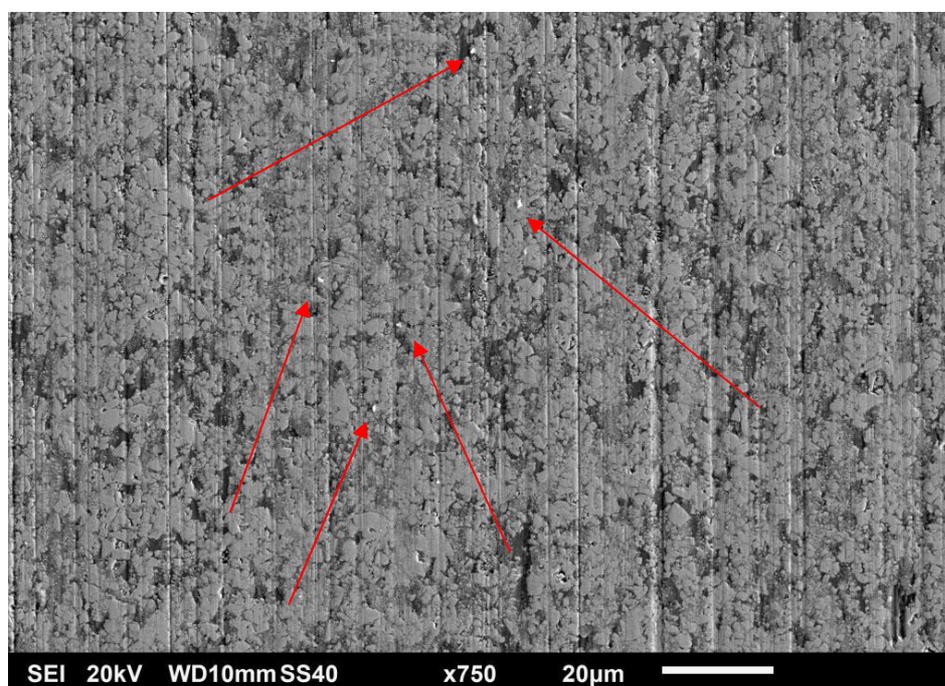
Figura 130 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co29 após ensaio em pH6 com ampliação de 750x.



Fonte: Próprio autor

Observa-se na Figura 131 superfície de ensaiada da amostra de Co29 em meio aquosos de pH10 . Nela verifica-se uma maior densidade de microcortes na superfície da amostra, com menor profundidade aparente, com uma superior concentração de ligante na superfície quando comparado à condição de ensaio anterior (pH6). Atentam-se também para a ocorrência de riscamentos por microcorte, cortes estes que se apresentaram com grande quantidade de partículas, partículas estas que após análise composição química mostraram-se provenientes não só do abrasivo utilizado, mas como também com fragmentos de carboneto de tungstênio do próprio material.

Figura 131 – Imagem em MEV superfície de desgaste da amostra Co29 após ensaio em pH10 com ampliação de 750x.



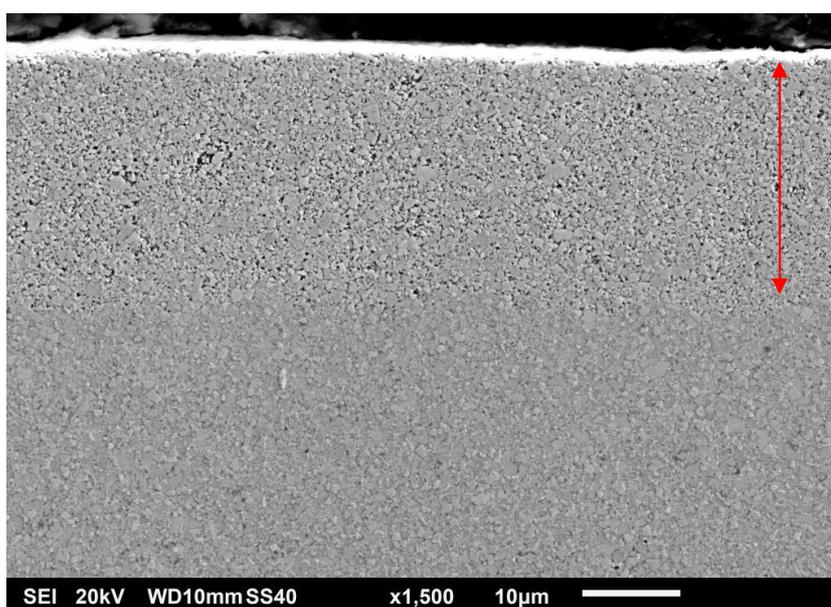
Fonte: Próprio autor

5.2.6 Seção transversal

Após a observação das superfícies de desgastes, as amostras foram submetidas ao corte da seção transversal com disco de diamante refrigerado. Seguido ao corte das seções transversais elas foram embutidas à quente em baquelite, desbastadas e passaram por processo de polimento. Então após a realização de ataque metalográfico (conforme descrito no item 4.2), elas foram observadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV). As superfícies de desgaste serão apresentadas sempre no topo das imagens.

A Figura 132 apresenta a região central da seção transversal da amostra Co3 ensaiada em pH2. Na imagem é possível observar uma espessura de perda de ligante de aproximadamente 25 μm , mapa de composição química realizado nesta região apontou uma concentração residual de cobalto como ligante de 0,11%. Já na região abaixo deste fenômeno a concentração de ligante se apresentou em 3%, teor de ligante original da liga, fenômeno este observado por SUTTHIRUANGWONG; MORI, 2003, onde devido a ação do meio ácido o ligante a amostra é dissolvido e removido. Os grãos de WC permanecem interligados devido ao fenômeno do “pescoço de sinterização”, no qual devido a elevada pressão e temperatura utilizada no processo de fabricação do metal duro os grãos de WC tem sua pontas coalescidas e unidas formando uma rede de grãos solidarizados uns aos outros. A presença deste mecanismo sugere um aumento da resistência da liga a longo prazo, visto que esta camada de grãos interligados forma uma camada de proteção não permitindo que os grãos abrasivos atinjam a matriz com ligante integro.

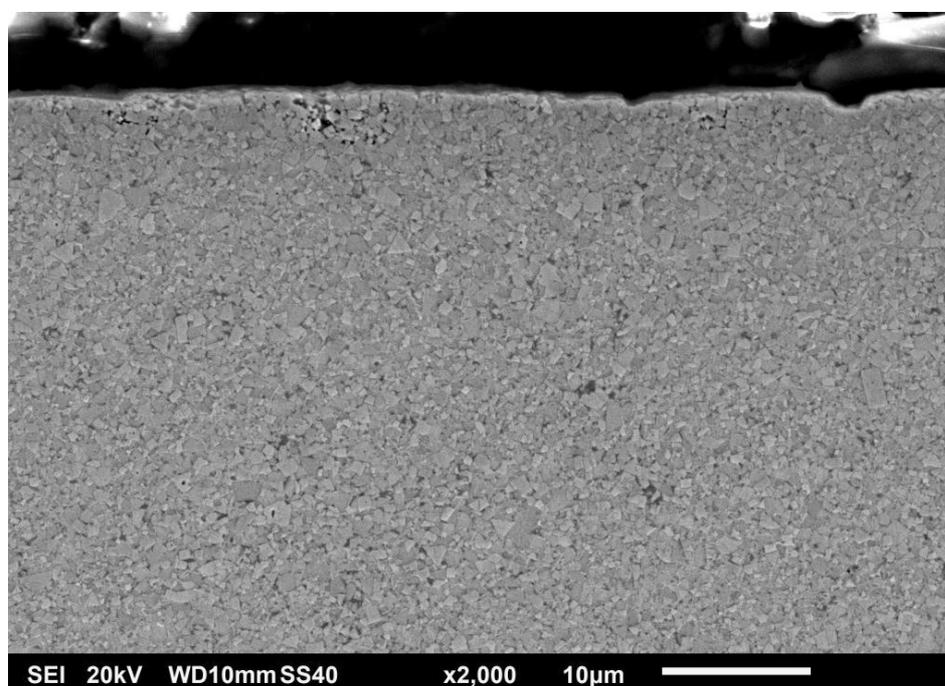
Figura 132– Região central da amostra Co3 após o ensaio com pH 2 com ampliação de 1500x, detalhe para delimitação da região com 23 μm de espessura sem a presença de ligante.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 133 é exibida a região central da seção transversal da amostra Co3 ensaiada em meio aquoso com pH6 com ampliação de 2000x. Nesta seção podem-se observar na parte superior os sulcos deixados pelo processo abrasivo de microcorte ocorrido na amostra, também se pode reparar em regiões com perda de ligante onde o grão de carboneto do material é exibido sem suporte com regiões de vazios ao seu redor com uma profundidade aproximada de 5 μm . Estas regiões sem cobalto apresentaram-se com certa frequência ao longo da superfície da amostra, mas de forma aleatória, conforme descrito por TARRAGÓ et al., 2014.

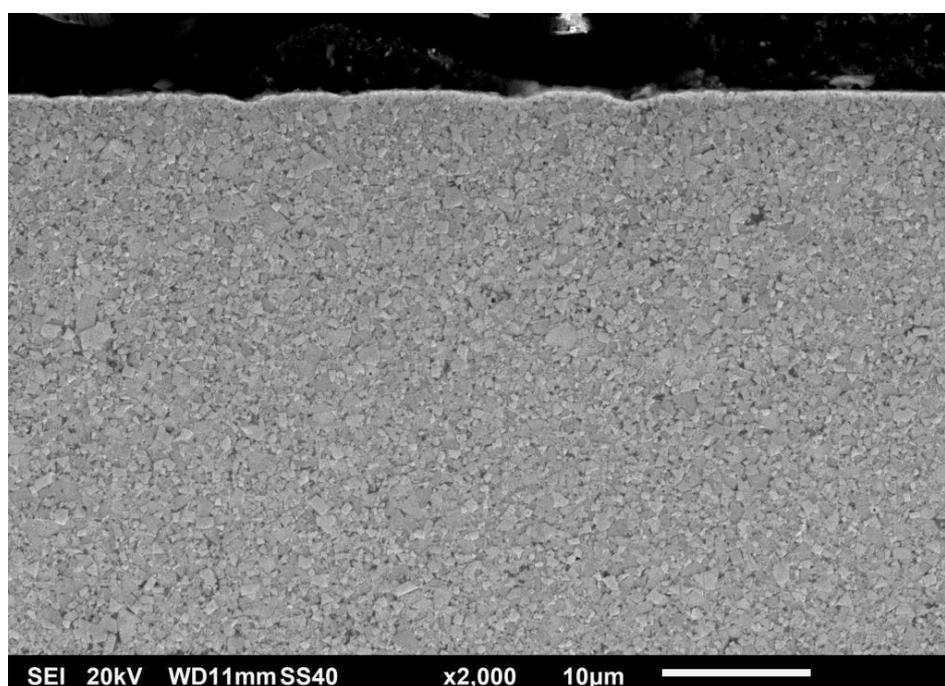
Figura 133 – Região central da amostra Co3 após o ensaio com pH6 com ampliação de 2000x, detalhe para região sem a presença de ligante.



Fonte: Próprio autor

A Figura 134 apresenta o centro da seção transversal da amostra Co3 após ensaio com meio em pH10, com ampliação de 2000x. Pode-se observar a presença de marcas de desgaste na superfície do material da ordem 1 a 2 μm originadas pelo ensaio, contudo com o exame da seção transversal no microscópio não se observou a presença de pontos onde houvera a remoção do ligante em sua sub superfície, sendo constatado somente pontos onde ocorrera marcas de desgaste do processo abrasivo sofrido, conforme mecanismo de óxido de proteção descrito por GANT; GEE; MAY, 2004a.

Figura 134 – Região central da amostra Co3 após o ensaio com pH10 com ampliação de 2000x, detalhe para marcas de desgaste no material.

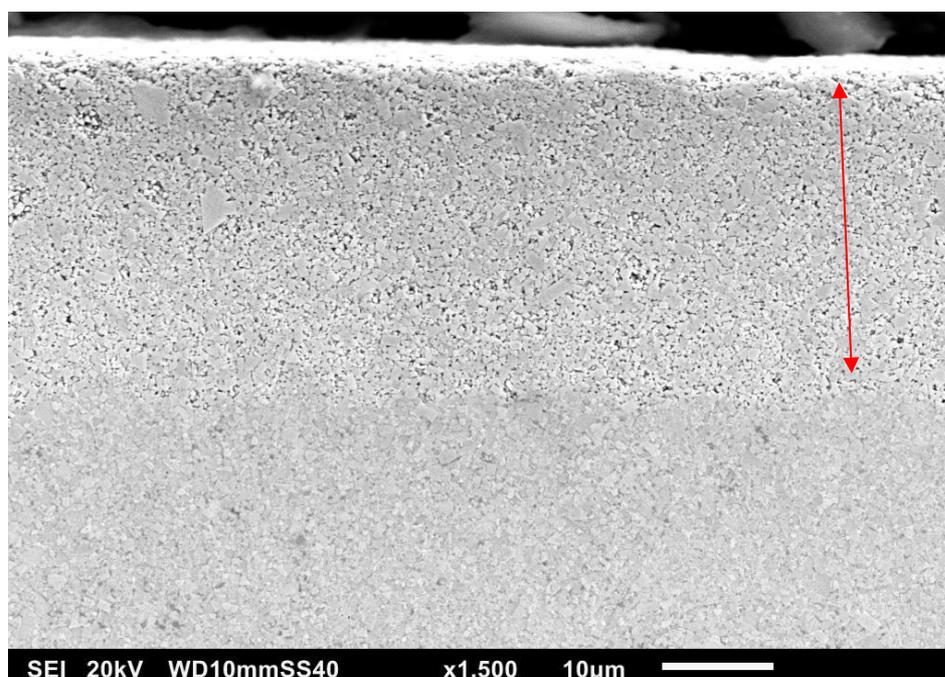


Fonte: Próprio autor

As amostras Co6 e Co8 tiveram as imagens da seção transversal com mecanismos e dimensões de ocorrência dos fenômenos praticamente semelhantes, por este motivo as imagens serão agrupadas e apresentas somente as imagens da amostra Co8, como característica destas duas ligas.

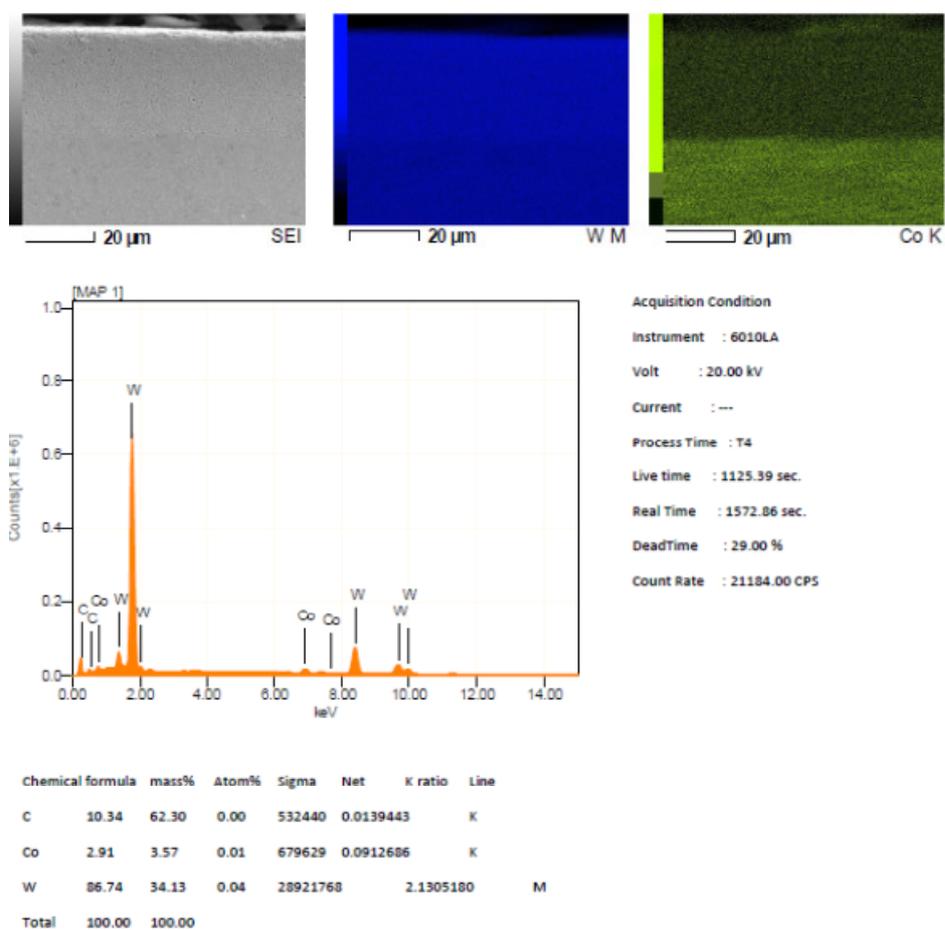
É apresentado na Figura 135 a porção central da seção transversal da amostra Co8 depois de realizado ensaio com meio aquoso em pH2. Na imagem é possível se verificar a presença de marcas de abrasão em menor quantidade, enquanto se constata uma faixa de perda de ligante de espessura de 30 μm . Faixa esta que realizando Mapa de EDS-MEV apresentou uma concentração de cobalto da ordem de 0,23% na região sem cobalto e uma concentração de 2,91% na região total da figura, conforme exibido na Figura 136, o que corrobora os indícios da predominância do mecanismo corrosivo sobre o mecanismo abrasivo. Esta ocorrência sugere que perda de massa resultante do ensaio foi caracterizada pela perda do ligante por corrosão associada ao desgaste, fenômeno este que pode levar ao aumento da resistência da liga de metal duro a longo prazo devido a formação de uma camada protetora de grãos de WC não permitindo o contato dos grãos abrasivos com a matriz integrada da amostra.

Figura 135 – Região central da amostra Co8 após o ensaio com pH2 com ampliação de 15000x, detalhe para camada de 30 μm com processo de lixiviação.



Fonte: Próprio autor

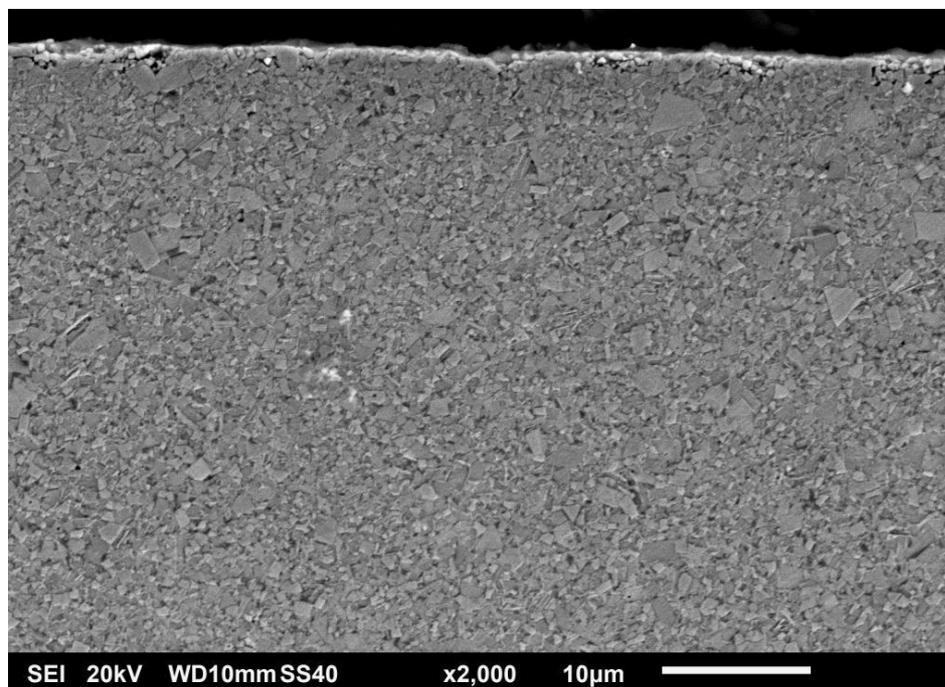
Figura 136 – Resultado de Mapa de composição química obtido por EDS-MEV da região central da amostra Co8 após o ensaio com pH2, detalhe para camada de 30µm com processo de lixiviação.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 137 é exibida a imagem em MEV do centro de seção transversal da amostra de Co8 ensaiada em pH6, com ampliação de 2000x. Nela se observam os sulcos na superfície do material deixado pelo processo abrasivo-corrosivo do ensaio realizado, pode se observar também pontos distribuídos de remoção de ligante da matriz, o que corrobora o fenômeno abrasivo corrosivo descrito por GANT; GEE; MAY, 2004b. Pontos estes com profundidade de remoção de ligante de 1 a 2 μm , fato este que indica que a perda de massa da amostra foi promovida pelos mecanismos de microcorte, lixiviação do ligante e arracamento e perda de grãos de carboneto da matriz.

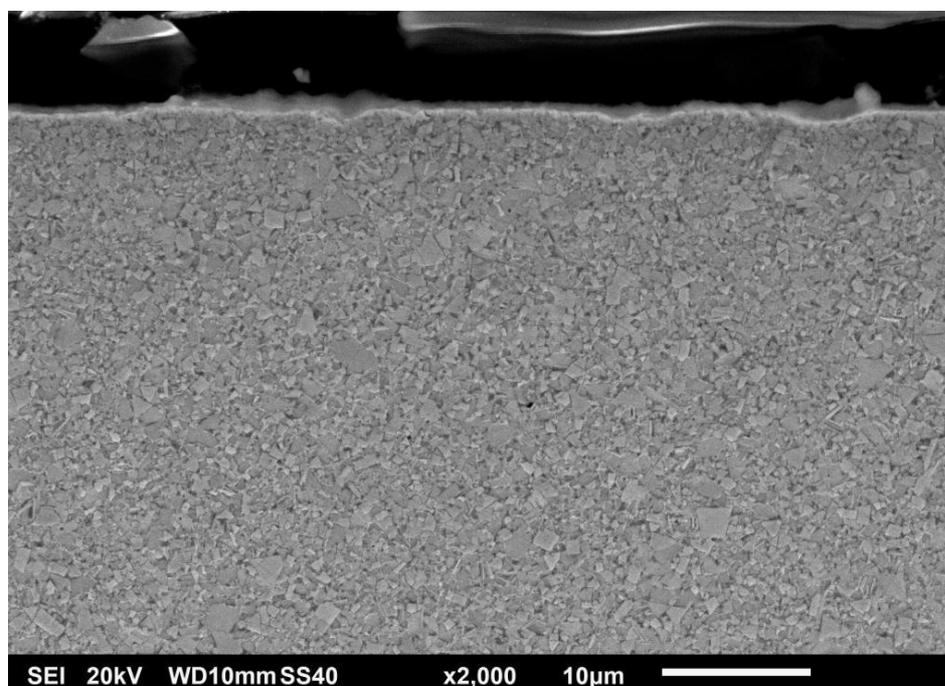
Figura 137 – Região central da amostra Co8 após o ensaio com pH 6 com ampliação de 2000x, detalhe para ponto com ausência de ligante entre os grãos.



Fonte: Próprio autor

A Figura 138 exibe a seção transversal com uma ampliação de 2000x da amostra de Co6, após a realização do ensaio em pH6. Nesta imagem é possível observar cortes realizados pelo mecanismo abrasivo na superfície do material, mecanismo este que acabou causando uma suave ondulação na superfície após o ensaio. Analisando-se a superfície do material não se nota a presença de pontos de remoção do ligante em profundidade, o que leva a depreender que o mecanismo de perda de massa predominante no ensaio foi o mecanismo abrasivo-corrosivo de remoção do material superficial, sem que houvesse a remoção de ligante da sub-superfície da amostra, como fenômeno de óxido superficial protetor descrito por GANT; GEE; MAY, 2004a.

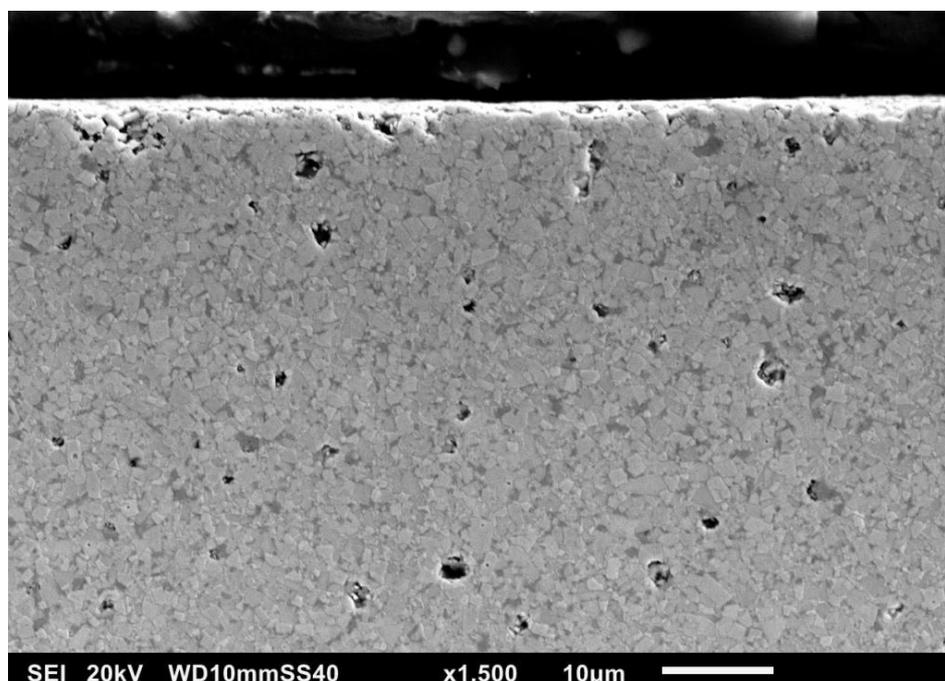
Figura 138 – Região central da amostra Co8 após o ensaio com pH10 com ampliação de 2000x, detalhe para marcas e desgaste.



