

A PERFILOMETRIA 3D COMO INSTRUMENTO DE ANÁLISE EM PROCESSOS DE MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL ⁽¹⁾

*Cristina Godoy²
Marília Mendonça de Lima³
Janaina Kizzi Morais⁴
Rafael Drumond Mancosu⁵*

Resumo

A tribologia é definida como a ciência e a tecnologia de superfícies em interação, sob movimento relativo. Uma caracterização rigorosa desta interação entre as superfícies em movimento se faz necessária para a determinação da forma e da área de contato entre as superfícies. Neste trabalho fenômenos em que processos tribológicos, estão envolvidos, foram estudados utilizando perfilometria tridimensional. Destacam-se os estudos da influência da textura superficial (rugosidade 3D) na resistência à cavitação de sistemas nitretados a plasma e recobertos, assim como o monitoramento da evolução da erosão cavitacional por parâmetros de rugosidade tridimensionais. A influência da rugosidade na resistência à corrosão também foi analisada com o uso da perfilometria tridimensional. Os sistemas estudados consistiram de substratos de aço ABNT 1045 modificados química e estruturalmente na superfície, através da deposição por PAPVD do recobrimento tribológico Cr-N. Realizou-se também modificação mecânica superficial, através de nitretação a plasma anterior a deposição do recobrimento, produzindo o sistema dúplex. Resultados de testes de perda de massa por erosão cavitacional e de testes potenciodinâmicos, em meio ácido, foram comparados com os obtidos por perfilometria. Os sistemas foram caracterizados através de análise topográfica 3D antes dos testes e durante a evolução do fenômeno. Concluiu-se que a rugosidade superficial tem pouca influência na resistência à cavitação enquanto tem forte influência na resistência a corrosão química. Correlação entre a evolução da taxa de erosão cavitacional e parâmetros de perfilometria foram observadas. Testes potenciodinâmicos em meio ácido não foram capazes de distinguir com precisão as diferentes reatividades de sistemas com mesmo recobrimento, enquanto a caracterização por perfilometria indicou uma menor resistência do sistema dúplex através da identificação de pites em maior quantidade de pites e de maior profundidade, no sistema dúplex. A abordagem tridimensional mostrou-se uma ferramenta robusta para análise da evolução da textura superficial em fenômenos que ocorrem superficialmente onde solicitações mecânicas podem ocorrer simultaneamente a solicitações químicas.

Palavras-chave: Perfilometria; Rugosidade 3D; Cavitação; Corrosão.

1-INTRODUÇÃO

A topografia de uma superfície é tridimensional por natureza. Os fenômenos tribológicos ocorrem na superfície assim como outros fenômenos triboquímicos. A caracterização topográfica 3D por perfilometria é desta forma uma ferramenta poderosa na descrição destes fenômenos. E se utilizado equipamentos de alta resolução (capaz de detectar variações de amplitudes a nível nanométrico) pode-se ter informações mais precisas e em um tempo precoce na evolução do fenômeno. Por exemplo, em fenômenos superficiais, tal como desgaste, que sofre alterações em massa e na textura superficial com o tempo, a caracterização do mesmo depende da precisão das balanças utilizadas para a medição da variação de massa. Se utilizado perfilometria de alta resolução, as variações nanométricas nas amplitudes do perfil topográfico podem ser detectadas precocemente além de fornecer o modo pelo qual a textura superficial evolui com o tempo. Além disso, discute-se muito a influência da rugosidade superficial às solicitações triboquímicas impostas aos materiais. Para esta análise, uma caracterização tridimensional da superfície é fundamental pois a utilização de análises de rugosidade bidimensional não descreve a superfície tal como ela se apresenta.

