

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS
MECÂNICAS**

**EFEITOS DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO E DA
NITRETAÇÃO A PLASMA NO COEFICIENTE DE DESGASTE
ABRASIVO DA ARMADURA DE PRESSÃO DE TUBOS
FLEXÍVEIS PARA PETRÓLEO**

RAFAEL NUNES TORRES

**ORIENTADORA: PALLOMA VIEIRA MUTERLLE
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS**

BRASÍLIA/DF: JULHO DE 2013

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS
MECÂNICAS**

**EFEITOS DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO E DA
NITRETAÇÃO A PLASMA NO COEFICIENTE DE DESGASTE
ABRASIVO DA ARMADURA DE PRESSÃO DE TUBOS
FLEXÍVEIS PARA PETRÓLEO**

RAFAEL NUNES TORRES

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS MECÂNICAS.

APROVADA POR:

**Profº. Palloma Vieira Muterlle, Dr. (ENM-UnB)
(Orientador)**

**Profº. Cosme Roberto Moreira da Silva, Dr. (ENM-UnB)
(Examinador Interno)**

**Profº. Rafael Loureiro Tanaka, Dr. (PRYSMIAN GROUP-SURFLEX)
(Examinador Externo)**

BRASÍLIA/DF, 26 DE JULHO DE 2013.

FICHA CATALOGRÁFICA

TORRES, RAFAEL NUNES

Efeitos do tratamento criogênico e da nitretação a plasma no coeficiente de desgaste abrasivo da armadura de pressão de tubos flexíveis para petróleo, [Distrito Federal] 2013.

76p., 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Mestre, Integridade de Materiais da Engenharia, 2013).

Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia. Departamento de Engenharia Mecânica

Programa de Pós-Graduação em Ciências Mecânicas.

1. Tubos Flexíveis 2. Desgaste Abrasivo 3. Armadura de Pressão
4. Tratamento Criogênico 5. Nitretação a Plasma

I. ENM/FT/UnB

II. Título ENM. DM - 197/2013

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

TORRES, R. N. (2013). Efeitos do Tratamento Criogênico e da Nitretação a Plasma no Coeficiente de Desgaste Abrasivo da Armadura de Pressão de Tubos Flexíveis para Petróleo. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas. Publicação ENM.DM - 197/2013, Programa de Pós-Graduação em Ciências Mecânicas, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 76p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Rafael Nunes Torres

TÍTULO: Efeitos do Tratamento Criogênico e da Nitretação a Plasma no Coeficiente de Desgaste Abrasivo da Armadura de Pressão de Tubos Flexíveis para Petróleo.

GRAU: Mestre ANO: 2013

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Rafael Nunes Torres
rafantorres@gmail.com

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais, Vasco e Eunice, às minhas irmãs, Camila e Isabela, e à minha namorada, Viviane, pelo apoio, pois sempre foram a base dessa estrutura. Agradeço aos meus amigos, Rafaga, Dedé, Digu, Alexandre, Afonso, Léo, Marquito, Thamise, Dimi e todos os outros que participaram de alguma forma, pela força que sempre deram em todos os momentos desde a graduação. Aos amigos de sempre Daniel e Daniela, Leozão, Ferds e Alan. Ao Ítalo pela ajuda na realização de alguns ensaios. Aos funcionários do SG-09.

Agradeço também aos professores Jorge, Cosme, Alex, Aida, Daniel, Mamiya pelo conhecimento transmitido e apoio dado.

À minha orientadora, Palloma, pela flexibilidade, compreensão da situação e conhecimento adquirido.

Agradeço à Prysmian Surfex pela disponibilização do material utilizado nos testes e pela utilização da estrutura da empresa para concluir algumas análises.

À Petrobras, pela disponibilização de recursos para o financiamento da bolsa de mestrado.

E a Deus.

Muito obrigado a todos.

Rafael Nunes Torres

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS.....	i
Lista de Símbolos.....	iv
Resumo.....	vi
Abstract.....	vii
1 Introdução.....	1
1.1 Motivação.....	1
1.2 Objetivos.....	3
1.3 Organização do documento.....	3
2 Tubos flexíveis.....	4
3 Desgaste.....	7
3.1 Definição de desgaste.....	7
3.2 Contato entre superfícies sólidas.....	8
3.2.1 Contato entre sólidos.....	9
3.2.2 Efeito do escorregamento entre as superfícies.....	12
3.2.3 Classificação dos processos de desgaste.....	13
3.3 Desgaste Abrasivo.....	14
3.3.1 Modos de desgaste abrasivo.....	15
3.3.2 Modelos analíticos de desgaste.....	17
3.3.3 Ensaio de desgaste por esfera rotativa.....	20
3.3.4 Partículas abrasivas.....	24
3.4 Resistência à abrasão dos aços.....	26
3.4.1 Dureza.....	26
3.4.2 Tenacidade à Fratura.....	28
3.4.3 Endurecimento em trabalho (encruamento) e ductilidade.....	29
3.4.4 Elementos microestruturais.....	30
3.5 Desgaste Adesivo.....	32
4 Tratamento criogênico.....	34

4.1	Tratamento a frio.....	34
4.1.1	Vantagens do tratamento à frio	34
4.2	Tratamento criogênico.....	35
4.3	Efeitos do tratamento criogênico na microestrutura de ligas ferrosas.....	36
4.4	Efeitos do tratamento criogênico nas propriedades mecânicas	37
4.4.1	Desgaste	37
4.4.2	Dureza	37
4.4.3	Resistência à Tração e à Flexão	38
4.4.4	Resistência à Fadiga	39
4.4.5	Tenacidade à Fratura	39
5	Nitretação	40
5.1	Processos de nitretação.....	40
5.1.1	Nitretação a gás	41
5.1.2	Nitretação Líquida.....	41
5.1.3	Nitretação a plasma ou ionetretação.....	42
5.2	Estrutura e formação da camada nitretada	44
5.3	Aplicações da nitretação a plasma	46
6	Metodologia	47
6.1	Preparação das amostras.....	48
6.2	Preparação da lama abrasiva	50
6.3	Metodologia do Teste.....	51
6.4	Micro dureza Vickers	52
7	Resultados e Discussões.....	56
7.1	Análise Metalográfica e a Influência dos Tratamentos	56
7.2	Micro dureza Vickers	61
7.3	Desgaste abrasivo.....	63
7.4	Discussões Gerais.....	66
8	Conclusões	68
9	Referências.....	70

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Figura esquemática tubos flexíveis [1].....	5
Figura 2 - Modelos de perfis da armadura de pressão (API-17B).....	5
Figura 3 - Modelo de superfície <i>Terrace Ledge Kink</i> - TLK (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)	9
Figura 4 - Topografia esquemática de superfície (ZUM GAHR, 1987)	9
Figura 5 - a) Área de contato aparente e real (ZUM GAHR, 1987).....	10
Figura 6- Ilustração esquemática da transição do contato estático para o deslizamento (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).....	12
Figura 7 - Sistema tribológico - esquemático (ZUM GAHR, 1987).....	13
Figura 8 - Mecanismos de desgaste: a) Microcorte; b) Microfratura; c) Fadiga por deformações repetidas; d) Arrancamento (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)	14
Figura 9 - Exemplo de deslocamento lateral de material por uma partícula abrasiva (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).....	15
Figura 10 - Desgaste abrasivo a dois corpos (TREZONA, ALLSOPP e HUTCHINGS, 1999). 16	
Figura 11 - Desgaste abrasivo a três corpos (TREZONA, ALLSOPP e HUTCHINGS, 1999) ...	17
Figura 12 - Modelo de desgaste abrasivo de partícula única	17
Figura 13 - Modelo de remoção de material e deslocamento dúctil no desgaste abrasivo a dois corpos(STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).....	19
Figura 14 - <i>Dimple grinder</i>	19
Figura 15 - Desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa fixa (GOBBI, 2008)	21
Figura 16 - Desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa livre	21
Figura 17 - Desenho esquemático de esfera rotativa livre e suas dimensões	22
Figura 18 - Formação de <i>ridges</i> (regiões não desgastadas) (TREZONA e HUTCHINGS, 1999)	23
Figura 19 - Deslocamento lateral do abrasivo em <i>ridges</i> (ALLSOPP, TREZONA e HUTCHINGS, 1998)	24
Figura 20 - a) Partícula abrasiva frágil; b) Partícula abrasiva tenaz (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)	24
Figura 21 - a) Sílica em blocos, $\approx 152\mu\text{m}$ [32]; b) SiC, $\approx 17,5\mu\text{m}$ [30]; c) Sílica facetada, $\approx 14,62\mu\text{m}$ (KELLY e HUTCHINGS, 2001)	25
Figura 22 - Taxa de desgaste vs diâmetro de abrasivo (LARSEN-BADSE, 1972).....	26
Figura 23 - Gráfico da Resistência ao Desgaste vs Dureza do Material (ZUM GAHR, 1987)...	27
Figura 24 - f_{ab} em função da dureza, (ZUM GAHR, 1987).....	28
Figura 25 - Resistência ao desgaste vs Tenacidade à fratura (ZUM GAHR, 1987).....	29

Figura 26 - Resistência ao desgaste abrasivo de metais puros e envelhecidos vs dureza do material (ZUM GAHR, 1987).....	31
Figura 27 - Gráfico resumo das influências do material em relação ao desgaste abrasivo (ASM METALS, 1992)	32
Figura 28 - Gráfico Temperatura-Tempo para tratamento criogênico (BALDISSERA e DELPRETE, 2008)	35
Figura 29 - Estrutura da camada nitretada (SILVA e MEI, 2010)	43
Figura 30 - Efeito da composição do gás na camada nitretada a plasma (SILVA e MEI, 2010)	43
Figura 31 - Efeito da nitretação à resistência à fadiga de um aço 15B21H (SILVA e MEI, 2010)	44
Figura 32 - Perfil de microdureza para elementos com diferentes afinidades pelo nitrogênio: a) Forte interação; b) média interação(GOBBI, 2008)	45
Figura 33 - Perfil Zeta.....	48
Figura 34 - Superfície a ser utilizada nos ensaios de desgaste (em vermelho)	49
Figura 35 - Amostra para teste de desgaste: a) amostra cortada antes do embutimento; b) amostra embutida	49
Figura 36 - Amostra após o teste de desgaste micro-abrasivo	49
Figura 37 - Preparação da lama abrasiva: Pesagem SiC.	50
Figura 38 - Lama abrasiva no agitador magnético.....	50
Figura 39 - Equipamento de Teste de Desgaste CSM Calowear.....	52
Figura 40 - Descrição das amostras de micro dureza.....	53
Figura 41 - Demonstração das dos cortes da Amostra 1 e Amostra 2.....	54
Figura 42 - Amostras para o teste de micro dureza Vickers e metalografia.....	54
Figura 43 - Amostra 1, Sem Tratamento Térmico - Aumento 500x	56
Figura 44 - Amostra 2, Sem Tratamento Térmico - Aumento 500x	57
Figura 45 - Amostra 1, Tratamento Criogênico - Aumento 500x	58
Figura 46 - Amostra 2, Tratamento Criogênico - Aumento 500x	58
Figura 47 - Amostra 1, Nitretação à Plasma 10 horas - Aumento 500x.....	59
Figura 48 - Amostra 2, Nitretação à plasma 10 horas - Aumento 500x.....	59
Figura 49 - Amostra 1, Nitretação à Plasma, 30 horas - Aumento 500x.....	60
Figura 50 - Amostra 2, Nitretação à Plasma 30 horas - Aumento 500x.....	60
Figura 51 - Dimensão da região de micro dureza Vickers	61
Figura 52 - Gráfico comparativo: Perfil de Dureza Vickers (HV0,3) - Amostra 1	62
Figura 53 - Gráfico comparativo: Perfil de Dureza Vickers (HV0,3) - Amostra 2.....	62
Figura 54 - Desgaste abrasivo	64
Figura 55 - Imagem da calota de desgaste amostra Sem Tratamento (MEV).....	65
Figura 56 - Imagem ampliada da superfície de desgaste da amostra Sem Tratamento.....	65

Figura 57 - Imagem da calota de desgaste amostra submetida à nitretação à plasma (MEV) 66
Figura 58 - Efeito dos elementos de liga após 8 horas de nitretação gasosa a 520°C (BARKER e SMITH, 1973)..... 67

LISTA DE SÍMBOLOS

FPSO	<i>Floating Production, Storage and Offloading</i>
PA	Poliamida (Nylon)
PVDF	<i>Polyvinilydene Fluoride (Fluoreto de Polivinilideno)</i>
HDPE	<i>High Density Polyethylene (Polietileno de Alta Densidade)</i>
TLK	<i>Terrace Ledge Kink</i>
ψ	Índice de Plasticidade
H	Dureza
E_1, E_2	Módulo de Elasticidade
ν_1, ν_2	Coefficiente Poisson
S	Desvio Padrão
R	Raio
ψ^*	Fator de plasticidade
E'	Módulo de Elasticidade Equivalente
S^*	RMS da rugosidade superficial
B	Correlação de distância da superfície
ψ_s	Correlação elasticidade-desgaste
p_s	<i>Shakedown pressure</i>
κ	Curvatura das pontas das asperezas
σ	RMS superfície dura
W_p	Carga individual na partícula
d	Profundidade da indentação
α	Ângulo de inclinação do cone
V_p	Volume
l	Distância percorrida
K	Coefficiente de desgaste
f_{ab}	Capacidade de deformação
F_N	Força Normal
F_T	Força de Atrito
V	Volume removido
S	Distância percorrida
κ	Coefficiente de desgaste (equivalente)
κ^{-1}	Resistência ao desgaste
b	Diâmetro da calota esférica
Φ_{esf}	Diâmetro da esfera

R	Raio do eixo
c	Metade do comprimento do rebaixo do eixo motor
K_{Ic}	Tenacidade à Fratura
DCT	<i>Deep Criogenic Treatment</i>
$HV0,3$	Micro dureza Vickers à 0,3kgf

RESUMO

Tubos flexíveis são produtos utilizados pela indústria petrolífera para produção e transporte de petróleo de poços submarinos até plataformas e FPSO's (Floating Production Storage and Offloading). Esses tubos podem ser compostos por diversas camadas metálicas, poliméricas e/ou compósitos que podem ou não possuir contato entre si. Uma dessas camadas é a armadura de pressão, que é uma fita de aço intertravada responsável pela resistência à pressão interna. O intertravamento permite liberdade de movimento relativo entre as partes em contato. As tensões de contato podem se tornar significativas devido aos esforços atuantes no tubo. Esse movimento pode gerar desgaste entre as superfícies da armadura de pressão, o que se agrava na presença de partículas arrancadas das mesmas, caracterizando o desgaste abrasivo. Utilizou-se nesse trabalho uma técnica de cálculo do coeficiente de desgaste chamada de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa. Esse tipo de desgaste forma na superfície uma cratera esférica. Com base nas características de ensaio e com o diâmetro superficial da calota obtêm-se o coeficiente de desgaste. As características de projeto exigem que o material base da armadura de pressão possua uma certa ductibilidade, característica que vai na contramão da resistência ao desgaste. Foram utilizadas duas técnicas de tratamentos térmicos de forma a avaliar suas influências no coeficiente de desgaste do material. São elas, o tratamento criogênico (24 horas a -196°C) e nitretação a plasma (10 e 30 horas, a 70%N), comumente utilizados em ligas metálicas para aumentar a resistência ao desgaste. Além do coeficiente de desgaste, foi feita a avaliação da microdureza Vickers, análises comparativas micro-estruturais. Em relação aos testes de desgaste abrasivo, as nitretações à plasma reduziram o coeficiente de desgaste e aumentaram a dureza nas regiões próximas à superfície, entretanto o tratamento criogênico não se mostrou eficiente na redução do coeficiente de desgaste e no aumento da microdureza.

Palavras chave: *desgaste abrasivo; tubos flexíveis; armadura de pressão; tratamento criogênico; nitretação a plasma;*

ABSTRACT

Flexible pipes are materials used by the Oil and Gas industry for production and transportation of oil from subsea wells to platforms and FPSO (Floating Production Storage and Offloading). These tubes can be composed by polymeric, metallic and/or composites materials layers which may have contact with each other. One of these layers is the armor pressure, which is a helical interlocked steel tape responsible for the resistance to internal pressure. Due to the interlocking, surfaces are in contact under tension and because of the pipe flexibility the surfaces have relative motion. This movement can cause wear between the surfaces which worsens the presence of particles torn off these surfaces, characterizing abrasive wear. The micro abrasive tests by rotating ball were carried out to obtain the wear resistance of the armour pressure. The abrasive wear coefficient is calculated using the diameter of the ball, the surface crater and the velocity parameters adjusted for each test. Due to design features of the pipe, the base material of the armour pressure should be a ductile material, which does not have a high wear resistance. In order to obtain better performances of wear cryogenic treatment (24 hours at 196°C) and plasma nitriding (10 and 30 hours, atmosphere of 70%N) were carried out; both treatments are commonly used for increase wear resistance in metallic alloys. In addition to the treatments, were performed the Vickers micro hardness and the micro structural characterization. In relation to the abrasive wear tests, the plasma nitriding treatments reduced the wear coefficient and raised the micro hardness (HV0,3) near the surface region, but the cryogenic treatment doesn't achieved the expected result on reducing the wear coefficient and on raising the micro hardness.

Keywords: *abrasive wear; flexible pipes; armor pressure; cryogenic treatment; plasma nitriding;*

1 INTRODUÇÃO

Este capítulo apresenta as considerações iniciais sobre esse projeto, bem como sua motivação e objetivos

1.1 MOTIVAÇÃO

Com a crescente demanda por energia e materiais derivados de petróleo, as empresas responsáveis pela exploração dessas reservas se vêem com a necessidade de aumentar a produção. Segundo informações disponíveis no site da Petrobras (BARBASSA, 2011) “as descobertas no Pré-Sal nos elevam a um novo patamar de reservas e produção de petróleo, em posição de destaque no *ranking* das grandes empresas de energia. Com a experiência adquirida no desenvolvimento de campos em águas profundas, nossos técnicos estão preparados, hoje, para desenvolver as acumulações descobertas no pré-sal. Para isso, já estão promovendo adaptações da tecnologia e da logística desenvolvidas pela empresa ao longo dos anos. A meta é alcançar, em 2017, produção diária superior a 1 milhão de barris de óleo nas áreas do Pré-Sal em que operamos.”

Para que esse aumento de produção seja possível, é necessário o investimento em pesquisas de técnicas e materiais a serem utilizados em condições de extrema adversidade, como acontece no Pré-Sal. O Plano de Negócios e Gestão 2013-2017 da Petrobras [1] prevê um total de US\$ 236,7 bilhões em investimentos no setor, sendo que o segmento de Exploração e Produção receberá investimentos de US\$ 147,5 bilhões somente no Brasil, divididos em 73% para desenvolvimento da produção, 16% para exploração e 11% para infraestrutura e suporte. A participação do Pré-Sal na produção nacional de petróleo passará da estimativa de 2% em 2011 para 40,5% em 2020. Além disso, na área de Pesquisa e Desenvolvimento serão investidos US\$ 4,6 bilhões (dados do Plano de Negócios 2012-2016 [1]). Entretanto, para que essas metas sejam concretizadas são necessárias pesquisas que produzam equipamentos, acervo técnico e recursos humanos suficientes para ter uma produção com o menor custo. Um dos problemas enfrentados pelas empresas é a fabricação de novos materiais e componentes que suportem as condições severas existentes nas regiões de exploração de águas profundas e ultra-profundas.

No Brasil, a Petrobras é a maior consumidora de produtos e serviços relacionados à exploração e produção de petróleo. O mercado de tubos flexíveis atua de forma personalizada, fornecendo para cada operação uma tubulação específica que atenda às características do trecho de exploração. Por ser único, cada projeto demanda a aplicação de materiais específicos para

resistir às condições de fluido transportado, pressão interna e externa, relevo submarino, condições de instalação, marés, profundidade e outros.

As normas da API, *American Petroleum Institute*, são as principais referências em relação às práticas recomendadas para tubos flexíveis, sendo a API 17B - *Recommended Practice for Flexible Pipe* a norma que estabelece os critérios de projeto, análise, manufatura, testes, instalação e operação de tubos flexíveis de aplicação estática e dinâmica. Essa norma é complementada pela API 17J - *Specification for Unbonded Flexible Pipe*.

Os tubos flexíveis são estruturas multicamadas constituídas de polímeros e metais, podendo ou não conter camadas compósitas. Uma de suas camadas é a armadura de pressão, que é "*uma camada metálica intertravada que suporta a camada de pressão interna e as cargas radiais de pressão interna do sistema.*" (API-17B). Devido à flexibilidade do sistema, às elevadas tensões de contato e às características da utilização do tubo flexível (carregamentos de flexão cíclica, com ou sem tração, além de ciclos de pressão e temperatura), a armadura de pressão pode estar sujeita ao desgaste abrasivo nas regiões de contato. A descrição detalhada dos tubos flexíveis e das funções de cada camada será apresentada no Capítulo 2.

Outro fato importante que contribuiu para a concepção desse trabalho é que a maioria dos artigos e publicações relacionadas ao desgaste em tubos flexíveis são relacionados à armadura de tração e nenhum documento foi encontrado sobre o desgaste na armadura de pressão nas pesquisas nos principais acervos de referências. O desgaste nas armaduras de pressão pode vir a se tornar alvo de investigações futuras, caso venham a ser detectadas falhas que comprometam o desempenho dos tubos flexíveis.

A Petrobras, em parceria com diversas universidades, incluindo a Universidade de Brasília, desenvolveu um programa de formação de recursos humanos, denominado PRH-PB-24. Nesse programa deverão ser desenvolvidos pesquisas de mestrado e doutorado em temas de interesse da Petrobras. Graças aos recursos e esforços envolvidos nesse programa é que foi possível o desenvolvimento do tema nesta dissertação.

Além disso, a participação da Prysman Group - Surfex foi de fundamental importância ao compreender a relevância desse projeto de pesquisa e estabelecer a parceria com a Universidade de Brasília. A empresa concordou em disponibilizar a matéria-prima utilizada para a realização dos ensaios, além de disponibilizar suas instalações para o desenvolvimento conjunto desse trabalho.

1.2 OBJETIVOS

Essa pesquisa tem por objetivo avaliar a resistência ao desgaste micro-abrasivo do aço AISI 1035, utilizado na fabricação da armadura de pressão em tubos flexíveis. Para isso, o material será avaliado, de forma comparativa, após o tratamento criogênico e duas condições de nitretação a plasma. Além disso, será realizada a caracterização microestrutural tanto do material base, quanto dos aços após os tratamentos citados.

1.3 ORGANIZAÇÃO DO DOCUMENTO

Essa dissertação se desenvolve em 8 capítulos. O Capítulo 1 apresenta algumas motivações e fatos que contribuíram para a realização desse trabalho, bem como seus objetivos.

No Capítulo 2 é feita a apresentação dos tubos flexíveis, quais as suas funções e a descrição estrutural das principais camadas que os compõem. O Capítulo 3 apresenta uma revisão bibliográfica sobre o desgaste, partindo de alguns conceitos básicos sobre o contato entre sólidos, passando pelos tipos de desgaste e as principais propriedades dos materiais que influenciam o comportamento do desgaste.

O Capítulo 4 aborda o tratamento criogênico em materiais metálicos, suas principais características e influências em relação ao desgaste. No Capítulo 5, o principal assunto é a nitretação a plasma, mas apresenta os outros tipos de nitretação mais utilizados.

No Capítulo 6, são apresentadas as metodologias de testes e tratamentos termo-químicos que foram utilizados nessa dissertação. O Capítulo 7 apresenta os resultados e suas discussões. E com o Capítulo 8, o texto se encerra com as conclusões desse trabalho, além de apresentar sugestões para trabalhos futuros.

2 TUBOS FLEXÍVEIS

Neste capítulo é feita a descrição dos tubos flexíveis e as funções de suas principais camadas.

O primeiro tubo flexível foi desenvolvido pelo Instituto Francês de Petróleo (*Institut Français du Pétrole - IFP*) no final da década de 1960, tendo como objetivo a utilização na indústria da perfuração de poços como *jumpers* (pequeno tramo de duto) e como duto de perfuração em sistemas com turbinas (XAVIER, 2009).

Tubos flexíveis são estruturas multicamadas utilizadas na indústria do petróleo para a produção e transporte de fluidos do fundo do mar para uma unidade flutuante de produção (FPSO - *Floating Production, Storage and Offloading*). Em geral, essas estruturas são compostas por várias camadas de diferentes materiais com funções estruturais distintas. Na Figura 1 é apresentada a configuração típica de distribuição das camadas em um tubo flexível não aderente ou *unbonded*, foco de estudo desse trabalho. Existem também tubos flexíveis de camadas aderentes ou *bonded*. Tipicamente, as camadas são compostas por materiais metálicos, poliméricos e/ou compósitos.

Os tubos flexíveis de camadas aderentes (*bonded*) são compostos por uma matriz elastomérica, reforçada com uma certa quantidade de camadas de armaduras que dão a resistência esperada ao tubo. Essas armaduras são coladas ao material elastomérico que as deixam totalmente envolvidas. Suas principais utilizações estão relacionadas à produção de petróleo e à injeção em poços.