Fonte: Próprio autor

É exibido na Figura 139 a porção central da seção transversal da amostra Ni8 ensaiada em pH2 com ampliação de 1500x. Na figura é possível observar pontos superficiais onde ocorrera a perda de ligante do material com desprendimento dos grãos de carboneto da liga, conforme processo de corrosão de amostras de WC-Ni-Cr descritas por STACK; ABD EL BADIA, 2006. Os pontos tiveram uma dimensão média de 5 μm largura por 3 μm de profundidade, o que sugere perda de massa com maior influencia dos mecanismo de abrasão e corrosão do material, sem que houvesse o prevalecimento do mecanismo de microcorte ou de remoção do ligante. É possível ainda verificar para pontos internos ao material onde ocorre a ausência de ligante, fato este que indica presença de porosidade na amostra original.

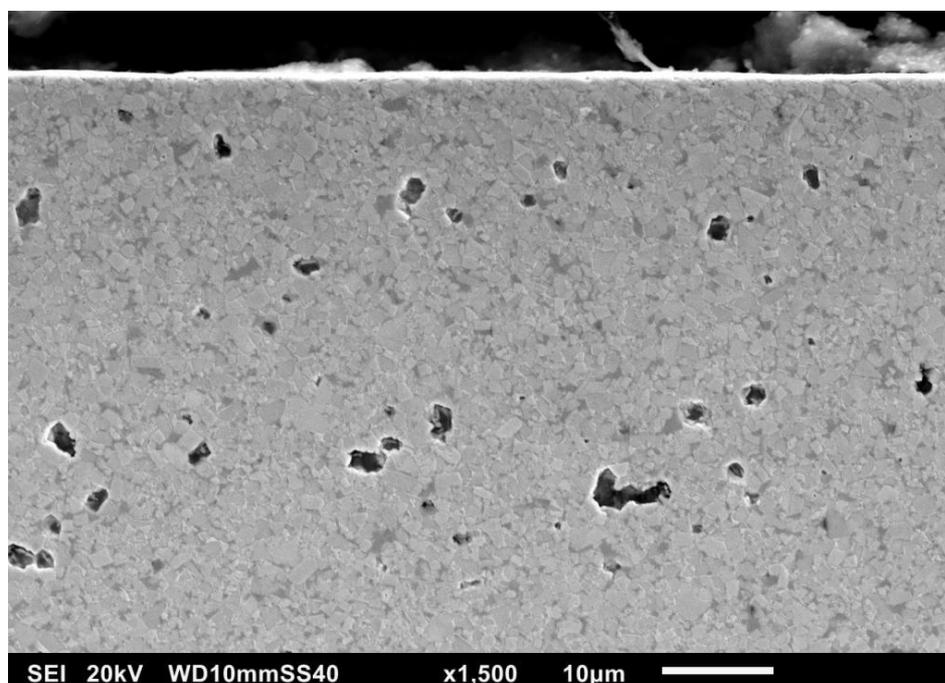
Figura 139 – Região central da amostra Ni8 após o ensaio com pH2 com ampliação de 1500x, detalhe para região com perda de ligante (lixiviação) e porosidade da amostra.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 140 é exibido um corte transversal da amostra Ni8 após a conclusão do ensaio em pH6, com ampliação de 1500x. Na imagem se observa ondulação da superfície da amostra devido o desgaste sofrido durante o ensaio abrasivo-corrosivo, sem uma variação expressiva de ligante nas proximidades da superfície do material. A figura sugere um mecanismo dominante de remoção do material por micro corte, com muito pouca remoção de ligante pelo processo corrosivo sendo preponderante a remoção de material por abrasão se constata ainda um desprendimento bem sutil dos grãos de carboneto no centro da imagem. Observa-se ainda a presença de uma microestrutura homogênea em toda região analisada, com a presença de poros internos ao material sem a presença de ligante.

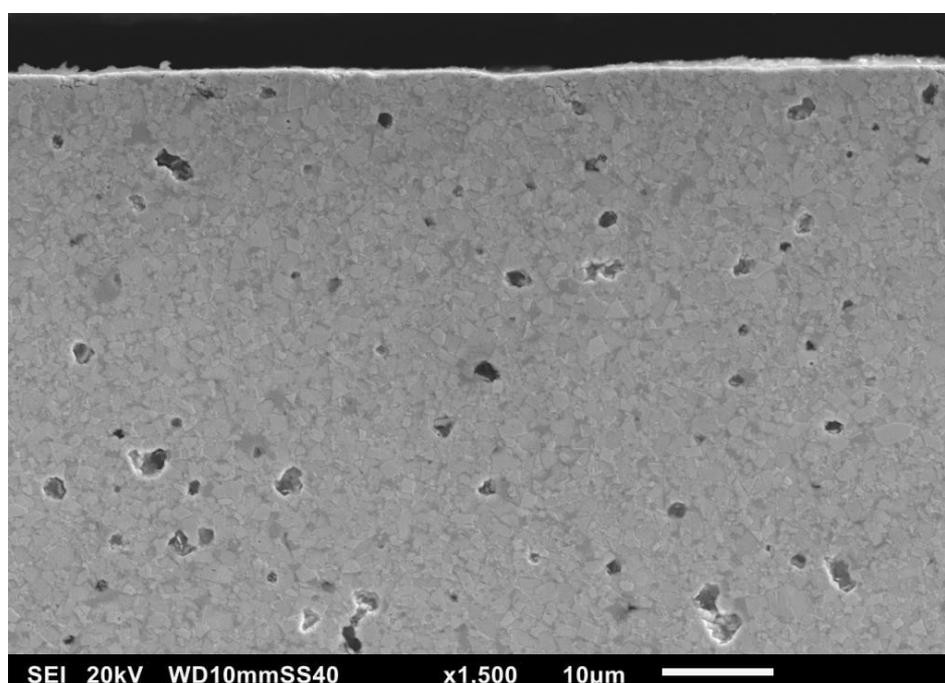
Figura 140 – Região central da amostra Ni8 após o ensaio com pH6 com ampliação de 1500x, detalhe para marcas e desgaste e porosidade da amostra.



Fonte: Próprio autor

A Figura 141 exibe a seção transversal da amostra Ni8 ensaiada em pH10, com um ampliação de 1500x. É possível se observar nela o processo abrasivo ocorrido na superfície do material, que apresenta depressões originadas pelo processo de micro corte na superfície da amostra. Com o aumento para pH10 não foi possível a observação de pontos onde ocorrera a lixiviação do ligante ficando o processo abrasivo-corrosivo delimitado a superfície do material, o que devido ao alto pH corrobora o mecanismo de formação de óxido protetor na superfície do material descrito anteriormente.

Figura 141 – Região central da amostra Ni8 após o ensaio com pH10 com ampliação de 1500x, detalhe para marcas e desgaste.

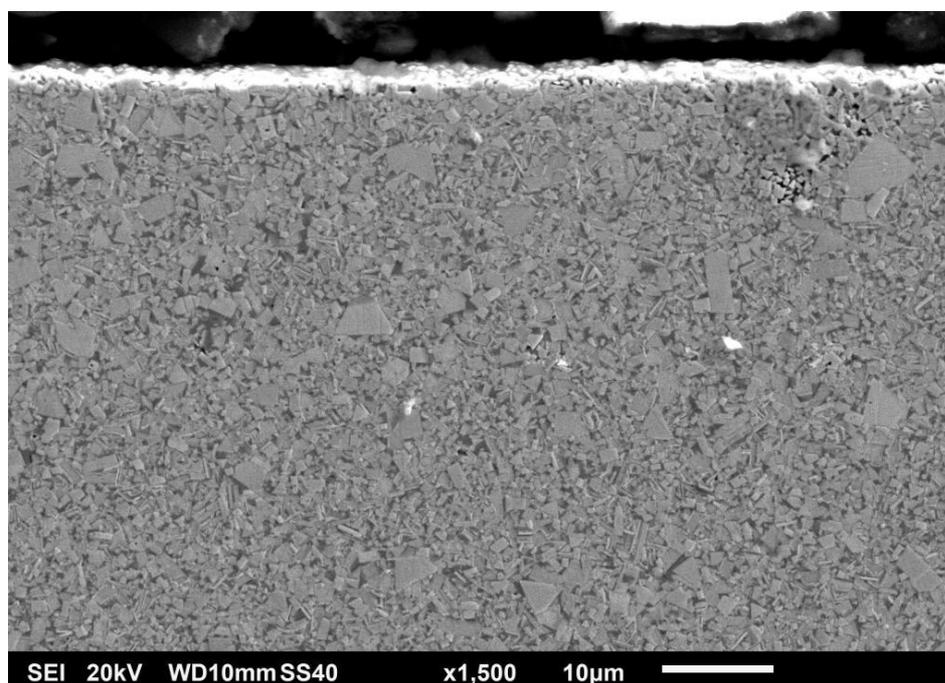


Fonte: Próprio autor

As amostras Co11 e Co13 tiveram as imagens da seção transversal com mecanismos e dimensões de ocorrência dos fenômenos praticamente semelhantes, por este motivo as imagens serão agrupadas e apresentas somente as imagens da amostra Co13, como característica destas duas ligas.

Com a Figura 142 é apresentada a seção transversal da amostra Co13 após a realização do ensaio com meio aquoso em pH2, com uma ampliação de 1500x. Nela é possível observar a degradação da superfície que se tornou ondulada após o termino do ensaio devido ao processo abrasivo-corrosivo sofrido, se presencia ainda pontos onde ocorrera a remoção de ligante pela parcela corrosiva da condição de ensaio adotada, conforme apresentado por TARRAGÓ et al., 2014. Realizando-se a mensuração destes pontos obteve-se uma profundidade variando de 5 a 20 μm , com regiões onde ocorrera até a perda de grãos de carboneto da amostra, este fenômeno se apresentou em toda a área correspondente a marca de ensaio.

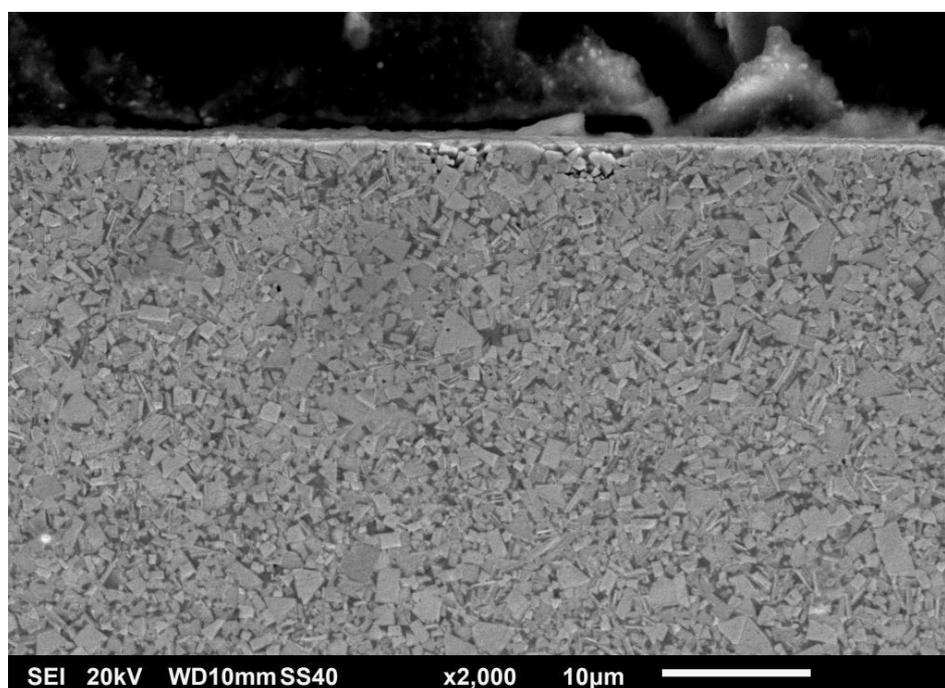
Figura 142 – Região central da amostra Co13 após o ensaio com pH2 com ampliação de 1500x, detalhe para marcas e desgaste.



Fonte: Próprio autor

A Figura 143 exibe a seção transversal da amostra Co13 ensaiada em pH6, com uma ampliação de 2000x. Na imagem é possível se averiguar pontos onde ocorrera a perda de ligante que apresentou uma variação de profundidade entre 3 a 5 μm , fato este justificado por GANT; GEE; MAY, 2004b, devido a corrosividade da água deionizada frente as amostras de metal duro. A superfície apresentou menor degradação superficial, não sendo possível a observação de sulcos oriundo do desgaste superficial na seção transversal. A amostra apresentou pontos espaçados de desprendimento de grãos de carboneto, padrão este que se apresentou frequente ao longo da região da marca de desgaste.

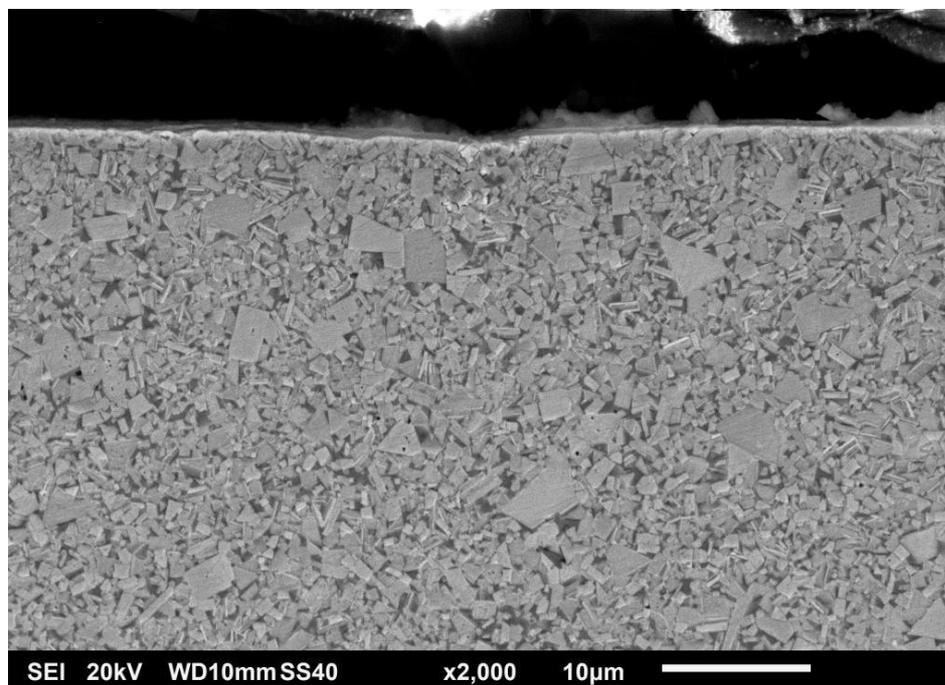
Figura 143 – Região central da amostra Co13 após o ensaio com pH6 com ampliação de 2000x, detalhe para marcas e desgaste.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 144 é apresentada a seção transversal da amostra Co13 após a realização do ensaio com pH10, com uma ampliação de 2000x. É possível se observa na região apresentada abaixo da marca de desgaste a presença de ligante entre os grãos de carboneto da amostra. É destacada ainda a presença de sulcos na superfície da amostra, sulcos estes gerados pelo processo abrasivo de micro corte na superfície da amostra, este fato leva a depreender que a perda de massa da amostra foi constituída em sua maior parte pelo mecanismo abrasivo-corrosivo na superfície da amostra, não ocorrendo perda de ligante em profundidade na amostra nem remoção significativa de carbonetos na superfície de desgaste.

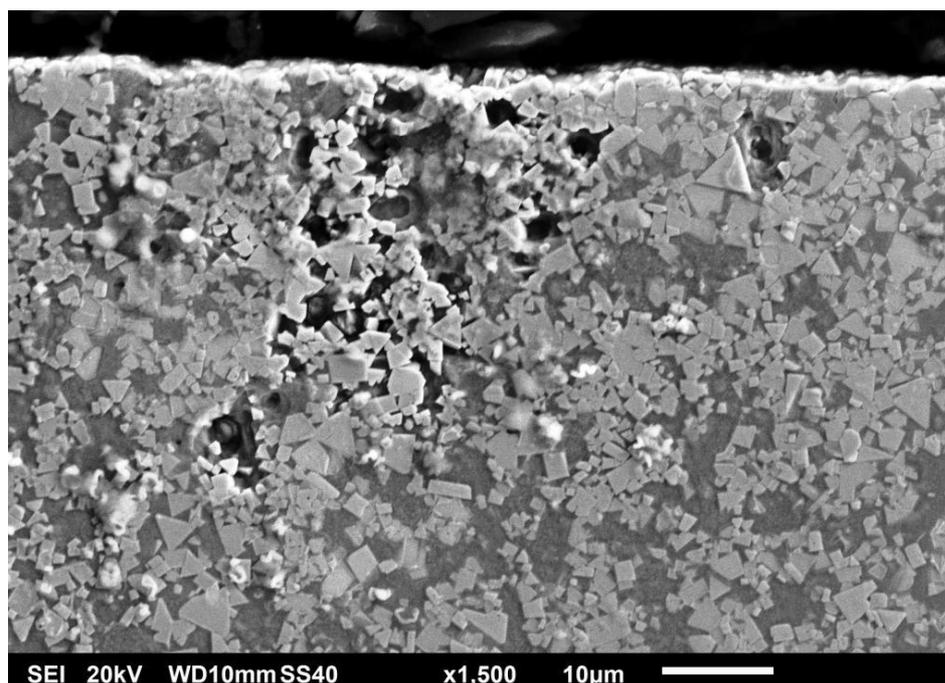
Figura 144 – Região central da amostra Co13 após o ensaio com pH10 com ampliação de 2000x.



Fonte: Próprio autor

A Figura 145 exibe a seção transversal da amostra Co29 ensaiada em meio aquoso de pH2, com ampliação de 1000x. Nela constata-se a grande degradação da superfície após a realização do ensaio, degradação esta que não permite a identificação clara de marcas de desgaste perpendiculares à seção transversal. Ainda são apresentados ao longo da seção pontos de grade remoção de ligante da ordem de 100 μm de largura por 40 μm de profundidade, com múltiplas regiões de perda de grãos de carboneto de tungstênio ao longo da marca de desgaste oriundo da constituição do material, conforme descrito nos trabalhos de SUTTHIRUANGWONG; MORI, 2003. Estas evidências associadas ao regime severo de desgaste ao qual a amostra foi submetida sugere um mecanismo de perda de massa suportado pela perda de ligante, acrescida da remoção de ligante superficial, associado à remoção mecânica dos grãos superficiais de carboneto e adicionado ao desprendimento dos carbonetos por ausência de ligante ao seu redor.

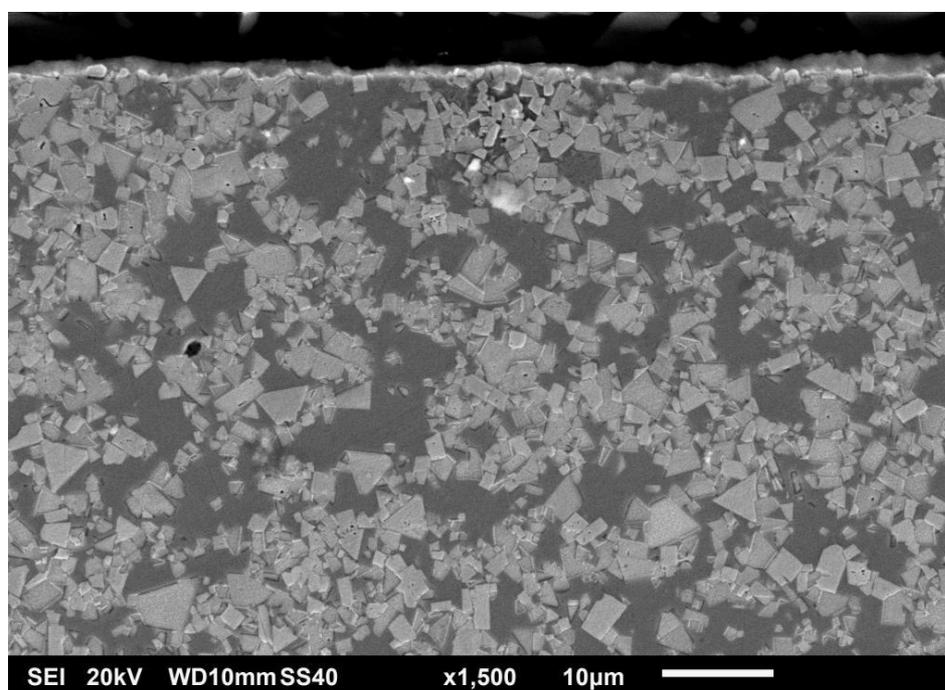
Figura 145 – Região da amostra Co29 após o ensaio com pH2 com ampliação de 1500x, detalhe para subsuperfície da área ensaiada.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 146 é apresentada a seção transversal da amostra Co29, com ampliação de 1500x, após a realização do ensaio em pH6. Na seção é possível observar-se uma região de diminuição do teor de ligante, (sem a ocorrência da total perda do mesmo) com dimensões aproximadas de 8 x 8 μm , regiões estas que apresentaram-se ao longo da marca de desgaste do ensaio. Na superfície da seção é possível notar-se a presença de forte ondulação da superfície oriunda do desgaste superficial por micro corte sofrido pela amostra. Ainda foram observados na amostra pontos onde ocorrera o desprendimento do grão de carboneto de tungstênio, sem que houvesse a remoção do ligante por processo abrasivo-corrosivo.

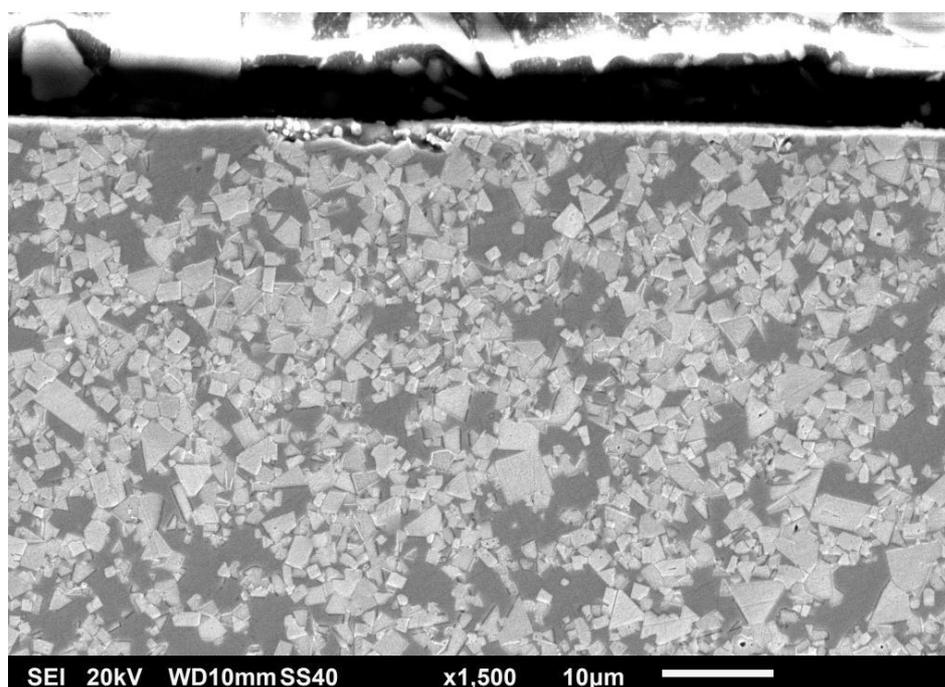
Figura 146 – Região da amostra Co29 após o ensaio com pH6 com ampliação de 1500x, detalhe para região central com perda de ligante.



Fonte: Próprio autor

A Figura 147 exibe a seção transversal da amostra Co29, com ampliação de 1500x, após a realização do ensaio em meio aquoso com pH10. Na seção não é possível observar pontos com perda de ligante no material, na superfície são exibidas ondulações oriundas do desgaste superficial sofrido pelo material. Ao longo da marca de desgaste na seção transversal foram encontrados pontos com o desprendimento dos grãos de carboneto, sem que ocorrera a perda de ligante, fato este que sugere mecanismo de perda de carboneto pela remoção abrasiva do ligante vizinho ao carboneto, sem que ocorra intenso processo corrosivo no material, conforme sugere a formação superficial de óxido protetor descrita por GANT; GEE; MAY, 2004a. Isto sugestiona que o mecanismo de perda de massa do material foi governado pelo processo abrasivo-corrosivo severo na superfície da amostra, sem que se transcorresse perda de ligante da matriz por processo corrosivo ou desprendimento de grãos de carboneto por falta de ligante.