Em muitas aplicações, recobrimentos processados por PAPVD encontram-se sujeitos ao ataque combinado de desgaste e corrosão. Esses fenômenos triboquímicos, associados à fadiga, constituem as solicitações que mais limitam a vida útil dos recobrimentos [1]. O crescimento e a funcionalidade de filmes depositados por PAPVD dependem consideravelmente de propriedades químicas, mecânicas e físicas da superfície do substrato, em especial da textura superficial do substrato. Esta influencia o mecanismo e a densidade de nucleação dos átomos adicionados, além da formação da interface. A rugosidade da superfície do substrato afeta a distribuição do material depositado e a morfologia do filme resultante. Superfícies rugosas ocasionam o crescimento de um filme menos denso, devido a efeitos geométricos [2]. Considerando a corrosão, o aumento da rugosidade do substrato ocasiona crescimento do número de *pinholes* (porosidades conectadas) por área do filme depositado, acarretando em um filme com maior quantidade de defeitos superficiais [2,3]. Estudos realizados por Munemasa et al (1991) [4] indicaram que a resistência à corrosão do conjugado é assim, consideravelmente dependente da rugosidade da superfície do substrato. Relativo à erosão por cavitação, sabe-se que uma baixa rugosidade final constitui um fator importante na diminuição da taxa de erosão cavitacional [5,6]. Por outro lado, a realização de nitretação a plasma anterior a deposição de um filme por PAPVD aumenta a capacidade de suporte mecânico do sistema e eleva a resistência mecânica, de modo a contribuir na resistência à erosão por cavitação [3]. Mas esta etapa de nitretação iônica pode alterar a rugosidade superficial do material [5,6] podendo vir a comprometer o desempenho dos sistemas dúplex frente à corrosão e à cavitação. Este trabalho utilizou uma abordagem topográfica através da perfilometria para a descrição das texturas superficiais de conjugados de Cr-N sujeitos à corrosão e cavitação, buscando correlações entre textura superficial e parâmetros topográficos. A perfilometria tridimensional foi utilizada antes e após os fenômenos, de cavitação e corrosão, possibilitando a diferenciação e correlação entre as texturas superficiais dos sistemas estudados com a taxa de erosão cavitacional e parâmetros eletroquímicos de corrosão.

1.1. Parâmetros Topográficos 3D

A textura superficial (rugosidade) dos materiais pode ser descrita por parâmetros de rugosidade e imagens topográficas de uma superfície, através da técnica de perfilometria tridimensional [7-9]. Assim, a utilização dessa ferramenta no estudo de fenômenos triboquímicos torna-se promissora. No 2^o Workshop de Caracterização de Superfícies 3D [8,9], definiu-se 14 principais parâmetros para caracterização dos principais aspectos topográficos. Para este trabalho, utilizou-se S_a , S_q como parâmetros relacionados à amplitude do perfil de rugosidade; S_{sk} e S_{ku} , parâmetros estatísticos associados à curva de distribuição de amplitudes de um perfil. O parâmetro S_a (rugosidade média da superfície), corresponde à análise em 3D do parâmetro bidimensional R_a (o mais antigo parâmetro de perfilometria), definido como a média aritmética dos valores absolutos dos desvios do plano médio (acima e abaixo) dentro da área de varredura [7-9]. Como S_a mede a rugosidade média do material, superfícies com o mesmo valor de S_a podem possuir diferentes perfis de rugosidade. Assim, é necessária a utilização de outros parâmetros da perfilometria além do S_a , para uma descrição mais completa da textura superficial [7-9]. O parâmetro S_q corresponde ao o desvio padrão médio das amplitudes do perfil em relação a um plano médio [8,9]:

Os parâmetro S_{sk} (Figura 1a) e S_{ku} são associados a curva de distribuição de amplitudes de um perfil. Estes parâmetros podem ser utilizados para descrever a forma do perfil de uma superfície. Valores de S_{sk} igual a zero juntamente com S_{ku} igual a 3 caracterizam uma distribuição Gaussiana e corresponde a um perfil topográfico com distribuição simétrica dos picos e vales simetricamente em torno do plano de mínimos quadrados. Distribuições simétricas apresentam. Valores de S_{sk} negativos ($S_{sk} < -1$) evidenciam grande concentração de material próximo a superfície (perfil tipo platô) e valores de S_{sk} positivos ($S_{sk} > 1$) evidencia um perfil com presença de picos (Figura 1a). O parâmetro S_{ku} (Curtose) (Figura 1b) também é um parâmetro associado a curva de distribuição de amplitudes de um perfil. Uma curva diz ter distribuição gaussiana se $S_{ku}=3$. Quando se tem $S_{ku} > 3$, tem-se uma distribuição centralmente distribuída (maior frequência de amplitudes em torno da média) e quando se tem $S_{ku} < 3$ para uma distribuição mais espalhada (menor frequência de amplitudes em torno da média) [7-9].