Em relação aos tubos flexíveis *unbonded*, na Tabela 1 encontram-se as descrições das funções estruturais pertinentes a cada uma de suas principais camadas. As camadas metálicas são espiras de diferentes perfis de seção transversal, dispostas no tubo em forma de hélice com diferentes ângulos de assentamento.

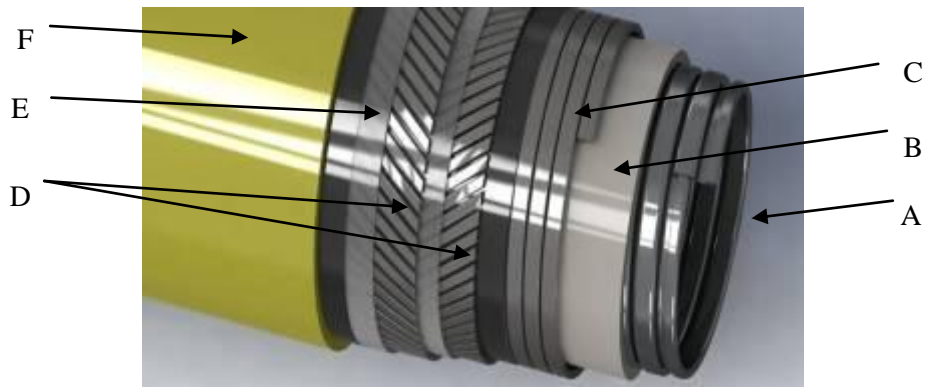


Figura 1 - Figura esquemática tubos flexíveis [1]

Tabela 1 - Camadas e funções estruturais em tubos flexíveis

	Camadas	Função estrutural
A	Carcaça Intertravada	Resistir à pressão externa
B	Camada Plástica	Estanqueidade e resistência à pressão interna
C	Armadura de pressão	Resistir a esforços radiais devido à diferença de pressão
D	Armaduras de Tração	Carregamentos axiais e de flexão; Rigidez torcional
E	Fita Estrutural	Contenção da armadura de tração
F	Camada Plástica Externa	Proteção da linha e estanqueidade

As camadas estruturais dos tubos flexíveis podem mudar de acordo com o fabricante e com a utilização. As camadas que foram apresentadas na Tabela 1 representam o conceito básico estrutural. Cada fabricante possui uma configuração de seção transversal que mais se ajusta às suas condições de fabricação e de utilização. Por exemplo, a armadura de pressão pode possuir algumas variações de perfil, como ilustrado na Figura 2. Cada tubo é feito sob encomenda para atender às particularidades de cada linha de produção. Essas particularidades envolvem composição química dos fluidos transportados, profundidade de utilização, temperatura, correntes marítimas etc.

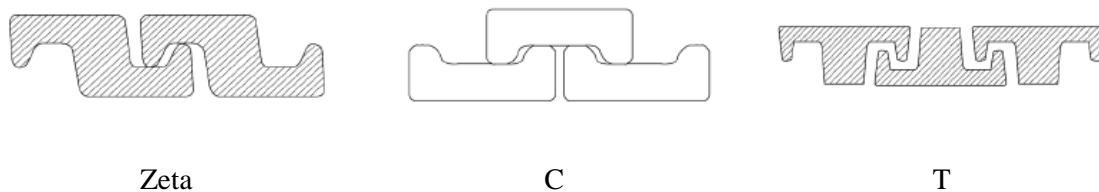


Figura 2 - Modelos de perfis da armadura de pressão (API-17B)

A seguir são descritas as camadas básicas de um tubo flexível, de acordo com a indicação na Figura 1:

A. **Carcaça Intertravada:** é uma camada metálica intertravada que proporciona resistência ao colapso (API-17B). Ela possui um pequeno ângulo de assentamento com certa folga no travamento. Os aços utilizados nessa camada devem possuir boa resistência à corrosão, pois estão em contato direto com o petróleo e outras substâncias quimicamente agressivas. Dessa maneira, podem ser utilizados aços inoxidáveis AISI 304, AISI 316, duplex e outros.

B. **Camada de pressão interna (camada plástica):** camada polimérica extrudada por cima da carcaça, cuja função é prover integridade, estanqueidade e resistência à pressão interna no duto (API-17B). Os polímeros mais comumente utilizados são a Poliamida (PA) e Fluoreto de Polivinilideno (PVDF).

C. **Armadura de pressão:** camada metálica intertravada que suporta a camada de pressão interna, as cargas radiais de pressão interna do sistema e as cargas radiais de instalação (API-17B). A armadura de pressão é fabricada a partir de aços de baixo carbono com alguns elementos de liga específicos, determinados pela engenharia de materiais de cada fabricante de tubo flexível, para suportar às solicitações de projeto. Nas armaduras de pressão, as superfícies estão em contato direto, não havendo nenhum material ou lubrificante responsável pela diminuição do atrito na região de contato. E é sobre esse contato que o presente trabalho irá se desenvolver, conforme descrito na seção 1.2.

D. **Armadura de tração:** é uma camada composta de arames metálicos de perfil retangular ou circular, em no mínimo duas camadas, em número par de camadas, conformadas com ângulo de assentamento entre 20 e 60 graus (API-17B). Ou ainda, podem ser utilizados materiais compósitos na fabricação dessas camadas. Entre essas camadas pode haver uma fita adesiva (item E abaixo).

E. **Camada de fita estrutural:** essas fitas são utilizadas sobre cada camada da armadura de tração e pode atuar de duas maneiras: evitando o atrito entre os arames metálicos e atuando de maneira estrutural, contendo o deslocamento radial dos arames em caso de compressão do tubo.

F. **Camada plástica externa:** é uma camada polimérica extrudada, cuja função é manter a integridade e estanqueidade do tubo em relação ao ambiente externo.

3 DESGASTE

Este capítulo apresenta a revisão bibliográfica sobre desgaste, contato entre sólidos e propriedades dos materiais que influenciam o comportamento do desgaste.

O desgaste é uma das maneiras ou mecanismos de dano de componentes ou estruturas. Além do desgaste, a deformação plástica, as trincas e a corrosão são outras formas de dano, sendo que o desgaste e a corrosão são mecanismos de danos superficiais. Vibrações, ruídos, aquecimento, mudanças geométricas e detritos do desgaste podem ser causados por atrito ou pelo desgaste (ZUM GAHR, 1987).

3.1 DEFINIÇÃO DE DESGASTE

O desgaste de materiais é um dos assuntos estudados pela Tribologia. Segundo (ZUM GAHR, 1987), "A tribologia abraça a investigação científica de todos os tipos de fricção, atrito e desgaste e, também, a aplicação técnica do conhecimento tribológico". Já (JOST, 1966) define tribologia como "a ciência e a tecnologia de superfícies interagindo em movimento relativo e das práticas relacionadas a estas". A tribologia tem uma importância econômica muito grande relacionada às quebras de máquinas industriais. Acredita-se que as perdas econômicas devido à fricção e ao desgaste são de até 4% do PIB nos países desenvolvidos, cerca de £8,5 bilhões no Reino Unido em 2001, e que até 1% dessas perdas podem, potencialmente, ser salvas pela aplicação de técnicas conhecidas para reduzir o atrito e o desgaste em máquinas. A relação custo-benefício em pesquisas para gerar melhorias acredita-se ser de 1:50 (JOST, 2001).

Em seu trabalho sobre desgaste, (FRANCO, 2009) cita a definição de desgaste feita pela norma ASTM TMG77-91 como sendo "o dano em uma superfície sólida, envolvendo perda progressiva de massa, devido ao movimento relativo entre a superfície e o contato com outro material ou materiais". A fricção e o desgaste não são propriedades intrínsecas dos materiais, mas sim características importantes dos sistemas de engenharia. A fricção e o desgaste são, respectivamente, causas sérias de dissipação de energia e dissipação de materiais (ZUM GAHR, 1987). O desgaste é a perda progressiva de substância da superfície de operação de um corpo, ocorrendo como resultado do movimento relativo entre as superfícies, essa é a definição apresentada por (OECD, 1969).

Para um melhor entendimento dos mecanismos e tipos de desgaste é necessária a compreensão da mecânica do contato entre superfícies, que será apresentado na próxima seção.

3.2 CONTATO ENTRE SUPERFÍCIES SÓLIDAS

As superfícies podem ser entendidas como a transição entre o material e o ambiente, esse último também pode ser um modificador da superfície, como no caso do desgaste erosivo ou corrosivo. Além disso, há duas maneiras de se descrever uma superfície:

- Pela topografia e estrutura;
- Pelas propriedades físicas, químicas e mecânicas;

As superfícies de sólidos representam uma forma da matéria muito complexa, muito mais complicada do que um simples plano. Há uma grande variedade de defeitos e distorções presentes em uma superfície real. São essas irregularidades microscópicas que exercem uma grande influência na fricção, no desgaste e nas reações químicas.

Um modelo comumente utilizado para descrever uma superfície em nível atômico é chamado de TLK - *Terrace Ledge Kink*, Figura 3. Para se formar um plano perfeito na superfície os índices dos planos cristalinos devem estar orientados de forma a permitir que uma camada de átomos esteja alinhada paralelamente à superfície. Como isso raramente acontece, as camadas de átomos ficam inclinadas à superfície. Dessa maneira, formam-se vários "terraços", ou imperfeições planares. Os eixos desses terraços desviam de um caminho reto e pode-se faltar alguns átomos nas bordas. Características menores como átomos ausentes ou adsorvidos comumente ocorrem (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005). Essas imperfeições citadas propiciam uma grande quantidade de átomos mais fracamente ligados, podendo reagir mais facilmente com lubrificantes para formar o filme de lubrificação ou até serem arrancados da sua base.

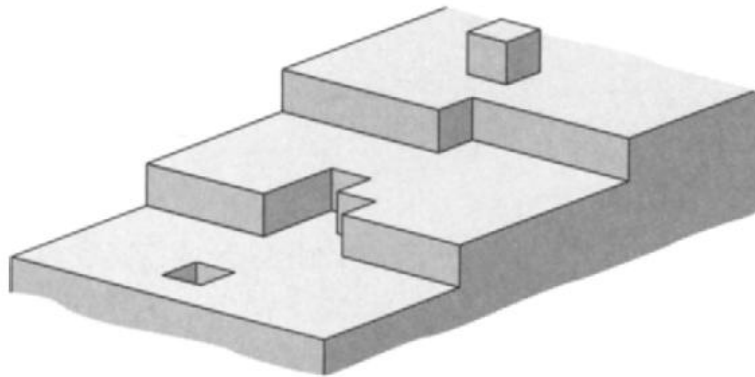


Figura 3 - Modelo de superfície *Terrace Ledge Kink* - TLK (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)

3.2.1 Contato entre sólidos

Como mencionado anteriormente, as superfícies estão longe de ser completamente planas, elas apresentam vales e picos microscópicos, como mostrado, esquematicamente, na Figura 4. Essa rugosidade limita o contato entre corpos sólidos para uma porção muito pequena da área de contato aparente. Essa área que realmente encontra-se em contato entre as superfícies é chamada de área de contato real, Figura 5-(a).

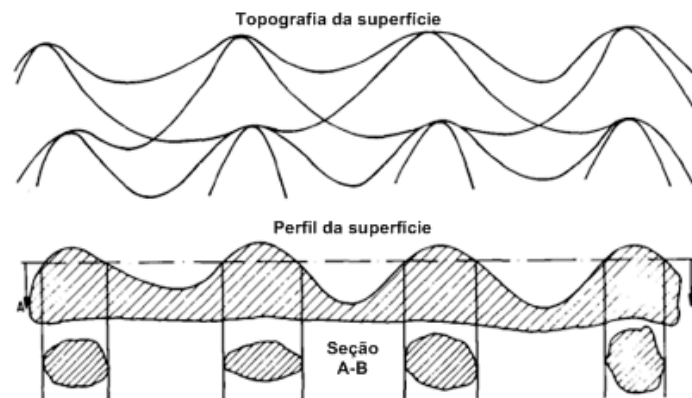
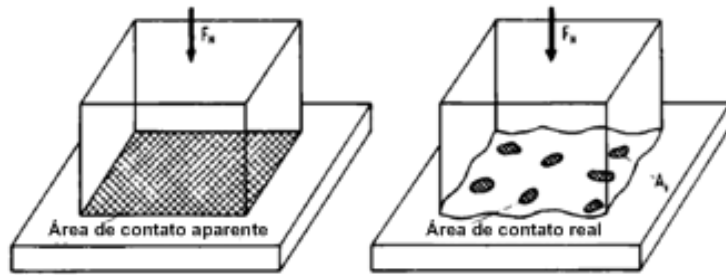
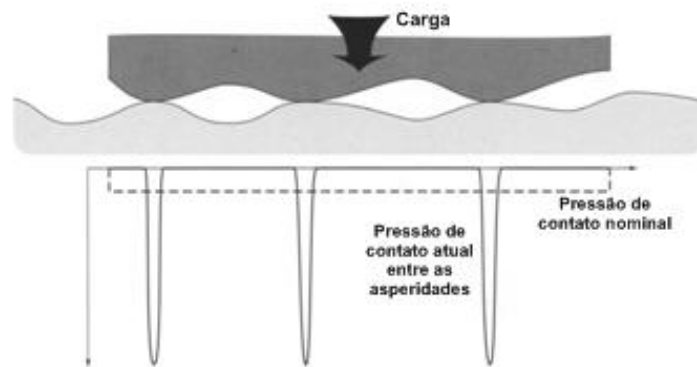


Figura 4 - Topografia esquemática de superfície (ZUM GAHR, 1987)

As teorias sobre o contato entre superfícies costumavam assumir que o contato real é resultado das deformações dos picos das superfícies de contato ou asperidades (BOWDEN e TABOR, 1954), entretanto pesquisas posteriores descobriram que uma grande proporção do contato entre as asperidades é inteiramente elástico (WHITEHOUSE e ARCHARD, 1970), (ONIONS e ARCHARD, 1973). As tensões de contato são muito grandes se comparadas com a tensão nominal, calculada utilizando a área aparente, isso é exemplificado na Figura 5-(b).



(a)



(b)

Figura 5 - a) Área de contato aparente e real (ZUM GAHR, 1987)

b) Tensão de contato entre as asperidades (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)

Um dos primeiros modelos estatísticos, utilizados para caracterizar o complexo contato entre superfícies, foi proposto por (GREENWOOD e WILLIAMSON, 1966). Os autores propuseram um índice de plasticidade Ψ que descreve a transição entre a deformação elástica e plástica das asperidades de uma superfície:

$$\psi = \frac{E'}{H} \left(\frac{S}{R} \right)^{0,5} \quad (1)$$

$$E' = \frac{E_1 E_2}{E_2(1 - \nu_1^2) + E_1(1 - \nu_2^2)} \quad (2)$$

em que H é a dureza do material mais macio, em Pa ; E_1 e E_2 são os módulos de elasticidade dos materiais (Módulo de Young), em Pa ; ν_1 e ν_2 são os coeficientes de Poisson e R é o raio das asperidades assumido como uma constante, em m . S é o desvio padrão de uma distribuição

Gaussiana das alturas das asperidades, em m . Segundo esse modelo, para valores de $\Psi < 0,6$ o contato é, predominantemente, elástico e se $\Psi > 1,0$ o que domina é a deformação plástica.

Whitehouse e Archard introduziram um conceito mais geral para o fator de plasticidade Ψ^* (WHITEHOUSE e ARCHARD, 1970), que permite aos picos das asperidades terem uma distribuição de curvaturas:

$$\psi^* = \frac{E' S^*}{H \beta} \quad (3)$$

onde E' é calculado pela equação (2); S^* é o valor RMS da rugosidade da superfície, em m ; e β é correlação de distância da superfície, em m . Da mesma forma que o modelo de Greenwood e Williamson, para os valores de $\Psi^* < 0,6$ ocorre a prevalência da deformação elasticidade e para $\Psi^* > 1,0$ tem-se a deformação plástica. Para os dois modelos citados, os valores entre 0,6 e 1,0 o modo de deformação é duvidoso, ou seja, não há certeza sobre o que está ocorrendo.

Um terceiro modelo estatístico, proposto por Bower e Johnson (BOWER e JOHNSON, 1989), (KAPOOR, JOHSON e WILLIAMS, 1996), e (JOHNSON, 1995), relaciona mais diretamente o valor de Ψ_s com o desgaste:

$$\psi_s = \frac{E'}{p_s} (\sigma \kappa)^{0,5} \quad (4)$$

em que p_s é chamada de *shakedown pressure*, Pa . Esse termo não possui tradução adequada e representa a tensão de contato limite, em que um comportamento de deformação elástica é predominante, acima desse valor limite ocorrem deformações plásticas a cada ciclo de carregamento (JOHNSON, 1995) e (KAPOOR e WILLIAMS, 1994). O termo κ é a curvatura das pontas das asperezas, m^{-1} ; e σ é o valor RMS da superfície mais dura, em m . Nesse modelo, proposto por Bower e Johnson, o valor de $\Psi_s < 1$ representa que o desgaste é desprezível e quando o valor de Ψ_s está entre 1 e 3,5 o coeficiente de desgaste aumenta em várias ordens de magnitude (KAPOOR, JOHSON e WILLIAMS, 1996).

Existem outros modelos desenvolvidos para melhor compreender o contato entre sólidos chamados de Geometria Fractal de Superfícies Rugosas. Ao invés de modelar uma superfície rugosa como uma série de formas euclidianas (esferas) para aproximá-las das asperidades, tem-se feito tentativas de se aplicar geometria fractal, ou não-euclidiana, para formas caóticas para analisar o contato entre superfícies rugosas (MAJUMDAR e BHUSHAN, 1991). Não é escopo desse trabalho se aprofundar nesses modelos e métodos. Portanto, para maiores detalhes sobre formulações e comparações entre os modelos, pode-se consultar as referências já citadas.

3.2.2 Efeito do escorregamento entre as superfícies

Os parâmetros área de contato real e tensão de contato, anteriormente definidos, possuem grande importância na interpretação do desgaste. Uma análise qualitativa pode ser feita observando algumas características do contato entre as asperezas. Pode-se observar três estágios distintos após o contato, Figura 6. Pode ser observado, primeiramente, o caso em que a força tangencial ainda é baixa e a aspereza dura é suportada pela deformação do material macio, Figura 6-a. Ao se atingir um valor crítico da força tangencial, Figura 6-(b), um dos lados do flanco deformado do material macio torna-se descarregado e ocorre um afundamento do material duro. Assim que as asperezas começam a se mover, ocorre uma acumulação de material que suporta a ponta do material duro e o faz mover para cima do nível do contato estático Figura 6-(c).

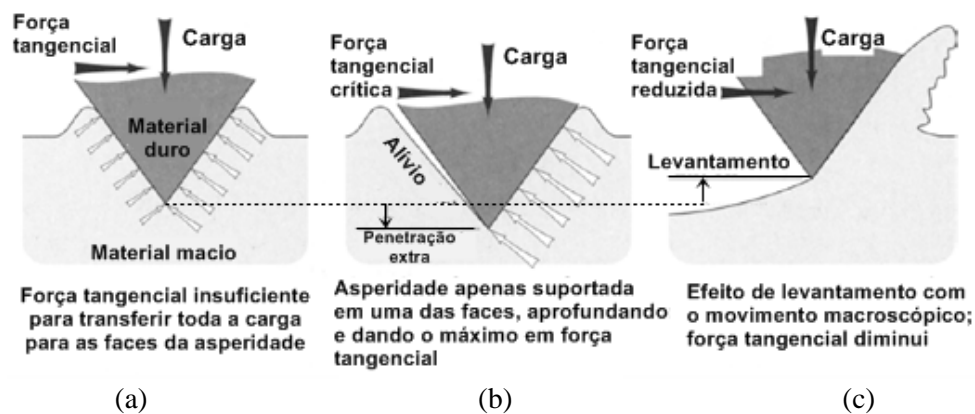


Figura 6- Ilustração esquemática da transição do contato estático para o deslizamento (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)

Assim, o contato entre as asperezas é afetado pelo escorregamento e um dos efeitos desse escorregamento é afastar as superfícies em uma pequena distância. Dessa maneira, o contato real entre as superfícies é reduzido, se comparado com a situação estática. As partículas provenientes do desgaste tendem a reduzir o contato entre as asperezas e em algumas condições podem, rapidamente, formar maiores partículas de desgaste. Esse efeito da separação pode contribuir para características de algumas superfícies desgastadas, em que se exhibe uma topografia dominada por um grande número de ranhuras ou protuberâncias (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).

3.2.3 Classificação dos processos de desgaste

Para começar a entender os processos típicos de desgaste, deve-se, primeiramente, compreender o que compõe um sistema tribológico. Em geral, o sistema é composto por quatro elementos, Figura 7:

- Corpo sólido;
- Contra-corpo;
- Elemento de interface;
- Ambiente

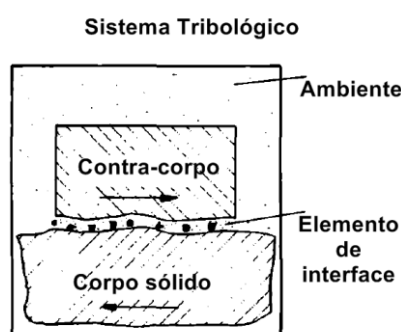


Figura 7 - Sistema tribológico - esquemático (ZUM GAHR, 1987)

O contra-corpo pode ser sólido, líquido, gasoso ou uma mistura desses e é essa característica que vai definir o mecanismo de desgaste envolvido. Dentre os tipos de desgaste pode-se citar:

• **Desgaste abrasivo:** (GOBBI, 2008) define como "Forma de contato que ocorre quando uma superfície com alta dureza e rugosidade ou uma superfície contendo partículas duras desliza sobre outra superfície mais macia, causando sobre esta uma série de sulcos. É resultante da penetração e formação de ranhuras com a retirada de material de uma superfície por outro corpo. Pode ocorrer com ou sem a presença de lubrificante."

Analogamente, é definido como "Desgaste abrasivo é a perda de material pela passagem de partículas duras sobre uma superfície." (OECD, 1969)

• **Desgaste erosivo:** O desgaste erosivo é causado pelo impacto de partículas contra uma superfície sólida (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005). Esse tipo de desgaste é comum em palhetas de turbinas aeronáuticas, em bombas em plantas de mineração e na carcaça intertravada de tubos flexíveis.

• **Desgaste por cavitação:** A cavitação é causada pelo impacto localizado de fluido contra uma superfície durante o colapso de bolhas (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005). Esse tipo de falha é muito comum em pás de turbinas e bombas.

• **Desgaste adesivo:** é um tipo de desgaste muito sério, caracterizado por altas taxas de desgaste e grande instabilidade do coeficiente de fricção.

3.3 DESGASTE ABRASIVO

O desgaste abrasivo é um dos tipos mais comuns de desgaste, estando presentes em vários mecanismos e sistemas. Uma das grandes dificuldades de prevenção do desgaste abrasivo é a variedade dos mecanismos de desgaste envolvidos, em que cada um possui uma característica predominante. Os mecanismos de desgaste abrasivo são: microcorte, microfratura, arrancamento de grãos e fadiga por deformações repetidas. Esses quatro mecanismos são ilustrados na Figura 8.

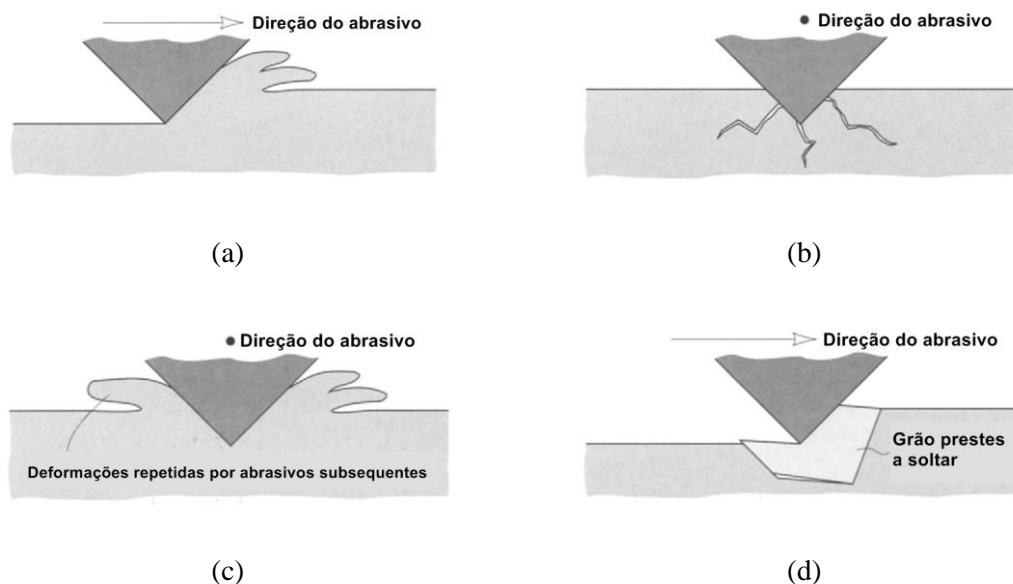


Figura 8 - Mecanismos de desgaste: a) Microcorte; b) Microfratura; c) Fadiga por deformações repetidas; d) Arrancamento (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)

O mecanismo de desgaste de microcorte é ilustrado na Figura 8-(a) e representa o clássico modelo de desgaste em que um material abrasivo corta uma superfície macia. Esse material cortado é removido da superfície e torna-se detrito, que poderá agravar o quadro de desgaste posteriormente. A utilização de lubrificantes é um importante fator na severidade desse tipo de desgaste, sua presença diminui as taxas de desgaste da superfície. Além disso, a geometria das partículas abrasivas tem, também, grande influência. Quando se tem partículas que contêm a superfície com muitas faces cortantes, a taxa de remoção de material é muito maior do que quando utilizam-se abrasivos piramidais ou esféricos (DEAN e DOYLE, 1975). Outra característica importante é que uma partícula de material recentemente removido possui mais faces cortantes do que uma partícula já desgastada.