Figura 147 – Região da amostra Co29 após o ensaio com pH10 com ampliação de 1500x, detalhe para região com perda de grãos de carboneto.



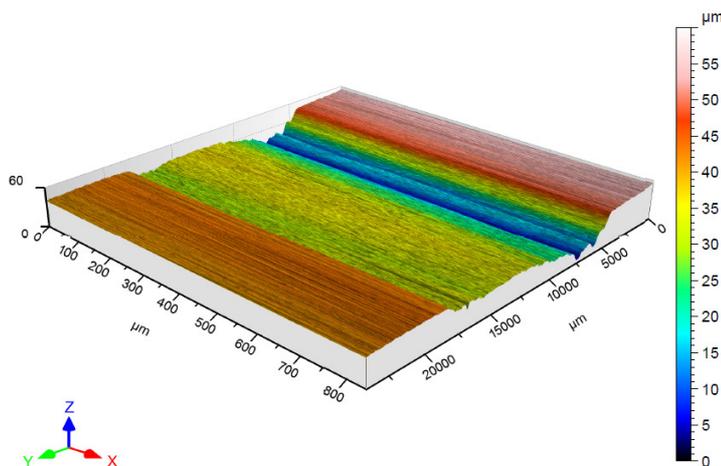
Fonte: Próprio autor

5.2.7 Perfilometria da superfície de desgaste

A análise topográfica da superfície desgastada foi realizada pelo processo de interferometria ótica 3D, conforme descrito na seção 4.3 deste trabalho. Foi mensurada uma área aproximada de 0,8 mm x 25,4mm (largura total da amostra), sendo medida a seção transversal da marca de desgaste. Para confiabilidade nos resultados as áreas foram medida três vezes para todas as amostras em todos os pH's.

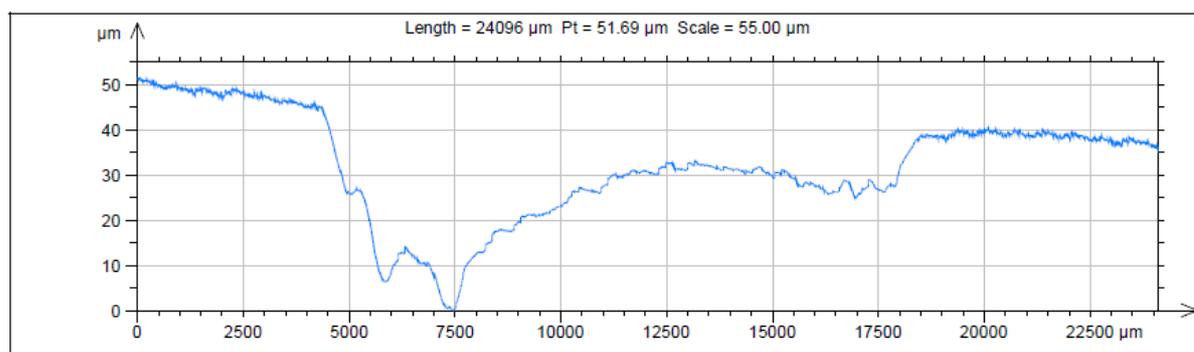
Depois de realizadas todas as medições se observou que as ligas tiveram comportamento semelhante topograficamente, a superfícies apresentaram uma forte correspondência entre as ligas quanto à forma da superfície diferenciando-se uma das outras através dos parâmetros obtidos pelas análises. Por este motivo na Figura 148 a Figura 153 serão apresentadas áreas e seções típicas das medições em pH2, pH6 e pH10.

Figura 148 – Faixa de seção transversal típica de amostra ensaiada em pH2.



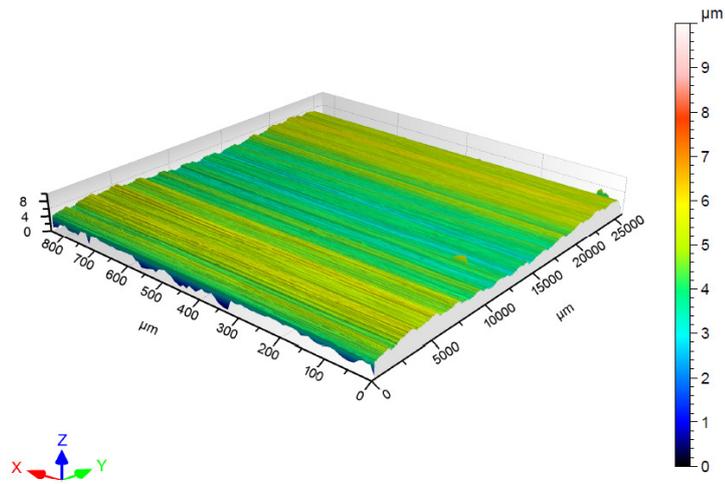
Fonte: Próprio autor

Figura 149 – Seção transversal típica de amostra ensaiada em pH2.



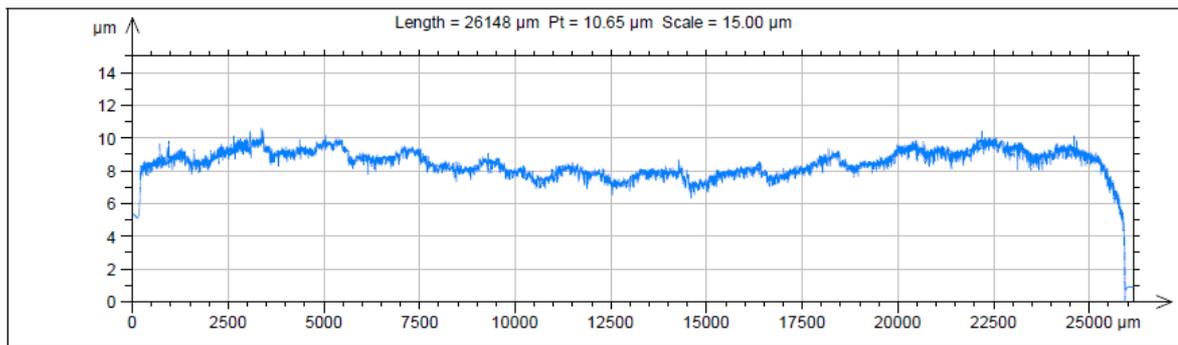
Fonte: Próprio autor

Figura 150 – Faixa de seção transversal típica de amostra ensaiada em pH6.



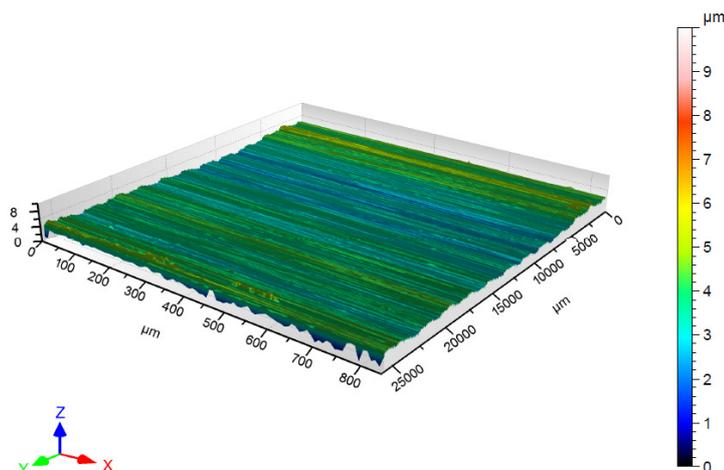
Fonte: Próprio autor

Figura 151 – Seção transversal típica de amostra ensaiada em pH6.



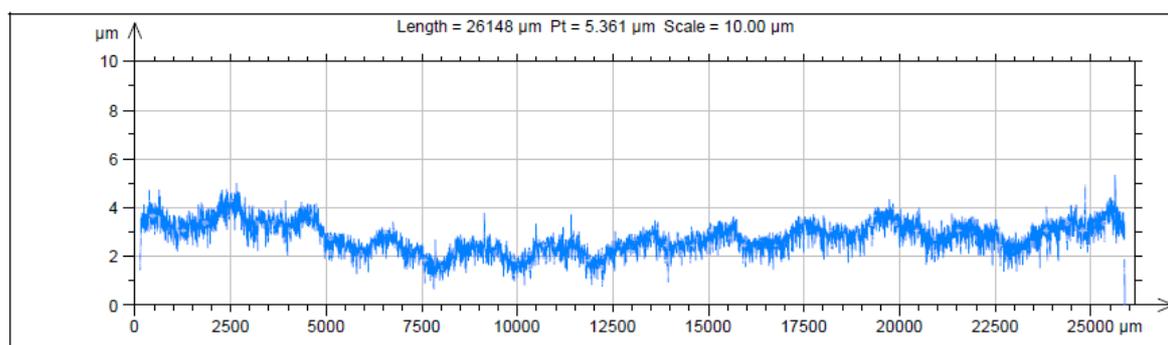
Fonte: Próprio autor

Figura 152 – Faixa de seção transversal típica de amostra ensaiada em pH10.



Fonte: Próprio autor

Figura 153 – Seção transversal típica de amostra ensaiada em pH10.



Fonte: Próprio autor

É apresentado na Tabela 15 os parâmetros medidos e suas denominações de acordo com a norma ISO4287:1997. A seguir na Tabela 16 são apresentados os valores obtidos com a medição de todas as amostras nos pH's 2, 6 e 10, sendo exibido os parâmetros iniciais obtidos antes do ensaio e logo após o processo de retífica plana das amostras, conforme descrito na seção 4.1 deste trabalho.

Tabela 15 – Tabela de parâmetros medidos por interferometria ótica.

Sigla	Denominação
Sa (μm)	Média aritmética da altura dos picos e vales na área medida
Sq (μm)	Média quadrática da altura dos picos e vales na área medida
Sp (μm)	Altura do pico máximo na área medida
Sv (μm)	Altura do vale mais profundo na área medida
Sz (μm)	Altura máxima do pico mais alto al vale mais profundo na área medida
Pa (μm)	Média aritmética da altura dos picos e vales no perfil inicial
Pq (μm)	Média quadrática da altura dos picos e vales no perfil inicial
Pp (μm)	Altura do pico máximo no perfil inicial
Pv (μm)	Altura do vale mais profundo no perfil inicial
Pz (μm)	Altura máxima do pico mais alto al vale mais profundo no perfil inicial
Ra (μm)	Média aritmética da altura dos picos e vales na rugosidade
Rq (μm)	Média quadrática da altura dos picos e vales na rugosidade
Rp (μm)	Altura do pico máximo na rugosidade
Rv (μm)	Altura do vale mais profundo na rugosidade
Rz (μm)	Altura máxima do pico mais alto al vale mais profundo na rugosidade
P	Perfil inicial da amostra
R	Perfil de rugosidade = Perfil inicial - Perfil de ondulação da amostra

Fonte: Próprio autor

Tabela 16 – Tabela com os resultados das ligas analisadas.

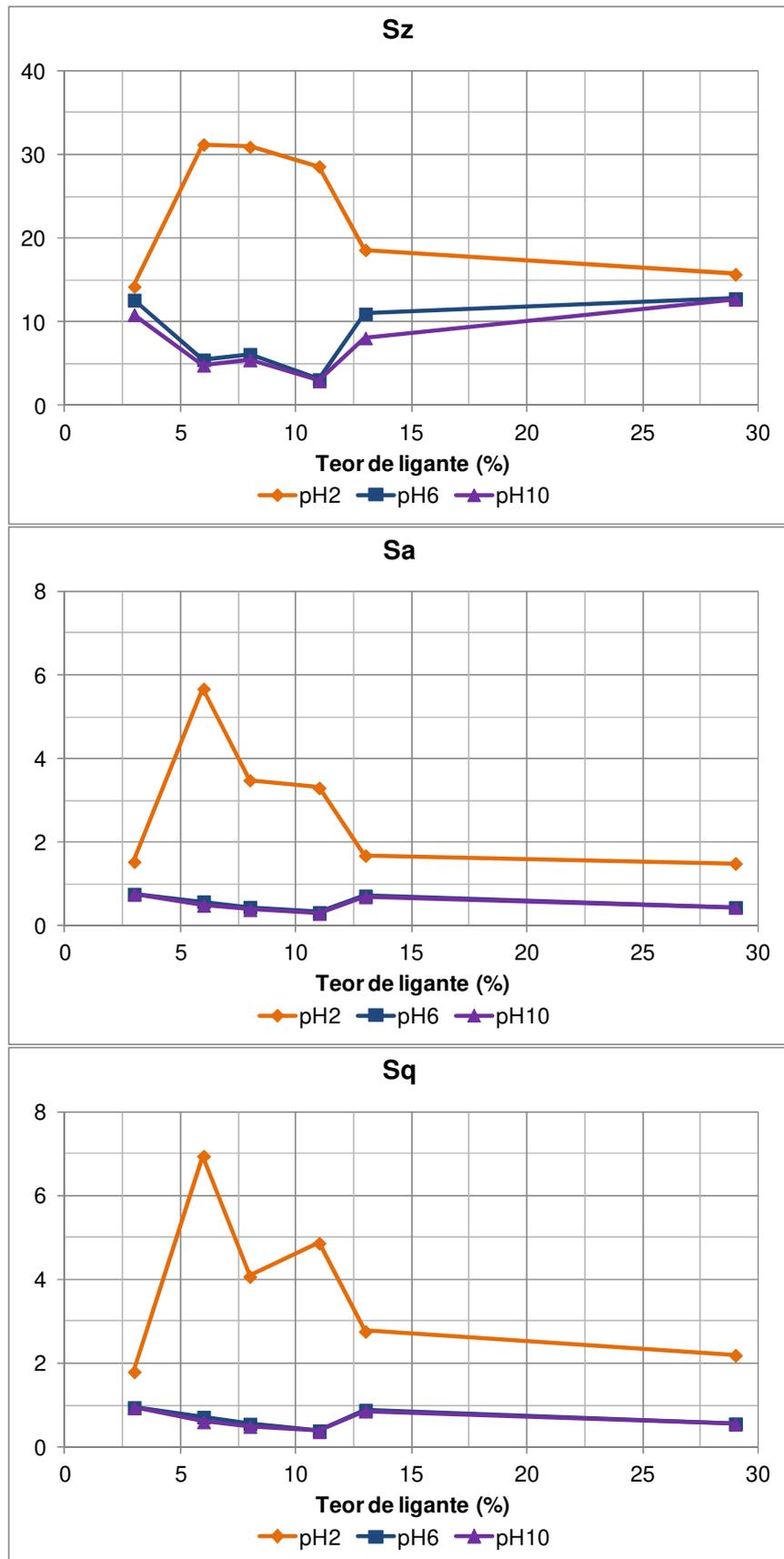
	Co3			Co6			Co8			Ni8			Co11			Co13			Co29			
	Inicial	pH2	pH6	pH10	pH2	pH6	pH10	pH2	pH6	pH10	pH2	pH6	pH10	pH2	pH6	pH10	pH2	pH6	pH10	pH2	pH6	pH10
Parâmetros de rugosidade em área																						
Sa (µm)	0,260	1,538	0,770	0,762	5,673	0,588	0,499	3,487	0,455	0,395	7,459	0,326	0,309	3,304	0,332	0,302	1,687	0,727	0,702	1,499	0,449	0,448
Sq (µm)	0,322	1,807	0,958	0,944	6,949	0,732	0,613	4,079	0,566	0,504	9,524	0,408	0,391	4,876	0,403	0,383	2,770	0,895	0,869	2,203	0,571	0,563
Sp (µm)	1,144	9,292	5,879	4,317	17,430	2,404	2,259	15,950	3,332	2,472	28,800	1,905	1,485	10,820	1,889	1,645	6,618	5,157	3,985	8,864	6,971	4,899
Sz (µm)	2,068	14,230	12,620	10,880	31,220	5,490	4,825	30,920	6,147	5,464	50,950	3,284	3,211	28,590	3,137	2,941	18,610	10,970	8,092	15,700	12,820	12,700
Parâmetros de rugosidade em perfil																						
Pa (µm)	0,260	1,540	0,769	0,721	5,673	0,590	0,497	3,478	0,456	0,395	7,462	0,326	0,310	3,322	0,331	0,296	1,681	0,723	0,703	1,504	0,450	0,449
Pq (µm)	0,323	1,809	0,957	0,865	6,948	0,735	0,611	4,077	0,567	0,503	9,526	0,407	0,393	4,882	0,401	0,372	2,761	0,890	0,871	2,206	0,580	0,563
Pp (µm)	0,789	5,431	3,679	3,667	12,800	2,651	1,966	9,364	1,910	1,707	21,190	1,223	1,139	17,250	1,439	0,888	12,460	2,589	2,429	8,291	4,848	2,024
Pv (µm)	0,991	4,837	3,236	2,970	16,490	2,052	1,942	11,320	1,788	1,782	26,410	1,507	1,447	9,932	1,723	1,362	4,225	3,326	2,555	4,434	2,481	2,476
Pz (µm)	1,780	8,668	8,516	6,637	29,290	4,704	3,909	20,690	3,692	3,495	47,600	2,670	2,646	27,180	2,802	2,611	16,680	5,896	4,984	12,720	7,329	4,500
Ra (µm)	0,248	0,408	0,396	0,390	0,572	0,399	0,218	0,535	0,189	0,120	0,651	0,187	0,132	0,864	0,154	0,139	0,457	0,443	0,283	0,477	0,245	0,197
Rq (µm)	0,305	0,516	0,505	0,475	0,704	0,495	0,276	0,677	0,241	0,195	0,739	0,237	0,178	1,075	0,210	0,188	0,569	0,553	0,358	0,593	0,311	0,274
Rp (µm)	0,670	1,571	1,441	1,410	1,647	1,220	0,707	1,937	0,627	0,474	1,623	0,549	0,481	2,995	0,657	0,435	1,362	1,282	1,048	1,532	1,031	0,829
Rv (µm)	0,838	1,480	1,455	1,369	1,674	1,185	1,011	2,138	0,924	0,654	2,847	0,887	0,762	2,523	0,834	0,602	1,558	1,363	1,196	1,764	0,957	0,899
Rz (µm)	1,508	3,026	2,890	2,810	3,321	2,404	1,718	4,076	1,550	1,128	3,970	1,368	1,311	5,519	1,269	1,259	2,920	2,645	2,244	3,296	1,988	1,728

Fonte: Próprio autor

Com a análise da Tabela 16 que os parâmetros nos ensaios em pH2 tiveram um aumento entre Co3 e Co6, atingindo o ponto de máximo em Co6, então tiveram redução a partir de Co6 até Co13, onde mantiveram certa estabilidade comparando com amostra Co29 em pH2. Já para os ensaios em pH6 as ligas tiveram comportamento similar as ligas de pH10, onde tiveram uma diminuição nos parâmetros de Co3 até Co11, a partir deste ponto os parâmetros tiveram um aumento até Co13 aparentando certa estabilidade entre Co13 e Co29, conforme exibido nos gráficos das Figura 154 e Figura 155.

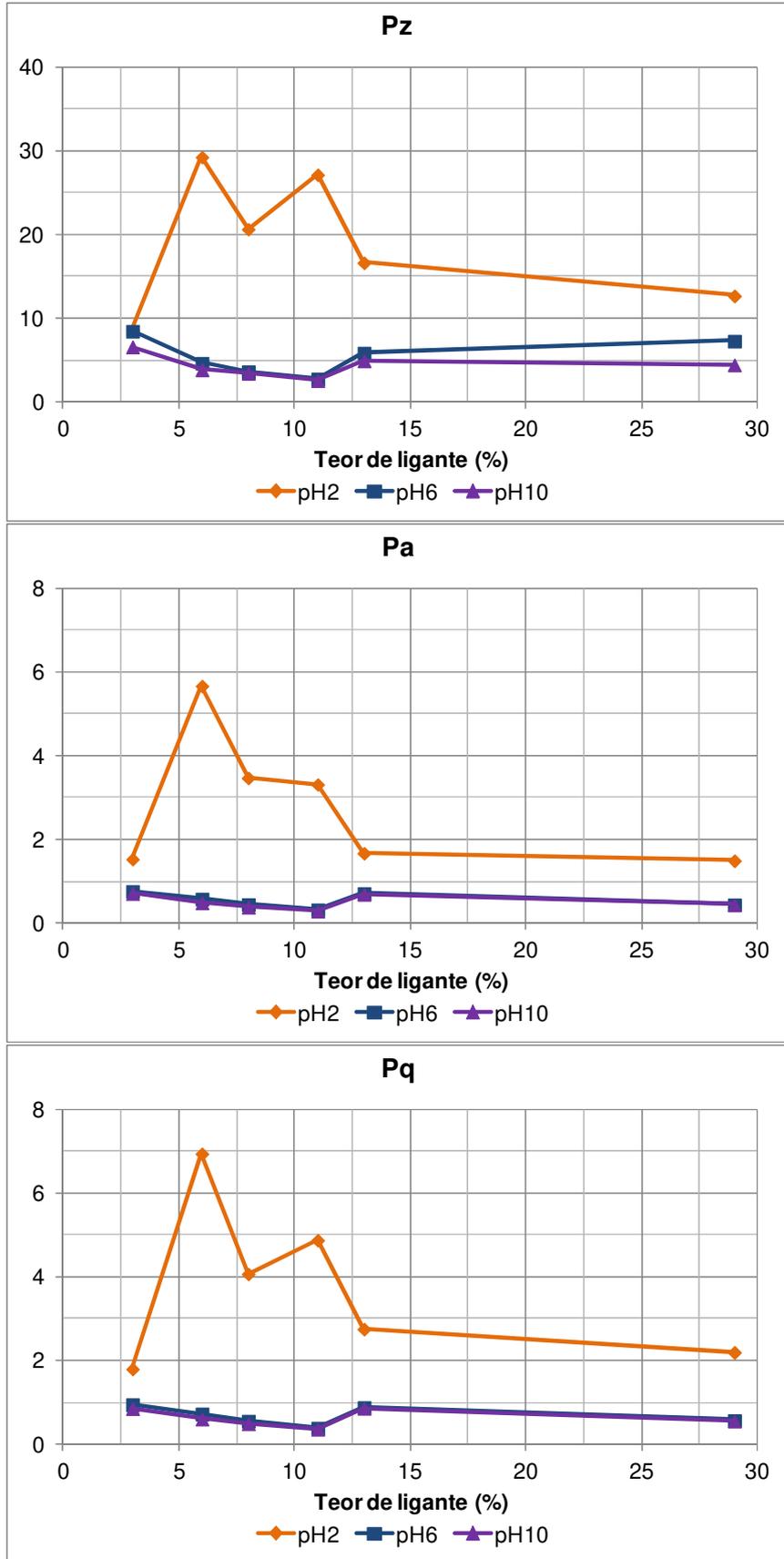
Comparando-se os dados obtidos pela análise de superfície com os dados coletados pela medição da perda de massa, a medição de por análise de superfície não se mostrou um método eficaz de controle e aferição do desgaste sofrido pelas amostras de metal duro, visto que as amostras de Co13 e Co29 tiveram os maiores valores de perda de massa medida em balança gravimétrica e, entretanto os parâmetros de superfície obtidos para esta ligas em alguns casos mostraram-se iguais ou até menores que parâmetros de superfície da amostra Co3, que obteve os menores valores de perda de massa medidos.

Figura 154 – Gráfico com os parâmetros de superfície Sz, Sa e Sq.



Fonte: Próprio autor

Figura 155 – Gráfico com os parâmetros de perfil Pz, Pa e Pq.

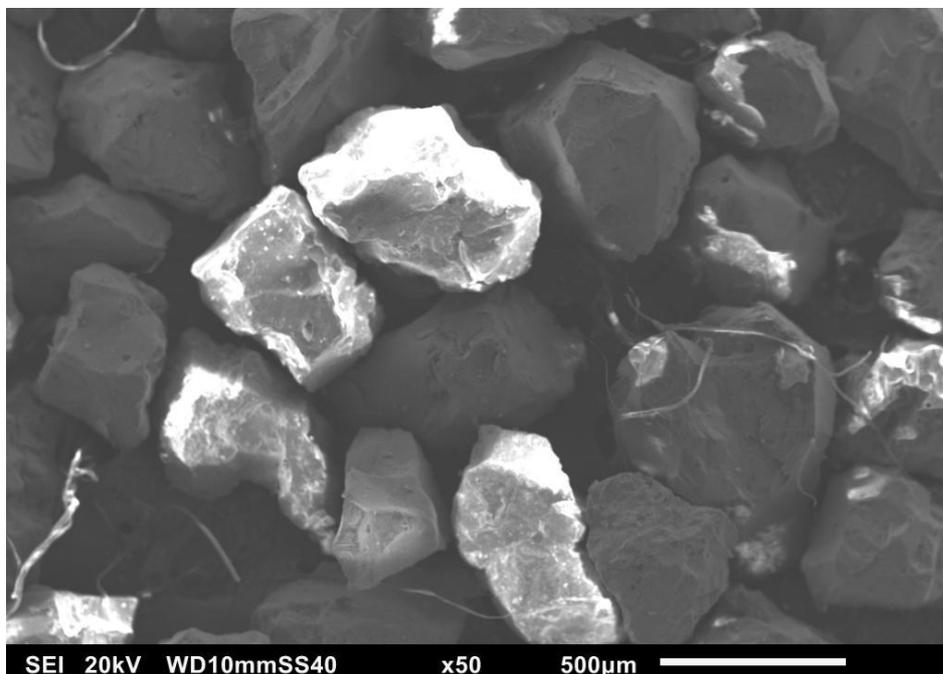


Fonte: Próprio autor

5.2.8 Caracterização do abrasivo

Para a caracterização do abrasivo uma amostra nova do abrasivo utilizado (areia #50 - 0,30 a 0,60 mm) foi reservada fixada a superfície do porta amostras do microscópio. O abrasivo foi recoberto com camada nanométrica de ouro e então examinado no microscópio eletrônico de varredura, as dimensões do abrasivo inicial variaram entre 400 μm a 500 μm . Pode-se notar as partículas com formas angulares, sem a presença de partículas arredondadas, conforme observa-se na Figura 156

Figura 156 – Abrasivo de areia #50 observado a 50x de ampliação.