2. 0. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os sistemas produzidos para estudos em erosão cavitação foram: Aço ABNT 1045; Aço ABNT 1045 nitretado a plasma; Aço ABNT 1045 recoberto com Cr-N por PAPVD (sistema monocamada); Aço ABNT 1045 nitretado a plasma e recoberto com Cr-N (sistema dúplex). Para análise de resistência a corrosão o substrato utilizado foi um aço AISI H13 temperado e revenido. Os substratos foram lixados e polidos manualmente anterior a nitretação e deposição do filme até obtenção de S_a menor que $1\mu\text{m}$ (1000nm). A nitretação a plasma e a deposição do recobrimento Cr-N foi realizada na Inglaterra. A nitretação a plasma para a obtenção dos aços nitretados e dos sistemas dúplex ocorreu entre 455°C e 477°C , durante 120 minutos. A deposição do filme de CrN para produção dos sistemas monocamada ocorreu entre 409°C e 465°C , durante 60 minutos, enquanto para a produção do sistema dúplex ocorreu entre 368°C e 398°C , durante 60 minutos. A pressão total variou entre $0,9 \times 10^{-5}$ mbar e $2,8 \times 10^{-5}$ mbar. A espessura final dos filmes permaneceu em torno de $5\mu\text{m}$.

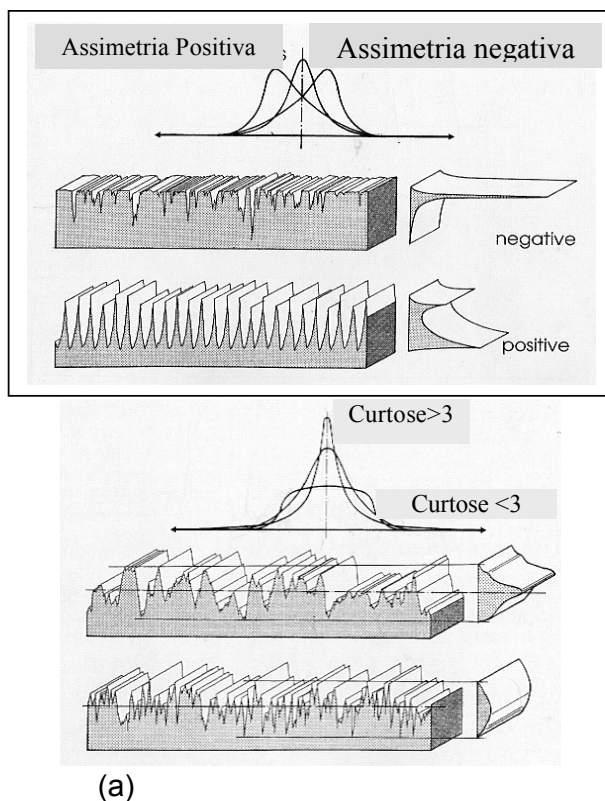


Figura 1. (a) Assimetria da curva de distribuição de amplitudes (Ssk), (b) Curtose da curva de distribuição de amplitudes, Sku[7].

A avaliação da resistência à cavitação vibratória baseou-se na norma ASTM G-32-85. Foi utilizado o equipamento TELSONIC, com a realização dos ensaios em água destilada, estando submetidos à vibração com frequência de 20KHz, amplitude de 45 μ m e a uma faixa de temperatura de (20 \pm 5) $^{\circ}$ C. As amostras foram pesadas em uma balança de 0,0001g de precisão após a interrupção do ensaio em intervalos regulares, com o conseqüente registro da perda de massa. Foram obtidas no mínimo 03 curvas de perda de massa em função do tempo de cavitação, para cada sistema estudado. As análises estatísticas dos resultados obtidos foram realizadas através da proposição de um modelo de regressão linear segmentada contínua, com o uso do software STATISTICA for Windows (Statistica, 1993) [10,11,12].