Quando uma superfície está sujeita ao desgaste, uma camada imediatamente inferior a essa sofre deformações plásticas semelhantes a um encruamento (MOORE e DOUTHWAITE, 1978), (CHALLEN e OXLEY, 1979). Essas deformações resultam em um aumento da dureza da superfície desgastada, o que gera a diminuição do desgaste abrasivo.

A microfratura é uma evidência visual de desgaste abrasivo em materiais frágeis. Com a movimentação das partículas abrasivas sobre uma superfície, a acumulação de trincas pode resultar na liberação de muito material. Como em muitos casos em que o endurecimento de um material tem-se a redução na tenacidade, pode ser possível que um material endurecido que possua boa resistência ao desgaste sob cargas leves e partículas com superfícies grosseiras passe a ter o desgaste acelerado se essas as partículas forem substituídas por outras com superfícies afiadas e maior carga (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).

As deformações repetidas em uma superfície sujeita ao desgaste pode resultar em fadiga do material. Essas situações ocorrem com o deslocamento lateral de material devido ao movimento das partículas abrasivas nas superfícies. A Figura 9 ilustra um corte transversal de uma superfície sujeita a esse mecanismo.

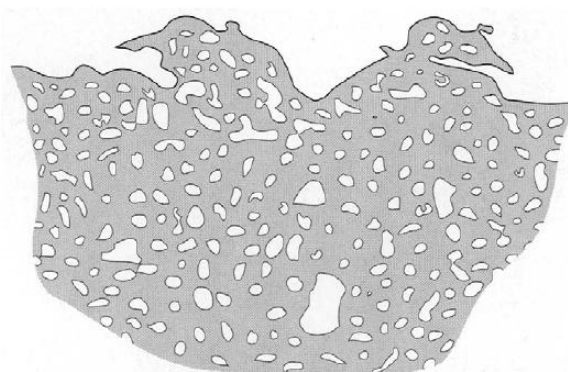


Figura 9 - Exemplo de deslocamento lateral de material por uma partícula abrasiva (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)

Já o último mecanismo de desgaste abrasivo, o arrancamento de grãos é um fenômeno relativamente raro e encontrado, preferencialmente, em materiais cerâmicos. Esse desgaste pode ser extremamente rápido quando as ligações intergranulares são fracas e os grãos são grandes (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).

3.3.1 Modos de desgaste abrasivo

Existem dois modos em que o contato entre as partículas abrasivas e as superfícies ocorrem, eles são chamados de desgaste abrasivo a dois corpos e a três corpos. O desgaste a

dois corpos pode ser exemplificado pelo lixamento de uma superfície com uma lixa de papel, ou então, como uma ferramenta de corte. Nesse modo de desgaste, as asperidades encontram-se fixas em um substrato ou outra superfície de material. É bem característico desse modo as ranhuras formadas no processo, o termo em inglês é *grooving abrasion*, ou desgaste por riscamento.

O outro modo é o desgaste a três corpos, em inglês é chamado de *rolling abrasive wear*. Nesse modo, as partículas abrasivas podem girar livremente enquanto deslizam pela superfície, uma vez que elas não estão rigidamente unidas às superfícies.

A Figura 10 exibe uma micrografia de uma superfície sujeita ao teste de desgaste abrasivo em que foi predominante o modo de desgaste a dois corpos. (TREZONA, ALLSOPP e HUTCHINGS, 1999) estudaram a transição entre os modos de desgaste e seus resultados indicam que o mecanismo de desgaste a dois corpos é dominante em altas cargas e/ou baixa concentração de abrasivos. Nesse processo uma quantidade significativa de partículas aderem à superfície da esfera de teste e atuam como indentadores fixos, produzindo uma série de ranhuras na superfície desgastada. O exame das dimensões das ranhuras correspondem às dimensões das partículas abrasivas, o que sugere que essas ranhuras foram formadas pelas partículas e não pela asperidades da superfície da esfera utilizada no experimento.

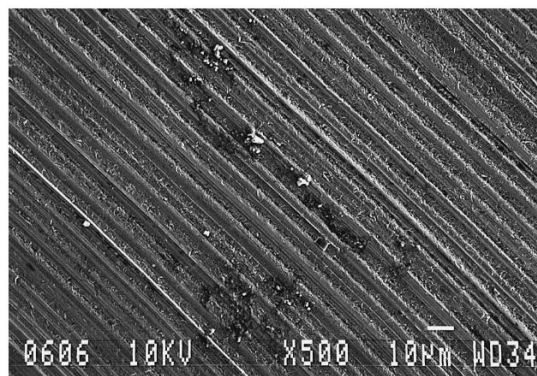


Figura 10 - Desgaste abrasivo a dois corpos (TREZONA, ALLSOPP e HUTCHINGS, 1999)

Para situações sob baixa carga e/ou alta concentração de partículas abrasivas o que ocorre é o modo de desgaste a três corpos. A Figura 11 exibe uma micrografia de uma superfície em que ocorreu o desgaste a três corpos. Como as partículas não estão presas a uma das superfícies, elas podem girar entre as duas superfícies e produzem uma superfície altamente deformada e multiplamente indentada sem evidência de direção do desgaste (TREZONA, ALLSOPP e HUTCHINGS, 1999).

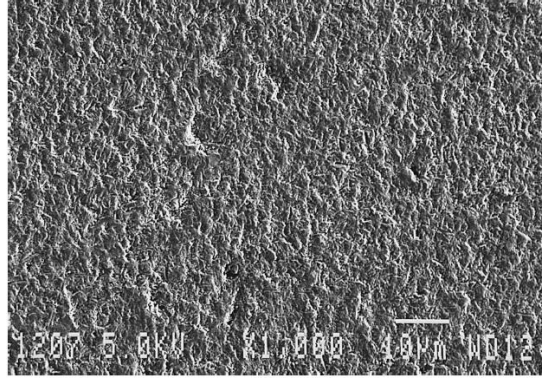


Figura 11 - Degaste abrasivo a três corpos (TREZONA, ALLSOPP e HUTCHINGS, 1999)

3.3.2 Modelos analíticos de desgaste

Um dos modelos mais simples e antigos utilizado para caracterizar o desgaste abrasivo consiste em um indentador cônico sendo deslizado sobre uma superfície, como mostrado na Figura 12. Nesse modelo, supõe-se que todo material ao longo do percurso do indentador foi removido, porém sabe-se que essa suposição é simplificadora e inexata.

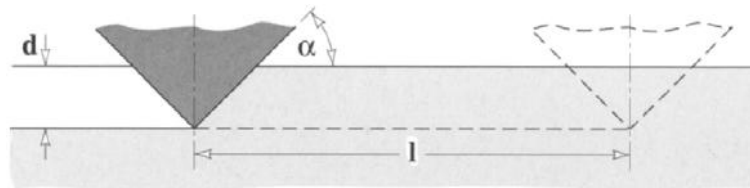


Figura 12 - Modelo de desgaste abrasivo de partícula única

Esse modelo foi apresentado por (RABINOWICZ, DUNN e RUSSELL, 1961) e possui as seguintes formulações:

$$W_p = 0,5 \cdot \pi \cdot (d \cdot \cot(\alpha))^2 H \quad (5)$$

em que W_p é a carga individual na partícula, N; d é a profundidade da indentação, m; α é o ângulo de inclinação do cone; e H é tensão de escoamento do material sob indentação ou dureza, Pa.

O volume de material, em m^3 , removido pode ser aproximado por

$$V_p = ld^2 \cot(\alpha) \quad (6)$$

onde, $d^2 \cot \alpha$ é a área da seção transversal da indentação e l a distância percorrida pelo indentador, m. Se o termo d da equação (5) for substituído na equação (6), tem-se uma expressão que relaciona o volume de material desgastado em termos da carga aplicada à partícula, do formato da partícula e a distância de deslizamento:

$$V_p = \frac{2l \tan(\alpha) W_p}{\pi H} \quad (7)$$

Dessa maneira, o volume total removido é

$$V_{total} = \frac{2l \tan(\alpha) W_{total}}{\pi H} \quad (8)$$

Na equação anterior, ao chamar $K=2 \tan(\alpha)/\pi$, tem-se a equação de desgaste proposta por (ARCHARD e HIRST, 1956):

$$V_d = Kl \frac{W}{H} \quad (9)$$

O termo K , também chamado de coeficiente de desgaste, mede a severidade do desgaste, ou seja, quanto maior o valor de K maior será a taxa de desgaste. Esse valor é adimensional e é sempre menor que 1. Para o desgaste abrasivo por riscamento, o valor de K varia entre $0,5 \cdot 10^{-3}$ e $5 \cdot 10^{-3}$, aproximadamente (HUTCHINGS, 1992). A equação de Archard (9) é o modelo mais simples e um dos mais utilizados para cálculo do volume removido. O coeficiente de desgaste depende da forma, do tamanho, tipo e distribuição das partículas abrasivas, das propriedades do material a ser desgastado e do modo de interação entre as partículas e o material (ZUM GAHR, 1987).

Esse modo de previsão de desgaste, Eq. (9), é considerado como limite superior da perda de material devido ao desgaste para materiais metálicos puros ou suas ligas. O desgaste em materiais frágeis pode ser maior devido ao processo de arrancamento de material, como mostrado na Figura 8-(d) (ZUM GAHR, 1987).

Outros métodos foram desenvolvidos para o cálculo do desgaste abrasivo. Um deles, mais elaborado que o anterior, desenvolvido por (ZUM GAHR, 1987), (ZUM GAHR, 1988), considera o volume de material deslocado lateralmente devido ao deslizamento de um abrasivo no desgaste a dois corpos. Uma ilustração desse modelo é exibida na Figura 13. Um termo importante nesse modelo é o fator f_{ab} . Esse fator, Eq. (10), representa uma função da capacidade de deformação do material (A_1 , A_2 e A_v são as áreas das regiões indicadas na Figura 13). Caso $f_{ab}=0$, o material é extremamente dúctil e, idealmente, ocorre total penetração do abrasivo no

material, deformando-o; se $f_{ab}=1$, ocorre o processo de microcorte ideal do material; se $f_{ab}>1$, o material é considerado frágil e ocorrerão microfraturas e, conseqüentemente, poderá haver a remoção de material.

O termo f_{ab} guarda uma relação direta com a dureza do material, tendo em vista que ele é geralmente obtido com riscamento de um indentador de diamante. Não serão apresentadas as formulações matemáticas detalhadas que descrevem esse modelo, entretanto essas podem ser encontradas em (ZUM GAHR, 1987), (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005) e (ZUM GAHR, 1988).

$$f_{ab} = \frac{A_V - (A_1 + A_2)}{A_V} \quad (10)$$

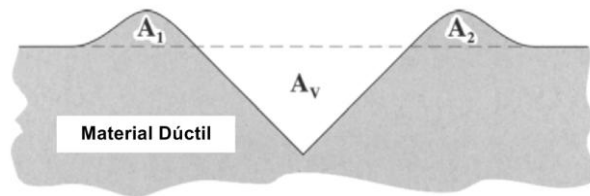


Figura 13 - Modelo de remoção de material e deslocamento dúctil no desgaste abrasivo a dois corpos (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)

Para o caso em que será avaliado nesse trabalho, utiliza-se uma metodologia diferente dos modelos anteriores de cálculo para desgaste, entretanto os conceitos são os mesmos. A metodologia de ensaio e cálculo, que será apresentada na próxima seção, permite que o teste de rotação de uma esfera, também utilizada para medição da espessura de revestimento superficial, possa ser utilizada como teste micro-abrasivo (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1994). Com esse teste é possível medir a resistência ao desgaste de revestimentos superficiais finos, com avaliação simultânea da resistência ao desgaste do material base.

O ensaio de desgaste abrasivo, aplicado em filmes finos, teve um progresso significativo em 1991, quando Kassman utilizou um “*dimple grinder*” (Figura 14) determinando, pela primeira vez, os coeficientes de desgaste do revestimento e do substrato de forma independente (FRANCO, 2009).

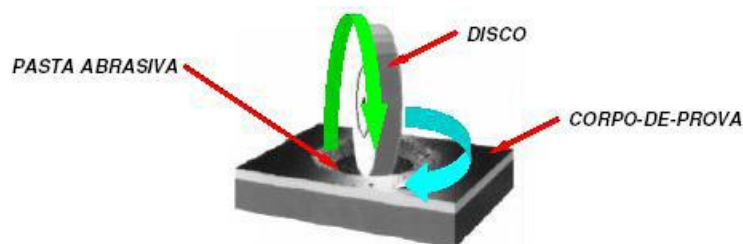


Figura 14 - *Dimple grinder*

Em 1996, foi desenvolvido o ensaio de micro-abrasão por esfera rotativa. A finalidade dessa nova configuração era apenas medir a espessura de revestimentos. Entretanto, atualmente, pelo potencial do ensaio, o mesmo é aplicado em pesquisas envolvendo desgaste abrasivo de materiais metálicos e não metálicos, sob várias condições de ensaio. Atualmente, não há nenhuma norma que rege esse tipo de ensaio. Porém, alguns laboratórios europeus estão tentando normalizar o mesmo (FRANCO, 2009) e, além disso, há inúmeros trabalhos sobre o assunto.

3.3.3 Ensaio de desgaste por esfera rotativa

O ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa (“*ball-cratering abrasion test*” ou “*micro-scale abrasive wear test*”) é um teste bastante difundido no meio acadêmico, embora tenha surgido no setor produtivo. O mesmo consiste no desgaste gerado em um corpo-de-prova, por uma esfera e por partículas abrasivas (GOBBI, 2008).

Segundo pesquisa disponível (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1994), o uso controlado da rotação de um contra-corpo rotativo para geração de crateras de desgaste por três corpos surgiu em 1956, com (HAPP e SHOCKLEY, 1956), em pesquisa realizada com a rotação de um cilindro para gerar um perfil de profundidade das camadas em silício. Essa técnica foi aperfeiçoada por (MCDONALD e GOETZBERGER, 1962), em que mostraram que a espessura da camada de revestimento pode ser determinada a partir da medição ótica da marca de desgaste. A utilização da esfera como contra-corpo foi utilizada primeiramente em (THOMPSON, HINTERMANN e CHOLLET, 1979). Eles utilizaram a rotação de uma esfera revestida com uma pasta padrão de diamante para polimento, para preparar algumas amostras para determinação do perfil de profundidade. Na região desgastada foi formada uma calota esférica. Atualmente, o ensaio de desgaste por esfera rotativa é comumente utilizado para medições de desgaste e profundidade de camadas de revestimentos.

Existem duas configurações de equipamentos para o ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa: i) com esfera fixa e ii) com esfera livre. No ensaio de desgaste com esfera fixa, Figura 15, é aplicada uma força normal F_N definida pelo usuário. Ao lado da esfera de ensaio está o corpo de prova. O contato e o movimento relativo entre esses dois elementos produzem uma força tangencial F_T (força de atrito). Com essa configuração é possível controlar, também, a rotação da esfera r_{esf} , a distância de deslizamento entre a esfera e a amostra S , a concentração e a vazão da pasta abrasiva (FRANCO, 2009).

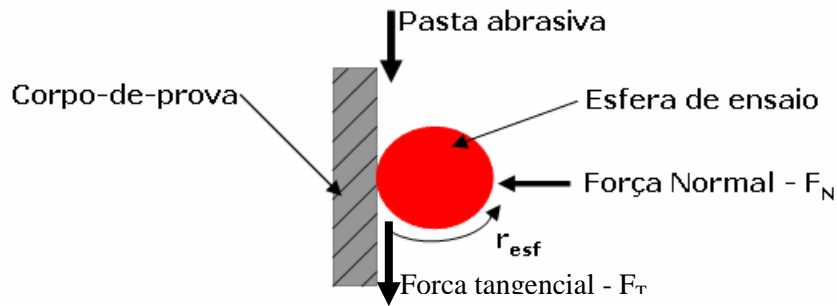


Figura 15 - Desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa fixa (GOBBI, 2008)

Já no ensaio de desgaste por esfera rotativa livre, a força normal é definida pelo próprio peso da esfera e sua rotação é provida pelo contato com um eixo ligado a um motor elétrico, como exibido na Figura 16 (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1994).

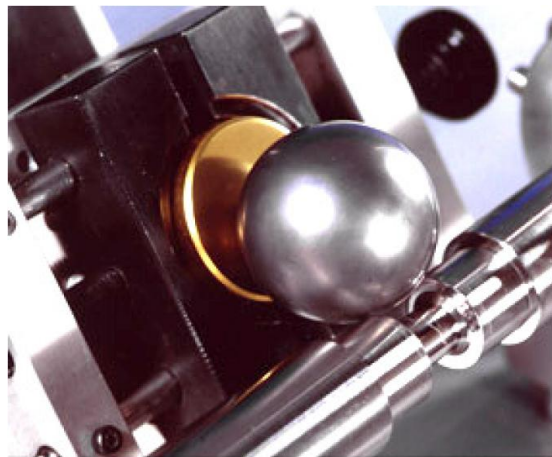


Figura 16 - Desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa livre

Nesse método, utiliza-se uma esfera de raio R que gira sobre o material de ensaio com uma camada de pasta abrasiva. Assume-se que a geometria da marca do desgaste no corpo de prova reproduz a forma geométrica da esfera de teste. Com isso, o volume desgastado é medido pelo diâmetro da calota esférica produzida ou pela sua profundidade. Dessa maneira, o volume removido V , pode ser relacionado com a distância percorrida pela esfera S e a força normal do ensaio F_N , por um modelo simples e equivalente ao modelo de Archard (TREZONA e HUTCHINGS, 1999)

$$V = \kappa S F_N \quad (11)$$

em que κ é o coeficiente de desgaste ou taxa específica de desgaste, medidas dadas em $[\text{m}^3(\text{Nm})^{-1}]$. A resistência ao desgaste é definida como κ^{-1} e sua unidade é $[(\text{Nm})\text{m}^{-3}]$.

O cálculo do volume da calota resultante do desgaste e, conseqüentemente, o volume removido no processo é feito pela equação abaixo

$$V \approx \frac{\pi b^4}{32\phi_{esf}}, \quad b \ll R \quad (12)$$

em que b é o diâmetro da calota esférica na superfície do corpo de prova. Esse método pode ser expandido para superfícies com revestimentos, em que o cálculo do desgaste é feito conjuntamente (TREZONA e HUTCHINGS, 1999), como descrito em (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1994).

Já para o cálculo da distância percorrida, utiliza-se a equação, detalhadamente desenvolvida em (GOBBI, 2008):

$$S = \frac{2\pi R n \phi_{esf}}{\sqrt{\phi_{esf}^2 - c^2}} \quad (13)$$

onde R é o raio do eixo, m; n é a rotação do eixo, ϕ_{esf} é o diâmetro da esfera, m; c é a metade do comprimento do rebaixo do eixo em que a esfera é apoiada.

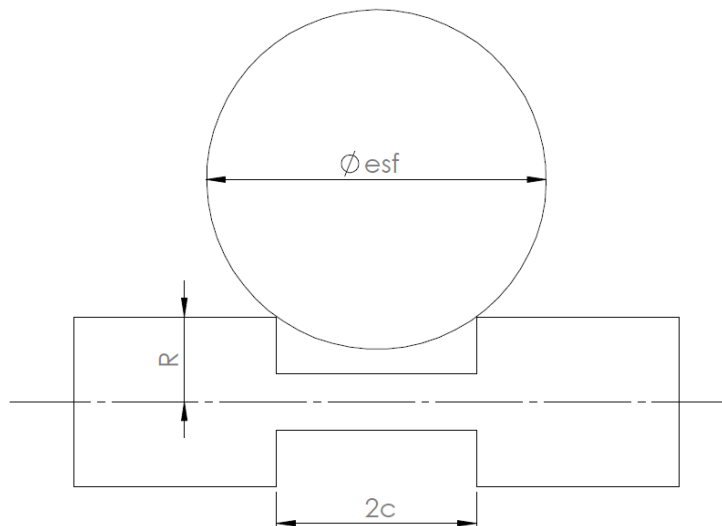


Figura 17 - Desenho esquemático de esfera rotativa livre e suas dimensões

O coeficiente de desgaste pode ser encontrado diretamente ao isolar o termo κ na equação (10) e substituir as equações (11) e (12). Esse rearranjo fica da seguinte maneira:

$$\kappa = \frac{\pi b^4}{32 \phi_{esf} S F_N} \quad (14)$$

Os ensaios de desgaste devem ser feitos com esferas previamente desgastadas. Para isso, uma outra amostra de aço, preferencialmente, deve ser utilizada para a preparação da superfície da esfera, caso essa não tenha sido utilizada anteriormente. Estudos (TREZONA e HUTCHINGS, 1999) comprovam melhores desempenhos nos ensaios de desgaste com a utilização de esferas previamente preparadas. O uso de esferas novas pode levar à formação de *ridges*, que são áreas não desgastadas paralelas à direção de desgaste, Figura 18. Esse efeito não é desejável, pois o volume calculado em função da calota esférica não corresponde ao volume desgastado, levando à não repetibilidade dos coeficientes de desgastes. Segundo os autores, esse fenômeno ocorre devido à não penetração total do abrasivo na região de desgaste, sendo deslocado para as regiões laterais, conforme ilustrado na Figura 19.

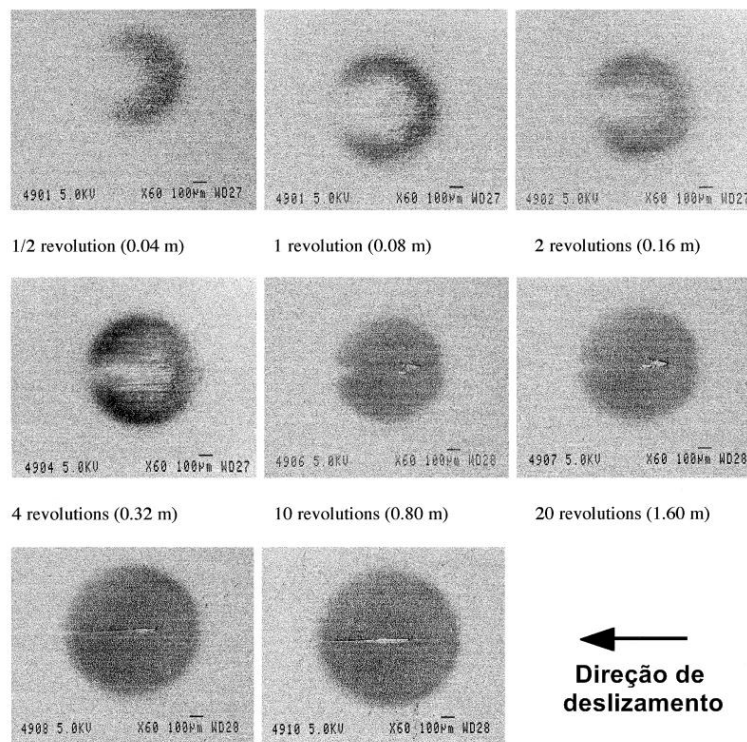


Figura 18 - Formação de *ridges* (regiões não desgastadas) (TREZONA e HUTCHINGS, 1999)

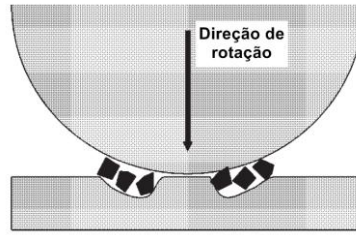
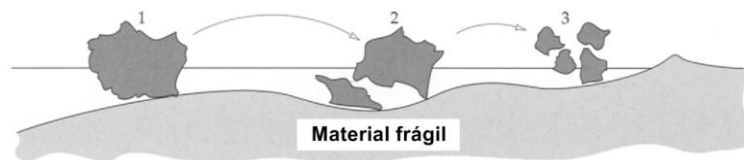


Figura 19 - Deslocamento lateral do abrasivo em ridges (ALLSOPP, TREZONA e HUTCHINGS, 1998)

3.3.4 Partículas abrasivas

As partículas abrasivas exercem grande influência no processo de desgaste. O desgaste causado por partículas abrasivas depende do tamanho, forma, dureza, tenacidade, pressão de contato, velocidade de deslizamento, etc. (STACHOWIAK e STACHOWIAK, 2001).