Fonte: Próprio autor

Após a realização dos ensaios para análise da forma final do abrasivo, foi enviado para realização de análise no equipamento CAMSIZER, uma amostra de abrasivo de cada liga e cada condição ensaiada e uma amostra do abrasivo original, conforme descrito no item 4.6. A Tabela 17 apresenta as dimensões do abrasivo utilizado (areia #50) antes de depois do ensaios realizados.

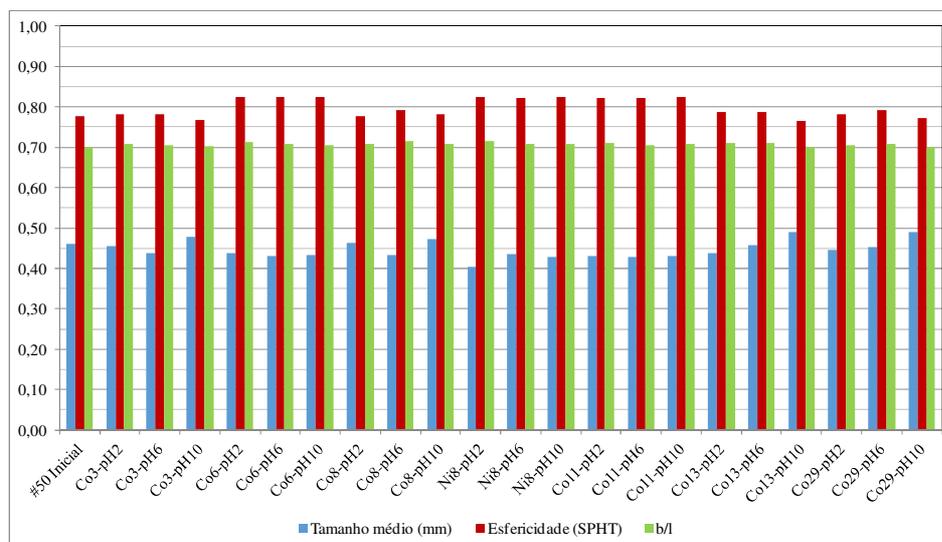
Tabela 17 – Tabela com as características iniciais e finais do abrasivo utilizado.

Amostra	Tamanho médio (μm)		Forma	
	Média (μm)	Desv Pad (μm)	Esfericidade (SPHT)	b/l
#50 Inicial	460	200	0,776	0,701
Co3-pH2	456	217	0,782	0,708
Co3-pH6	439	134	0,783	0,706
Co3-pH10	478	156	0,766	0,702
Co6-pH2	438	132	0,823	0,714
Co6-pH6	431	143	0,825	0,707
Co6-pH10	433	185	0,824	0,705
Co8-pH2	463	238	0,776	0,707
Co8-pH6	434	106	0,791	0,715
Co8-pH10	473	121	0,782	0,708
Ni8-pH2	403	154	0,824	0,715
Ni8-pH6	435	149	0,821	0,707
Ni8-pH10	429	148	0,825	0,708
Co11-pH2	430	137	0,821	0,711
Co11-pH6	429	146	0,822	0,706
Co11-pH10	430	151	0,824	0,708
Co13-pH2	438	122	0,788	0,710
Co13-pH6	457	121	0,788	0,710
Co13-pH10	491	279	0,764	0,700
Co29-pH2	445	192	0,783	0,705
Co29-pH6	454	111	0,793	0,709
Co29-pH10	490	169	0,771	0,700

Fonte: Próprio autor

Com a análise de todas as amostras os abrasivos apresentaram poucas variações na dimensão. Os parâmetros de esfericidade (SPHT) e relação de forma (b/l) para a maioria das amostras apresentaram variações de até $\pm 2\%$. Quanto ao tamanho médio do abrasivo as amostras variaram de -7% a $+3\%$ comparadas ao tamanho inicial do grão, não apresentando variação significativa na diminuição do tamanho do abrasivo. Na Figura 157 observa-se o histograma resumo dos resultados obtidos.

Figura 157 – Histograma com a variação das dimensões do abrasivo antes e após os ensaios.



Fonte: Próprio autor

5.2.9 Composição química da água residual dos ensaios

Com a finalidade de caracterização dos elementos químicos resultantes dos ensaios, ao final de cada experimentação realizada o líquido resultante foi separado e enviado para análise química de espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES), no Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

Na Tabela 18 são apresentados os resultados de análise química do líquido residual dos ensaios. Observando-se os resultados, verificou-se que nos ensaios em pH2 houve a ocorrência de elemento químico do ligante dissolvido no líquido resultante dos ensaios, este fato leva a ratificar o fenômeno corrosivo com perda de ligante observado nas análises de seção transversal nos ensaios em pH's ácidos. Nota-se ainda que excluindo-se a amostra Co3, em todas as outras amostras de cobalto a densidade de ligante dissolvido aumentou com o aumento do teor de ligante do compósito. Observa-se também que em geral os ensaios em pH's ácidos tiveram uma maior dissolução de silício no líquido residual. A dissolução de tungstênio só foi observada nos ensaios com pH's ácidos e básicos, não sendo observada concentração residual de tungstênio nos ensaios com pH6.

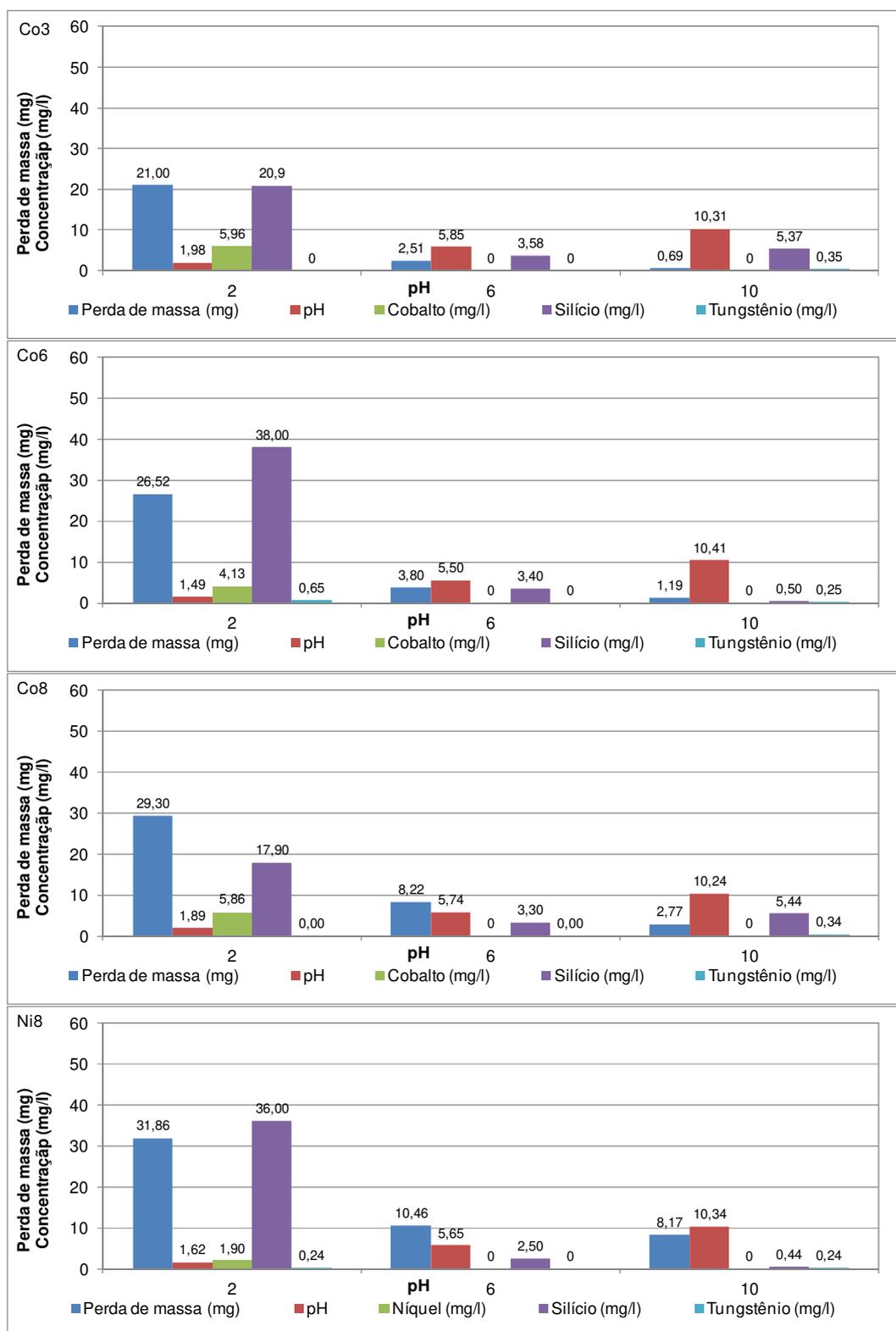
Tabela 18 – Tabela com as características iniciais e finais do abrasivo utilizado.

Amostra	Perd. De Massa		pH da solução		Cobalto - Co (mg/l)	Níquel - Ni (mg/l)	Silício - Si (mg/l)	Tungstênio - W (mg/l)
	Média	Desvio	Média	Desvio				
Co3-pH2	21,00	1,18	1,98	0,01	5,96	0	20,90	0
Co3-pH6	2,51	0,20	5,85	0,01	0	0	3,58	0
Co3-pH10	0,69	0,11	10,31	0,01	0	0	5,37	0,35
Co6-pH2	26,52	1,04	1,49	0,02	4,13	0	38,00	0,65
Co6-pH6	3,80	0,19	5,50	0,01	0	0	3,40	0
Co6-pH10	1,19	0,11	10,41	0,02	0	0	0,50	0,25
Co8-pH2	29,30	1,86	1,89	0,01	5,86	0	17,90	0
Co8-pH6	8,22	0,46	5,74	0,02	0	0	3,30	0
Co8-pH10	2,77	0,29	10,24	0,01	0	0	5,44	0,34
Ni8-pH2	31,86	0,70	1,62	0,02	0	1,90	36,00	0,24
Ni8-pH6	10,46	0,45	5,65	0,01	0	0	2,50	0
Ni8-pH10	8,17	0,19	10,34	0,01	0	0	0,44	0,24
Co11-pH2	55,30	3,02	1,43	0,01	6,72	0	39,00	0,31
Co11-pH6	27,31	1,56	5,82	0,01	0	0	1,30	0
Co11-pH10	4,30	0,17	10,21	0,02	0	0	0,43	0,13
Co13-pH2	106,53	6,72	1,90	0,02	9,70	0	48,90	0
Co13-pH6	45,20	1,71	5,98	0,02	0	0	4,02	0
Co13-pH10	12,50	1,29	10,40	0,01	0	0	5,35	0,31
Co29-pH2	245,25	8,22	1,94	0,01	12,40	0	18,20	0,07
Co29-pH6	138,08	6,68	6,17	0,01	0	0	3,11	0
Co29-pH10	63,55	1,27	10,54	0,02	0	0	5,21	0,35

Fonte: Próprio autor

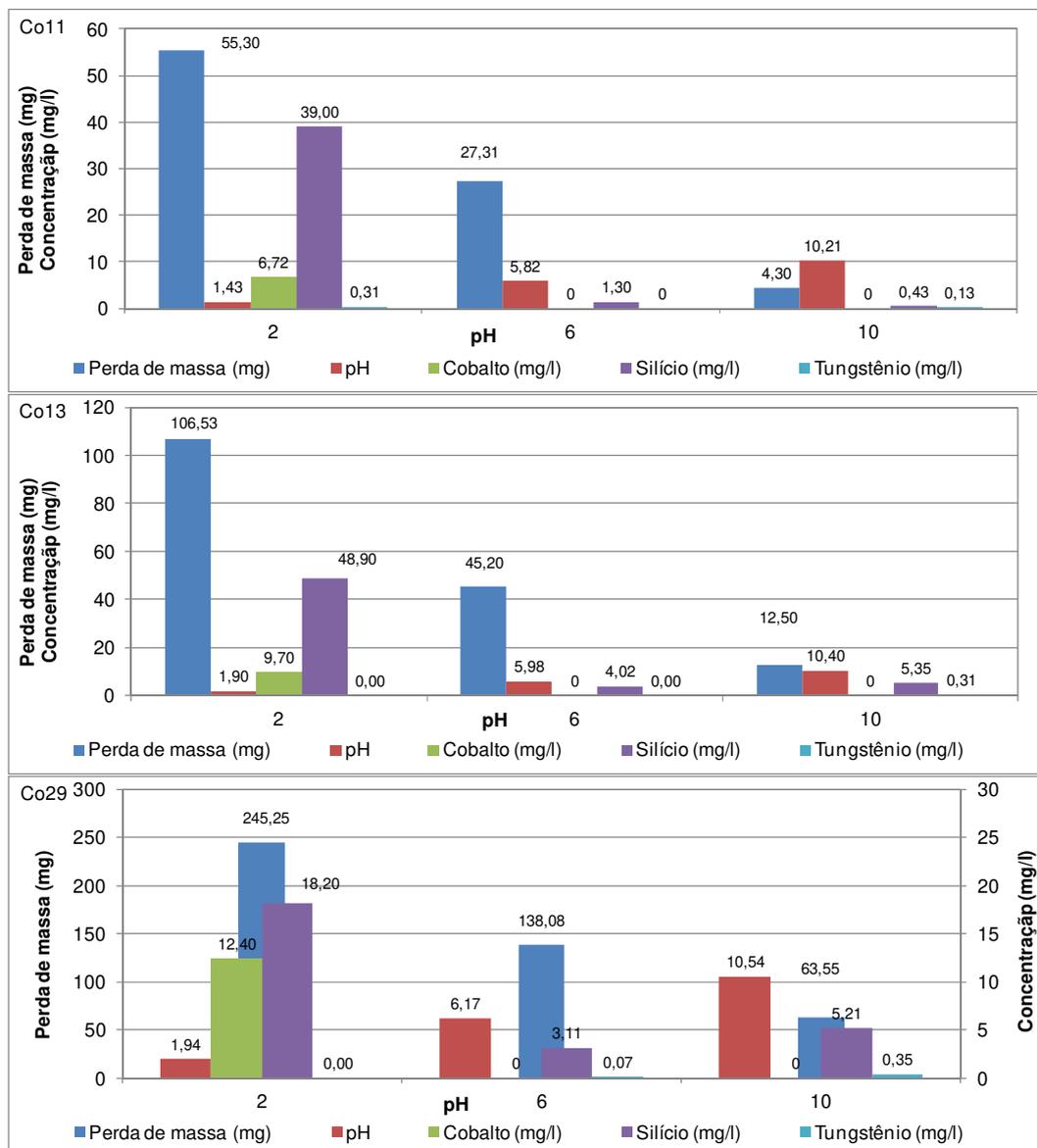
A seguir nas Figura 158 e Figura 159 serão apresentados gráficos de barras com o resumo dos resultados obtidos nas análises de composição química.

Figura 158 – Composição química do líquido residual dos ensaios para as amostras Co3, Co6, Co8, Ni8.



Fonte: Próprio autor

Figura 159 – Composição química do líquido residual dos ensaios para as amostras Co11, Co13, Co29.



Fonte: Próprio autor

6. Conclusões finais

Nas condições experimentais deste trabalho constatou-se que:

6.1. Efeito do tamanho de grão abrasivo.

O aumento do tamanho da partícula abrasiva, de #100 (0,16 a 0,30 mm) para #50 (0,31 a 0,60 mm) resultou em um máximo de perda de massa. O aumento dos abrasivos para #30 (0,61 a 1,20 mm) e #16 (1,21 a 2,40 mm), resultou em perdas de massa sucessivamente menores. Isso foi explicado pela quebra das partículas para aos dois maiores tamanhos de abrasivo.

Todas as ligas apresentaram aumento da perda de massa com aumento do tamanho da partícula abrasiva até a obtenção do tamanho crítico do abrasivo (TCA) com a utilização do abrasivo de tamanho #50 (0,31 a 0,60 mm). A partir deste ponto houve a diminuição da perda de massa com o aumento do tamanho da partícula abrasiva. Esta ocorrência pode ser associada ao possível fenômeno descrito na literatura de quebra de grão do abrasivo.

6.2. Efeito da força normal e variação de pH.

A elevação da força aplicada resultou no aumento da perda de massa. Os resultados mostraram uma variação linear da perda de massa com o alteração da carga de ensaio. A variação do pH do meio ensaiado mostrou maior influencia quando comparada com a variação da carga de ensaio, a variação da carga de ensaio apresentou uma alteração de até 3x na perda de massa, enquanto a alteração do pH ensaiado apresentou uma variação de até 40x na perda de massa do metal duro. As ligas com menor teor de ligante apresentaram uma maior variação da perda de massa com a variação do pH quando comparadas com as ligas com maiores teores de ligante (40x para Co3 quando comparado a 4x para Co29).

6.3. Efeito do teor de ligante.

Para um mesmo pH a variação do teor de ligante apresentou maior alteração na perda de massa para as ligas com maior teor cobalto. As ligas com teores de ligante menor que 8% apresentaram menor variação na perda de massa (ordem de 3x), quando comparadas as ligas com teores de cobalto acima de 11% (ordem de 6x).

A variação do teor de ligante das amostras para uma mesma carga mostrou-se de grande influência com a alteração do pH, onde as amostras com menor teor de ligante tiveram maior variação com a alteração do pH do ensaio (ordem de 30x). Enquanto as amostras com maior teor de ligante tiveram uma menor alteração na perda de massa (ordem de 3x). Este fato contradiz o mostrado em literatura, no qual amostras com maior teor de ligante tiveram maior influência na alteração do pH devido sua maior área de exposição de ligante.

6.4. Efeito da dureza e relação de dureza.

A variação da dureza do material apresentou-se inversamente proporcional a perda de massa das amostras, fato este corroborado pela literatura. As amostras com menor dureza e consequentemente maior teor de ligante apresentaram maiores taxas de desgaste, enquanto as amostras com maior teor de ligante e maior dureza apresentaram as menores taxas de desgaste.

6.5. Efeito do tamanho de grão do material.

O aumento do tamanho de grão das amostras apresentou elevação na perda de massa. Este fenômeno pode estar relacionado a maior teor de ligante demonstrado por estas ligas e consequente maior remoção de material da fase menos dura da liga (o ligante).

6.6. Mecanismos de desgaste e corrosão.

As marcas da superfície de desgaste de todas as ligas apresentaram como mecanismo predominante o microcorte. As superfícies ainda mostraram muitos pontos de corrosão de ligante nas amostras ensaiadas em pH2. Os ensaios em pH6 apresentaram menor quantidade de pontos de corrosão, mostrando que mesmo ainda com pH próximo da neutralidade houve a presença do fenômeno corrosivo, este evento é justificado na literatura devido a reatividade da água deionizada utilizada no ensaio.

Na observação da superfície de desgaste foi constatado a presença de grãos fraturados de carboneto de tungstênio provenientes da amostra. Os grãos puderam ser observados na superfície ensaiada e dentro dos sulcos realizados pelo microcorte. Este fato sugere um aumento da abrasividade do ensaio causado pelo desprendimento de partículas abrasivas do próprio material que aderidas a roda de borracha colaboram para a perda de massa do ensaio.

6.7. Efeito do sinergismo abrasão-corrosão.

A sinergia do fenômeno abrasivo-corrosivo mostrou-se presente de duas maneiras distintas: 1-) nas ligas com maior teor de cobalto, onde o ligante sofreu abrasão e corrosão,

removendo o ligante e desprendendo grãos de carboneto que auxiliaram na abrasão removendo mais ligante e desprendendo mais grãos de carboneto; 2-) nas ligas com menor teor de cobalto onde o ligante foi removido, mas devido a compressão e proximidade dos grãos de carboneto durante a sinterização ocorreu o aparecimento do processo de “pescoço de sinterização” onde os grãos de carboneto se solidarizam uns aos outros criando uma estrutura em forma de rede que evita o desprendimento dos grãos. Este fenômeno propiciou a proteção da matriz da amostra da abrasão e distanciou o ligante não corroído da superfície em contato com o agente corrosivo.

6.8. Efeito da sinterização do material.

O fenômeno de “pescoço de sinterização” auxiliou ainda na retenção dos grãos de WC nas amostras com menor teor de ligante, formando assim o processo de leaching. Preservando a posição dos grãos de carboneto em forma de uma rede estrutural enquanto o ligante foi dissolvido pelo processo corrosivo. A espessura encontrada da camada removida de ligante foi de : 23 μm para o Co3; 30 μm para o Co6; 25 μm para o Co8;. Devido o distanciamento maior dos grãos nas ligas com maior teores de cobalto este fenômeno não pode ser observado em ligas com teor de cobalto menor que 8%.

6.9. Considerações finais.

A observação da diferentes ligas pode propiciar a divisão das ligas em grupos com perda de massa e características do mecanismo de desgaste semelhante como: Grupo1: Co3, com menor perda de massa e menor profundidade de perda de ligante; Grupo2: Co6 e Co8, com as maiores espessuras de perda de ligante e maior perda de massa comparada ao grupo anterior; Grupo3: Ni8: amostras com ligante de níquel e maior perda de massa quando comparada ao mesmo teor de ligante em cobalto, corrosão em forma de pitting com o aparecimento de erosões na superfície desgastada; Grupo4: Co11 e Co13: aumento da corrosão com mecanismo de desgaste relacionado a abrasão do ligante e arrancamento de grãos da superfície; Grupo5: Co29 corrosão por toda s superfície desgastada com grande degradação superficial, alta incidência de abrasão-corrosão com as maiores taxas de perda de massa deste trabalho.

A medição da topografia da superfície de desgastada mostrou-se válida para obtenção da profundidade de desgaste, entretanto não foi possível a correlação da perda de massa com os valores obtidos pela medição do parâmetros de superfície na marca de desgaste.

Este trabalho mostrou a fundamental importância do controle do pH nas operações da indústria da mineração. Propiciando uma maior vida útil não só dos componentes resistentes ao desgaste mas da planta de exploração como um todo. O controle e a preservação de pH's alcalinos mostrou um ganho em relação a perda de massa na ordem de até 40x. A criteriosa seleção de ligas para utilização em moinhos HPGR pode ocasionar um sensível aumento nos intervalos de parada de manutenção e conseqüente redução substancial nos custos de operação dos equipamentos de beneficiamento de minérios.

7. Sugestões para trabalhos futuros

Devido as limitações de tempo e ao cumprimento de prazos para a realização deste trabalho, não puderam ser analisados alguns detalhes que serão apresentados abaixo como sugestão para futuros trabalhos ligados a este tema:

Comparação dos resultados obtido em ensaio de roda de borracha a úmido como ensaios realizados em abrasômetro com roda de aço. Pode ser utilizado abrasômetro com roda de aço para aumentar a severidade do desgaste e assim poder ser comprado o desgaste com o apresentado neste trabalho, além da observação da ocorrência de fratura nos grãos abrasivos em condições de maior severidade da abrasão.

Análise por difração de raios X das amostras ensaiadas com o intuito da mensuração da espessura de desgaste sem que haja a necessidade do corte transversal da amostra. Diminuindo assim a quantidade de amostras utilizadas na pesquisa e tornando mais rápido a obtenção da profundidade de lixiviação na amostra.

Ensaio de amostras com teor de cobalto entre 13 a 29%. Devido as limitações de tempo deste trabalho não se pode observar precisamente a curva de transição entre o regime severo-moderado de desgaste do metal duro, bem como a variação de seus mecanismos.

Obtenção do pH do meio para ocorrência de “abrasão pura”. Durante este trabalho observou-se a presença de corrosão com a utilização de água deionizada em pH6, entretanto observou a formação de óxido na superfície da amostra em pH10. Fica a necessidade e um estudo mais detalhado do pH em que possa ocorrer somente o processo de abrasão onde a água deionizada seja neutralizada não participando do processo de corrosão superficial da amostra.

Investigação do processo de corrosão pura das amostras de metal duro, onde possa ser analisado somente a perda de massa por corrosão das amostras utilizadas podendo assim que sejam estudos e separados os componentes da perda de massa total, da sinergia abrasão-corrosão, da corrosão e da abrasão somente.