Os testes de corrosão (polarização linear e potenciodinâmica) foram realizados no Potenciostato AUTOLAB PGSTAT 30, com a célula eletroquímica composta pelo eletrodo de referência (calomelano saturado) e eletrodo auxiliar (placa de platina), em H₂SO₄ 1N aerado. A área de exposição nominal das amostras foi de 4,9 cm². Os eletrodos foram mergulhados na solução durante 1h para a estabilização do Potencial de Circuito Aberto (OCP) (ASTM G-5-94). O teste de polarização linear foi realizado para a obtenção dos parâmetros de corrosão E_{corr} (potencial de corrosão) e Rp (resistência de polarização), a \pm 10 mV em relação ao OCP a 0,6 V/h (ASTM G-5-94). O E_{corr} foi obtido através da Análise de Tafel e o Rp calculado através da inclinação da curva do potencial em função da corrente (relação $\Delta E/\Delta i$). Foram realizados testes de polarização potenciodinâmica nos sistemas conjugados para atingir a nucleação dos pites de corrosão, a uma faixa de potencial entre -0,668V a 1,8V em relação OCP a 0,6 V/h (ASTM G-5-94), para o posterior mapeamento da

corrosão localizada através da perfilometria. Para cada sistema estudado foram realizados 04 testes de polarização potenciodinâmica .

Em relação a perfilometria, utilizou-se o perfilômetro T4000 da HOMMELWERKE, com apalpador móvel TK 300 para as amostras sujeitas à cavitação e TK 100/60 para as sujeitas à corrosão. Foram realizadas 50 medições, com espaçamento de 160 μm , nas amostras de cavitação e 150 medições de 100 μm nas de corrosão, à velocidade de 0,5 mm/s. A obtenção do perfil de rugosidade e do perfil de ondulação assim como a obtenção dos parâmetros associados a estes perfis, foi realizada com o uso do filtro gaussiano. A varredura foi realizada em uma área de 15mm x 15mm das amostras sujeitas à corrosão, implicando no uso de um filtro igual a $\lambda_c= 2,5$ mm; enquanto a área de medição das amostras sujeitas à cavitação foi bem menor, igual a 4,8 mm x 4,8 mm, seleção esta realizada em função do tamanho do corpo de prova, implicando em um filtro igual a $\lambda_c= 0,8$ mm.

É importante também remarcar que a incerteza de uma medição em perfilometria tridimensional depende entre outros fatores do número de pontos experimentais obtidos em uma varredura, que dependerá da área total varrida e dos intervalos de obtenção dos dados experimentais. Seja por exemplo o parâmetro S_a , definido como sendo igual a:

$$S_a = \frac{1}{MN} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M |\eta(x_i, y_i)|$$

onde, $\eta(x,y) = z(x,y) - (a+bx+cy)$ é a superfície residual obtida subtraindo o plano de referência de mínimos quadrados da superfície original. M, é o número de pontos por perfil bidimensional varrido e N, é o número total de perfis varridos. Isto significa que S_a é o resultado da leitura das cotas $z(x,y)$, associadas a M pontos multiplicadas por N perfis. A varredura da ponta se faz continuamente na direção x, e os valores de $z(x,y)$ são lidos discretamente . No nosso estudo, o comprimento total de varredura em x foi igual a 8mm (lt), e a leitura se fez com intervalos de $\Delta x=1\mu\text{m}$, ou seja, foram coletados 8.000 pontos (valor de M) em cada perfil varrido na direção X. Quando a ponta chegava ao final do percurso determinado em X, ela retornava à posição 0 (zero), em X, e desloca de $\Delta y=160 \mu\text{m}$ na direção y. Como y total foi igual também a 8 mm, obteve-se $(8 \times 10^3 \mu\text{m}/160)$ varreduras bidimensionais ou seja N igual a 50. Sendo assim, o número de dados experimentais utilizados neste procedimento para determinação de S_a , coletados na área varrida de 64mm^2 foi de 400.000 pontos (=50 x 8000). O que representa relativo aos parâmetros bidimensionais, tal como R_a , uma menor incerteza na medição. Optamos então por selecionar uma maior área a ser varrida em cada corpo de prova de cavitação em vez de selecionar várias áreas de varreduras, cada uma de tamanho menor. Este procedimento buscou assim minimizar a incerteza da medição.