Suas características de forma, dureza e fragilidade são extremamente necessárias para que se possa caracterizar e compreender melhor o desgaste nos componentes estudados. Quanto mais frágil for a partícula, mais ela se quebrará em partículas menores, o que diminuirá o desgaste. Se as partículas forem tenazes e, não quebrarem para formar novas arestas de corte necessárias para causar um desgaste rápido, as faces cortantes das partículas irão, gradualmente, tornar-se arredondadas e a capacidade de desgaste das partículas irá diminuir (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005). Esses dois efeitos são ilustrados na Figura 20.



(a)



(b)

Figura 20 - a) Partícula abrasiva frágil; b) Partícula abrasiva tenaz (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005)

Em relação ao tamanho, as partículas são definidas pelo diâmetro da menor esfera que é capaz circunscrevê-las. Essa é uma característica importante avaliada por diversos autores.

Como exemplo, (LARSEN-BADSE, 1972) realizou uma série de testes com lixas de papel (granos de 600 a 60) sobre pastilhas de cobre. De acordo com seus resultados, comprovou-se o esperado, que as lixas com partículas maiores (grana 60 e 120) impuseram uma taxa de desgaste superior as de menores partículas. As partículas abrasivas responsáveis pela maioria do desgaste abrasivo está entre 5 e 500 μm (SASADA, OIKE e EMORI, 1984).

Além do tamanho, as partículas podem ser avaliadas de acordo com as características das arestas, ou quão pontiagudas são as partículas, do inglês "*spike parameter*". A descrição detalhada de como proceder nos cálculos desse parâmetro pode ser encontrada em (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005) e (THAKARE, WHARTON, *et al.*, 2012). Quanto à forma das partículas abrasivas, podem ser encontradas configurações e modelos dependendo do tipo, tamanho e composição dessas partículas, como ilustradas na Figura 21.

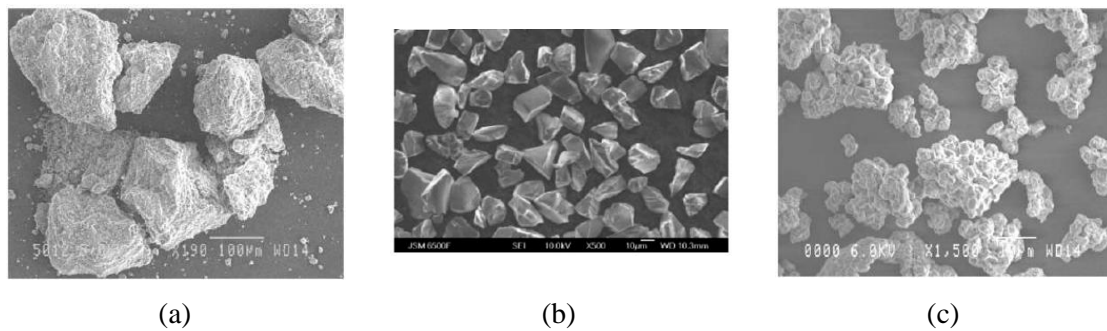


Figura 21 - a) Sílica em blocos, $\approx 152\mu\text{m}$ [32]; b) SiC, $\approx 17,5\mu\text{m}$ [30]; c) Sílica facetada, $\approx 14,62\mu\text{m}$ (KELLY e HUTCHINGS, 2001)

Em relação ao tamanho das partículas abrasivas, estudos mostraram que existe um tamanho crítico de partícula em que a taxa de desgaste torna-se constante ou praticamente constante, ou seja, atinge um regime permanente. Isso pode ser visto em gráficos de desgaste por tamanho, Figura 22, de partículas obtidos em (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005), (LARSEN-BADSE, 1972), (SASADA, OIKE e EMORI, 1984).

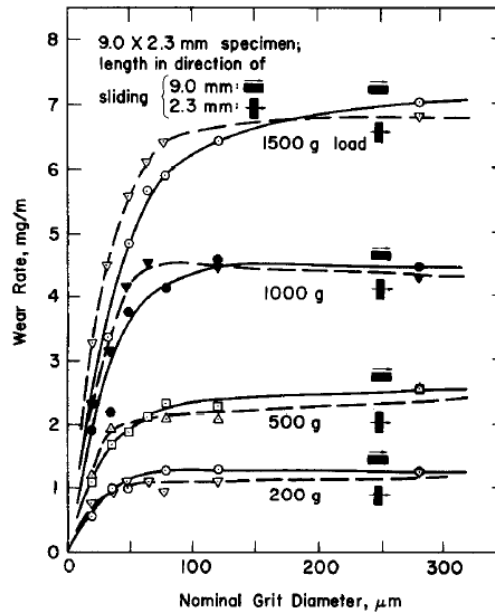


Figura 22 - Taxa de desgaste vs diâmetro de abrasivo (LARSEN-BADSE, 1972)

3.4 RESISTÊNCIA À ABRASÃO DOS AÇOS

A resistência à abrasão dos aços sofre influência de um conjunto de propriedades mecânicas dos materiais. Dentre elas, podem ser citadas: Dureza, Tenacidade à Fratura, Ductilidade, Endurecimento e outros (ZUM GAHR, 1987). O comportamento do desgaste abrasivo é considerado dependente do comportamento de deformação do material, que por sua vez é função da dureza do material, da ductilidade das características de fratura (MODI e MONDAL, 2003).

3.4.1 Dureza

A dureza é uma medida da resistência de um material à deformação plástica local. É um método de ensaio amplamente utilizado por ser simples, de baixo custo e não destrutivo. Em geral, a dureza é considerada uma das características mais importantes em relação ao desgaste.

O desgaste abrasivo possui uma dependência direta da relação de dureza entre a partícula abrasiva e a superfície a ser desgastada. Um abrasivo mineral é dito duro se sua dureza for superior em 20% à dureza da superfície já desgastada ou 50% de uma superfície virgem (ZUM GAHR, 1987). Quando um material abrasivo é de menor dureza em relação à superfície de desgaste, não é capaz de penetrar na superfície (indentar), com isso o processo de desgaste se modifica de abrasivo para adesivo ou para fadiga de contato.

A Figura 23 apresenta a resistência ao desgaste abrasivo em função da dureza de alguns materiais testados por (ZUM GAHR, 1987). Pode ser observado que a resistência ao desgaste aumenta com o aumento da dureza do material ensaiado.

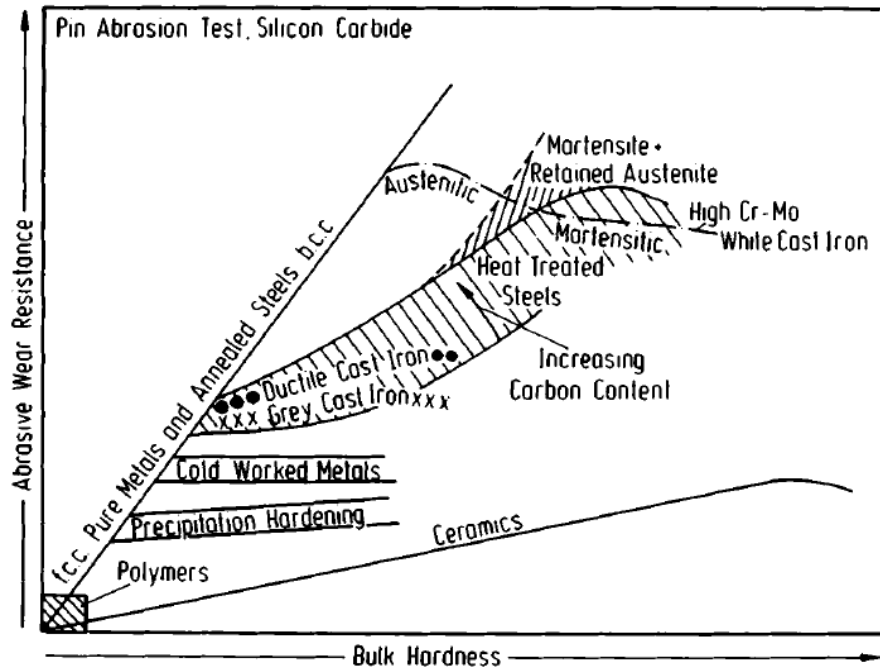


Figura 23 - Gráfico da Resistência ao Desgaste vs Dureza do Material (ZUM GAHR, 1987)

Na Figura 23, pode-se observar algumas tendências como para uma mesma dureza, aços com maior teor de carbono possuem maior resistência ao desgaste. Materiais cerâmicos possuem resistência ao desgaste menor do que materiais puros ou recozidos. E que polímeros possuem baixa resistência ao desgaste. Sabe-se, também, que mesmo sendo um importante indicador de resistência ao desgaste ao se comparar materiais, a dureza por si só não é capaz de prever completamente qual o comportamento do material a ser utilizado.

Durante a abrasão, a superfície do material é deformada plasticamente pelas partículas abrasivas, isso resulta em um endurecimento da superfície pelo processo de endurecimento por trabalho mecânico, ou encruamento. Com isso, a dureza da superfície deformada determina a profundidade de penetração das partículas abrasivas que, por sua vez, determinam as dimensões das ranhuras do desgaste.

O endurecimento durante o desgaste ocorre independentemente se houve, ou não, a pré-deformação do material. Essa pré-deformação do material tem pouca, ou nenhuma, vantagem na resistência à abrasão, uma vez que a capacidade de deformação durante o desgaste diminui com o aumento da pré-deformação do material, com isso o valor de f_{ab} , equação (10), aumenta. Esse

comportamento pode ser visto na Figura 24, em que mostra o valor de f_{ab} aumentando em função da dureza do material.

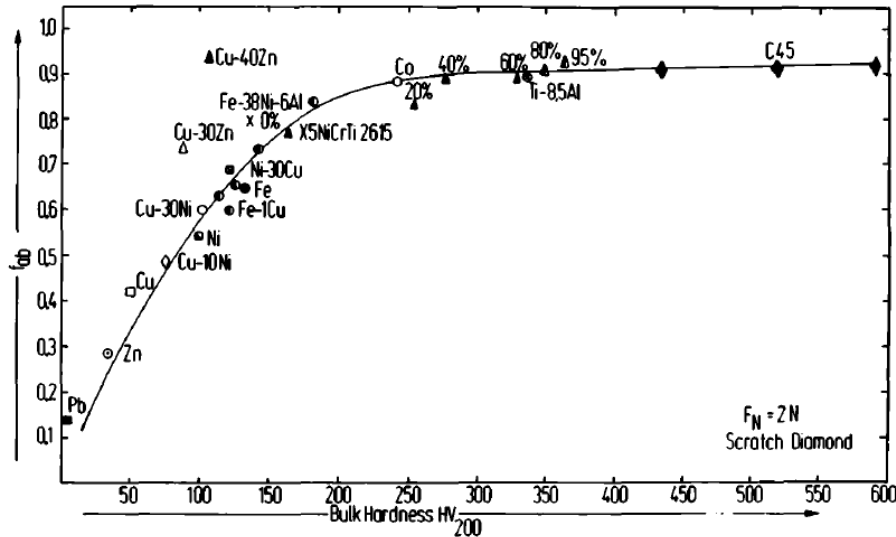


Figura 24 - f_{ab} em função da dureza, (ZUM GAHR, 1987)

3.4.2 Tenacidade à Fratura

A tenacidade à fratura, K_{IC} , é outro importante fator de determinação do desgaste abrasivo para materiais cerâmicos e alguns ferros fundidos (ASM METALS, 1992). A tenacidade à fratura é a resistência à fratura frágil na presença de trincas (DOWLING, 2007). A influência desse parâmetro na resistência ao desgaste ocorre quando há presença de microtrincas ou microfraturas, Figura 8-(b), além da presença de outras formas de desgaste, como microcorte.

A microfratura ocorre com valores de carga de contato acima de um valor crítico, que também podem ser expressadas por um valor crítico de penetração das partículas abrasivas (ZUM GAHR, 1987). A resistência ao desgaste possui uma curva característica em relação à tenacidade à fratura, como pode ser visto na Figura 25.

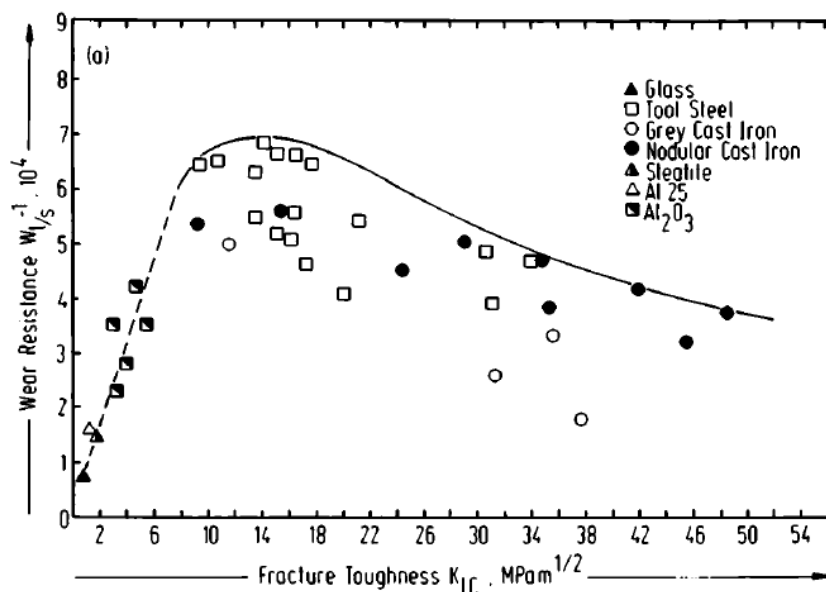


Figura 25 - Resistência ao desgaste vs Tenacidade à fratura (ZUM GAHR, 1987)

Observa-se na Figura 25 um valor máximo da resistência ao desgaste por volta de $K_{IC} = 14 \text{ MPa.m}^{1/2}$. No lado direito do pico de resistência ao desgaste, tem-se a tendência de perda de material devido ao microcorte e à penetração de partículas e, somente no lado esquerdo, a resistência ao desgaste é dependente da tenacidade à fratura (ZUM GAHR, 1987).

Hornbogen desenvolveu um modelo qualitativo em que avalia a influência da tenacidade à fratura no desgaste (HORNBOGEN, 1975). Nesse modelo, utiliza-se uma modificação do modelo de Archard, em que relaciona o coeficiente de desgaste com a deformação plástica da interação com as asperidades e a deformação crítica para a propagação de trincas no material. Dentre suas conclusões, observa-se que o endurecimento da superfície devido ao contato com as partículas abrasivas diminui a área de interação e esse efeito é compensado pelo aumento da probabilidade do crescimento de trincas devido à redução da tenacidade à fratura. Somente se a tenacidade à fratura diminuir relativamente mais do que a dureza aumentar, a resistência ao desgaste diminui com a dureza.

3.4.3 Endurecimento em trabalho (encruamento) e ductilidade

O endurecimento superficial durante o trabalho a frio ou encruamento, ocorre devido às deformações plásticas que a superfície do material a ser desgastado está sujeita durante o processo de desgaste. Esse endurecimento influencia tanto a profundidade do riscamento da superfície pelas partículas abrasivas, quanto a razão entre microcorte e deslocamento lateral de material devido à partícula (ZUM GAHR, 1987).

O endurecimento em trabalho da superfície devido à abrasão é medido pela razão entre a dureza da superfície desgastada e a dureza da superfície não desgastada. Uma das consequências do endurecimento é a diminuição da largura dos riscamentos da superfície e do valor de f_{ab} . De acordo com (ZUM GAHR, 1987), alguns estudos apontam que a resistência ao desgaste pode ser melhor relacionada com a maior dureza da superfície deformada, do que com a dureza da superfície virgem.

Uma característica importante é que não necessariamente uma superfície desgastada irá sofrer o processo de endurecimento, que ocorre devido à generalização de micro-deslocamentos de material da superfície. Outro fenômeno que pode ocorrer é justamente o contrário, o material pode se tornar mais macio. Isso ocorre devido à recuperação ou recristalização em alguns materiais, em geral materiais com ponto de fusão relativamente baixos. A recuperação ou recristalização dinâmica de materiais durante a abrasão pode melhorar substancialmente a sua capacidade de deformação, o que resulta em valores baixos de f_{ab} . Por outro lado, a falta de encruamento aumenta a largura e a profundidade das ranhuras no desgaste (ZUM GAHR, 1987).

A ductilidade ou, capacidade de deformação, afeta fortemente a razão entre microcorte e micro-deslocamento de material, ou seja, o f_{ab} . Essa razão diminui com o aumento da ductilidade. Essa propriedade é mais importante no desgaste de materiais mais duros e mais frágeis. A ductilidade influencia a transição entre os processos de desgaste de microcorte para microfratura, ou microtrincas (ZUM GAHR, 1987).

A importância das capacidades de encruamento e de deformação durante o desgaste abrasivo depende das propriedades dos sistemas tribológicos.

3.4.4 Elementos microestruturais

As influências dos elementos microestruturais na resistência ao desgaste são de grande importância. Inclusões devido a processos de fusão, endurecimento por fases secundárias, defeitos cristalinos e anisotropia microestrutural influenciam no processo de desgaste (ZUM GAHR, 1987).

As inclusões são compostos não metálicos formados por óxidos, silicatos, aluminatos e sulfetos. A quantidade desses componentes depende do processo de fabricação e de refino do material. A adição de partículas não metálicas pode aumentar a resistência à abrasão de materiais mais macios (ZUM GAHR, 1987).

O endurecimento por fases secundárias, como precipitados de compostos intermetálicos, carbeto, dentre outros, são muito importantes para o aumento de resistência de materiais. Esses precipitados aumentam, principalmente, a tensão de escoamento e a dureza dos materiais. Entretanto, segundo dados exibidos em (ZUM GAHR, 1987) e na Figura 26, um pequeno incremento de dureza gera um grande aumento na resistência ao desgaste em relação à linha de materiais puros e pouca diferença no desgaste nas ligas envelhecidas desses respectivos materiais. Além disso, comparado a outras técnicas de endurecimento, os precipitados resultam em pequenas melhorias em relação ao desgaste.

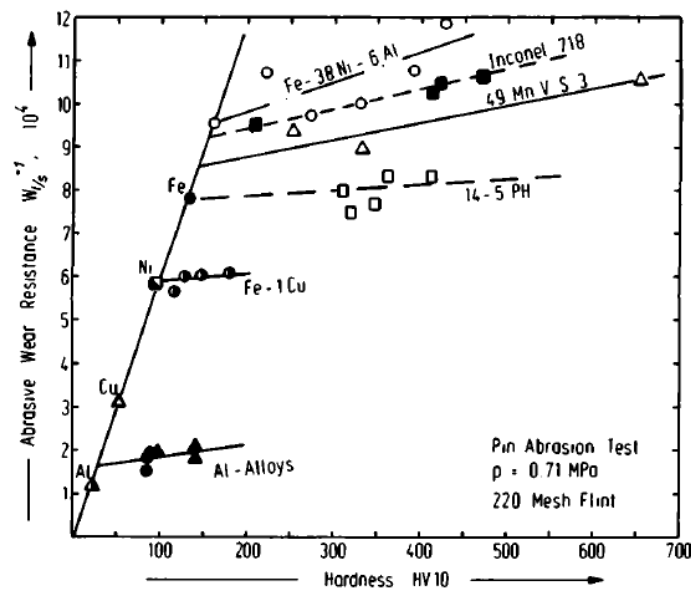


Figura 26 - Resistência ao desgaste abrasivo de metais puros e envelhecidos vs dureza do material (ZUM GAHR, 1987)

Os carbeto exercem grande influência na resistência ao desgaste de materiais, tanto que a maioria dos materiais utilizados em sistemas sujeitos ao desgaste os possuem em grandes quantidades. Em geral, as principais características dos carbeto que influenciam na resistência ao desgaste são o tamanho, a forma e a ligação desses com a matriz.

Carbeto de tamanho reduzido, menores que a largura ou a profundidade das ranhuras do desgaste, não possuem tanta influência na resistência ao desgaste, tendo em vista que são mais facilmente arrancados da matriz pelos abrasivos. Quando os carbeto grandes o suficiente para serem maiores que as espessura ou profundidade das ranhuras, ocorre o contrário. Esses materiais funcionam como barreiras, suportando parte da carga imposta pelas partículas abrasivas e impedindo que o desgaste seja contínuo.

Em relação à microestrutura da matriz, a resistência ao desgaste em ligas ferrosas aumenta com o aumento da quantidade de carbono. Isso pode ser causado por efeitos como o

aumento da capacidade de encruamento da austenita, o aumento da dureza da martensita, o aumento da quantidade de carbeto ou pelo aumento de perlita ou martensita em aços hipoeutetóides devido ao aumento de carbono (ZUM GAHR, 1987).

Existe uma série de tratamentos térmicos, termoquímicos e mecânicos que trabalham diretamente nos aspectos tratados nesse subtema, como nitretação, cementação, criogenia e outros. Alguns desses tratamentos serão utilizados nesse trabalho para avaliação de suas influências em relação à resistência ao desgaste.

A Figura 27 apresenta em forma de um gráfico um resumo da relação da resistência à abrasão (ASM METALS, 1992).

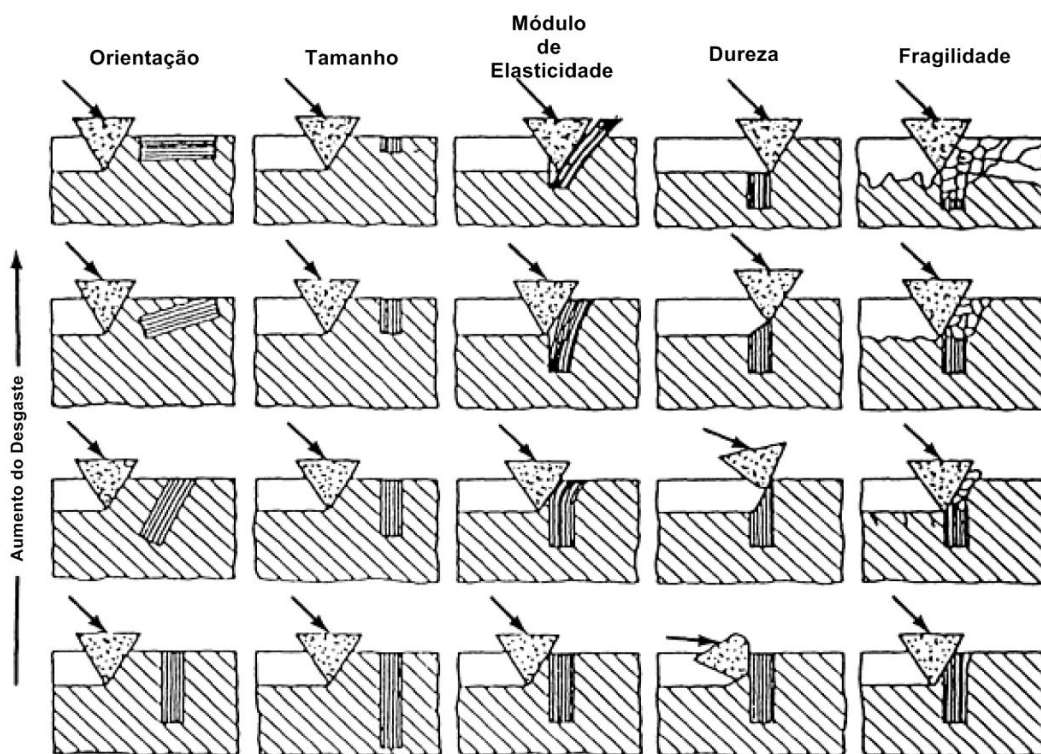


Figura 27 - Gráfico resumo das influências do material em relação ao desgaste abrasivo (ASM METALS, 1992)

3.5 DESGASTE ADESIVO

O desgaste adesivo é um mecanismo de desgaste muito presente em componentes sujeitos ao contato. De acordo com dados apresentados em (EYRE, 1978), o desgaste adesivo é o segundo tipo de desgaste que ocorre com mais frequência com 15%, ficando atrás apenas do desgaste abrasivo com 50%.

O desgaste adesivo ocorre quando superfícies deslizam uma contra a outra e a pressão de contato entre as asperidades é alta o suficiente para causar deformação plástica e adesão

(EYRE, 1978). Conforme (HURRICKS, 1973), adesão ou desgaste adesivo, comumente descrito como desgaste severo, é o ponto inicial para o desenvolvimento do processo de desgaste entre duas superfícies. É o processo que duas superfícies virgens se aderem mecanicamente e é identificado pelo cisalhamento, ou arrancamento, ou pela transferência de material, que também podem produzir detritos. Além de detritos, que podem se transformar em partículas de desgaste, a forte adesão entre as superfícies aumenta a força de atrito (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).

A adesão entre as superfícies é favorecida por superfícies limpas, sem oxidação e por compatibilidade química e estrutural (EYRE, 1978). Entretanto, ela pode ser reduzida pelo aumento da rugosidade das superfícies ou pelo aumento da dureza (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).

Para metais, a adesão ocorre pela geração de forças de atração nos pontos de contato das rugosidades das superfícies, em geral, essas forças são de caráter covalente, iônico, metálico ou forças de Van der Waals (ZUM GAHR, 1987). As maiores taxas de adesão ocorrem entre metais idênticos, enquanto combinações bimetálicas exibem fraca adesão e, conseqüentemente, menor atrito. Materiais heterogêneos, como aços e ferros fundidos, frequentemente, mostram adesão moderada por causa da interferência das inclusões e das fases não metálicas presentes na microestrutura (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).