8. Referências

- ALLIBERT, C. H. Sintering features of cemented carbides WC-Co processed from fine powders. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 19, n. 1, p. 53–61, 2001.
- ALMOND, E. A.; ROEBUCK, B. Identification of optimum binder phase compositions for improved WC hard metals. **Materials Science and Engineering**, v. 105–106, n. PART 1, p. 237–248, 1988.
- ASM, International. **ASM Metals Handbook, Vol2**. 2. ed. Ohio: ASM International, 1998a. v. 2.
- ASM, International Handbook Committee. **ASM Handbook: Volume 7: Powder Metal Technologies and Applications**. 2. ed. Ohio: ASM International, 1998b.
- ASTM. **ASTM B962-17 - Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle**. ASTM. West Conshohocken, PA: [s.n.], 2013a.
- _____. **ASTM E112-13 : Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. ASTM, international. West Conshohocken, PA: [s.n.], 2013b.
- _____. **ASTM E384-17 - Microindentation Hardness of Materials 1**. ASTM, international. West Conshohocken, PA: [s.n.], 2017a.
- _____. **ASTM G105-17 - Standard Test Method for Conducting Wet Sand / Rubber Wheel Abrasion Tests 1**. ASTM, international. West Conshohocken, PA: [s.n.], 2017b.
- _____. **ASTM G40-17-Standard Terminology Relating to Wear and Erosion**. ASTM, international. West Conshohocken, PA: [s.n.], 2017c.
- _____. **ASTM G65-16 - Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand / Rubber Wheel**. ASTM. West Conshohocken, PA: [s.n.], 2016.
- AVIENT, B W E; GODDARD, J; WILMAN, H. An experimental study of friction and wear during abrasion of metals. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences**, v. 258, n. 1293, p. 159–180, 1960.
- BATISTA, A.C. **Efeito de moagem de alta energia e da temperatura de sinterização sobre a formação de fases n (Co6W6C e Co3W3C) em um compósito do tipo WC-10%Co**. 2018. 184 f. UFOP, 2018.
- BOZZI, Antônio César; DE MELLO, José Daniel Biasoli. Wear resistance and wear mechanisms of WC-12%Co thermal sprayed coatings in three-body abrasion. **Wear**, v. 233–235, p. 575–587, 1999.
- BROOKES, Kenneth J.A. Corrosion damage in WC/Co - Corrosion damage in WC/Co cemented carbides: residual strength assessment and 3D FIB-FESEM tomography characterization. **Metal Powder Report**, v. 70, n. 2, p. 82–87, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mprp.2015.01.055>>.
- BURWELL, John T. Survey of possible wear mechanisms. **Wear**, v. 1, n. 2, p. 119–141, 1957.
- CATERPILLAR. **Cold Planers**. . Peoria: [s.n.], 2017.
- _____. **Longwall Shearers**. . Peoria: [s.n.], 2016.
- _____. **ROTARY MIXERS**. . Peoria: [s.n.], 2013.
- CHACON-NAVA, J. G. et al. Some remarks on particle size effects on the abrasion of a range of Fe based alloys. **Tribology International**, v. 43, n. 8, p. 1307–1317, 2010.
- CORONADO, J. J.; SINATORA, A. Effect of abrasive size on wear of metallic materials and its relationship with microchips morphology and wear micromechanisms: Part 1. **Wear**, v. 271, n. 9–10, p. 1794–1803, 2011. Disponível em:

<<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2011.01.078>>.

DAS, S. et al. Synergic effect of reinforcement and heat treatment on the two body abrasive wear of an Al-Si alloy under varying loads and abrasive sizes. **Wear**, v. 264, n. 1–2, p. 47–59, 2008.

DENG, Xin et al. Mechanical properties of a hybrid cemented carbide composite. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 19, n. 4–6, p. 547–552, 2001.

_____. Microstructure/hardness relationship in a dual composite. **Journal of Materials Science Letters**, v. 21, n. 9, p. 707–709, 2002.

EDTMAIER, C. et al. Selective removal of the cobalt binder in WC/Co based hardmetal scraps by acetic acid leaching. **Hydrometallurgy**, v. 76, n. 1–2, p. 63–71, 2005.

ENNETI, Ravi K. et al. Sintering of WC-12%Co processed by binder jet 3D printing (BJ3DP) technology. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 71, n. July 2017, p. 28–35, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.10.023>>.

ENNETI, Ravi K.; PROUGH, Kevin C. Wear properties of sintered WC-12%Co processed via Binder Jet 3D Printing (BJ3DP). **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 78, n. October 2018, p. 228–232, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.10.003>>.

FANG, Z. Zak et al. Synthesis, sintering, and mechanical properties of nanocrystalline cemented tungsten carbide - A review. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 27, n. 2, p. 288–299, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2008.07.011>>.

FANG, Z. Zak; KOOPMAN, Mark C.; WANG, Hongtao. **Cemented Tungsten Carbide Hardmetal-An Introduction**. [S.l.]: Elsevier Ltd, 2014. v. 1. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-096527-7.00004-0>>.

GANT, A. J.; GEE, M. G. Structure-property relationships in liquid jet erosion of tungsten carbide hardmetals. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 27, n. 2, p. 332–343, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2008.11.013>>.

GANT, A. J.; GEE, M. G.; MAY, A. T. Microabrasion of WC-Co hardmetals in corrosive media. **Wear**, v. 256, n. 9–10, p. 954–962, 2004a.

_____. The evaluation of tribo-corrosion synergy for WC-Co hardmetals in low stress abrasion. **Wear**, v. 256, n. 5, p. 500–516, 2004b.

GANT, A. J.; GEE, M. G.; ROEBUCK, B. Rotating wheel abrasion of WC/Co hardmetals. **Wear**, v. 258, n. 1- 4 SPEC. ISS., p. 178–188, 2005.

GEE, M. G.; GANT, A.; ROEBUCK, B. Wear mechanisms in abrasion and erosion of WC/Co and related hardmetals. **Wear**, v. 263, n. 1- 6 SPEC. ISS., p. 137–148, 2007.

GEE, Mark G. et al. **Wear of Hardmetals**. [S.l.]: Elsevier Ltd, 2014. v. 1. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-096527-7.00012-X>>.

HUTCHINGS, Ian. **Tribology - Friction and Wear of Engineering Materials**. 2. ed. London: Butterworth-Heinemann, 2017.

ISHIDA, Tomoyuki; MORIGUCHI, Hideki; IKEGAYA, Akihiko. Development of cemented carbide tool of reduced rare metal usage. **SEI Technical Review**, n. 73, p. 52–56, 2011.

ISO - 513. **ISO 513- Classification and application of hard cutting materials for metal removal with defined cutting edges — Designation of the main groups and groups of application Classification**. . Geneva: [s.n.], 2012.

KENAMETAL. Kennametal specialty carbide products. p. 1–15, 2010.

KIM, C.-S. **Microstructural-mechanical property relationships in WC-Co composites**. 2004. 214 f. Carnegie Mellon University, 2004.

KONYASHIN, I. Approaching the 100th anniversary of the Hardmetal invention: From first WC-Co samples towards modern advanced Hardmetal grades. **International Journal of**

Refractory Metals and Hard Materials, v. 111, n. September 2022, 2023.

KONYASHIN, I.; ANTONOV, M.; RIES, B. Wear behaviour and wear mechanisms of different hardmetal grades in comparison with polycrystalline diamond in a new impact-abrasion test. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 92, n. May, p. 105286, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2020.105286>>.

KONYASHIN, I.; RIES, B. Wear damage of cemented carbides with different combinations of WC mean grain size and Co content. Part I: ASTM wear tests. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 46, p. 12–19, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2014.04.021>>.

LIU, J.; FANG, Zhigang Zak. Quantitative characterization of microstructures of liquid-phase-sintered two-phase materials. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 35 A, n. 6, p. 1881–1888, 2004.

MARIN, Jairo John Coronado. Efeito do tamanho do abrasivo no desgaste de metais. p. 168, 2010.

MARTINS, Vinícius et al. Comparative studies of WC-Co and WC-Co-Ni composites obtained by conventional powder metallurgy. **Materials Research**, v. 14, n. 2, p. 274–279, 2011.

METSO. **Metso - HRC - Expect Results. Metso do Basil**. Sorocaba: [s.n.], 2013.

MILLER, N. E. Three-body abrasive wear with small size diamond abrasives. **Wear**, v. 58, n. 2, p. 249–259, 1980.

MINERAIS, Revista Minerios e. Abrasão é inimigo letal da produção. **Minerios e Minerais**, v. Janeiro, p. 1–4, 2014.

MISRA, Ambrish; FINNIE, Iain. On the size effect in abrasive and erosive wear. **Wear**, v. 65, n. 3, p. 359–373, 1981.

NDLOVU, Siphilisiwe. **The Wear Properties of Tungsten Carbide-Cobalt Hardmetals from the Nanoscale up to the Macroscopic Scale**. 2009. 151 f. Universität Erlangen-Nürnberg, 2009.

ORTNER, Hugo M; ETTMAYER, Peter; KOLASKA, Hans. The history of the technological progress of hardmetals. **Rmhm**, v. 44, p. 148–159, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2013.07.014>>.

PERRY, Joan M.; NEVILLE, Anne; HODGKIESS, Trevor. A comparison of the corrosion behavior of WC-Co-Cr and WC-Co HVOF thermally sprayed coatings by in situ Atomic Force Microscopy (AFM). **Journal of Thermal Spray Technology**, v. 11, n. 4, p. 536–541, 2002.

PESSOA, Adonai Alvino; DURAO, Pedro Louveiro; FERREIRA, Flaminio Ferreira. **Processos para controle de ph de polpas de minérios durante o condicionamento e / ou flotação , para neutralização de polpas e controle de ph de minérios e para recuperação das águas dos mesmos , e sistema para realização dos processos. .** Guarulhos: [s.n.], 1997.

PINTAUDE, Giuseppe. **Análise dos Regimes Moderado e Severo de Desgaste Abrasivo utilizando Ensaios Instrumentados de Dureza**. 2002. 200 f. Universidade de São Paulo, 2002.

RABINOWICZ, E.; DUNN, L. A.; RUSSELL, P. G. A study of abrasive wear under three-body conditions. **Wear**, v. 4, n. 5, p. 345–355, 1961.

RICHTER, Janusz; MICHALIK, Rafał. Corrosion resistance of WC–Co and WC–Ni type sintered carbides in acetic acid water solution. **Materials and Corrosion**, v. 70, n. 1, p. 128–134, 2019.

ROEBUCK, Bryan; GANT, A. J.; GEE, M. G. Abrasion and toughness property maps for WC/Co hardmetals. **Powder Metallurgy**, v. 50, n. 2, p. 111–114, 2007.

ROVERI, E; CHAVES, Arthur Pinto. MECANISMOS DE DESGASTE DE CORPOS MOEDORES EM MOINHOS DE BOLAS. **2011**, p. 261–266, 2011. Disponível em:

<<http://furlan.com.br/moinhos-de-bolas-barras/>>.

S. LABIAPARI, Wilian et al. Abrasion-Corrosion of Ferritic Stainless Steel. **Stainless Steels and Alloys**, 2019.

SANDVIK, Hard Materials. **Understanding Cemented Carbide The material with staying power. Sandvik**. [S.l.: s.n.], 2018. Disponível em: <<http://allaboutmetallurgy.com/wp/wp-content/uploads/2016/12/UnderstandCementedCarbide.pdf>>.

SANTOS, J.N. **Desenvolvimento de metais duros sem cobalto**. 1990. 192 f. Universidade Federal de Santa Catarina, 1990.

SIN, H. C.; SAKA, N.; SUH, N. P. Abrasive Wear Mechanisms and The Grit Size Effect. **Wear**, n. December 2015, 1978.

STACK, M. M.; ABD EL BADIA, T. M. On the construction of erosion-corrosion maps for WC/Co-Cr-based coatings in aqueous conditions. **Wear**, v. 261, n. 11–12, p. 1181–1190, 2006.

SUTTHIRUANGWONG, Sutha; MORI, Gregor. Corrosion properties of Co-based cemented carbides in acidic solutions. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 21, n. 3–4, p. 135–145, 2003.

TARRAGÓ, J. M. et al. Corrosion damage in WC-Co cemented carbides: Residual strength assessment and 3D FIB-FESEM tomography characterisation. **Powder Metallurgy**, v. 57, n. 5, p. 324–330, 2014.

TORRES, Camila dos Santos. **ESTUDO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA E SINTERIZAÇÃO DE METAL DURO WC-NI**. 2009. 81 f. UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, 2009.

TOZETTI, K. D.; ALBERTIN, E.; SCANDIAN, C. Abrasive size and load effects on the wear of a 19.9% chromium and 2.9% carbon cast iron. **Wear**, v. 376–377, p. 46–53, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2017.02.008>>.

TRESSIA, Gustavo A. **Efeito do tamanho do abrasivo e do pH do meio no desgaste de um aço austenítico e de um aço martensítico**. 2015. 128 f. Universidade de Sao Paulo, 2015.

UPADHYAYA, G.S. **Cemented tungsten carbides - Production, properties and testing**. 1^a ed. Westwood, NJ: Noyes Publications, 1997.

VINOD, Sarin; DANIELE, Mari. **Compr. Hard Mater**. 1. ed. Amsterdam: Elsevier Science & Technology, 2014. v. 1.

VOIGT, KLAUS, DR; KIPPERER, K; PITONAK, R. Nano-technology enters the hardmetal industry Voigt,. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, v. 23, p. 137–154, 2005.

WATSON, S. W. et al. Methods of measuring wear-corrosion synergism. **Wear**, v. 181–183, n. PART 2, p. 476–484, 1995.

WIRTGEN. **Cold Recycler and Soil Stabilizer WR model series**. . Windhagen: [s.n.], 2016.

ZAITSEV, A. A.; SIDORENKO, D.; KONYASHIN, I. Grain boundaries in WC-Co hardmetals with faceted and rounded WC grains. **Materials Letters**, v. 306, n. September 2021, p. 130941, 2022. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130941>>.

ZHANG, F. L.; WANG, C. Y.; ZHU, M. Nanostructured WC/Co composite powder prepared by high energy ball milling. **Scripta Materialia**, v. 49, n. 11, p. 1123–1128, 2003.

ZHENG, Yafeng et al. Corrosion-induced damage and residual strength of WC-Co,Ni cemented carbides: influence of microstructure and corrosion medium. **Metals**, v. 9, n. 9, p. 1018–1028, 2019.

ZUM GAHR, Karl-Heinz. **Microstructure and Wear of Materials**. 1. ed. Siegen: Elsevier Science Publishers, 1987.

ZUM GAHR, Karl-Heinz; ELDIS, George T. Abrasive Wear of White Cast Irons. **Metals forum**, v. 3, n. 1, p. 175–194, 1980.

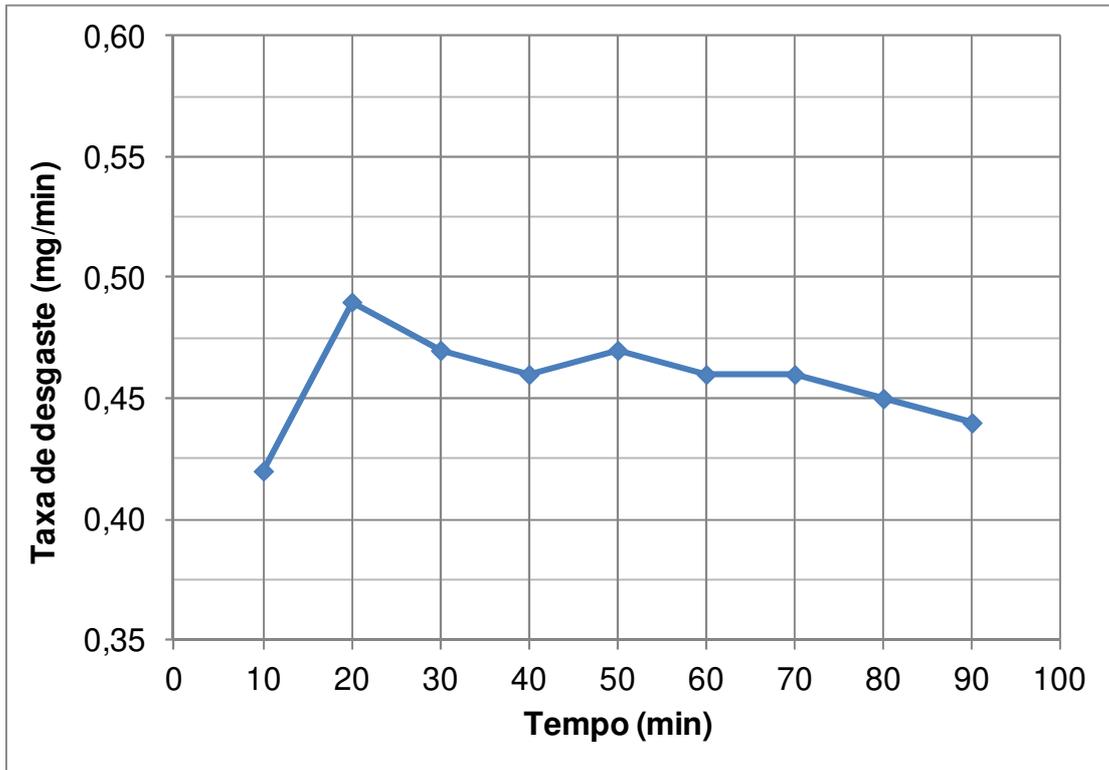
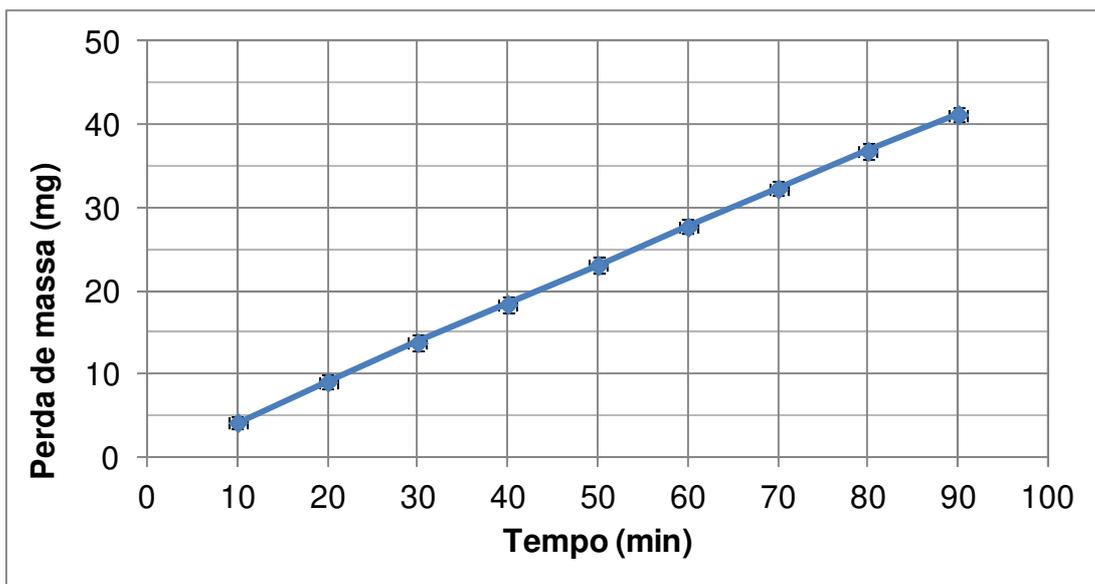
Anexo A – Resultados obtidos nos ensaios de desgaste.**Figura A1 – Gráfico da taxa de desgaste com a variação do tempo para amostra Co11, ensaiada com pH6, carga 130N, abrasivo #50.****Figura A2 – Gráfico da perda de massa com a variação do tempo para amostra Co11, ensaiada com pH6, carga 130N, abrasivo #50.**

Figura A3 – Gráfico da perda de massa com o efeito do tamanho do abrasivo para ensaio em pH6, carga 130N, ligas Co29, Co13 e Co11.

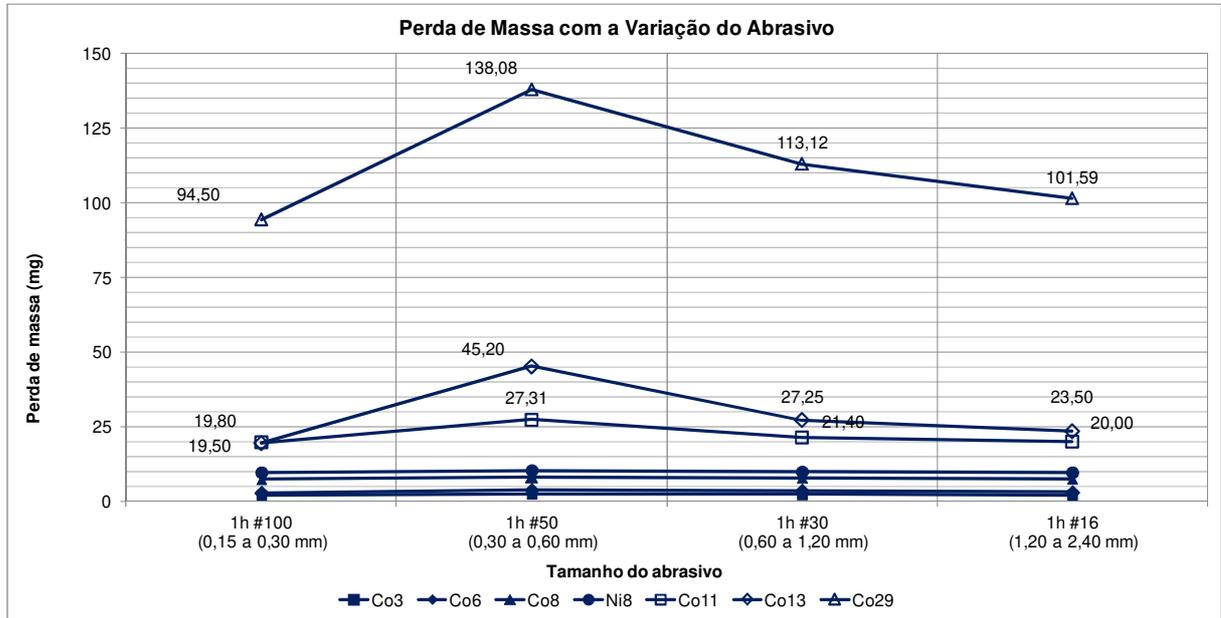


Figura A4 – Gráfico da perda de massa com o efeito do tamanho do abrasivo para ensaio em pH6, carga 130N, ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3.

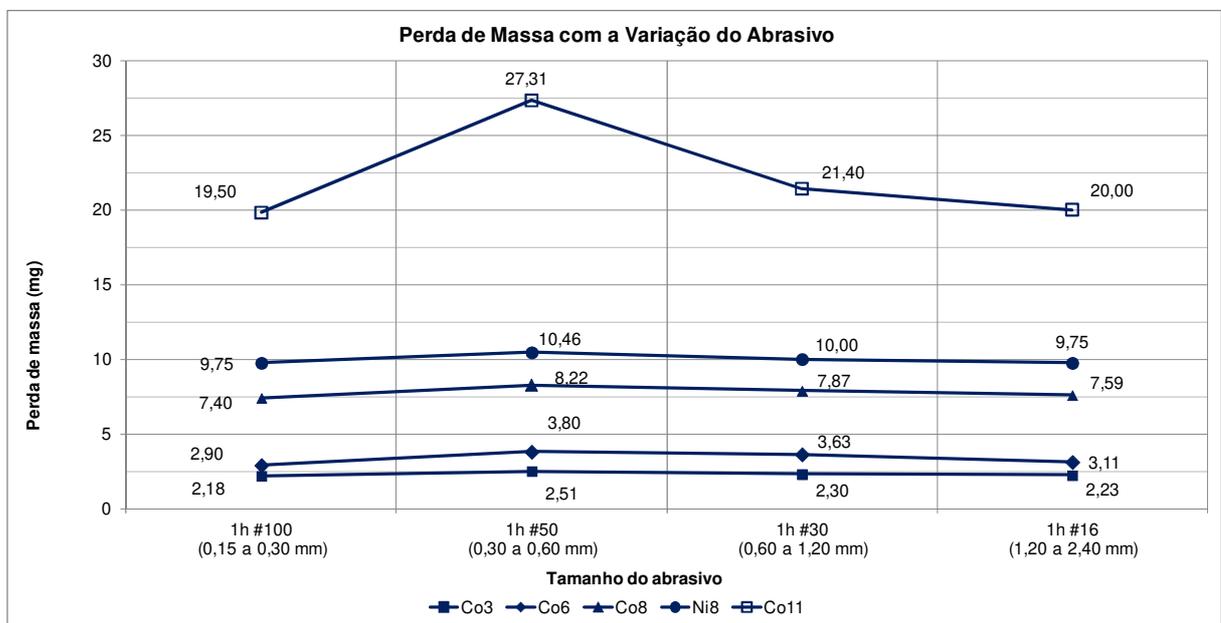


Figura A5 – Gráfico da perda de massa com o efeito da carga em pH2, abrasivo #50, ligas Co29, Co13 e Co11.