Foram realizadas varreduras perfilométricas, anterior ao processo de erosão cavitacional para garantir corpos de prova com textura superficial comparáveis entre si, de forma a não se ter a rugosidade inicial como um parâmetro de influência na resposta à cavitação. Para todos os corpos de prova testados (03 de cada sistema), foram realizadas varreduras perfilométricas dentro da maior área possível. As amostras testadas em corrosão, também sofreram análises perfilométricas, antes e após os testes de corrosão. Após o teste potenciodinâmico, foram obtidas imagens topográficas do perfil de rugosidade invertido em relação ao eixo z, para visualização dos pites de corrosão (vales), que correspondem a picos da imagem invertida, o que possibilitou o mapeamento e a diferenciação do ataque localizado dos conjugados, sujeitos à mesma faixa de potencial aplicada. Os parâmetros e imagens topográficas

foram obtidos através do software Turbo Roughness e Hommelmap Expert 3.0 (*Mountains*).

3.0. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. Correlação entre Perfilometria e Perda de Massa Cumulativa por Cavitação

Os gráficos obtidos das curvas da perda de massa em função do tempo de cavitação assim como as análises estatísticas realizadas (Tabela II e Figuras 2a e 3a) evidenciam a presença de vários regimes de desgaste. As principais conclusões produzidas por estas análises são: (i) comparando os sistemas aço e monocamada (Figura 2a), observa-se que no sistema aço dois regimes estão presentes, o de incubação e o de cavitação acelerada enquanto no conjugado monocamada observa-se a presença de três regimes: um regime intermediário entre o de incubação e o de cavitação acelerada tem-se um regime de desgaste associado como um regime de desgaste intrínseco ao recobrimento (de 3,56 a 6,05 h). A presença do recobrimento, além de promover um período de incubação maior (t_{in} igual a 1,23 h para o aço e igual a 3,56 h para o sistema monocamada) introduziu esta etapa intermediária de desgaste, até tempos de 6,05 horas, com uma taxa de desgaste igual a $4,4 \pm 0,2$ mg/h, que é uma taxa muito inferior a do aço, nestes mesmos tempos de erosão, igual a $8,4 \pm 0,1$ mg/h. Após 6,05 horas, o recobrimento não estava mais presente (observação realizada em MEV) e assim observou-se taxa de erosão similar ao regime de cavitação acelerado observado para o sistema aço. Comparando os sistemas nitretado e dúplex (Figura 3a), conclui-se que a nitretação a plasma introduziu um regime de baixa taxa de cavitação (denominado regime de desgaste da camada nitretada, em tempos de 3,4 a 6,4 horas para o sistema aço nitretado e em tempos de 9,24 a 12,18 horas para o sistema dúplex) além de aumentar o tempo de incubação. A posterior deposição do filme de Cr-N no sistema dúplex representou um período longo de taxas de erosão muito baixas (até 9,9 horas). Uma menor taxa de cavitação de erosão cavitacional obtida no regime de erosão acelerado (igual a $3,9 \pm 0,3$ mg/h) evidenciou que a associação do tratamento de nitretação a uma posterior deposição do filme Cr_xN_{1-x} propicia a melhor resposta em cavitação vibratória.