A abrasão costuma ocorrer em máquinas que possuem mecanismos de deslizamento como ferramentas de estamparia, cames, êmbolos, engrenagens, rolamentos secos ou lubrificados e ferramentas de corte.

4 TRATAMENTO CRIOGÊNICO

No Capítulo 4 é apresentada a descrição do tratamento criogênico, suas influências e alguns estudos sobre sua utilização em aços.

4.1 TRATAMENTO A FRIO

As primeiras tentativas de realizar o tratamento térmico a uma temperatura inferior a 0 °C começaram a ser investigadas no começo do século XX (BALDISSERA e DELPRETE, 2008). Atualmente, o tratamento a frio é bastante aceito e utilizado na metalurgia como um tratamento suplementar que aumenta a transformação de austenita em martensita. Práticas comuns identificam que a temperatura ótima para esse tratamento é de -84 °C. Vários estudos recentes utilizam o chamado *Deep Cryogenic Treatment* (DCT) em que se utilizam temperaturas da ordem de -190 °C para melhorar algumas propriedades mecânicas de certos materiais. (AMS METALS HANDBOOK - HEAT TREATING, 1991)

O endurecimento de aços por transformação martensítica ocorre no processo de têmpera. Do ponto de vista prático, uma transformação de 100% da austenita em martensita dificilmente ocorrerá. Os tratamentos criogênicos são úteis para aumentar a porcentagem dessa transformação e, conseqüentemente, aumentar as propriedades dos aços endurecidos. Em geral, na maioria dos aços a transformação martensítica já está completa em temperatura ambiente, mas há casos em que o ponto final da transformação pode estar abaixo da temperatura ambiente (AMS METALS HANDBOOK - HEAT TREATING, 1991).

O tratamento a frio é também utilizado para aumentar a resistência ao desgaste de materiais como aços ferramentas, aços inoxidáveis martensíticos de alto carbono e aços cementados utilizados em aplicações em que a presença de austenita retida resulta em desgaste excessivo (AMS METALS HANDBOOK - HEAT TREATING, 1991).

4.1.1 Vantagens do tratamento a frio

Ao contrário do tratamento à quente, que requer o controle preciso da temperatura para que não ocorra mudança de fase não desejada, o tratamento a frio depende somente de atingir a temperatura de -84 °C e isso não é afetado por temperaturas inferiores. A transformação ocorrerá a essa temperatura e se for resfriado mais, não atrapalhará o processo. Após resfriado, exposição adicional não terá efeitos adversos. Entretanto, quando aquecido, a relação tempo-

temperatura é fundamental para que o processo ocorra da maneira planejada. Além disso, a taxa de aquecimento do material à temperatura ambiente não é crítica, desde que seja mantida uniforme (AMS METALS HANDBOOK - HEAT TREATING, 1991).

4.2 TRATAMENTO CRIOGÊNICO

O básico do tratamento criogênico consiste em um resfriamento gradual do componente até uma temperatura definida, mantê-lo nessa temperatura por um determinado período e, progressivamente, deixar o material à temperatura ambiente. O objetivo desse tratamento é aumentar propriedades mecânicas, tipicamente dureza e resistência ao desgaste (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

A Figura 28 apresenta um gráfico Temperatura [K] versus Tempo [h] típico do tratamento criogênico, em que mostra as três distintas fases do processo. Primeiramente, ocorre a fase de resfriamento que varia bastante para cada material, como exemplo de 0,3 K/min para o aço ferramenta AISI M2 H13 (MOLINARI, PELLIZZARI, *et al.*, 2001) e 6 K/min para a liga Cr-Zr-Cu utilizada em eletrodos de solda a ponto (ZHISHENG, PING, *et al.*, 2003).

Posteriormente, tem-se a fase de encharque do material, em que o componente permanece à temperatura do tratamento durante um tempo determinado. Esse tempo também é muito variável e depende do material que está sendo utilizado. O tempo de encharque superior a 36 horas não traz melhoras significativas nos materiais, na maioria dos casos 24 horas são necessárias para se obter bons resultados (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

A fase de aquecimento é a última do processo, e não necessariamente ocorre a uma taxa controlada e pré-determinada, isso porque pouca importância é dada para esse parâmetro. Entretanto, alguns autores sugerem uma hipótese sobre a precipitação de carbeto durante esse processo (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

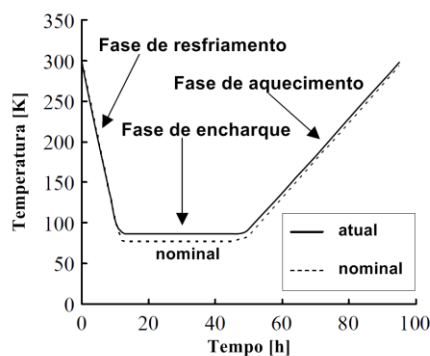


Figura 28 - Gráfico Temperatura-Tempo para tratamento criogênico (BALDISSERA e DELPRETE, 2008)

4.3 EFEITOS DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO NA MICROESTRUTURA DE LIGAS FERROSAS

As melhorias nas propriedades mecânicas em materiais ferrosos mais comumente descritas são a transformação da austenita retida em martensita, precipitação de carbonetos e remoção de tensões residuais dos processos de fabricação. Uma redução de 5,7% para 4,2% em volume da austenita retida foi medida após o tratamento criogênico profundo no aço AISI 4340 (ZHIRAFAR, REZAEIAN e PUGH, 2007). A temperatura alcançada no tratamento a frio já é suficiente para obter esse resultado, assim temperaturas da ordem do tratamento criogênico só são justificáveis se desejado outras melhorias em propriedades mecânicas desses materiais. (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

Em estudos recentes, autores descrevem que a dispersão de carbonetos finos aumentaram a resistência ao desgaste. Meng e Tagashira propuseram que o mecanismo de precipitação é baseado na contração e expansão da estrutura martensítica em diferentes regiões com uma ligeira troca de átomos de carbono, de modo a segregar carbonetos ao longo de faixas ricas em carbono (MENG, TAGASHIRA e SOHMA, 1994). O efeito obtido é o aumento da resistência ao desgaste.

Outro fator importante do tratamento criogênico é a influência na distribuição de tensões residuais. (BENSELY, VENKATESH, *et al.*, 2008) mediram a distribuição de tensão residual no aço EN 353 cementado, em três condições de tratamento: tratamento térmico convencional, tratamento a frio e tratamento criogênico profundo, em amostras temperadas e não temperadas. Eles observaram que as tensões residuais estão intimamente relacionadas com a redução da quantidade de austenita retida e os mecanismos de precipitação de carbonetos finos. Nas amostras não temperadas e criogenicamente tratadas houve um aumento a tensão compressiva residual de -125 MPa para -235 MPa, em razão da redução da austenita retida de 28,1% para 14,9%. Nas amostras temperadas, a tensão residual em amostras criogenicamente tratadas reduziu para -80 MPa, enquanto que nas amostras tratadas convencionalmente por aquecimento aumentou para -150 MPa. Pelos seus resultados é possível inferir que a tensão compressiva residual e a precipitação de carbonetos são concorrentes durante o processo de têmpera (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

4.4 EFEITOS DO TRATAMENTO CRIOGÊNICO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.4.1 Desgaste

Diversos autores concordam sobre a razão da melhoria na resistência ao desgaste com a utilização do tratamento criogênico. O consenso é que a precipitação de carbonetos finos aumenta a resistência e a tenacidade da estrutura martensítica, em vez da redução ou da eliminação da austenita retida durante a solidificação. (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

A Tabela 2 apresenta uma coletânea feita por (BALDISSERA e DELPRETE, 2008), de resultados obtidos por diversos autores.

Tabela 2 - Influência do tratamento criogênico no desgaste (BALDISSERA e DELPRETE, 2008)

First Author, [#]	Material	Test Configuration	Maximum Wear Improvement
da Silva, [15]	AISI M2 tool steel	Pin-on-disk	No significant changes
		Brandsma rapid facing tests	+44% tool life
		Twist drills	+343% tool life (catastrophic failure end-life criterion)
		Shop floor test (special shaper milling cutter)	-22.8% produced parts (appearance of burrs end-life criterion)
Mohan, [39]	AISI M2, T1, D3 tool steel	Pin-on-disk (M2, D3)	+135% wear resistance for M2 +174% wear resistance for D3
		Flank wear (T1, M2, D3)	+110.2% wear resistance for T1 +86.6% wear resistance for M2 +48% wear resistance for D3
Molinari, [17, 18]	AISI M2, H13 tool steel	Pin-on-disk	-51% wear rate for M2 -29% wear rate for H13
Pellizzari, [43]	X155CrMoV12 X110CrMoV8 cold work tool steels	Block-on-disk dry sliding	-42.4% wear rate for X155 -25.3% wear rate for X110
Meng, [3]	Fe-12Cr-Mo-V-1.4C tool steel	Sample-on-wheel	"110% to 600% improvement", p. 206
Meng, [4]	Fe-1.4Cr-1C bearing steel	Sample-on-wheel	-50% wear rate (*)
Bensely, [9]	En 353 carburized steel	Pin-on-disk	+85% wear resistance for SCT +372% wear resistance for DCT

4.4.2 Dureza

Vários testes de dureza após tratamentos criogênicos são reportados na literatura devido a essa propriedade estar relacionada com a resistência ao desgaste. Os métodos mais comuns de ensaios de dureza são o Rockwell e o Vickers, sendo o primeiro um teste de macro dureza e o segundo pode tanto ser macro ou microdureza, dependendo somente do tipo de penetrador utilizado e da carga aplicada.

A dureza de aços ferramenta é muito influenciada pela austenita retida (macia) e nesse caso, como já visto, o tratamento criogênico atua de forma sistemática na sua transformação.

Entretanto, quando comparado com os resultados de desgaste, os resultados de dureza (Tabela 3) indicam que o mecanismo pode ser diferente para diversos materiais. Por exemplo, em (MOLINARI, PELLIZZARI, *et al.*, 1999) um pequeno aumento da dureza (+0,13%) levou a uma queda de 51% na taxa de desgaste para o aço AISI M2 e os autores concluíram que esse aumento na resistência ao desgaste é atribuído ao aumento da dureza. Para um mesmo ensaio para o aço AISI H13 mostrou o aumento de 6,9% na dureza, entretanto houve uma queda de 29% na taxa de desgaste e, de acordo com os autores, o aumento da resistência ao desgaste está correlacionado com a melhoria na tenacidade do tratamento criogênico do material.

Tabela 3- Influência do tratamento criogênico na dureza (BALDISSERA e DELPRETE, 2008)

First Author, [#]	Material	Maximum Hardness Improvement
da Silva, [15]	AISI M2 tool steel	No significant changes
Leskovšek, [13]	AISI M2 tool steel	+5.26% Rockwell-C hardness
Molinari, [17, 18]	AISI M2, H13 tool steels	+8.3% Vickers hardness on M2 +6.9% Rockwell-C hardness on H13
Yun, [16]	AISI M2, T1 tool steels	+2.6% Rockwell-C hardness on M2 +2.8% Rockwell-C hardness on T1
Pellizzari, [43]	AISI H13 tool steel	+6.9% Rockwell-C hardness
Pellizzari, [44]	X155CrMoV12 X110CrMoV8 cold work tool steels	No significant changes on both steels
Gordo, [20]	M3/2 HSS matrix composite with Nb and Ta carbides	+12.35% Rockwell-C hardness
Bensely, [9]	En 353 Carburized steel	+3.48% Vickers hardness

4.4.3 Resistência à Tração e à Flexão

Pouco se tem de informação sobre a resistência à flexão e a resistência à tração na literatura, visto que esses parâmetros são menos importantes do que a dureza e a resistência ao desgaste em aços ferramentas, que são os principais alvos de pesquisa com tratamento criogênico. Além disso, não se espera que as propriedades estáticas sejam fortemente influenciadas pela fração de austenita retida, enquanto em relação ao fortalecimento por precipitação supõe-se que os pequenos precipitados podem ser facilmente contornados pelos altos níveis de tensão na estrutura (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

Resultados publicados sobre aços ferramentas que se referem ao AISI M2 e o T1 indicam um impressionante aumento por volta de 20% e 25% para resistência à flexão, respectivamente (YUN, XIAOPING e HONGSHEN, 1998). Em (KOLLMER, 1999) foi relatado o aumento de 7% a 16% na resistência à tração do aço 4140.

4.4.4 Resistência à Fadiga

O estudo da vida em fadiga dos materiais tem sido um dos principais tópicos em pesquisas relacionado à resistência dos materiais. Todas as mudanças microestruturais anteriormente citadas tem relação com o comportamento do material sob fadiga. Um campo de carbonetos finos ou nano partículas de martensita numa matriz austenítica podem ser mecanismos efetivos no atraso ou bloqueio de movimento de discordâncias em baixas amplitudes de tensão. Por um lado, a precipitação de carbonetos finos devido ao tratamento criogênico pode levar a uma fase de nucleação de trincas prolongada. Entretanto, a fração de austenita retida é dúctil e pode atuar como um supressor da fase de propagação de trincas e sua redução pode ter um efeito negativo na vida em fadiga (BALDISSERA e DELPRETE, 2008).

Na avaliação de vida à fadiga do aço CA6NM, (NASCIMENTO, 2011) constatou que não houve mudança significativa no limite de resistência à fadiga, a diferença encontrada foi de -5%. (ZHIRAFAR, REZAEIAN e PUGH, 2007) publicou resultados que mostram uma pequena melhora no limite de fadiga do aço AISI 4340 submetido ao teste de fadiga rotativa, seus resultados indicam um aumento de 25 a 30 MPa no limite prévio de 600 MPa.

4.4.5 Tenacidade à Fratura

(LESKOVSEK e ULE, 2002) sugeriram que a fração de carbonetos, dimensões e fração de austenita retida tem papel importante na otimização da razão entre dureza e tenacidade de aços rápidos. Os autores utilizaram uma equação empírica proposta por eles, em que utilizam esses três parâmetros para estimar o K_{IC} do material.

Testes de impacto, ou *Charpy*, foram realizados por (MOLINARI, PELLIZZARI, *et al.*, 2001) e (MOLINARI, PELLIZZARI, *et al.*, 1999) e mostraram um aumento de 14% do K_{IC} no aço AISI H13 após duas têmperas e o tratamento criogênico profundo, sem nenhum efeito na dureza (HRc) ou na energia de impacto (antes do tratamento: 46,5 HRc e Energia de Impacto=17,9J; após o tratamento: 46,7HRc e Energia de Impacto=18,1J). Já (YUN, XIAOPING e HONGSHEN, 1998) testaram a tenacidade ao impacto de antes e depois do tratamento criogênico nos aços M2 e T1, obtendo o aumento de 43% e 58%, respectivamente.

5 NITRETAÇÃO

No Capítulo 5 é abordada a influência do tratamento termoquímico de nitretação. Faz um apanhado sobre suas influências em aços, especialmente sobre o comportamento do desgaste dos materiais.

A nitretação é o processo de introdução superficial de nitrogênio no aço, pelo aquecimento desse entre 500 e 570 °C, para formar uma camada dura de nitretos (SILVA e MEI, 2010), em contato com uma atmosfera gasosa de nitrogênio ou em banho de sais de sódio e potássio (CHIAVERINI, 2008).

As principais razões para utilizar a nitretação são:

- Obter alta dureza superficial.
- Melhorar a resistência ao desgaste.
- Melhorar a resistência à fadiga e à corrosão.
- Obter superfície resistente ao amolecimento por aquecimento até temperaturas próximas à de nitretação.

A alta dureza superficial alcançada com nitretação é proporcionada pela formação e precipitação de nitretos e carbonitretos coerentes e semicoerentes, finamente dispersos, que distorcem o reticulado na superfície da peça nitretada. A concentração e o tamanho dos nitretos de elementos de liga do material base é que determinam a dureza obtida na camada nitretada. O nitrogênio em solução sólida também distorce o reticulado aumentando a dureza superficial (ASM METALS HANDBOOK VOLUME 2, 1975).

A camada nitretada é formada por uma zona de compostos e uma zona de difusão. A zona de compostos se localiza no topo da camada, sendo formada basicamente por nitretos e carbonitretos. Essa região é conhecida como camada branca. A zona de difusão começa logo abaixo da zona de compostos, sendo formada devido à difusão do nitrogênio para o interior do metal, podendo apresentar precipitação incoerente de nitretos (GOBBI, 2008).

5.1 PROCESSOS DE NITRETAÇÃO

A nitretação pode ser realizada de três maneiras: em meio líquido, à gás ou iônica (plasma).

5.1.1 Nitretação a gás

A nitretação a gás é o processo mais clássico, consistindo em submeter as peças à ação de um meio gasoso contendo nitrogênio, geralmente obtido da amônia, à determinada temperatura. Nesse processo, a difusão do nitrogênio é muito lenta, de modo que a operação é muito demorada. O tempo de tratamento tem relação direta com o tamanho da camada de difusão (CHIAVERINI, 2008).

Os aços que mais são empregados na nitretação a gás são aqueles que possuem elementos de liga formadores de nitretos estáveis à temperatura de nitretação, como alumínio, cromo e vanádio. Nos aços carbono, em geral, não é feito esse tipo de tratamento, pois forma-se uma camada nitretada fina e quebradiça. (SILVA e MEI, 2010).

A nitretação a gás pode ser realizada de duas maneiras: estágio simples ou estágio duplo. No estágio simples a faixa de temperaturas é de 495 a 525 °C e a proporção de dissociação de amônia varia de 15 a 30%. Nesse caso, essa dissociação é controlada pelo fluxo de amônia na superfície e pela temperatura. Esse processo produz uma camada branca quebradiça na superfície nitretada (AMS METALS HANDBOOK - HEAT TREATING, 1991).

No estágio duplo obtém-se a redução da espessura da camada branca. A temperatura pode ser a mesma do primeiro estágio ou pode ser aumentada até 565 °C, e a proporção de dissociação da amônia é aumentada para 65 a 85% (CHIAVERINI, 2008). O principal propósito do duplo estágio de nitretação é a redução da espessura da camada branca. Exceto pela redução no consumo de amônia por hora, não há vantagem em se utilizar o processo de duplo estágio, a não ser que a quantidade de camada branca produzida no processo de estágio simples não seja tolerável na peça acabada (AMS METALS HANDBOOK - HEAT TREATING, 1991).

5.1.2 Nitretação Líquida

Trata-se de um processo de nitretação relativamente recente, que permite em tempo muito mais curto (duração normal de 2 horas) do que a nitretação convencional (média de 48 a 72 horas), obter superfícies muito mais resistentes ao desgaste, sem tendência de engripamento, de alto limite de fadiga e elevada resistência à corrosão atmosférica. Além disso, ao contrário da nitretação a gás que exige aços especiais para obtenção de melhores resultados, a nitretação líquida pode ser realizada em aços comuns, de baixo teor de carbono, como por exemplo SAE 1015 (CHIAVERINI, 2008).

O aquecimento é feito na mesma faixa de temperatura da nitretação a gás, entre 500 e 570 °C. O tratamento é realizado em banho de cianeto e cianato de sódio ou potássio, com isso

acaba-se adicionando um pouco de carbono à peça (SILVA e MEI, 2010). A desvantagem em relação à nitretação a gás é que a camada nitretada é bem menor, por volta de 0,015mm contra 0,7mm da nitretação a gás. Apesar de não apresentar dureza tão alta e baixa espessura, essa camada possui alta resistência ao desgaste e boa resistência à corrosão (CHIAVERINI, 2008).

De fato, o cianato é o principal responsável pela ação de nitretação. Esse se decompõe liberando carbono e nitrogênio que difundem no ferro. Entretanto, na temperatura de tratamento o nitrogênio é mais ativo, por isso forma-se mais nitretos do que carbonetos. São esse nitretos e carbonetos que formam a camada branca. Maiores detalhes sobre a estrutura e a formação da camada nitretada serão explicados posteriormente.

5.1.3 Nitretação a plasma ou ionetretação

Esse processo de nitretação utiliza descarga elétrica luminescente que introduz nitrogênio nascente na superfície do aço. Em um vaso a vácuo, é criado plasma pela aplicação de um campo elétrico de alta voltagem (entre 500 e 1000V) de modo a excitar o gás e ionizá-lo, resultando num brilho ou na incandescência. Através do plasma, os íons de nitrogênio são acelerados com o objetivo de bombardear a superfície do aço, ocorrendo a absorção do nitrogênio e difusão em direção ao núcleo (ASM METALS - VOL 4, 1991). Esse tratamento pode ser aplicado a diversos tipos de aços carbono, aços de baixa liga, aços ferramentas e inoxidáveis.

Em relação à nitretação gasosa, a nitretação a plasma apresenta um melhor controle da uniformidade e da composição química da camada, além de provocar menor distorção nas peças (SILVA e MEI, 2010).

As peças são tratadas em um forno que apresenta resistências para o aquecimento até a temperatura de nitretação, por volta de 650 °C, antes da descarga elétrica. A atmosfera é controlada e geralmente composta de nitrogênio, hidrogênio e, em alguns casos, pode-se usar também metano. As peças ficam em isolamento elétrico dentro do forno, cujas paredes constituem o anodo, e a peça, o catodo (CHIAVERINI, 2008).

A camada nitretada pode ser dividida em duas regiões: camada branca (zona composta e de difusão, Figura 29). A região branca não é afetada pelos elementos de liga formadores de carbonetos (Al, Cr, Mo, Ti, V, etc), pois é formada por nitretos de ferro γ' (Fe_4N) e/ou ϵ (Fe_{2-3}N) (SILVA e MEI, 2010).

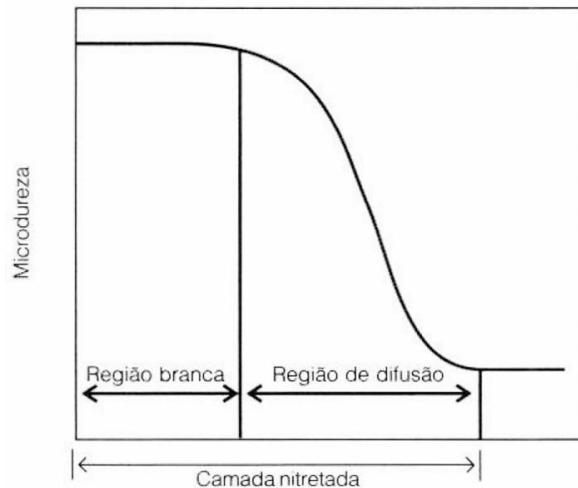


Figura 29 - Estrutura da camada nitretada (SILVA e MEI, 2010)

Dependendo da composição dos gases, poderá haver ou não a formação de uma região branca na camada nitretada, como mostrado na Figura 30. A fase ϵ é melhor para aplicações em que a resistência ao desgaste e à fadiga são desejadas, mas sem choque (Figura 31). A fase γ' tem menor dureza e menor resistência ao desgaste, porém maior tenacidade, sendo recomendada para aplicações em peças sujeitas a choques ou cargas severas. (ASM METALS - VOL 4, 1991)

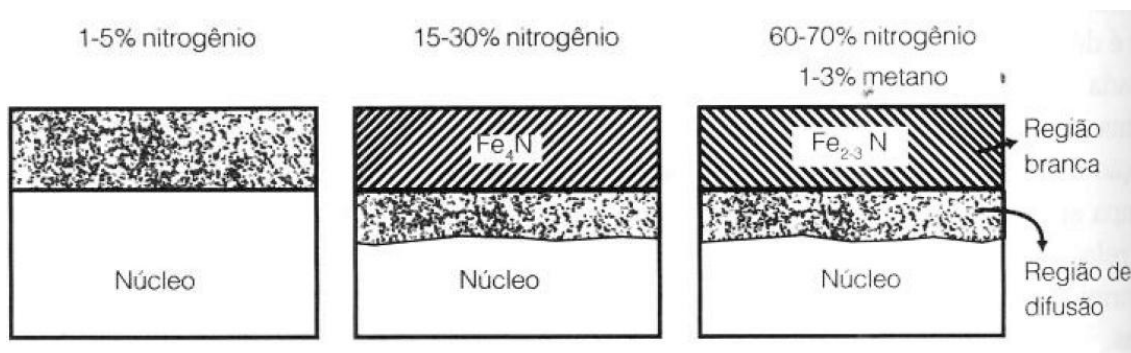


Figura 30 - Efeito da composição do gás na camada nitretada a plasma (SILVA e MEI, 2010)

A composição típica para formação da fase γ' na camada branca é de 75% de hidrogênio e 25% de nitrogênio. Para a camada ϵ a mistura típica de gases é composta de 70% de nitrogênio, 27% de hidrogênio e 3% de metano. A mistura pode ser feita pela injeção de gases por orifícios dentro do forno à uma mesma pressão variando o tempo de fluxo para controlar a concentração em porcentagem correta ou então, a mistura é feita pelo controle do fluxo mássico (ASM METALS - VOL 4, 1991).