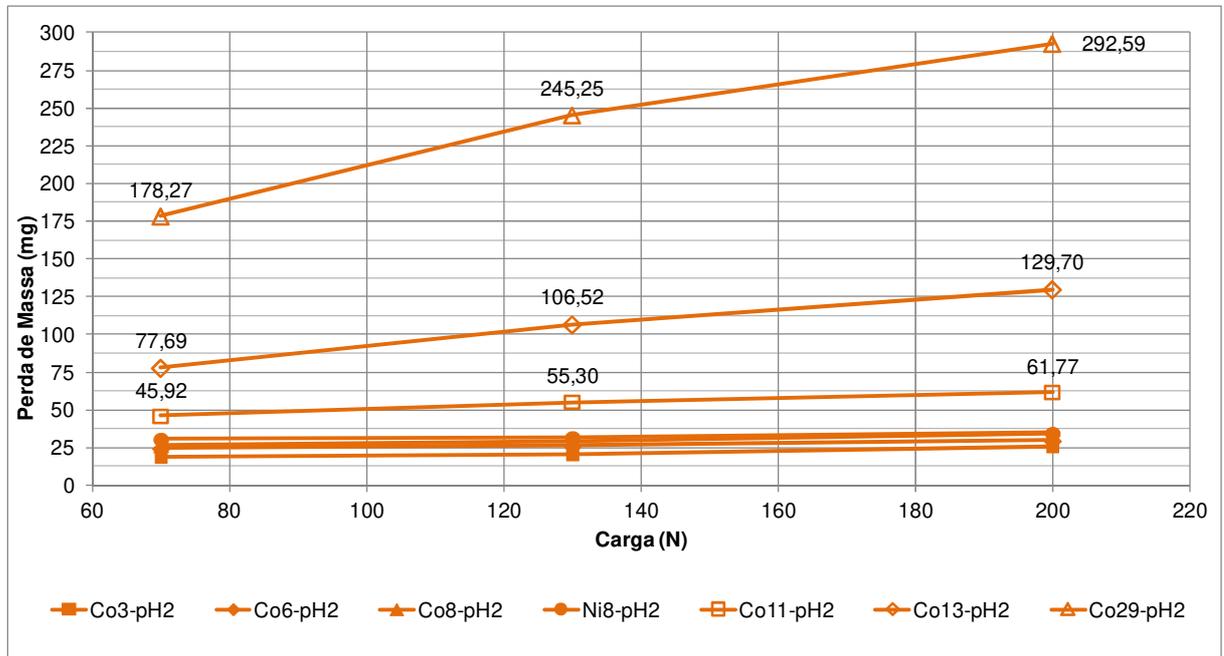


Figura A6 – Gráfico da perda de massa com o efeito da carga em pH2, abrasivo #50, ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3.

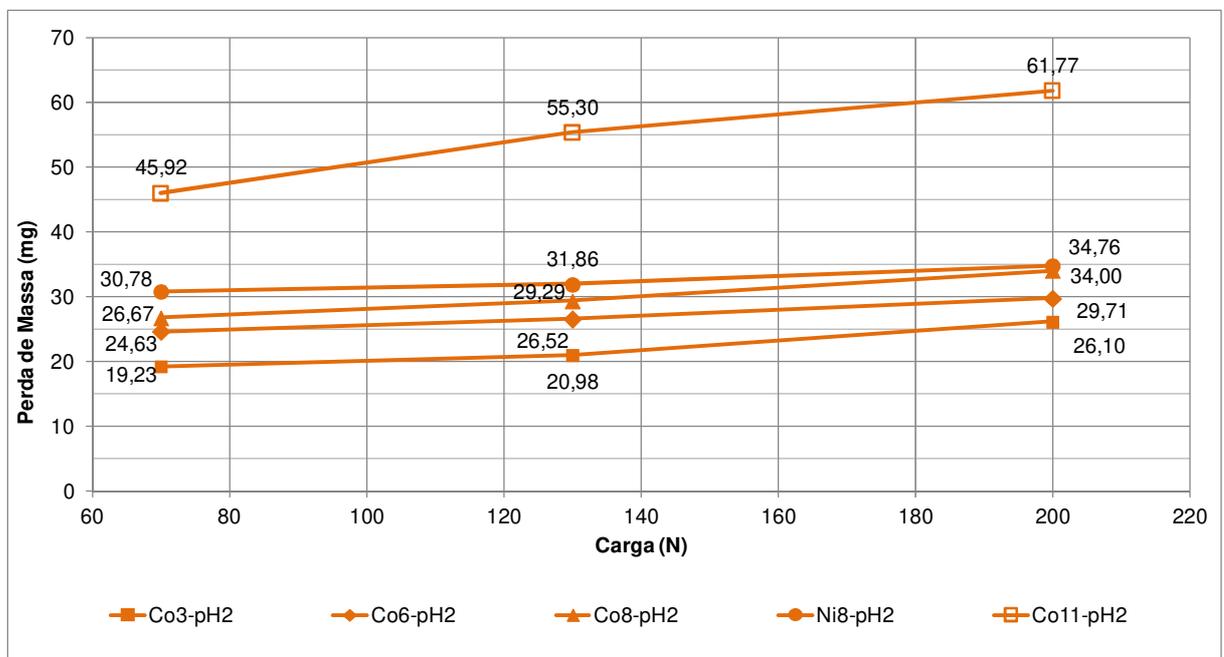


Figura A7 – Gráfico da perda de massa com o efeito da carga em pH6, abrasivo #50, ligas Co29, Co13 e Co11.

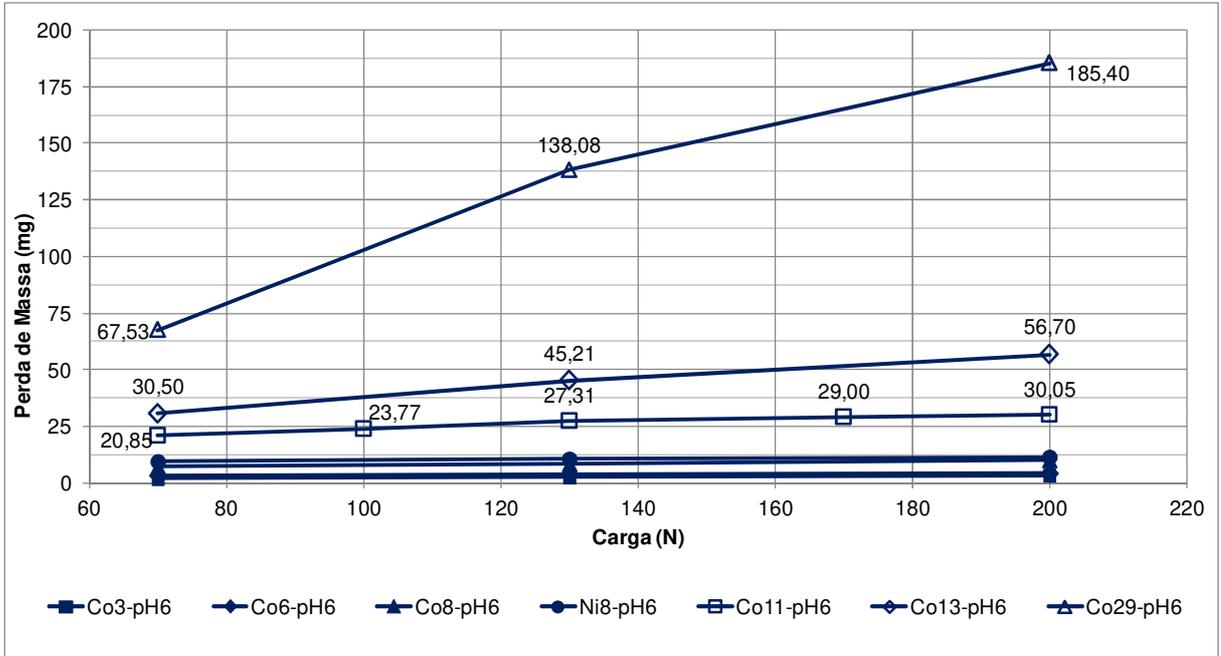


Figura A8 – Gráfico da perda de massa com o efeito da carga em pH6, abrasivo #50, ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3.

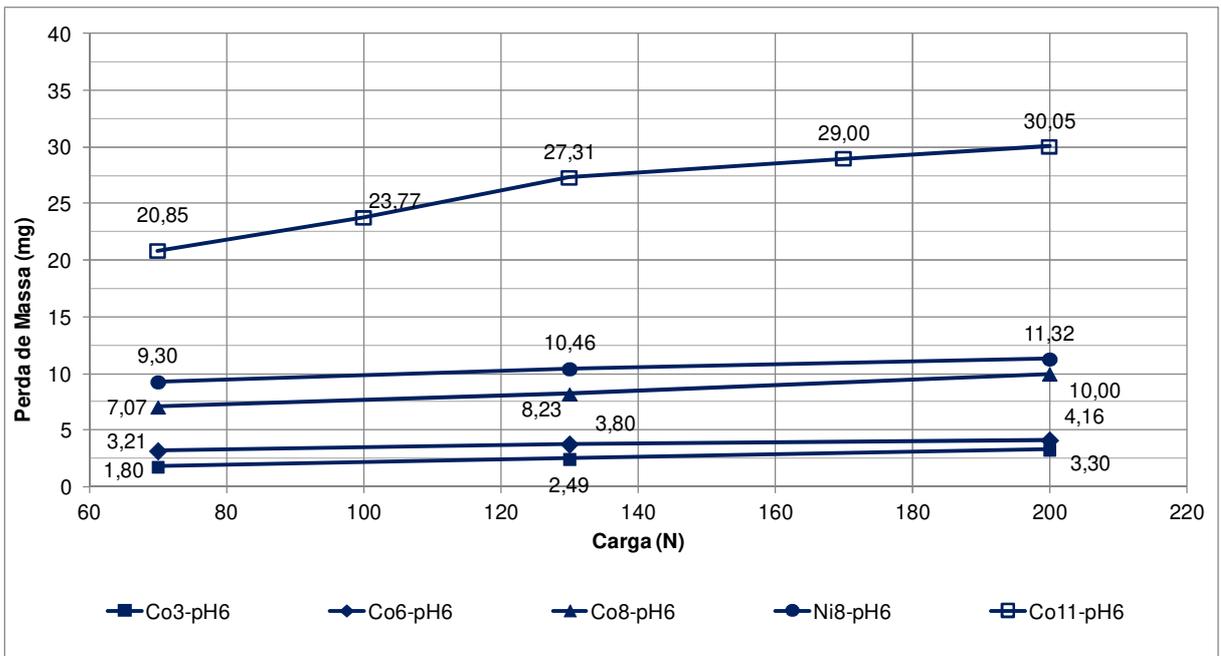


Figura A9 – Gráfico da perda de massa com o efeito da carga em pH10, abrasivo #50, ligas Co29, Co13 e Co11.

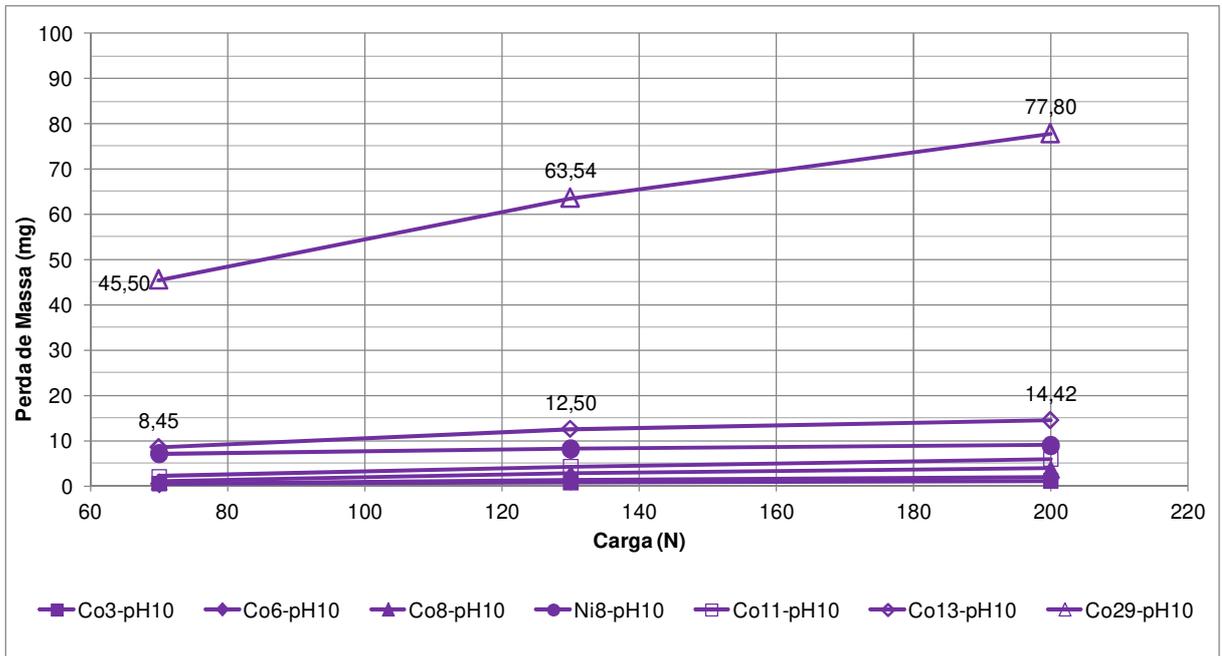


Figura A10 – Gráfico da perda de massa com o efeito da carga em pH10, abrasivo #50, ligas Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3.

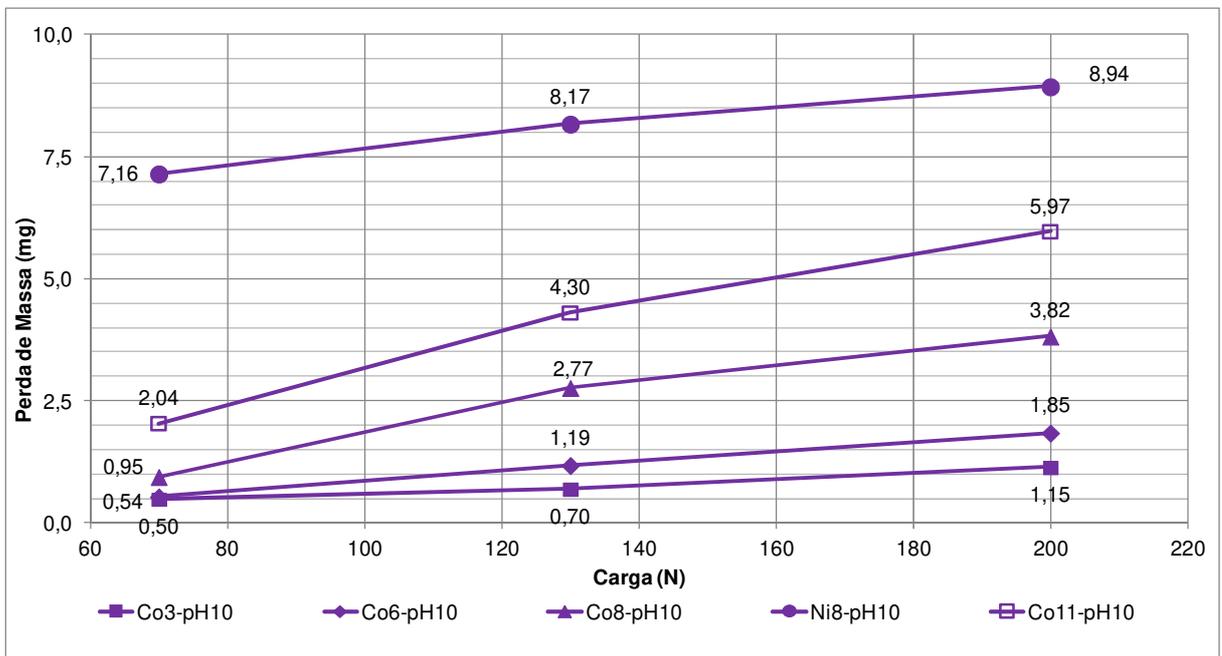


Figura A11 – Gráfico da perda de massa com o efeito da carga, abrasivo #50, pH2, pH6 e pH10, ligas Co29, Co13, Co11, Ni8, Co8, Co6 e Co3.

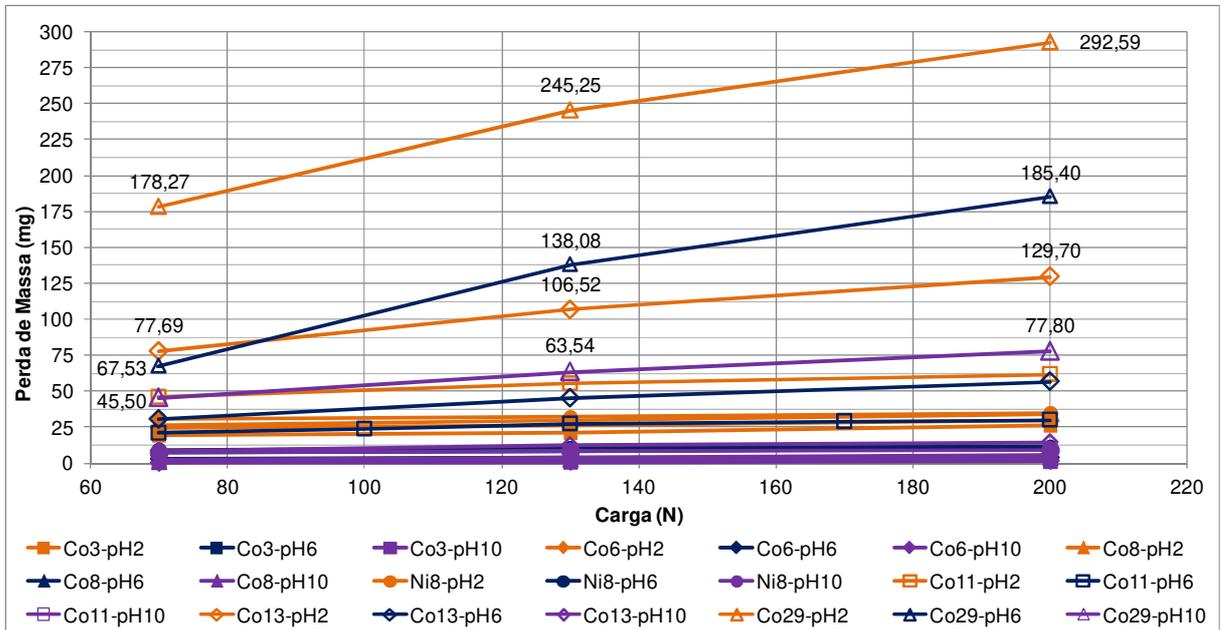


Figura A12 – Gráfico da perda de massa com o efeito do teor de ligante , abrasivo #50, pH2.

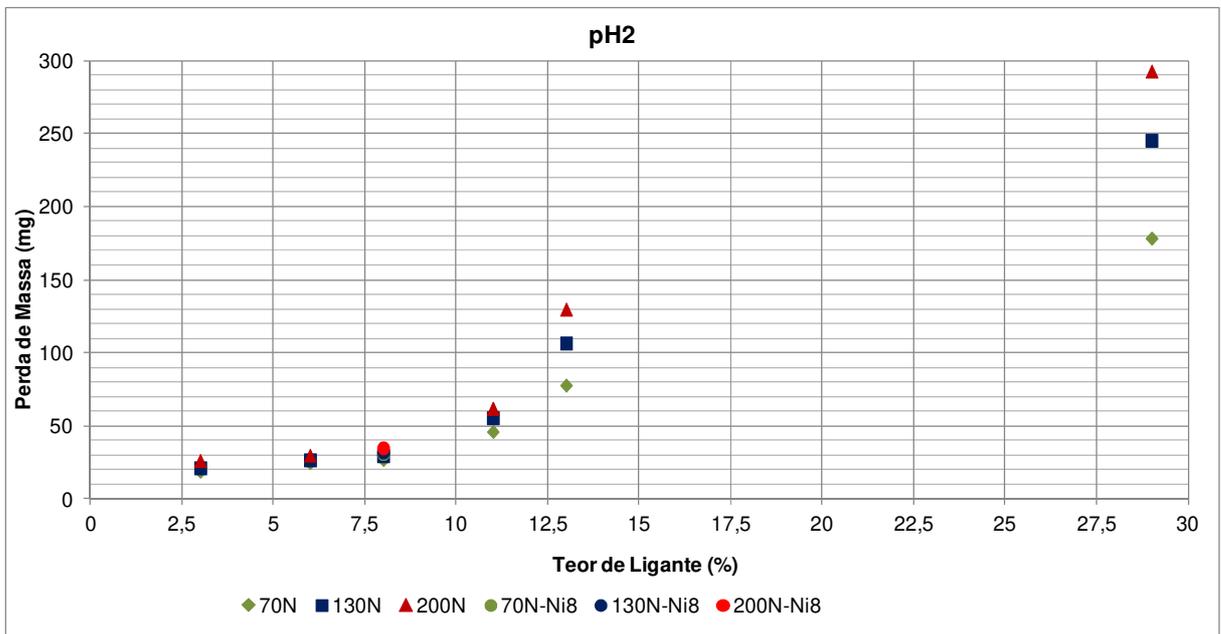


Figura A13 – Gráfico da perda de massa com o efeito do teor de ligante , abrasivo #50, pH6.

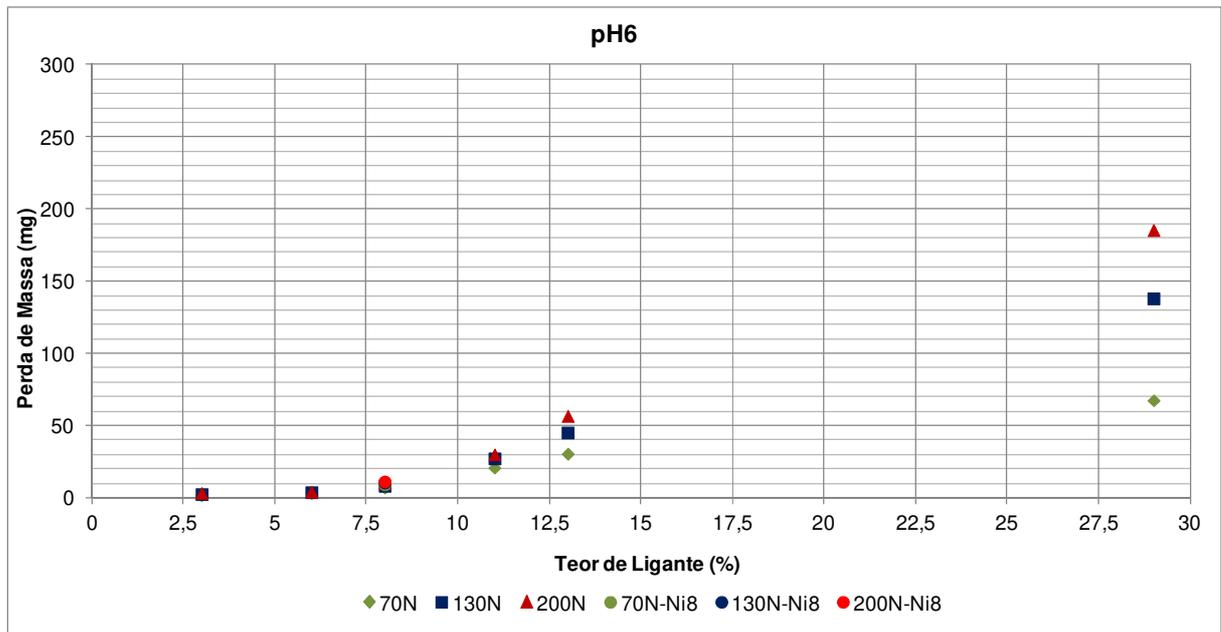


Figura A14 – Gráfico da perda de massa com o efeito do teor de ligante , abrasivo #50, pH10.

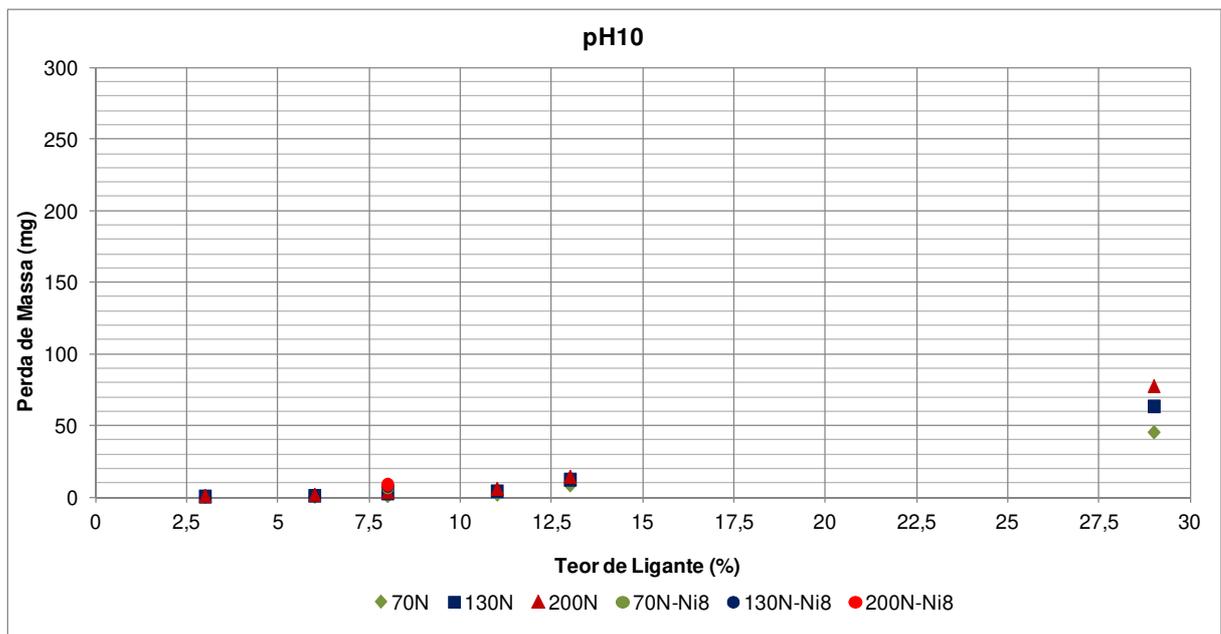


Figura A15 – Gráfico da perda de massa com o efeito do teor de ligante , abrasivo #50, carga 70N.