A análise da evolução dos parâmetros topográficos (Figuras 2b-c e 3b-c) confirma a presença dos diferentes regimes de desgaste. Tanto no aço 1045, quanto no sistema monocamada, os parâmetros S_a e S_q aumentaram até valores em torno de 4 μ m durante o período de incubação, indicando que embora não houve perda de massa considerável nesta etapa, observou-se crescimento dos parâmetros de amplitude do perfil de rugosidade. Analisando a evolução dos parâmetros S_{sk} e S_{ku} , para este mesmo período, tem-se uma variação sem nenhuma tendência, o que significa que se trata de uma erosão não homogênea, provavelmente trata-se de uma erosão de uma camada de material muito superficial, com baixa densidade de material, como picos, até atingir uma profundidade onde se encontra um maior volume de material participando do processo de resistência à cavitação. Os parâmetros de amplitude do perfil de ondulação ($w-S_a$ e $w-S_q$) seguem uma tendência inversa aos parâmetros de amplitude do perfil de rugosidade (Figura 4). Ou seja, não se tem no período de incubação, modificação da mesma ordem de grandeza que aquela definida como ondulação do perfil topográfico, a partir do uso do filtro $\lambda_c = 0,8$ mm. Nossa hipótese é que no período de incubação, eventos isolados são dominantes, tais como deformação plástica ou fratura de asperezas acima de uma dada amplitude. A introdução do recobrimento estendeu este regime,

onde se observa aumento dos parâmetros de amplitude do perfil de rugosidade. Quando atingido uma região de maior quantidade de material, tem-se uma erosão mais homogênea em termos de textura superficial de rugosidade, envolvendo maior quantidade de material, donde se tem a partir deste tempo crescimento dos parâmetros de amplitude do perfil de ondulação. Na etapa de cavitação acelerada, os parâmetros de amplitude são constantes e observa-se valores de S_{ku} e S_{sk} associados perfil de rugosidade, típico de superfícies Gaussianas. A forma do perfil de rugosidade não altera desde que para a filtragem utilizada só se tem detecção de mudanças da ondulação. As mesmas tendências de correlação entre evolução de perda de massa e parâmetros associados ao perfil de rugosidade foram observadas para os sistemas nitretado e dúplex. Deve-se no entanto observar que estas análises foram realizadas a partir do perfil de rugosidade produzido com o uso do filtro de 2,5 mm. Este resultado sugere que as grandes modificações que ocorrem no perfil topográfico, após o tempo de incubação estão associadas a produção de cavidades, refletidas no perfil de ondulação. O tempo onde se inicia esta formação de cavidades é inferior ao tempo de incubação detectado por medidas convencionais de variação de massa (Figura 4).

O monitoramento dos parâmetros topográficos através da perfilometria tridimensional foi assim uma ferramenta de validação do modelo estatístico proposto para descrição da erosão cavitacional em sistemas complexos, confirmando a existência de vários regimes de desgaste e a superioridade do desempenho do sistema dúplex. Além disso, a variação dos parâmetros de amplitude do perfil de rugosidade, detectada pela perfilometria na etapa em que não há perda de massa significativa (período de incubação) e a variação dos parâmetros de amplitude do perfil de ondulação, em um tempo menor que o tempo de incubação, evidenciou a maior sensibilidade desta técnica na descrição do mecanismo cavitacional em comparação à resolução da balança.

Tabela II: Parâmetros da Análise Estatística de Regressão Linear Segmentada das Curvas “Perda de Massa Acumulativa e Tempo de Cavitação”.

		Aço ABNT 1045	Aço Nitretado	$\frac{Cr_x N_{1-x}}$ Aço Monocamada	$\frac{Cr_x N_{1-x}}$ Aço Nitretado Dúplex
Taxa de Erosão (mg/h)	Primeiro Regime	2,82 ± 0,06 (0 a 1,23 hs)	0,12 ± 0,05 (0 a 3,4 hs)	0,44 ± 0,04 (0 a 3,56 hs)	0,46 ± 0,06 (0 a 0,54 hs)
					1,8 ± 0,1 (0,45 a 2,14 hs)
	Segundo Regime	8,4 ± 0,1 (1,23 a 8 hs)	2,0 ± 0,3 (3,4 a 6,4 hs)	4,4 ± 0,2 (3,56 a 6,05 hs)	0,9 ± 0,2 (2,14 a 9,24 hs)
	Terceiro Regime		5,2 ± 0,6 (6,4 a 20 hs)	8,4 ± 0,3 (6,05 a 15,5 hs)	2,2 ± 0,2 (9,24 a 12,18 hs)
Quarto Regime				3,9 ± 0,3 (12,18 a 20,5 hs)	