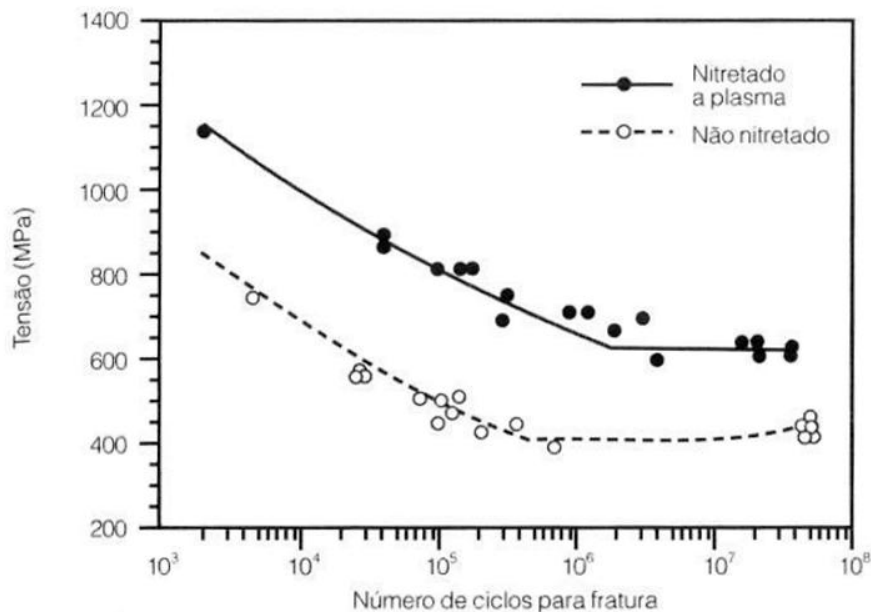


Figura 31 - Efeito da nitretação à resistência à fadiga de um aço 15B21H (SILVA e MEI, 2010)

Na região de difusão, o tipo de endurecimento é pelo mecanismo de solução sólida, pois o nitrogênio fica dissolvido nos interstícios da ferrita e, também, pela formação de nitretos de ferro e elementos de liga, provocando o endurecimento por precipitação (SILVA e MEI, 2010). A profundidade da zona de difusão depende do gradiente de concentração, do tempo de tratamento à uma dada temperatura e da composição química do metal a ser nitretado (ASM METALS - VOL 4, 1991).

5.2 ESTRUTURA E FORMAÇÃO DA CAMADA NITRETADA

A formação e o crescimento da camada nitretada irá depender da relação entre o nitrogênio fornecido e a demanda de nitrogênio. O fornecimento de nitrogênio é controlado pela composição da atmosfera de nitretação, já a demanda depende, basicamente, do processo de difusão. Quando a quantidade de átomos de nitrogênio produzidos a partir da atmosfera é menor que a capacidade do substrato de absorvê-los, somente uma solução sólida de nitrogênio no substrato e precipitados coerentes é formada, compondo a zona de difusão. Se a oferta de nitrogênio ultrapassa essa capacidade, a camada de compostos (branca) se forma. Nesse caso, ocorre a nucleação e o crescimento de nitretos de ferro ou outros elementos de liga presentes no substrato (GOBBI, 2008).

Quando os nitretos γ' e ϵ estão presentes na camada branca, ela é dita camada de fase dupla, sendo mais susceptível à fratura por apresentar uma fraca adesão entre as duas fases e

pela diferença entre coeficientes de expansão térmica das fases (ASM METALS HANDBOOK VOLUME 2, 1975),(FERREIRA, 2001).

Vários fenômenos ocorrem simultaneamente na nitretação além da precipitação de nitretos metálicos e saturação de nitrogênio na rede do Fe- α , como a geração de tensão residual e redistribuição de carbono. A nitretação de aços de alta liga permite obter alta dureza, com interfaces zona de difusão/núcleo abruptas. Já os aços de baixa liga produzem baixa dureza e interfaces difusas (WOOD, 1991).

O aumento da temperatura causa um aumento da difusividade tornando a interface menos definida. Com o aumento do teor de nitrogênio e concentração de elementos de liga, a interface torna-se mais abrupta. Para maiores quantidades de elementos de liga formadores de nitretos no aço, ocorrerá o aumento da dureza, embora a penetração de nitrogênio seja reduzida. O aumento da dureza se deve a maior quantidade de nitretos formados enquanto a diminuição da penetração deve-se ao fato dos nitretos e carbonetos se formarem preferencialmente nos contornos de grão, onde a taxa de difusão é mais elevada, representando uma barreira adicional à difusão (FROEHLICH, 2003).

A dureza da camada nitretada e o perfil de microdureza também dependem do tipo de interação entre o elementos de liga presentes e o nitrogênio, conforme Figura 32. Elementos de liga como o vanádio, apresentam o perfil de microdureza com uma variação muito grande entre a região nitretada e o núcleo não nitretado. Se a afinidade for fraca, a nucleação dos precipitados é mais difícil e só ocorrerá quando a região estiver supersaturada de nitrogênio, resultando em uma interface difusa (GOBBI, 2008).

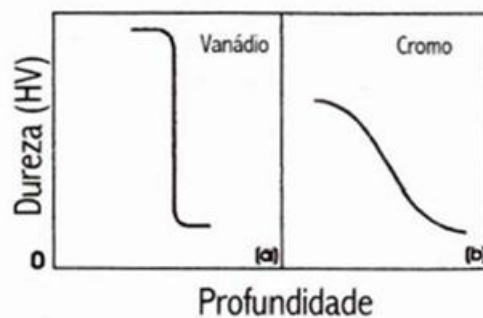


Figura 32 - Perfil de microdureza para elementos com diferentes afinidades pelo nitrogênio: a) Forte interação; b) média interação (GOBBI, 2008)

5.3 APLICAÇÕES DA NITRETAÇÃO A PLASMA

Várias ligas de aços e ferros fundidos sujeitos a desgaste, incluindo engrenagens, virabrequins, camisas de cilindro e pistões são excelentes candidatos ao tratamento de nitretação iônica. Em geral, a profundidade da camada nitretada e da camada branca devem ser previamente selecionados devidos às restrições dimensionais de componentes com tolerâncias apertadas (ASM METALS - VOL 4, 1991).

O aumento do não engripamento das peças nitretadas devido à camada branca, combinada com a alta dureza atingida no tratamento, com a resistência à fadiga e com a resistência ao desgaste tem gerado o aumento significativo no uso desse tratamento nas indústrias. Com isso, esse tratamento apresenta as seguintes vantagens e desvantagens em relação à nitretação a gás convencional:

Vantagens:

- Possibilidade de controle de fases na região branca: camada monofásica de γ' (Fe_4N), camada monofásica ϵ (Fe_{2-3}N), camada bifásica de $\gamma' + \epsilon$, ou ainda, nenhuma formação desses nitretos.
- Melhor controle da camada nitretada.
- Menores temperaturas (tão baixas quanto 370 °C).
- Menor distorção nas peças por trabalhar com menores temperaturas de processo.
- Não poluente (evita o uso de amônia).
- Menor consumo de energia.
- Maior facilidade para automação.
- Reduz tempo de nitretação.

Desvantagens:

- Alto custo de equipamento.
- Necessidade de fixar as peças com conectores para passagem de corrente elétrica.
- Processo mais lento que o de carbonitretação.

De acordo com os argumentos apresentados acima, o tratamento de nitretação a plasma foi escolhido devido ao controle da camada nitretada e de não proporcionar distorção dimensional do perfil estudado. Visto que o perfil Zeta possui o processo de fabricação extremamente controlado para que suas tolerâncias dimensionais sejam bem justas e precisas.

6 METODOLOGIA

Este capítulo apresenta a metodologia envolvida nesse projeto, bem como sua descrição e preparação para os testes de desgaste.

Os ensaios de desgaste desse projeto seguiram o padrão sugerido por (GEE, GANT, *et al.*, 2005). Nesse artigo, os autores fazem uma série de testes de desgaste com o mesmo material, em 14 laboratórios diferentes, todos seguindo o mesmo padrão de ensaio para se avaliar a repetibilidade dos valores encontrados. Além disso, os autores descrevem como devem ser feitos os ensaios e suas condições.

Essa metodologia de ensaio foi adotada devido a ausência de normas para padronização dos critérios de ensaio de desgaste. Além disso, segundo os autores, esse artigo está servindo de referência para o *draft* (anteprojeto) de uma nova norma ASTM.

A descrição do ensaio de desgaste por esfera rotativa pode ser vista no item 3.3.3 do Capítulo 3.

A Figura 33 exibe o fluxograma que resume as etapas experimentais dessa dissertação.

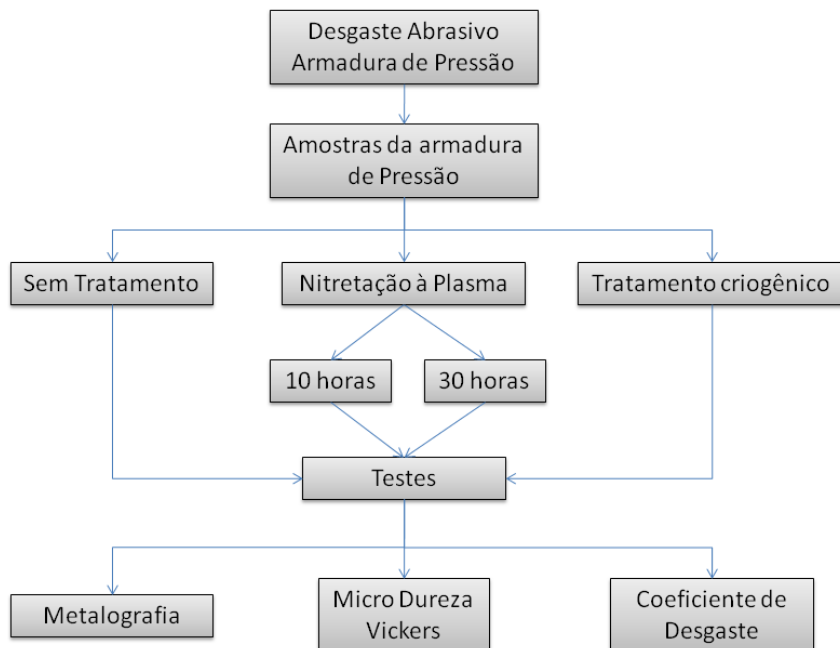


Figura 33 - Fluxograma organizacional da metodologia experimental

De acordo com o fluxograma apresentado, será feita a avaliação comparativa dos efeitos dos tratamentos de criogenia e de nitretação a plasma em relação ao material base (sem tratamento). Para complementar a avaliação do coeficiente de desgaste serão realizados testes de microdureza Vickers (HV0.3) e a caracterização metalográfica.

6.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

O material da armadura de pressão é fabricado em forma de arames contínuos com perfil Z laminado durante o processo de fabricação. Nesse caso, o material utilizado foi um aço médio carbono, com a composição base do AISI 1035 (Tabela 4) e com um baixo percentual de silício.

Tabela 4 - Composição base do AISI 1035 [5]

C (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)
0,31~0,38	0,6~0,9	≤0,04	≤0,05

De acordo com a sua forma de assentamento no tubo flexível, apresenta-se uma região de contato mostrada na Figura 34. Dessa maneira, foi decidido utilizar a região de contato para a realização dos ensaios de desgaste.

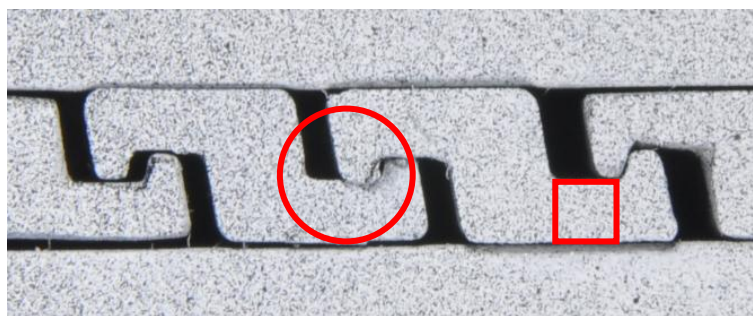


Figura 34 - Perfil Z (Zeta)

Para que fosse possível realizar os ensaios na região de contato do perfil, foi necessário realizar cortes nas amostras, de modo que apenas a região quadrada destacada na Figura 34 e a região de vermelho na Figura 35 fossem embutidas em resina para a realização dos ensaios. Os cortes foram realizados em uma máquina de corte de precisão (*cut-off*) com um eixo coordenado e com refrigeração do corte para não afetar a amostra, feitas com disco de espessura de 0,8 mm. Esse equipamento proporciona um corte com baixa perda de material e é recomendado para uso em laboratórios, principalmente, que utilizam amostras com dimensões reduzidas.

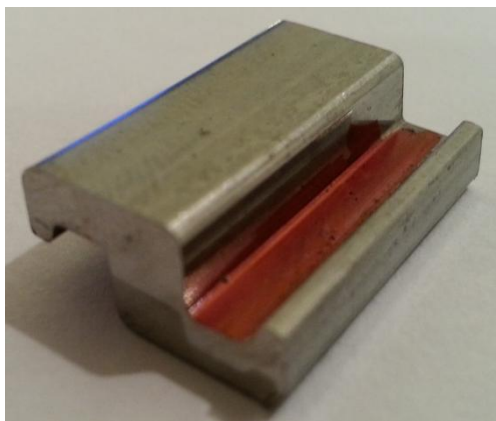


Figura 35 - Superfície a ser utilizada nos ensaios de desgaste (em vermelho)

A Figura 36 mostra: a) fotos da amostra cortada antes de ser embutida em resina; b) amostra após o embutimento. Após o embutimento, as amostras foram limpas com detergente para a remoção de óleos, graxas ou impurezas presentes na superfície e, assim, está pronta para a realização dos ensaios de desgaste.



(a)



(b)

Figura 36 - Amostra para teste de desgaste: a) amostra cortada antes do embutimento; b) amostra embutida

Após a realização dos ensaios, as amostras apresentam a aparência indicada na Figura 37.



Figura 37 - Amostra após o teste de desgaste micro-abrasivo

6.2 PREPARAÇÃO DA LAMA ABRASIVA

Os ensaios de desgaste abrasivo por esfera rotativa são realizados utilizando o material abrasivo em forma de uma solução, geralmente aquosa. Nos ensaios realizados nesse trabalho foi utilizado uma solução de carbeto de silício (SiC) e água destilada, conforme metodologia adotada (GEE, GANT, *et al.*, 2005). A concentração do abrasivo utilizado nesses ensaios foi de 20% em volume de SiC, ou seja, 80g de SiC (densidade: $3,2\text{g/cm}^3$), Figura 38, em 100cm^3 de água destilada.



Figura 38 - Preparação da lama abrasiva: Pesagem SiC.

Durante a realização dos ensaios, a solução deve ser colocada num agitador magnético para que não decante e fique impossível de ser bombeada durante o desgaste, além desse processo manter a uniformidade da mistura, Figura 39. A lama abrasiva não deve ser recirculada, devido à presença de partículas removidas da superfície testada, que podem agravar o desgaste e proporcionar resultados equivocados.

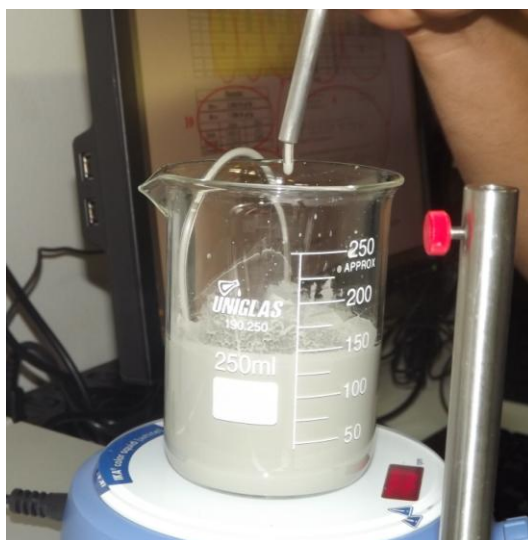


Figura 39 - Lama abrasiva no agitador magnético

A quantidade a ser utilizada durante o ensaio deve ser suficiente para que a superfície esteja sempre molhada. Para isso, o equipamento possui um sistema de bombeamento, com velocidade ajustável para que se possa fazer o controle de gotejamento do abrasivo.

6.3 METODOLOGIA DO TESTE

Os ensaios foram realizados com a metodologia proposta por (GEE, GANT, *et al.*, 2005). Entretanto, devido às particularidades do material em questão, houve a necessidade de fazer algumas adaptações em alguns parâmetros propostos pelos autores. Em seu trabalho, Gee e Gant utilizaram uma esfera com o diâmetro de 25,4mm, mas devido à pequena área superficial da amostra do perfil estudado, foi utilizado uma esfera de 20mm. Isso produziu calotas esféricas de menor diâmetro que couberam na pequena região do perfil. Para tanto, as velocidades e as quantidades de revolução de cada ensaio foram modificadas proporcionalmente à esfera de 20mm.

A Tabela 5 faz o comparativo entre os parâmetros propostos e os parâmetros utilizados nesse trabalho. Os valores dos parâmetros de velocidade, rotação e tempo de ensaio para a esfera de 20mm foram encontrados partindo-se dos valores para a esfera de 25,4mm e fazendo a relação proporcional para cada parâmetro. A

Tabela 6 apresenta o resumo de todos os parâmetros dos ensaios de desgaste.

Tabela 5 - Tabela comparativa de parâmetros de ensaio segundo(GEE, GANT, *et al.*, 2005)

Velocidade Eixo		Rotações Padrão	Tempo de Ensaio [s]
Esfera 25,4 mm	13 rot/10seg	400	308
		600	462
		900	692
		1200	923
		1500	1154
		2000	1538
Velocidade Eixo		Rotações Equivalentes	Tempo de Ensaio [s]
Esfera 20 mm	16 rot/10seg	508	318
		762	476
		1143	714
		1524	953
		1905	1191
		2540	1588

Tabela 6 - Resumo dos parâmetros dos ensaios de desgaste

Carga [N]	0,20 ± 0,02
Velocidade [m.s ⁻¹]	0,10 ± 0,01
Material da esfera	Aço AISI 52100 (fornecido pelo fabricante do equipamento de ensaio)
Diâmetro da esfera [mm]	20
Acabamento da esfera	Condicionada após procedimento de pré-teste
Material abrasivo	SiC
Fluido para lama abrasiva	Água destilada
Taxa de alimentação (gotejamento)	Manter o contato molhado
Concentração de abrasivo [% vol]	20
Duração de teste [rotações da esfera]	508, 762, 1143, 1524, 1905, 2540

Todos os ensaios de desgaste foram realizados no Laboratório de Materiais do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Brasília. O equipamento utilizado nos testes é da marca CSM Calowear (Figura 40). O equipamento possui uma célula de carga de 2kgf com um visor da carga de ensaio, ajuste da velocidade do eixo, um limitador de tempo de ensaio, um contador de ciclos e uma bomba peristáltica acoplada para o gotejamento da lama abrasiva. Além disso, o equipamento possui uma lupa de aumento de imagem conectada a um computador com software próprio para medição do diâmetro superficial da calota esférica formada durante o ensaio. O valor do diâmetro é anotado em uma planilha, juntamente com os outros valores do ensaio (diâmetro da esfera, número de rotações e carga de ensaio), onde são calculados a distância equivalente percorrida pela esfera e o coeficiente de desgaste. Os resultados serão apresentados e discutidos posteriormente.



Figura 40 - Equipamento de Teste de Desgaste CSM Calowear

6.4 MICRODUREZA VICKERS

Como parte da caracterização do material base da armadura de pressão, foi utilizada a análise de microdureza Vickers. O ensaio de microdureza Vickers é descrito na norma (E384-

99, 1999) da ASTM. Esse documento possui as diretrizes para os ensaios de microdureza Vicker e Knoop, testes que possuem a carga de ensaio entre 1 e 1000gf.

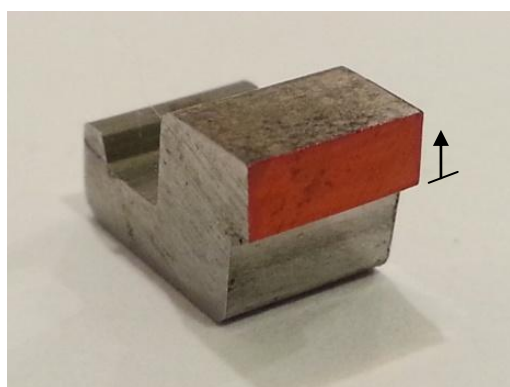
A maioria dos equipamentos atuais já disponibilizam o resultado da dureza baseado nos dados dimensionais obtidos com micrômetro acoplado a uma lente de aumento do equipamento. Dessa maneira, nesse trabalho não serão dados detalhamentos dos cálculos necessários para obtenção dos valores de dureza, que podem ser encontrados em (E384-99, 1999).

A dureza foi escolhida como parte da caracterização do material devido sua influência direta nos valores dos coeficientes de desgaste e em propriedades de resistência mecânica. Além disso, é uma das caracterizações de materiais mais utilizadas por ser não destrutiva e por indicar o controle de qualidade de processos de fabricação, pesquisa e desenvolvimento de materiais.

Nesse projeto, foram realizados perfis de microdureza. Esses perfis nada mais são do que a obtenção dos valores de dureza ao longo de uma trajetória preestabelecida. Nesse caso, foram realizados três perfis de microdureza em dois cortes diferentes nas amostras do Zeta. Foi denominado Amostra 1, o plano formado pelo corte A-A, conforme ilustrado na Figura 41 e Figura 42-(a). Já a Amostra 2 é o próprio perfil Zeta, Figura 42-(b). Essas duas seções de corte foram escolhidas para que se pudesse avaliar se há alguma influência do processo de fabricação do perfil e para que a dureza fosse testada na região mais próxima possível do contato entre os perfis.



Figura 41 - Descrição das amostras de microdureza



(a)
Amostra 1



(b)
Amostra 2

Figura 42 - Demonstração dos cortes da Amostra 1 e Amostra 2

As Figura 43-(a) e (b) ilustram a Amostra 1 e a Amostra 2, respectivamente, embutidas para o teste de microdureza Vickers (HV0,3).

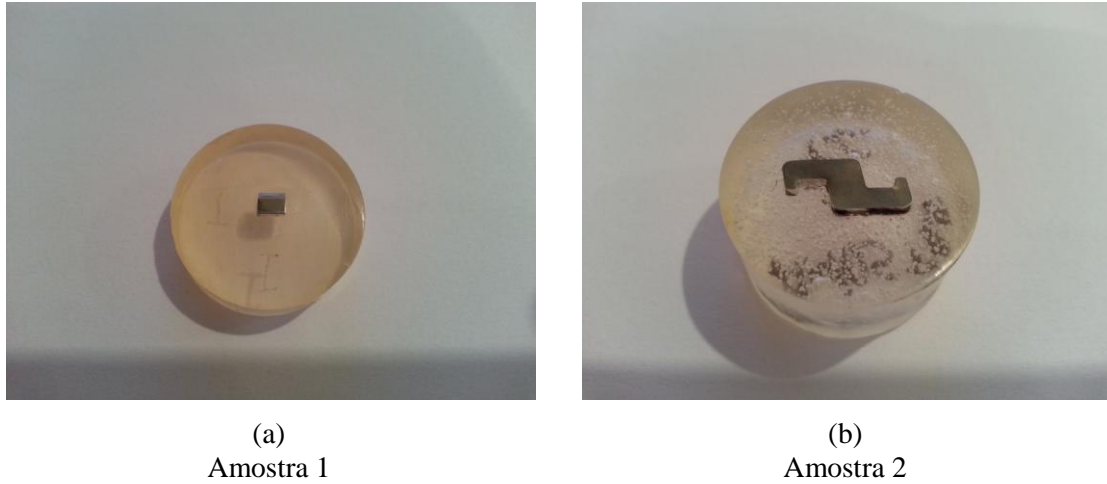


Figura 43 - Amostras para o teste de microdureza Vickers e metalografia

Em cada amostra foram realizados 3 perfis de microdureza, cada perfil com 10 indentações, conforme as distâncias exibidas na Tabela 7, há 100 μ m de distância um do outro. Os perfis têm como referência a superfície de contato (Figura 34) como ponto inicial, a partir dela foram feitas as indentações, conforme indicadas pelas setas na Figura 42-(a) e (b).

Para a preparação metalográfica, as amostras foram lixadas (granulometria das lixas: 180, 240, 400, 600, 800 e 1200) e polidas com pastas abrasivas de 15, 6, 3 e 1 μ m. Para revelação da microestrutura foi realizado o ataque com Nital 2%.

Tabela 7 - Espaçamento entre as indentações do perfil de microdureza (a partir da superfície)

Indentação	Y (μm)
1	50
2	150
3	250
4	350
5	450
6	550
7	650
8	750
9	850
10	950

A Tabela 8 apresenta a descrição das amostras testadas, bem como suas nomenclaturas e as condições de tratamento. As amostras estão identificadas no texto seguindo os exemplos: A1-ST para Amostra 1-Sem Tratamento; A2-TC para Amostra 2-Tratamento Criogênico.