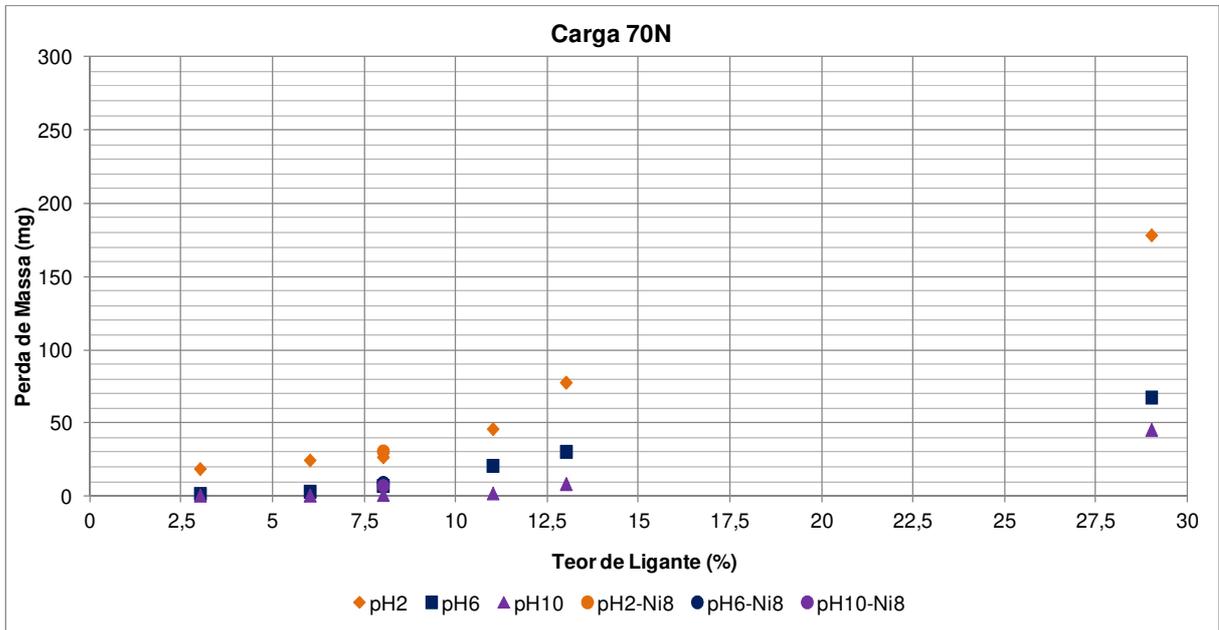


Figura A16 – Gráfico da perda de massa com o efeito do teor de ligante , abrasivo #50, carga 130N.

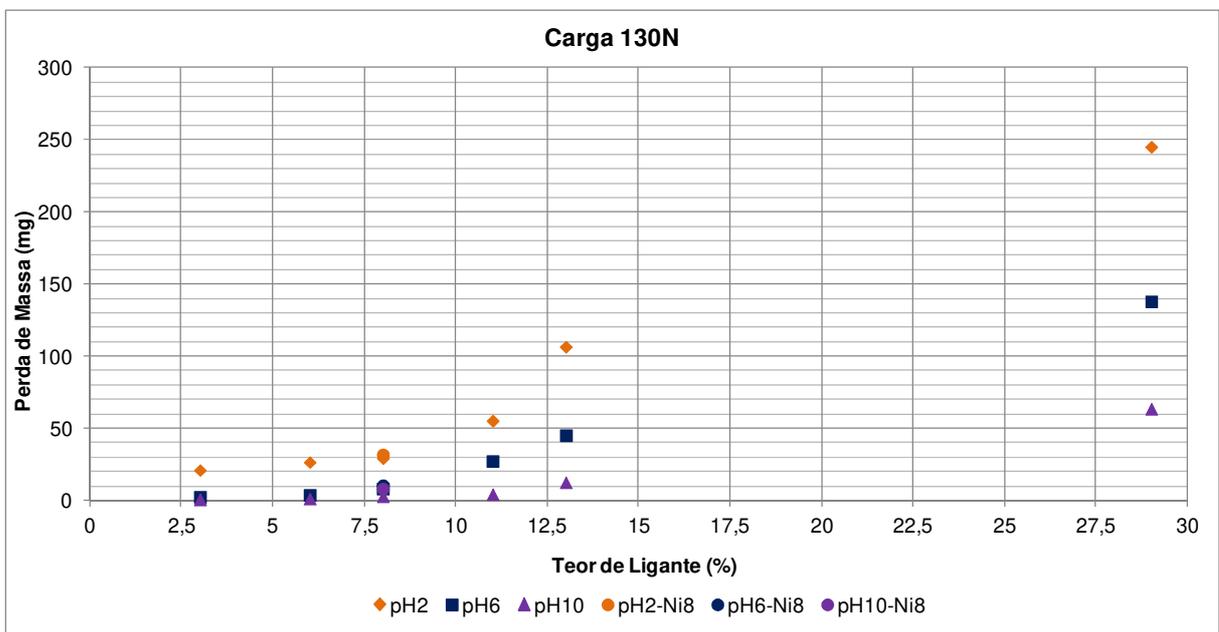


Figura A17 – Gráfico da perda de massa com o efeito do teor de ligante , abrasivo #50, carga 200N.

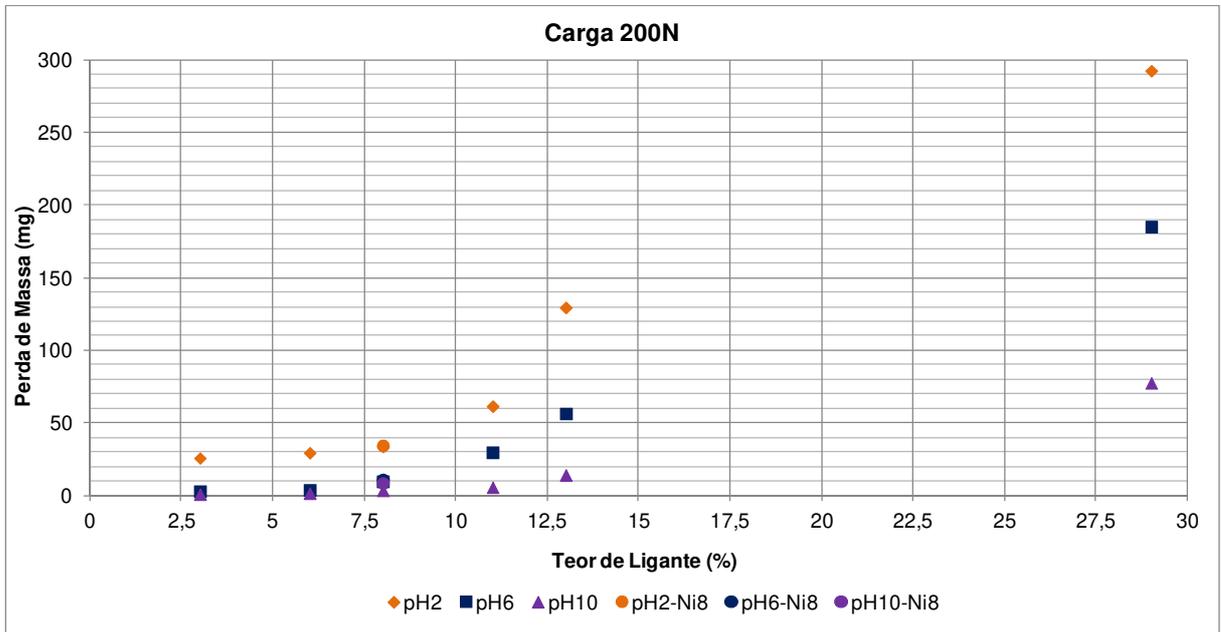


Figura A18 – Gráfico da perda de massa com o efeito da dureza do metal duro, abrasivo #50, pH2.

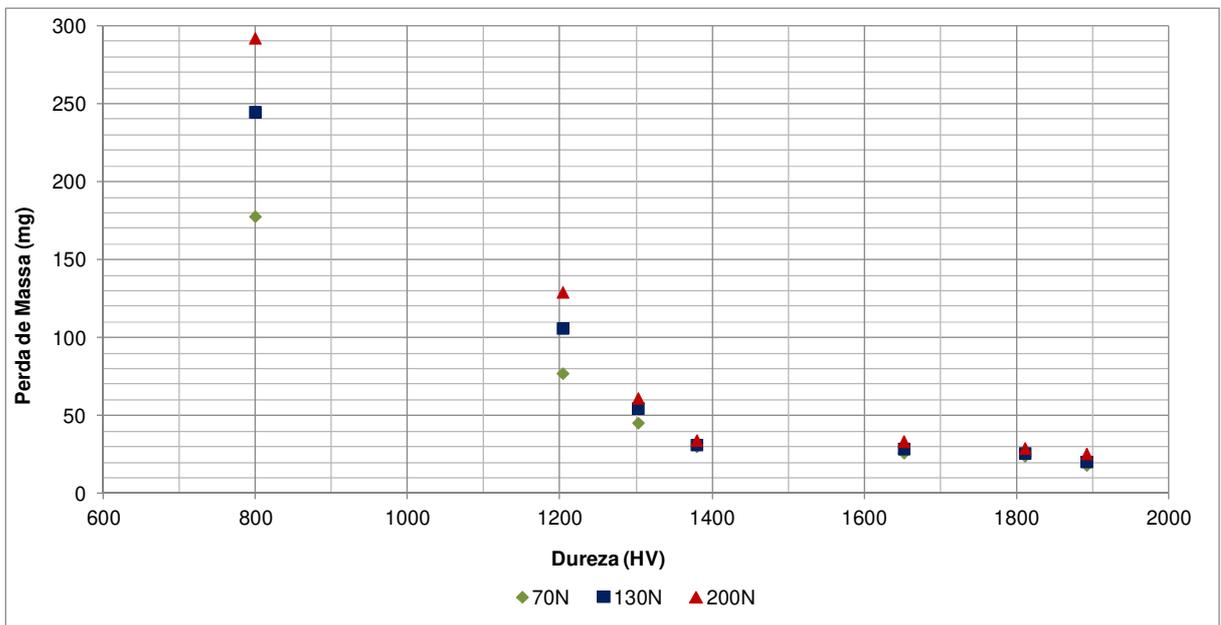


Figura A19 – Gráfico da perda de massa com o efeito da dureza do metal duro, abrasivo #50, pH6.

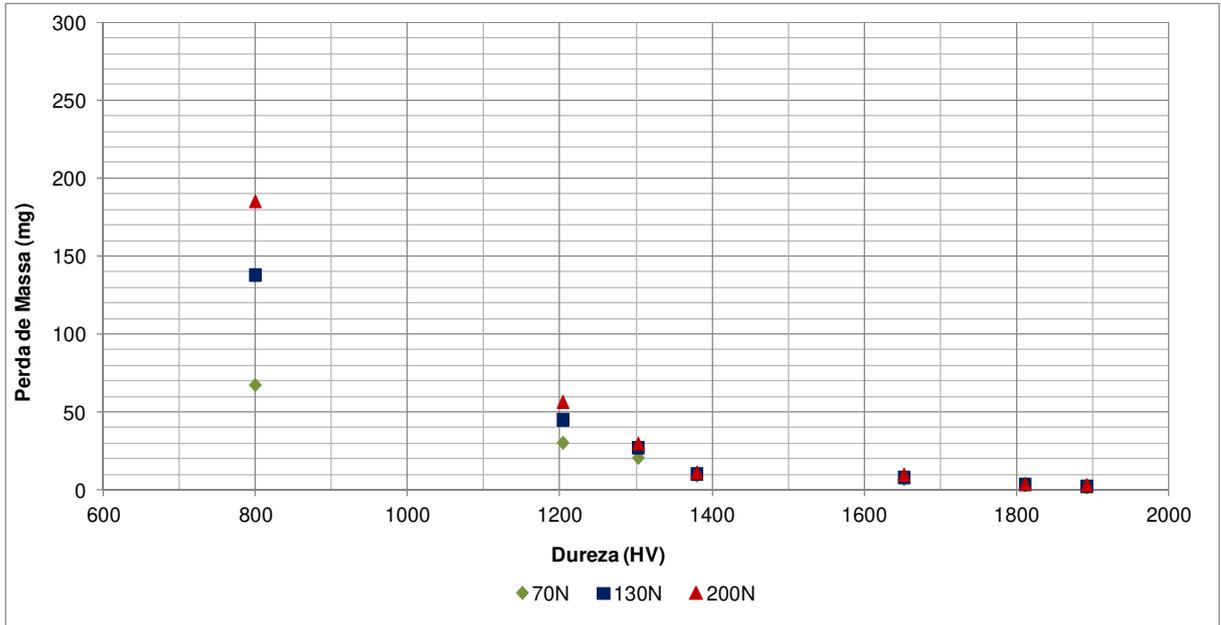


Figura A20 – Gráfico da perda de massa com o efeito da dureza do metal duro, abrasivo #50, pH10.

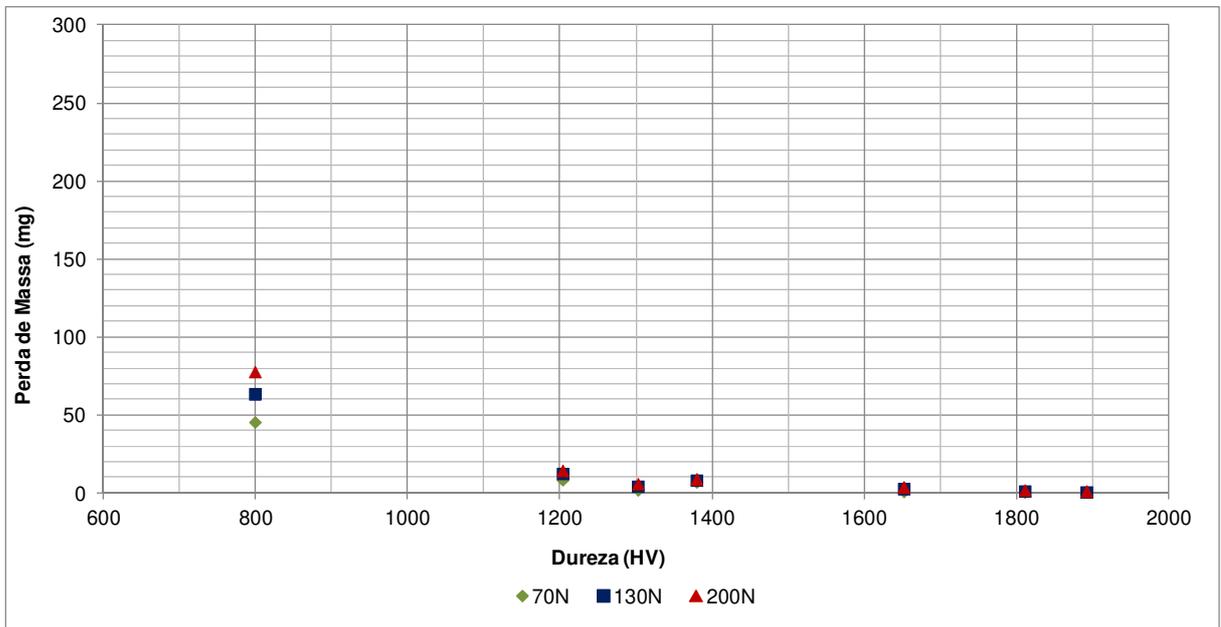


Figura A21 – Gráfico da perda de massa com o efeito da relação dureza do abrasivo sobre dureza do metal duro, abrasivo #50, pH2.

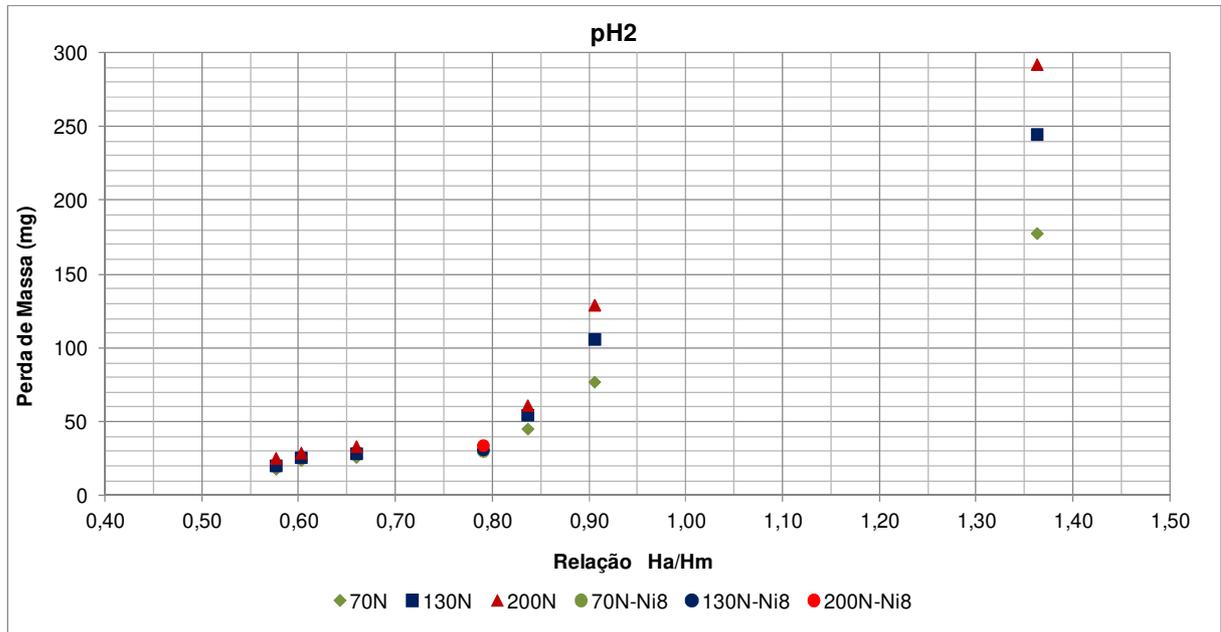


Figura A22 – Gráfico da perda de massa com o efeito da relação dureza do abrasivo sobre dureza do metal duro, abrasivo #50, pH6.

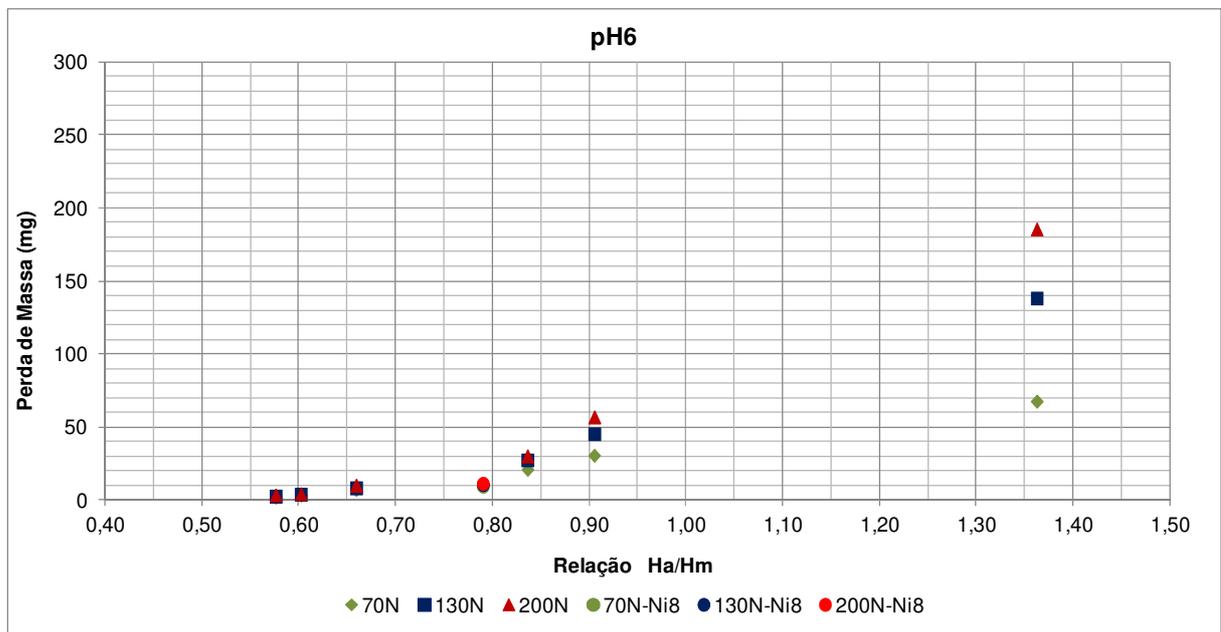


Figura A23 – Gráfico da perda de massa com o efeito da relação dureza do abrasivo sobre dureza do metal duro, abrasivo #50, pH10.

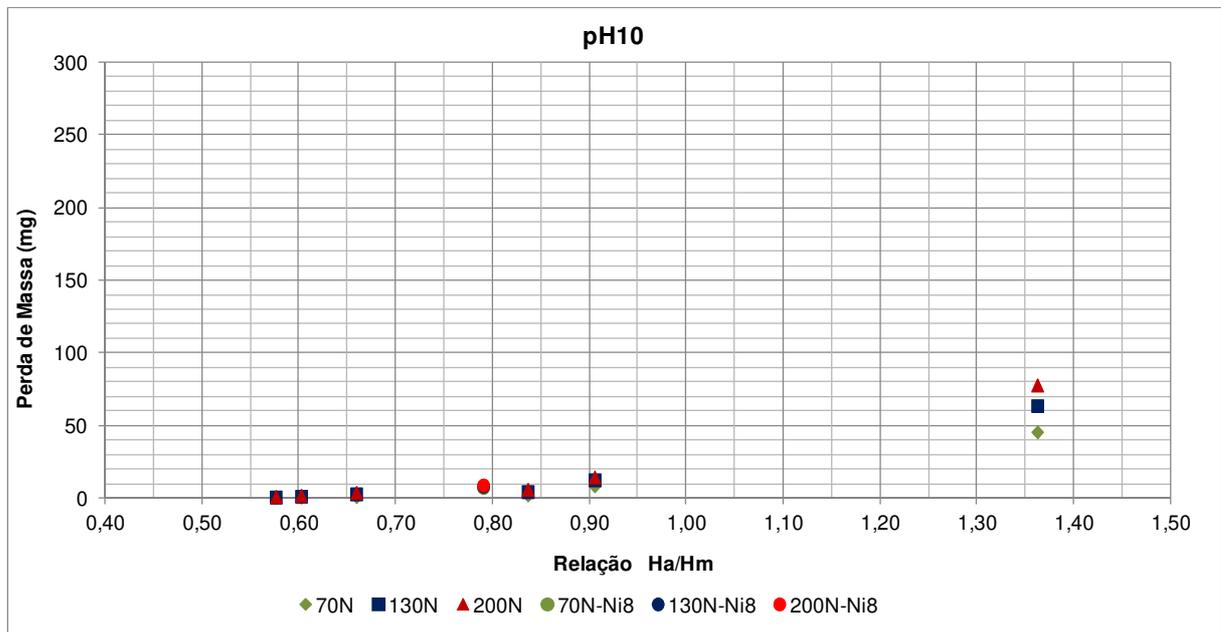


Figura A24 – Gráfico da perda de massa com o efeito do tamanho de grão do metal duro, abrasivo #50, pH2.