Tabela 8 - Discriminação das amostras testadas e tratamento utilizado

Amostra	Nomenclatura	Condição de tratamento
Sem tratamento	ST	N/A
Tratamento Criogênico	TC	-196°C, 24 horas
Nitretação a Plasma 10 horas	NP10	500°C, 10 horas, atm. 70%N
Nitretação a Plasma 30 horas	NP30	500°C, 30 horas, atm. 70%N

7 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste Capítulo são apresentados os resultados e as discussões relativas à influência dos tratamentos na metalografia, desgaste e dureza dos corpos de prova testados.

7.1 ANÁLISE METALOGRÁFICA E A INFLUÊNCIA DOS TRATAMENTOS

De acordo com a metodologia do projeto discutida anteriormente no Capítulo 6, nesse capítulo serão analisadas as influências dos tratamentos propostos em diversas características e propriedades do material base utilizado na fabricação do perfil da armadura de pressão. Todas as imagens apresentadas nesse capítulo, mesmo que não apareça, foram feitas tomando como referência a superfície de contato, assim como os perfis de desgaste.

A análise da metalografia nesse tipo de estudo pode, de certa maneira, predizer muito a respeito das características do material. Analisando, primeiramente, a microestrutura do material sem tratamento, pode-se perceber que os grãos são bastante refinados (Figura 44), visto que o nível de aumento necessário foi de 500x, para poder vê-los com um pouco mais de nitidez. Além disso, observa-se formação da microestrutura básica de aços de médio carbono: ferrita e perlita. A região esbranquiçada na Figura 44 não é devido à descarbonetação da superfície, mas sim à falta de foco devido a uma pequena diferença de profundidade na superfície analisada.

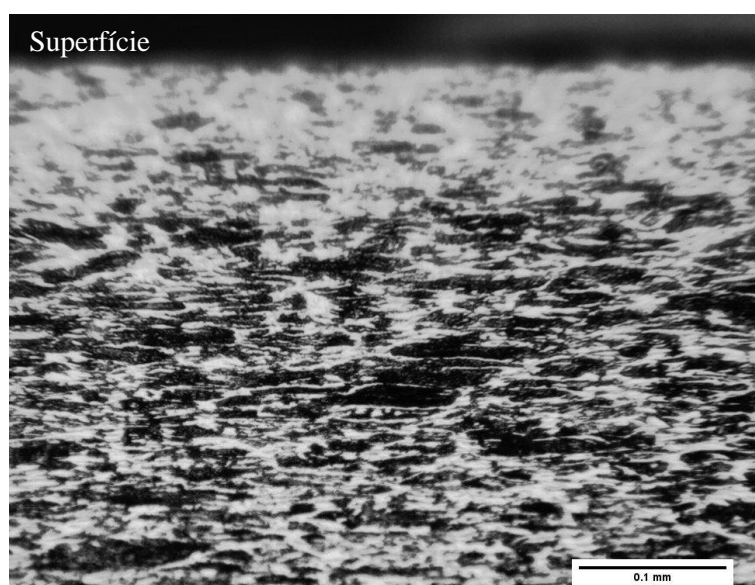


Figura 44 - Amostra 1, Sem Tratamento Térmico - Aumento 500x

Esse material possui a adição de Si em sua composição. Sabe-se que o Si, em até 0.7% em peso, possui a função de reduzir o tamanho de grão, atuando como controlador do tamanho dos grãos de austenita (ANYA e BAKER, 1989) e controlando sua formação, favorecendo assim a expansão do campo ferrítico (SILVA e MEI, 2010). Além disso, o Si se encontra fortemente dissolvido na ferrita e forma inclusões não metálicas de SiO_2 (SILVA e MEI, 2010). A função principal do silício é a de agente desoxidante, isto é, quando adicionado ao aço líquido, combina-se com o oxigênio, originando compostos sólidos e evitando a combinação do oxigênio com carbono, o que provocaria o desprendimento de CO e CO_2 , com a resultante formação de bolhas (CHIAVERINI, 2008). Isso leva a uma microestrutura mais refinada, como pode ser visto na Figura 1, por exemplo. Além disso, percentuais maiores de Si são utilizados para aumentar a maleabilidade de aços, facilitando sua conformação.

Já na Figura 45 pode-se ver a microestrutura da A2-ST. A diferença básica em comparação à Figura 44 é que os grãos da Amostra 1 são mais alongados, indicando o sentido de laminação do perfil e os grãos da Amostra 2 se apresentam mais achatados. Em uma seção mais adiante serão analisadas as influências dessas duas microestruturas nos valores de microdureza Vickers.

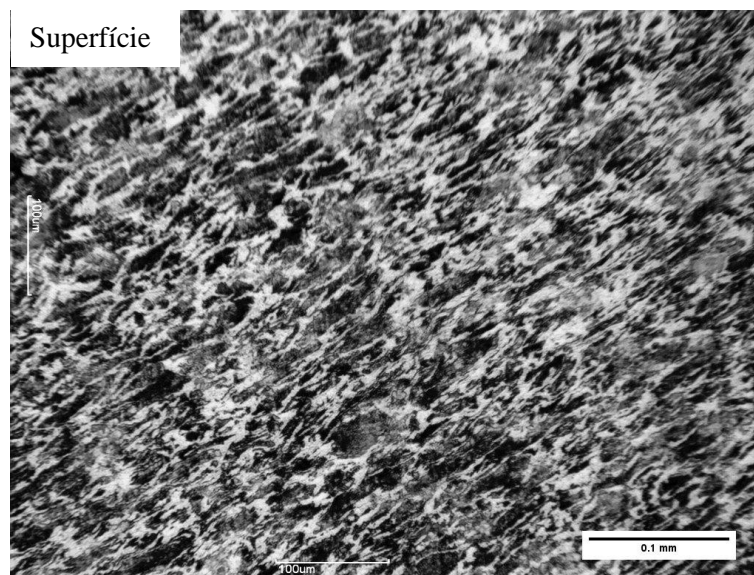


Figura 45 - Amostra 2, Sem Tratamento Térmico - Aumento 500x

As imagens da Figura 46 e da Figura 47 apresentam a microestrutura da região A1 e A2, respectivamente, após submetidas ao tratamento criogênico. Não se observou diferenças visuais que indiquem mudanças significativas na microestrutura desses corpos de prova, se comparados com o material sem tratamento.

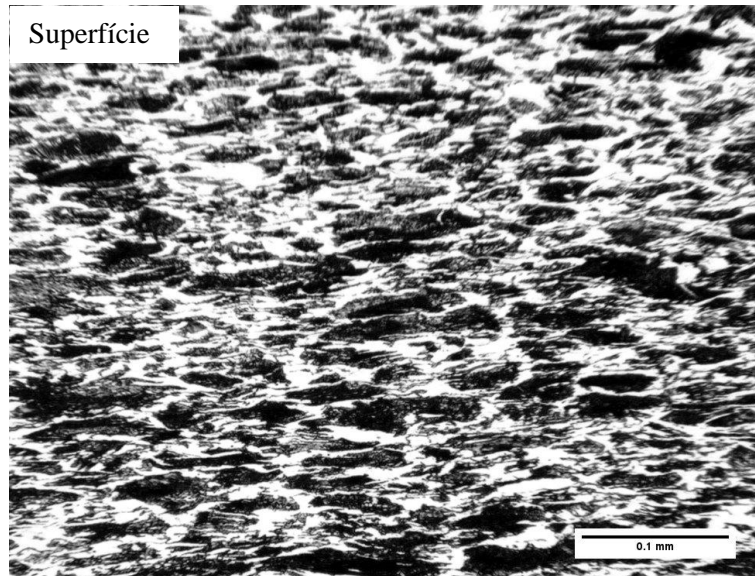


Figura 46 - Amostra 1, Tratamento Criogênico - Aumento 500x

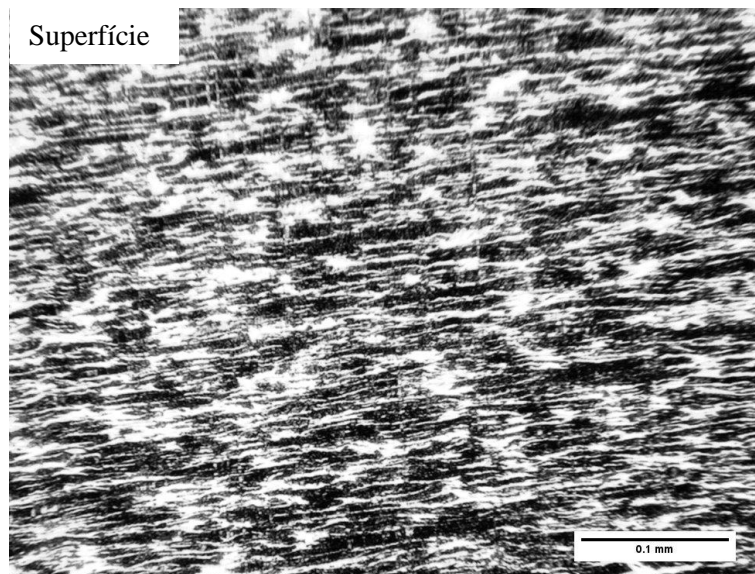


Figura 47 - Amostra 2, Tratamento Criogênico - Aumento 500x

As imagens da Figura 48 e da Figura 49 apresentam as micrografias de A1 e A2, respectivamente, após submetidas ao tratamento de nitretação a plasma por 10 horas. Observa-se uma configuração visual diferente da micro estrutura, em que os grãos perderam a deformação plástica residual do processo de fabricação, com uma provável alteração nos tamanhos dos grãos. A região escura na Figura 49 é resultante do ataque químico excessivo com Nital 2%.

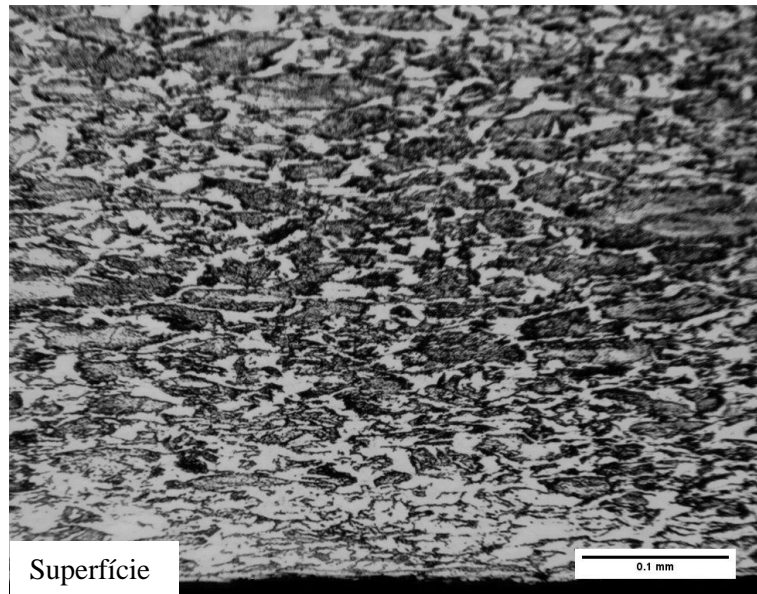


Figura 48 - Amostra 1, Nitretação a Plasma 10 horas - Aumento 500x

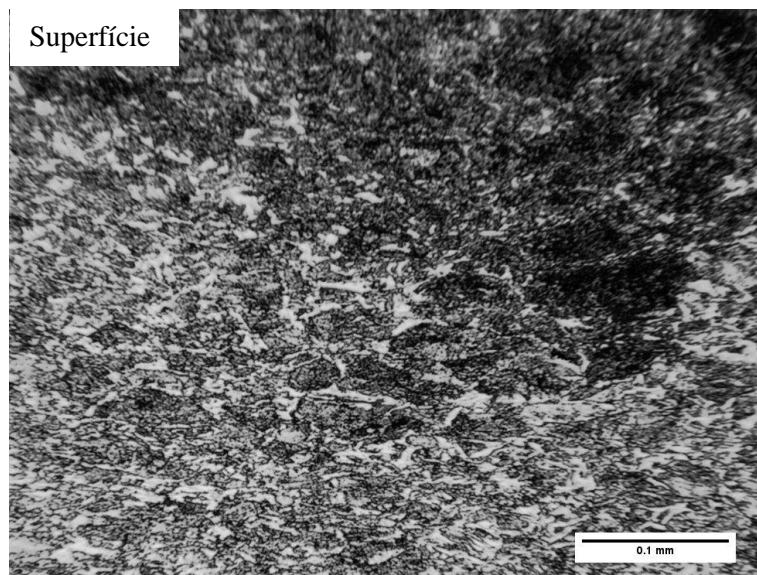


Figura 49 - Amostra 2, Nitretação a Plasma 10 horas - Aumento 500x

A Figura 50 e a Figura 51 apresentam as micrografias das Amostras 1 e 2 submetidas ao tratamento de nitretação a plasma por 30 horas. Observa-se uma redução no tamanho dos grãos, se comparados com as amostras que foram tratadas por 10 horas (Figura 48 e Figura 49). Esse efeito de redução será avaliado com os testes de dureza e de desgaste.

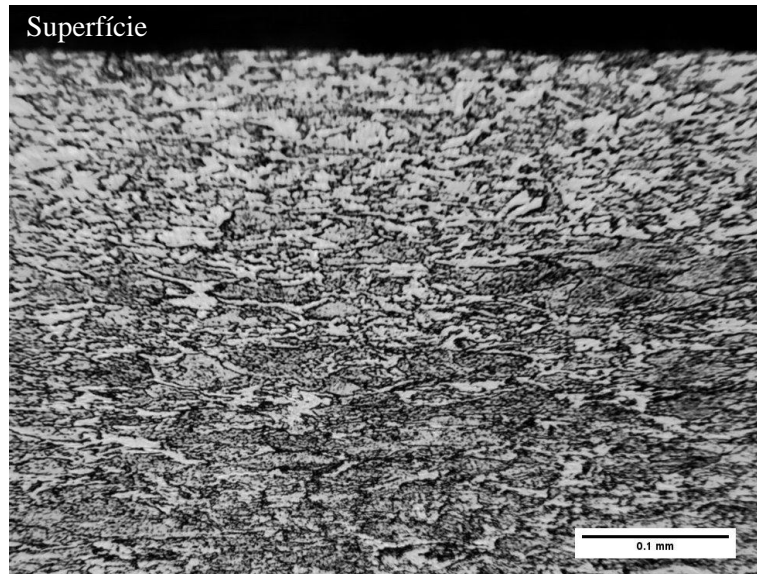


Figura 50 - Amostra 1, Nitretação a Plasma, 30 horas - Aumento 500x

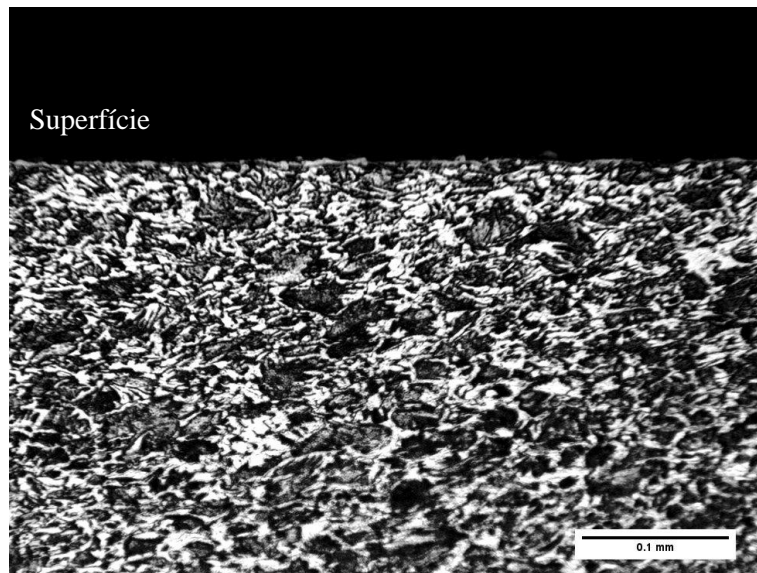


Figura 51 - Amostra 2, Nitretação a Plasma 30 horas - Aumento 500x

Após os processos de nitretação (NP10 e NP30), observou-se a diminuição do tamanho de grão e a eliminação do encruamento causado pela laminação do perfil. Esse refino foi causado pelo próprio tratamento de nitretação a plasma, em que as amostras são tratadas em um forno com atmosfera controlada à temperatura de 500°C, aproximadamente, ocasionando o processo de recristalização da amostra.

Do processo de nitretação a plasma deveria ser formada uma camada nitretada na superfície da peça, a qual é composta por uma zona de compostos e uma zona de difusão (Capítulo 5). Entretanto, observando as imagens do material após as nitretações, não houve a formação da camada branca.

As influências desses tratamentos foram avaliados pela realização de ensaios de microdureza Vickers e pelos ensaios de desgaste, descritos a seguir.

7.2 MICRODUREZA VICKERS

O perfil utilizado nesse projeto possui dimensões reduzidas, que não serão disponibilizadas devido ao sigilo industrial/comercial envolvido. O que pode ser dito é que a região útil em que foram feitos os testes de microdureza possui 2,5mm de espessura, como pode ser visto na Figura 52. Devido à sua pequena dimensão, é necessário a realização dos ensaios de microdureza Vickers (HV0,3).

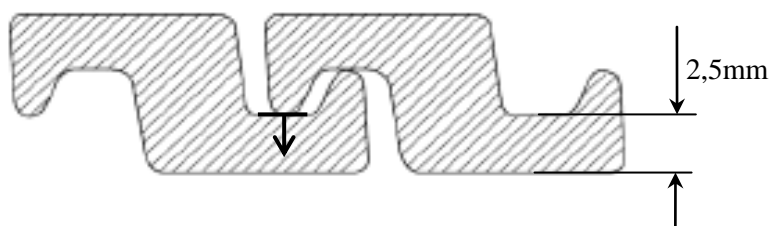


Figura 52 - Dimensão da região de microdureza Vickers

Os testes de microdureza foram realizados de acordo com a metodologia descrita no item 6.4. Os perfis de microdureza foram realizados a partir da superfície de contato do perfil Zeta, conforme ilustrado pela seta na Figura 52.

A Figura 53 e a Figura 54 apresentam, respectivamente, os resultados dos testes de dureza dos corpos de prova. Esses gráficos apresentam os perfis de dureza ao longo da amostra, plotados em conjunto para que seus dados possam ser comparados mais facilmente.

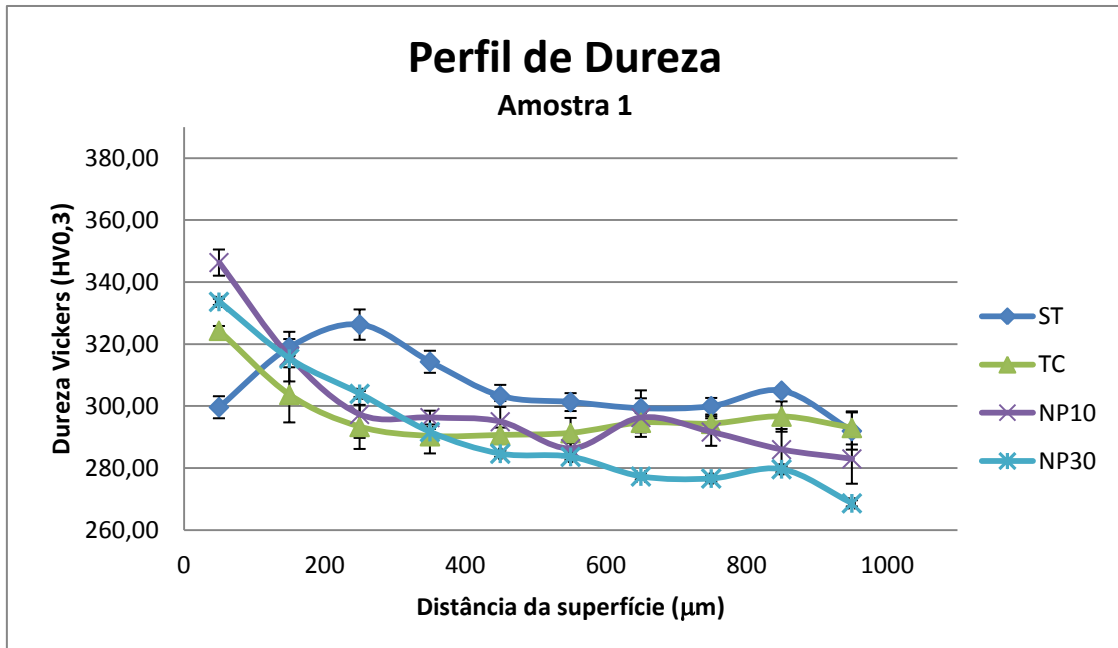


Figura 53 - Gráfico comparativo: Perfil de Dureza Vickers (HV0,3) - Amostra 1

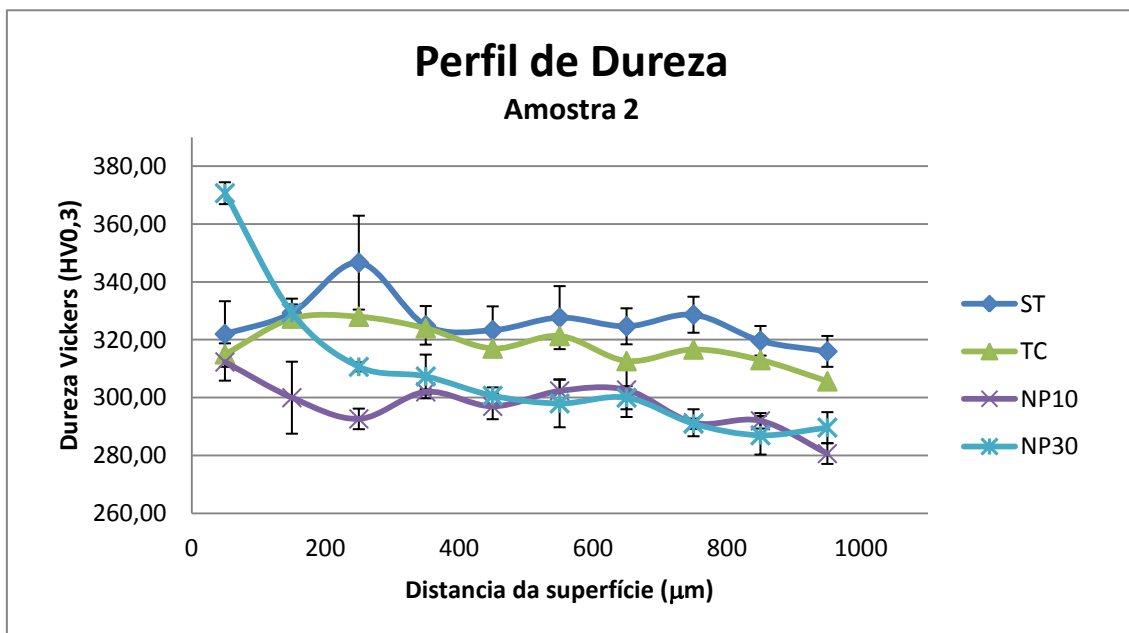


Figura 54 - Gráfico comparativo: Perfil de Dureza Vickers (HV0,3) - Amostra 2

Nas regiões próximas às superfícies, observa-se uma maior dureza com os tratamentos executados, porém com o avanço do perfil há a redução da dureza. Como o desgaste é um fenômeno superficial, acaba por não atingir profundidades maiores. Nos ensaios de desgaste realizados, a profundidade máxima calculada foi de 0,08mm (em função do diâmetro superficial da calota de desgaste).

Os tratamentos de nitretação a plasma proporcionaram o alívio de tensões no núcleo do perfil, como pode ser observado nos gráficos apresentados, com os valores de dureza a partir de 400 μ m de profundidade. Esse comportamento do material pode ser relacionado com o procedimento do tratamento, como já explicado anteriormente na seção 7.1. Além disso, os tratamentos de nitretação foram eficazes em aumentar a dureza superficial do material em estudo. Entretanto, a divergência dos resultados da A2-NP10 em relação à A1-NP10 pode ser devido à falha do tratamento na região selecionada para a realização dos perfis de microdureza. Essas possíveis falhas de tratamento serão discutidas posteriormente. A influência desses tratamentos no coeficiente de desgaste do material será avaliado na seção 7.3.

O tratamento criogênico não obteve melhoria em relação ao aumento de dureza do material. Mesmo não sendo uma característica do tratamento criogênico para a composição do material estudado, poderia ter havido um ligeiro aumento na dureza em relação ao material sem tratamento. O tratamento criogênico atua de forma mais significativa em materiais que apresentam austenita retida em sua microestrutura (Seção 4.3), entretanto o material em estudo não apresentou austenita em sua microestrutura.

7.3 DESGASTE ABRASIVO

A Figura 55 apresenta os resultados para os testes de desgaste abrasivo nos corpos de prova com e sem tratamentos. A região destacada pela elipse vermelha mostra o comportamento inicial (transiente) do desgaste. Nessa fase, o desgaste pode não apresentar comportamento padrão em relação ao tempo de ensaio ou distância de deslizamento da esfera. O restante do gráfico é dito regime permanente de desgaste.