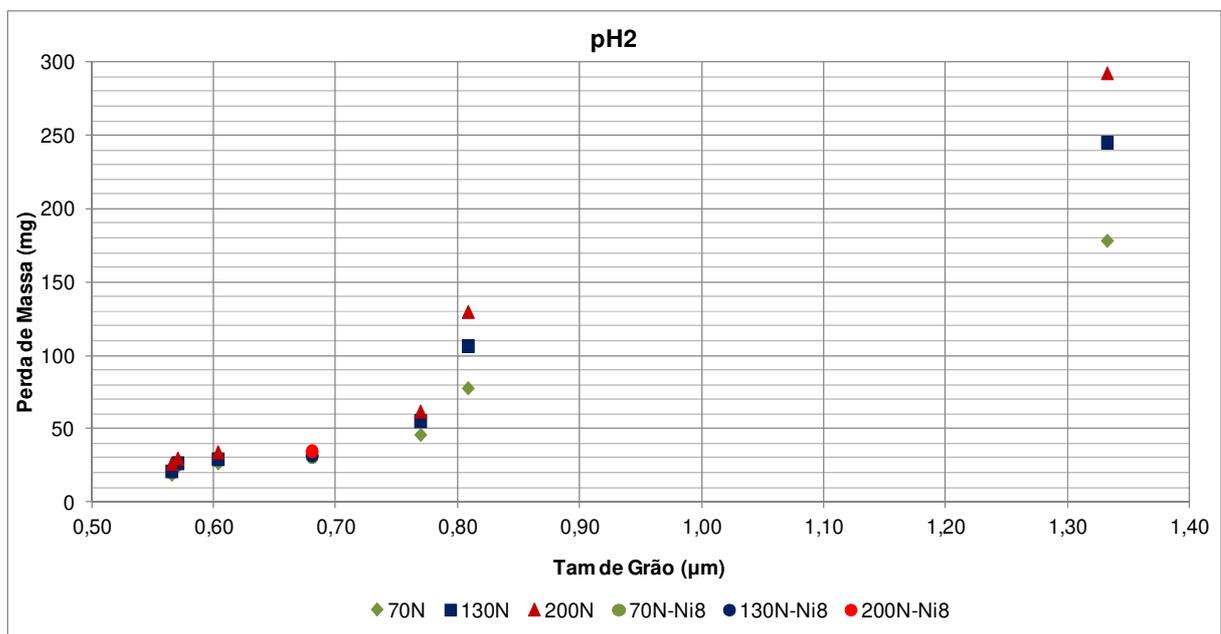


Figura A25 – Gráfico da perda de massa com o efeito do tamanho de grão do metal duro, abrasivo #50, pH6.

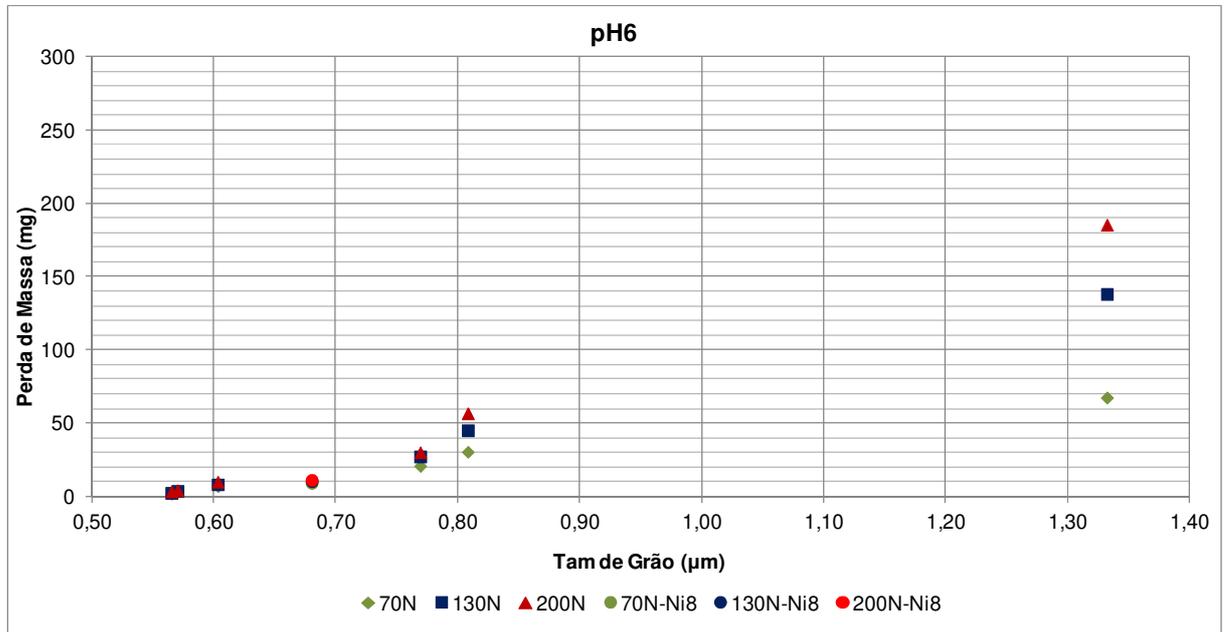


Figura A26 – Gráfico da perda de massa com o efeito do tamanho de grão do metal duro, abrasivo #50, pH10.

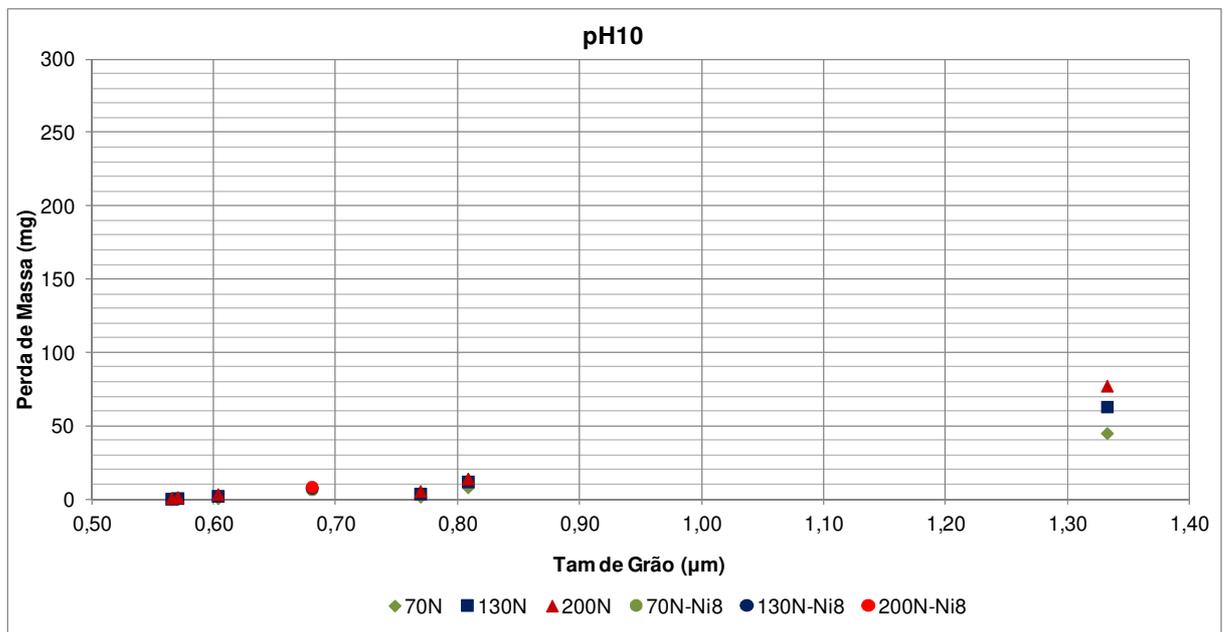


Figura A27 – Gráfico da perda de massa com o efeito do tamanho de grão do metal duro, abrasivo #50, carga 70N.

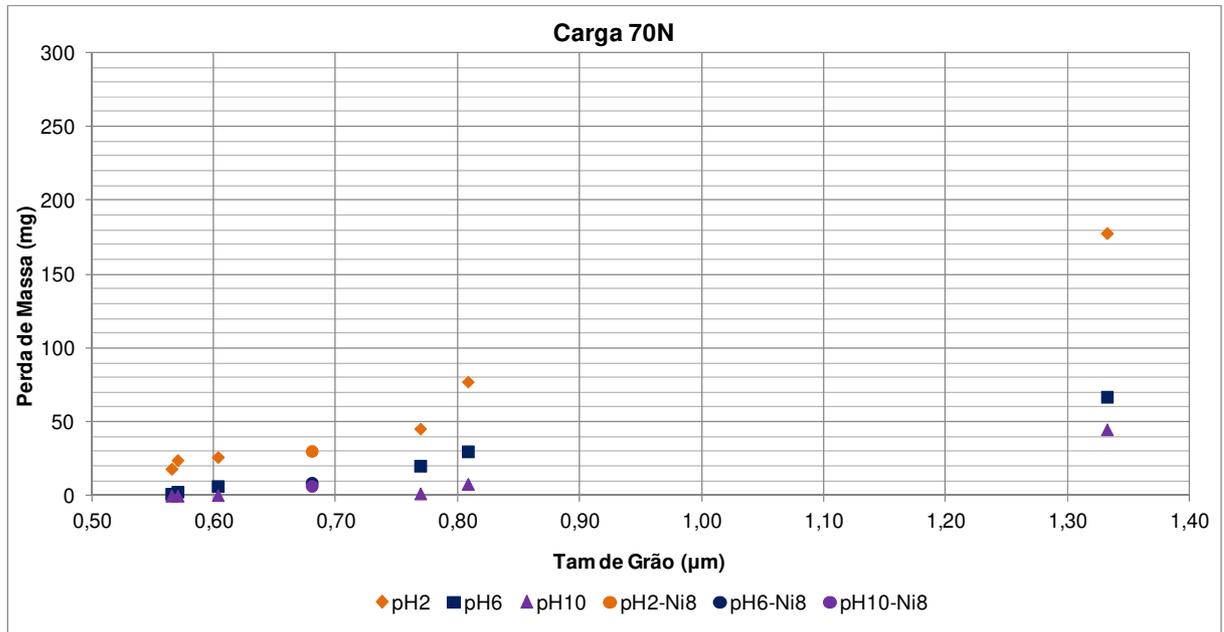


Figura A28 – Gráfico da perda de massa com o efeito do tamanho de grão do metal duro, abrasivo #50, carga 130N.

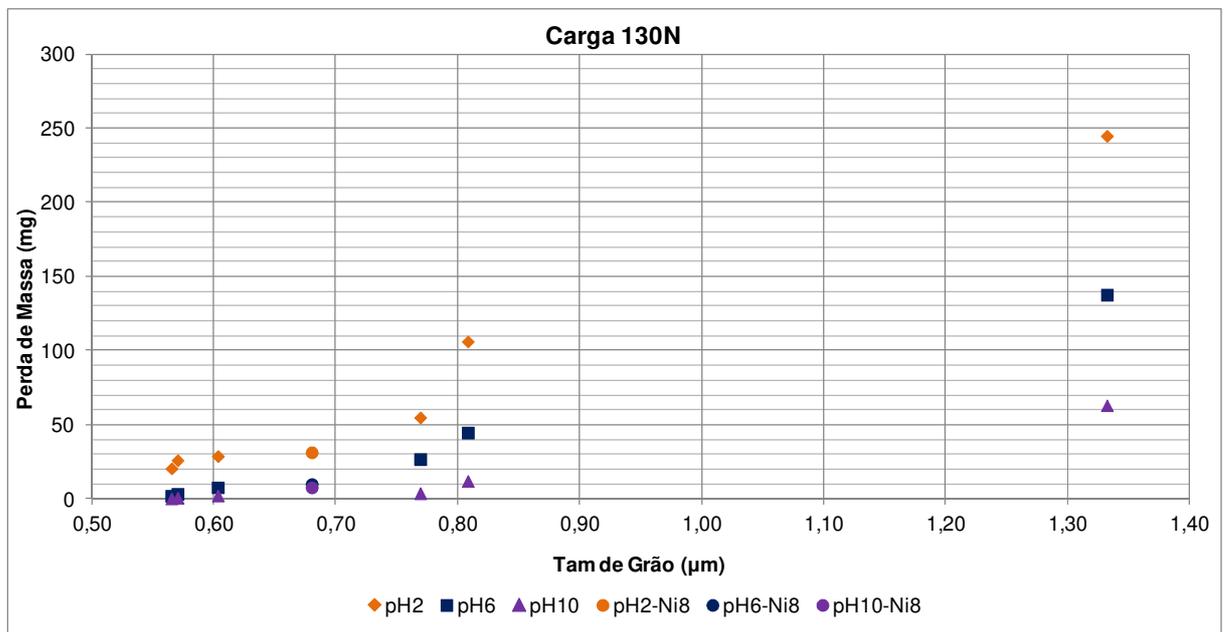


Figura A29 – Gráfico da perda de massa com o efeito do tamanho de grão do metal duro, abrasivo #50, carga 200N.

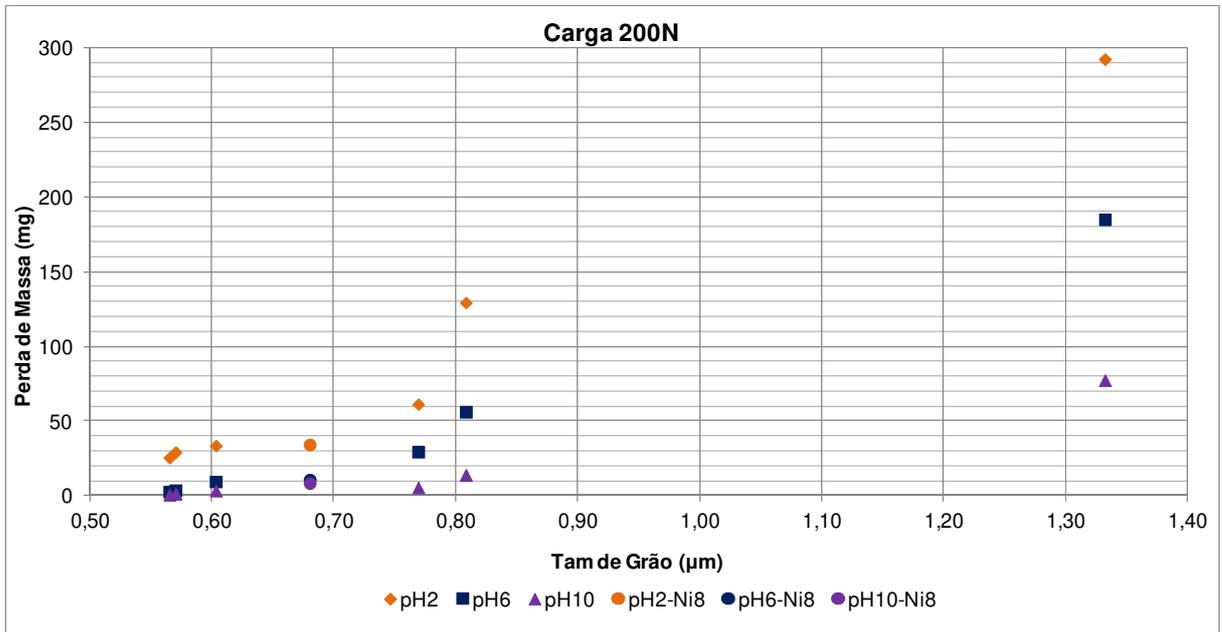


Figura A30 – Gráfico da perda de massa com o efeito da variação do pH do meio, abrasivo #50, carga 70N.

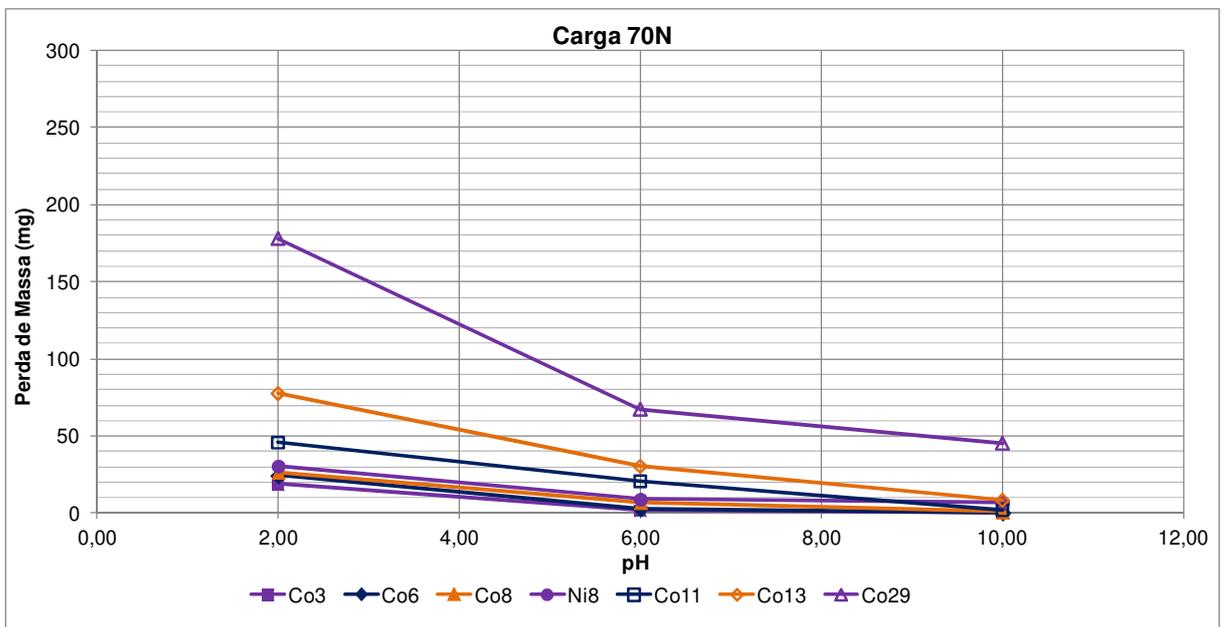


Figura A31 – Gráfico da perda de massa com o efeito da variação do pH do meio, abrasivo #50, carga 130N.

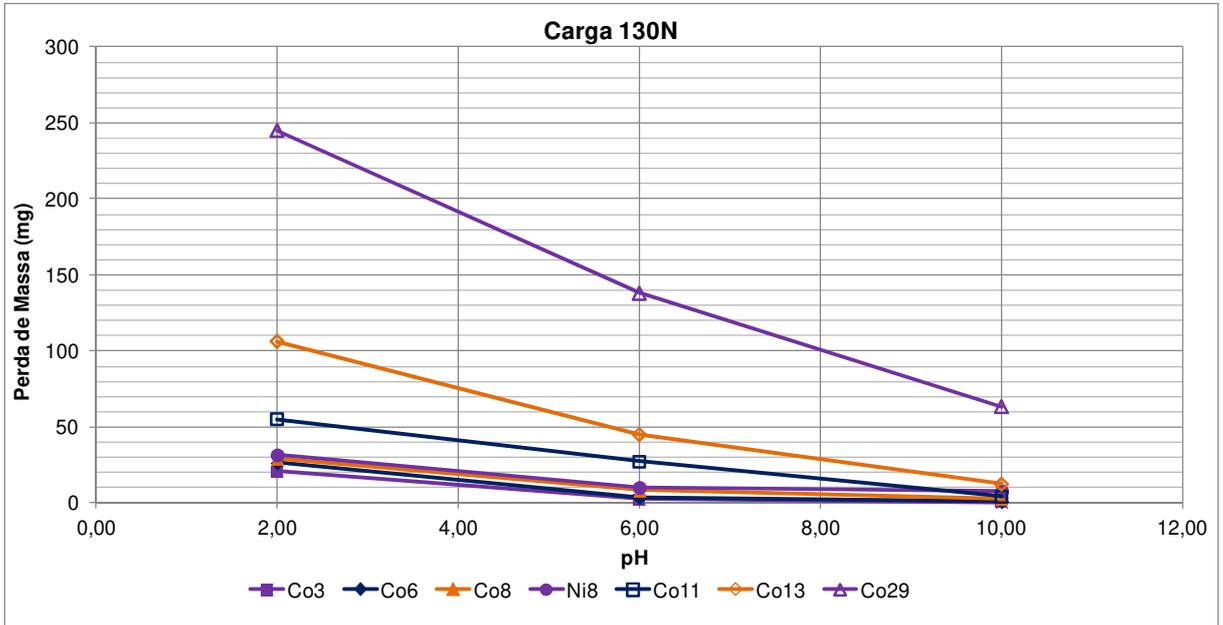


Figura A32 – Gráfico da perda de massa com o efeito da variação do pH do meio, abrasivo #50, carga 200N.

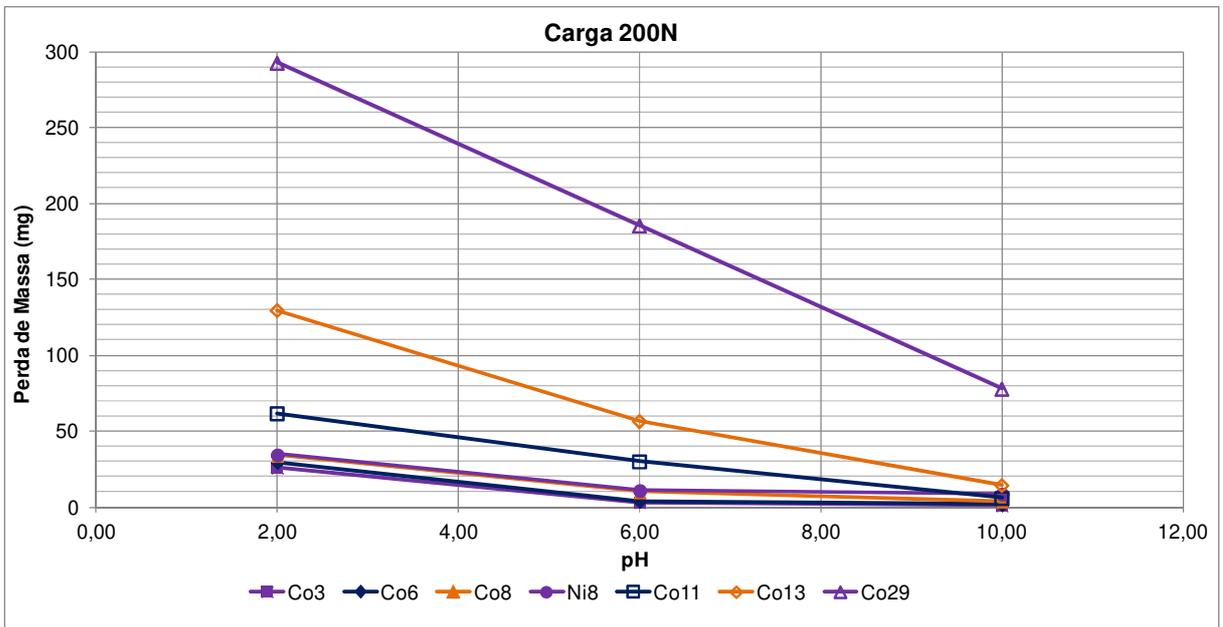


Tabela A1 – Tabela resumo com os dados obtidos nos ensaios.

Liga	Tam de Grão do Material (µm)	Dureza do material (HV)	Relação (Ha/Hm)	Fração volumétrica de ligante (%)	Carga (N)	Perda de Massa (mg)																	
						2						6						10					
						Medida	Desv Pad	Coef Var	Medida	Desv Pad	Coef Var	Medida	Desv Pad	Coef Var	Medida	Desv Pad	Coef Var						
Co3	0,570	1891	0,576	9,08%	70	18,73	0,70	3,74%	1,79	0,15	8,38%	0,49	0,27	55,10%									
					130	21,00	1,18	5,62%	2,51	0,20	7,97%	0,69	0,11	15,94%									
					200	26,08	1,38	5,29%	3,30	0,26	7,88%	1,14	0,20	17,54%									
Co6	0,565	1810	0,602	12,19%	70	24,63	0,55	2,23%	3,21	0,22	6,85%	0,54	0,13	24,07%									
					130	26,52	1,04	3,92%	3,80	0,19	5,00%	1,19	0,11	9,24%									
					200	29,71	0,66	2,22%	4,16	0,28	6,73%	1,85	0,12	6,49%									
Co8	0,603	1651	0,659	17,61%	70	26,69	0,30	1,12%	7,09	0,28	3,95%	0,96	0,21	21,88%									
					130	29,30	1,86	6,35%	8,22	0,46	5,60%	2,77	0,29	10,47%									
					200	34,01	1,92	5,65%	10,01	0,77	7,69%	3,82	0,22	5,76%									
Ni8	0,68	1379	0,790	46,29%	70	30,78	1,23	4,00%	9,30	0,25	2,69%	7,16	0,27	3,77%									
					130	31,86	0,70	2,20%	10,46	0,45	4,30%	8,17	0,19	2,33%									
					200	34,76	0,76	2,19%	11,32	0,70	6,18%	8,94	0,27	3,02%									
Co11	0,769	1302	0,836	52,80%	70	45,92	1,37	2,98%	20,85	0,77	3,69%	2,04	0,14	6,86%									
					130	55,30	3,02	5,46%	27,31	1,56	5,71%	4,30	0,17	3,95%									
					200	61,77	1,27	2,06%	30,05	1,12	3,73%	5,97	0,13	2,18%									
Co13	0,808	1203	0,905	43,51%	70	77,68	2,76	3,55%	30,50	1,31	4,30%	8,45	1,50	17,75%									
					130	106,53	6,72	6,31%	45,20	1,71	3,78%	12,50	1,29	10,32%									
					200	129,69	7,28	5,61%	56,70	4,78	8,43%	14,45	2,63	18,20%									
Co29	1,332	799	1,362	66,63%	70	178,27	4,12	2,31%	67,52	0,95	1,41%	45,50	1,29	2,84%									
					130	245,25	8,22	3,35%	138,08	6,68	4,84%	63,55	1,27	2,00%									
					200	292,60	6,32	2,16%	185,40	8,40	4,53%	77,79	5,15	6,62%									