Os resultados para o tratamento criogênico foram os piores entre os tratamentos testados, não correspondendo à expectativa. O coeficiente de desgaste do tratamento criogênico foi, no mínimo, 60% maior em relação a todos os outros resultados, como pode ser visto na Tabela 9.

A dureza do material pode ser um indicativo do seu comportamento em relação ao desgaste, porém essa relação pode não ser sempre proporcional, como pode ser visto com os resultados aqui apresentados. Os tratamentos de nitretação proporcionaram o aumento da dureza na região próxima à superfície, porém o benefício em relação ao desgaste não foi o esperado, ou seja, o aumento de 15% na dureza correspondeu à redução de 5% no desgaste. Nesse caso, esperava-se uma maior redução no coeficiente de desgaste devido ao aumento na dureza. No caso do tratamento criogênico, houve o aumento de 8% na dureza próximo à superfície da Amostra 1, porém o coeficiente de desgaste aumentou. Esse comportamento pode ser dado em função da redução de 4% na dureza na Amostra 2 (ver Figura 54).

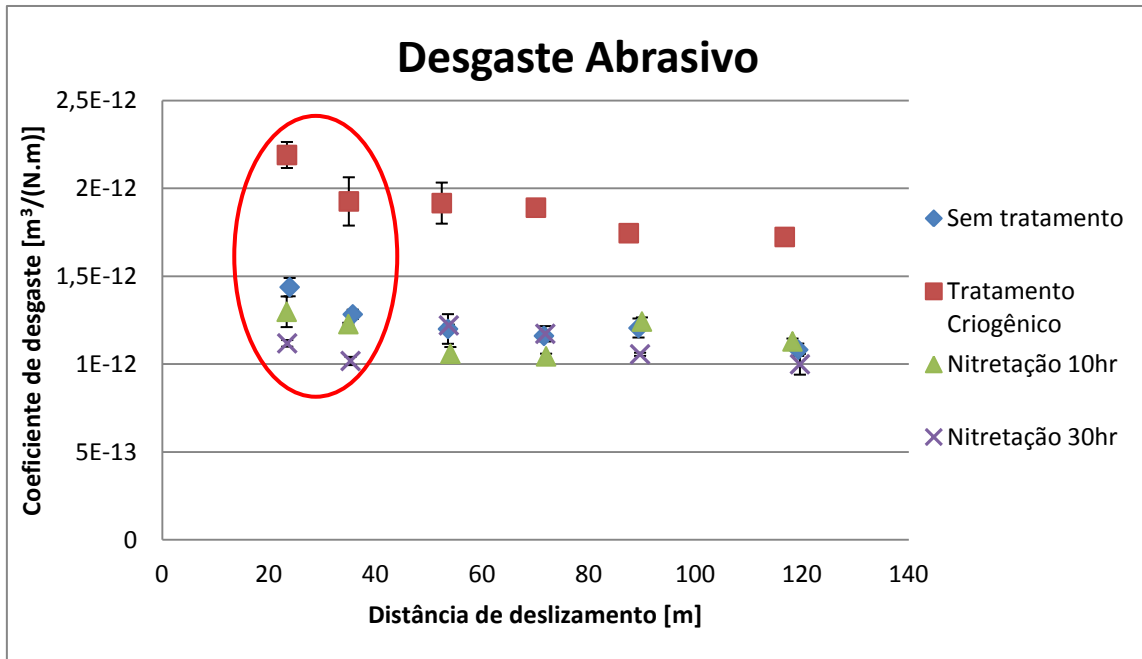


Figura 55 - Desgaste abrasivo: Coeficiente de Desgaste x Distância de deslizamento

Tabela 9 - Coeficientes de desgaste (valores médios)

Tratamento	Coeficiente de desgaste [m³/(N.m)]
Sem tratamento	1,163E-12 ± 4,075E-14
Criogênico 24 horas	1,841E-12 ± 8,469E-14
Nitretação a plasma 10 horas	1,120E-12 ± 6,710E-14
Nitretação a plasma 30 horas	1,113E-12 ± 8,446E-14

Mesmo não proporcionando uma melhoria relativamente grande em relação ao desgaste do material, os tratamentos de nitretação a plasma apresentaram resultados com menores valores no coeficiente de desgaste. Esse incremento fica mais pronunciado ao se observar a região do desgaste transiente, ou seja, o início do desgaste. Mesmo não sendo proporcional ao restante do desgaste, há de se observar que essa diferença talvez possa ser suficiente para evitar uma falha do material.

A Figura 56 exibe uma imagem feita com um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Observa-se claramente que a superfície da região de desgaste é do tipo Desgaste à Três Corpos (Seção 3.3.1), em que a superfície não apresenta um sentido claro de desgaste, mas sim uma superfície multiplamente indentada, como pode ser vista na Figura 57. Esse modo de desgaste correspondeu à expectativa da metodologia de ensaio adotada.



Figura 56 - Imagem da calota de desgaste amostra Sem Tratamento (MEV)



Figura 57 - Imagem ampliada da superfície de desgaste da amostra Sem Tratamento

A Figura 58 apresenta a superfície de desgaste de uma amostra submetida ao tratamento NP30. Nota-se que a superfície se apresenta menos deformada se comparada à Figura 56 e, da mesma maneira, apresentou desgaste a três corpos.

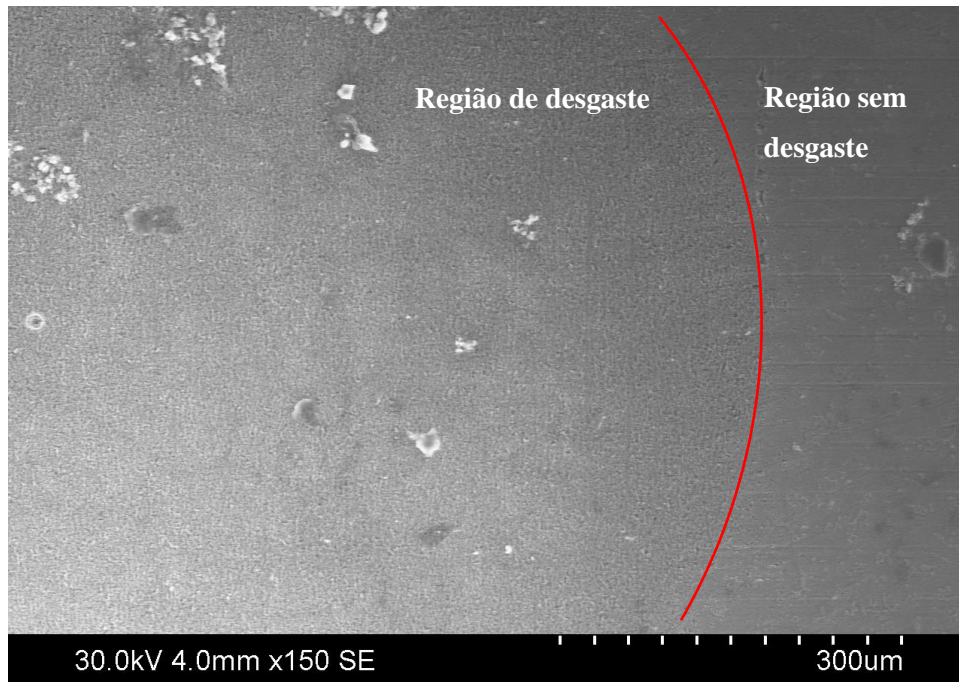


Figura 58 - Imagem da calota de desgaste amostra submetida à nitretação a plasma 30 horas (MEV)

7.4 DISCUSSÕES GERAIS

Os resultados obtidos ficaram aquém do esperado e previsto pela literatura discutida nesse trabalho. Em relação ao tratamento criogênico, ele atua transformando a austenita retida em martensita (Capítulo 4). Como não se observou a presença de martensita na sua microestrutura, provavelmente, devido ao processo de fabricação, com isso não houve influência positiva desse tratamento.

Já em relação ao tratamento de nitretação, duas explicações podem ser dadas em relação a não melhoria significativa do material. A primeira baseia-se na afinidade do material com a nitretação, sabe-se que materiais com composição contendo Al, Cr, Mo, Ti, V possuem maior propensão à formação de nitretos (SILVA e MEI, 2010). A influência desses elementos no aumento de dureza pode ser visto também na Figura 59. Devido à composição do AISI 1035 (0,31~0,38%C; 0,6~0,9%Mn; <=0,04%P; <=0,05%S [5]), não há elementos com essa maior afinidade com o tratamento de nitretação para a formação dos nitretos, que são os principais elementos que proporcionam o aumento de dureza.

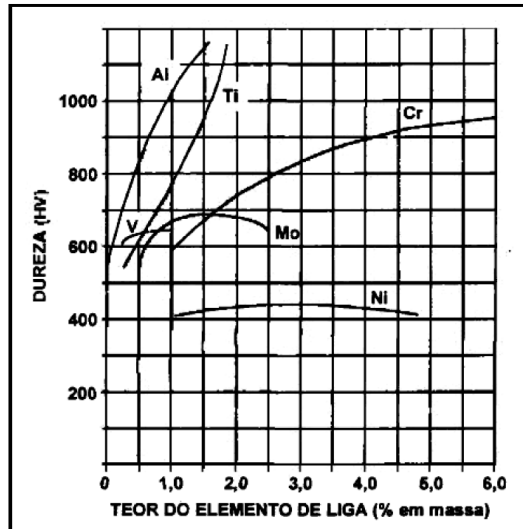


Figura 59 - Efeito dos elementos de liga após 8 horas de nitretação gasosa a 520°C (BARKER e SMITH, 1973)

A segunda decorre da possibilidade de a nitretação não ter atingido com sucesso a região estudada. Isso pode ter acontecido devido à ionização da peça (condutor) que ao ficar eletrizada proporciona uma maior concentração de cargas nas regiões das pontas do perfil, esse efeito é conhecido como Efeito das Pontas. Ao concentrar as cargas elétricas nessas regiões pontiagudas, os íons de nitrogênio são atraídos para regiões com maior densidade de carga elétrica, desviando da região de interesse e não proporcionaram um tratamento uniforme e de qualidade.

8 CONCLUSÕES

De acordo com os objetivos estabelecidos, são apresentadas as conclusões obtidas de acordo com os resultados.

Em relação à microestrutura:

O tratamento criogênico não proporcionou alteração perceptível na microestrutura. Não foi avaliada composição de fases, por Difractometria de Raio X, para determinar se houveram alterações. Os tratamentos de nitretação a plasma proporcionaram modificações nos tamanhos de grãos nos corpos de prova, sendo que a nitretação de 30 horas teve maior influência na diminuição do que 10 horas. Essa modificação foi mais pronunciada nas Amostras 2, em que eliminou o encruamento na direção do processo de laminação. Além disso, a nitretação a plasma não formou a camada branca na superfície do material.

Em relação à microdureza:

Para os resultados do tratamento criogênico, houve pouca diferença para as Amostras 2, que na média possuem valores bem próximos. Para as Amostras 1, houve uma maior diferença ao longo de todo o perfil. Já os tratamentos de nitretação para as Amostras 1 proporcionaram perfis condizentes com o que se vê na literatura em relação à esse tipo de tratamento. Entretanto, para A2-NP10, o perfil da NP10 não seguiu o padrão esperado.

Em relação ao desgaste:

Os tratamentos de nitretação proporcionaram pouca melhoria, menor do que 5% em relação ao coeficiente de desgaste. O pior resultado encontrado foi para o tratamento criogênico, que proporcionou aumento próximo a 60% no coeficiente de desgaste, promovendo uma taxa de remoção de material superior à condição sem tratamento.

Em suma, somente os resultados obtidos nesse trabalho não são conclusivos e suficientes para indicar ou negar a utilização dos tratamentos propostos para a fabricação de tubos flexíveis, de acordo com a metodologia proposta. Esses resultados não impedem outras abordagens dos tratamentos e das condições de ensaio sejam utilizadas para avaliar novamente as características aqui testadas. Para que seja possível a utilização dessas técnicas aqui propostas, são necessários maiores estudos a respeito de outras propriedades mecânicas do material, em função das técnicas utilizadas.

RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para que se possa compreender melhor os efeitos negativos do tratamento criogênico, recomenda-se a repetição do tratamento e a utilização da técnica de Difractometria de Raio-X para determinação das fases e para avaliação da redução das tensões residuais do processo de fabricação, que podem ser uma das explicações para a redução da dureza no núcleo da peça.

Outra sugestão é fazer uma melhor avaliação do procedimento de nitretação para investigação do Efeito de Pontas no processo de nitretação de peças com regiões de maior curvatura.

Outro estudo recomendado é a avaliação do desgaste sem a utilização de material abrasivo (SiC, por exemplo), que pode corresponder a uma situação mais real do que na presença de um componente abrasivo. Além disso, fazer uma avaliação de outras propriedades mecânicas (tenacidade à fratura, fadiga por *fretting*, etc) do perfil antes e após os tratamentos.

9 REFERÊNCIAS

ALLSOPP, D. N.; TREZONA, R. I.; HUTCHINGS, I. M. **The effect of ball surface condition in the micro-scale abrasive wear test.** Tribology Letters, 1998. 259-264.

AMS METALS HANDBOOK - HEAT TREATING. **Heat Treating.** Handbook, Volume 4, 1991.

AMS METALS HANDBOOK - VOLUME 4. **Gas Nitriding of Steels.** ASM Metals Handbook Volume 4.

ANYA, C. C.; BAKER, N. T. **The Effect of Silicon on the Grain Size and the Tensile Properties of Low Carbon Steels.** Materials and Science Engineering, 1989. 197-206.

API-17B. API 17B - Recommended Practice for Flexible Pipes.

ARCHARD, J. F.; HIRST, W. **The wear of metals under unlubricated conditions.** Proceeding to Royal Society, 1956. 397-410.

ASM METALS - VOL 4. **Plasma (Ion) Nitriding of Steels.** ASM Metals Handbook, Vol. 4, 1991.

ASM METALS. **Friction, Lubrication and Wear Technology.** Handbook, Volume 18, 1992.

ASM METALS HANDBOOK VOLUME 2. **Properties and Selection of materials.** ASM Metals Handbook, vol. 2, 1975.

BALDISSERA, P.; DELPRETE, C. **Deep Cryogenic Treatment: A Bibliographic Review.** The Open Mechanical Engineering Journal, 2008.

BARBASSA, A. G. Plano de Negócios 2011-15, 2011.

BARKER, R.; SMITH, P. K. **Response to Gas Nitriding of 1%Cr-Mo Steel.** Proc. Conf. Heat Treating Committee of Iron and Steel Institute of London, 1973.

BENSELY, A. et al. **Effect of cryogenic treatment on distribution of residual stress in case carburized En 353 steel.** Material Science and Engineering , 2008.

BOWDEN, F. P.; TABOR, D. **The friction and lubrication of solids, Part I.** Clarendon Press, 1954.

- BOWER, A. F.; JOHNSON, K. L. **The influence of strain hardening on cumulative plastic deformation in rolling and sliding line contact**. Journal of Mech. Phys. Solids, vol. 37, 1989. 471-493.
- CHALLEN, J. M.; OXLEY, P. L. B. **An explanation of the different regimes of friction and wear using asperity deformation models**. Wear, vol. 53, 1979. 229-243.
- CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos**. 7. ed. [S.l.]: ABM - Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2008.
- DA SILVA, F. J. et al. **Performance of cryogenically treated HSS tools**. Wear, vol. 261, 2006. 674-685.
- DEAN, S. K.; DOYLE, E. D. **Significance of grit morphology in fine abrasion**. Wear, vol 35, 1975. 123-129.
- DOWLING, E. N. **Mechanical Behavior of materials**. 3. ed. [S.l.]: Pearson Prentice Hall, 2007.
- E384-99, A. **Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials**. American Society for Testing and Materials. [S.l.]. 1999.
- EYRE, T. S. **The mechanisms of wear**. Tribology International, 1978.
- FERREIRA, G. E. F. **Avaliação da resistência à fadiga térmica do aço AISI H13 nitretado pelos processos gasoso e por plasma**. Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC. [S.l.]. 2001.
- FRANCO, A. H. **Estudo da influência da criogenia na resistência ao desgaste abrasivo do aço ASTM 743 CA6NM**. Dissertação de Mestrado, 2009.
- FROELICH, R. A. **Tratamento superficial duplex com TiN e CrN de aços ferramenta classe AISI H13 para matrizes de injeção de ligas de alumínio**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRGS. [S.l.]. 2003.
- GEE, M. G. et al. **Results from interlaboratory exercise to validate the micro-scale abrasion test**. Wear, vol. 259, 2005. 27-35.
- GOBBI, V. J. **Influência da nitretação a plasma na resistência ao desgaste microabrasivo do aço ferramenta AISI D2**. Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília, 2008.
- GOBBI, V. J. **Influência da nitretação a plasma na resistência ao desgaste microabrasivo do aço ferramenta AISI D2**. Universidade de Brasília, UnB. [S.l.]. 2008.

- GREENWOOD, J. A.; WILLIAMSON, J. B. P. **Contact of nominally flat surface.** Proceedings to Royal Society, Série A, Vol. 295, Londres, 1966. 300-319.
- HAPP, W.; SHOCKLEY, W. **Diffusion depths in silicon measured using cylindrical grooves.** Bulletin of the American Physical Society, 1956.
- HORNBOGEN, E. **The role of the fracture toughness in the wear of metals.** Wear, vol. 33, 1975. 251-259.
- HURRICKS, P. L. **Some metallurgical factors controlling the adhesive and abrasive wear resistance of steels. A review.** Wear, vol. 26, 1973. 285-304.
- HUTCHINGS, I. M. **Tribology - friction and wear of engineering materials.** 7. ed. Londres: Edward Arnold, 1992.
- JOHNSON, K. L. **Contact mechanics and the wear of metals.** Wear, vol 190, 1995. 162-170.
- JOST, H. P. **Lubrication (Tribology) - A Report of the Present Position and Industry's Needs.** Dep. of Education and Science, 1966.
- JOST, H. P. **The task of tribology societies on a changing world.** Second World Tribology Congress, 2001.
- KAPOOR, A.; JOHNSON, K. L.; WILLIAMS, J. A. **A model for the mild ratchetting wear of metals.** Wear, vol. 200, 1996. 38-44.
- KAPOOR, A.; WILLIAMS, J. A. **Shakedown limits in sliding contacts on a surface hardened half space.** Wear, vol. 172, 1994. 197-206.
- KELLY, D. A.; HUTCHINGS, I. M. **A new method for measurement of particle abrasivity.** Wear, vol. 205, 2001. 76-80.
- KOLLMER, K. P. **Applications & Developments in the Cryogenic Processing of Materials.** The Technology Interface, Electronic Journal for Engineering Technology, vol. 3, 1999.
- LARSEN-BADSE, J. **Some effects of specimen size on abrasive wear.** Wear, vol. 19, 1972. 27-35.
- LESKOVSEK, V.; ULE, B. **Influence of deep cryogenic treatment on microstructure, mechanical properties and dimensional changes of vacuum heat-treated high-speed steel.** Heat Treatment of Metals, vol 2, 2002. 72-76.

- MAJUMDAR, A.; BHUSHAN, B. **Fractal model of elastic-plastic contact between rough surfaces**. Journal of Tribology, vol. 113, 1991. 1-11.
- MCDONALD, B.; GOETZBERGER, A. **Technique for determination of the dept of diffused layers**. Journal of Electrochemistry Society, vol. 109, 1962. 141-144.
- MENG, F. et al. **Role of eta-carbide precipitations in the wear improvements of Fe-12Cr-Mo-V-1.4C tool steel by cryogenic treatment**. ISIJ Int, 1994. 205-210.
- MENG, F.; TAGASHIRA, K.; SOHMA, H. **Wear resistance and microstructure of cryogenic treated Fe-1.4Cr-1C bearing steel**, 1994.
- MODI, O. P.; MONDAL, D. P. **Abrasive behavior of high carbon steel: effects of microstructure and experimental paramaters and correlation with mechanical properties**. Material Science and Engineering, vol. A343, 2003. 235-242.
- MOHAN LAL, D.; RENGANARAYANAN, S.; KALANIDHI, A. **Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steels**. Cryogenics, 2001. 149-155.
- MOLINARI, A. et al. **Effect of deep cryogenic treatment on the properties of tool steel**. Proceedings of Conference of Advances Materials Processes Techonologies, 1999. 1461-1469.
- MOLINARI, A. et al. **Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of toolsteels**. Journal of Materials Processing Technology, 2001.
- MOORE, M. A.; DOUTHWAITE, R. M. **Plastic deformation below worn surfaces**. Metallurgical Transactions, vol. 7A, 1978. 1833-1839.
- NASCIMENTO, A. G. **Avaliação da resistência à fadiga de aços CA6NM submetidos a tratamento criogênico e nitretação iônica**, 2011. 54.
- OECD. **Friction, Wear and Lubrication: Terms and Definition**. Research Group on Wear of Engineering Materials, 1969.
- OECD. **Glossary of terms and definitions in the field of friction, wear and lubrication; Tribology**. Research Group on Wear of Engineering Materials, 1969.
- ONIONS, R. A.; ARCHARD, J. F. **Contact of surfaces having a random structure**. Journal of Physics, 1973. 289-304.
- PELLIZZARI, M. et al. **Effectto del trattamento criogenico sulle proprietà microstrutturali dell'acciaio AISI H13**. La Metallurgia Italiana, 2001. 21-27.

- RABINOWICZ, E.; DUNN, L. A.; RUSSELL, P. G. **A study of abrasive wear under three-body conditions.** *Wear*, vol. 4, 1961. 345-355.
- RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M. **A micro-abrasive wear test, with a particular application to coated systems,** 1994.
- SASADA, T.; OIKE, M.; EMORI, N. **The effect of abrasive grain size on the transition between abrasive and adhesive wear.** *Wear*, vol. 97, 1984. 291-302.
- SILVA, A. L. V. D. C.; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais.** 3. ed. [S.l.]: Editora Blucher, 2010.
- SILVA, L. A. M. T. D. **Análise da camada interna de um tubo flexível submetido à carregamentos externos.** Universidade Federal Fluminense. Niterói, p. 74. 2010.
- STACHOWIAK, G. B.; STACHOWIAK, G. W. **The effects of particle characteristics on three-body abrasive wear.** *Wear*, vol. 249, 2001.
- STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology.** Elsevier, 2005.
- THAKARE, M. R. et al. **Effect of abrasive particle size and the influence of microstructure on the wear mechanisms in wear resistant materials.** *Wear*, vol. 276-277, 2012. 16-28.
- THOMPSON, V.; HINTERMANN, H. E.; CHOLLET, L. **The determination of composition depth profiles using spherical erosion and scanning Auger electron spectroscopy.** *Surface Technology*, vol. 8, 1979. 421-428.
- TMG77-91, A. **Standad Method for Ranking Resistance of Materials to Sliding Wear Using Block on Ring Test,** 1998. 1-14.
- TREZONA, R. I.; ALLSOPP, D. N.; HUTCHINGS, I. M. **Transition between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test.** *Wear*, 1999.
- TREZONA, R. I.; HUTCHINGS, I. M. **Three-body abrasive wear testing of soft materials.** *Wear*, 1999.
- WHITEHOUSE, D. J.; ARCHARD, J. F. **The properties of random surfaces of significance in their contact.** *Proceedings to Royal Society London*, 1970. 97-121.
- WOOD, G. J. **Tribological properties of surface engineered martensitic stainless steel. Thesis.** School of Metallurgy and Materials, University of Birmingham. [S.l.]. 1991.

XAVIER, F. G. **Avaliação da vida em fadiga de um novo modelo de terminal conector para dutos flexíveis**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul - Escola de Engenharia. [S.l.]. 2009.

YUN, D.; XIAOPING, L.; HONGSHEN, X. **Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism**. Heat Treatment of Metals, Vol. 25, 1998. 55-59.

ZHIRAFAR, S.; REZAEIAN, A.; PUGH, M. **Effect of cryogenic on the mechanical properties of 4340 steel**. Journal of Processing Technology, 2007.

ZHISHENG, W. et al. **Effect of deep cryogenic treatment on electrode life and microstructure for spot welding hot dip galvanized steel**. Material & Design, 2003.

ZUM GAHR, K. H. **Microstructure and wear of materials**. [S.l.]: Elsevier, 1987.

ZUM GAHR, K.-H. **Modelling of two body abrasive wear**. Wear, vol. 124, 1988. 87-103.

SITES CONSULTADOS

- [1] <http://infopetro.files.wordpress.com/2012/06/road-show-pn-2012-16-25-jun-12-portugues.pdf>
Acessado em: 18/11/2012
- [2] <http://www.ptil.no/getfile.php/PDF/report%20on%20bonded%20flexible%20pipes2009.pdf>
- [3] http://prysmiangroup.com/en/business_markets/markets/oil-and-gas/products/subsea-umbilicals-risers-and-flowlines-surf/Flexible-pipes-risers-flowlines/
Acessado em: 25/03/2013
- [4] <http://www.petrobras.com.br/pt/quem-somos/estrategia-corporativa/plano-de-negocios/>
Acessado em: 27/06/2013
- [5] www.matweb.com
Acessado em: 15/06/2013