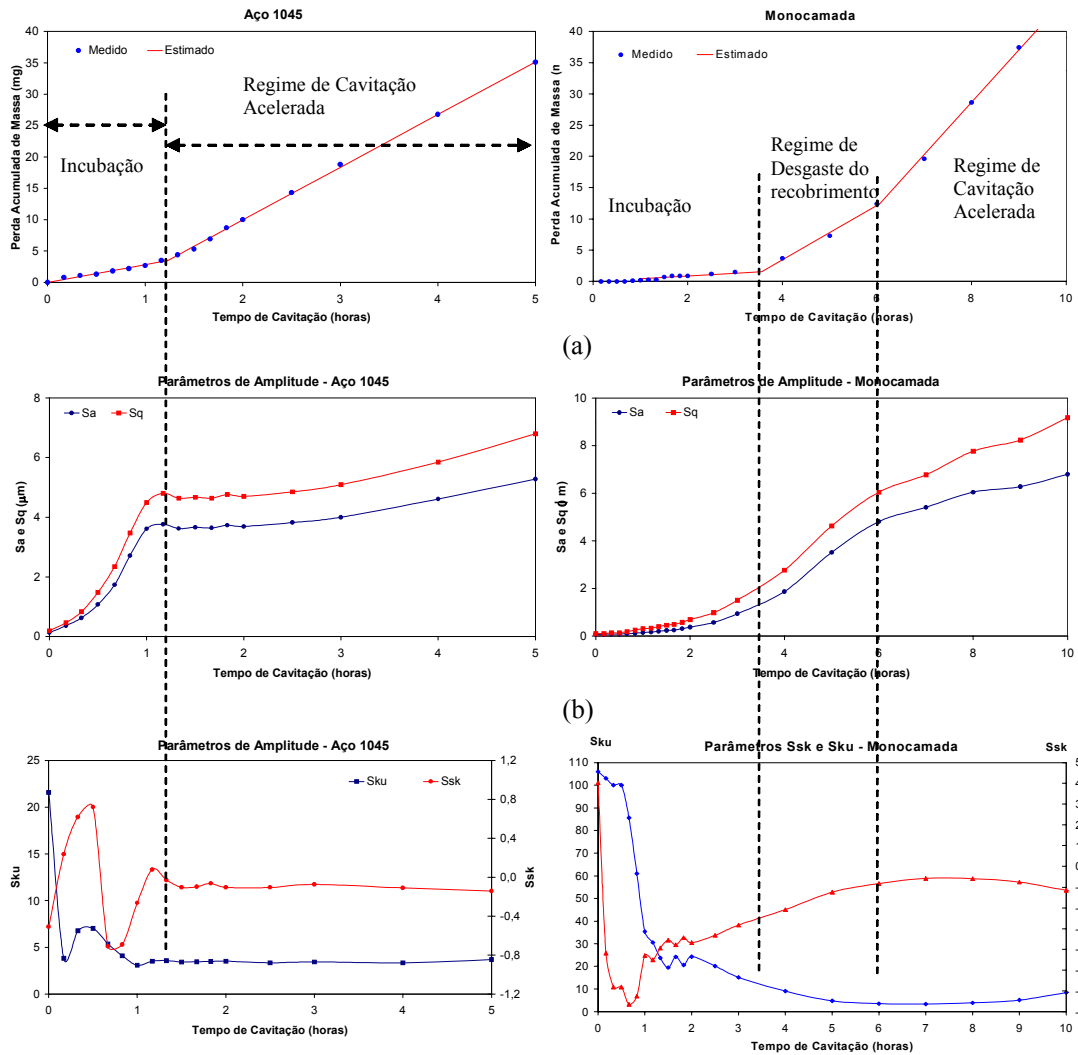


Figura 2: Gráficos de (a) Perda de Massa Acumulativa e tempo de cavitação e (b) e (c) parâmetros de rugosidade obtidos por perfilometria 3D para os sistemas aço ABNT 1045 e Conjugado monocamada Cr-N.

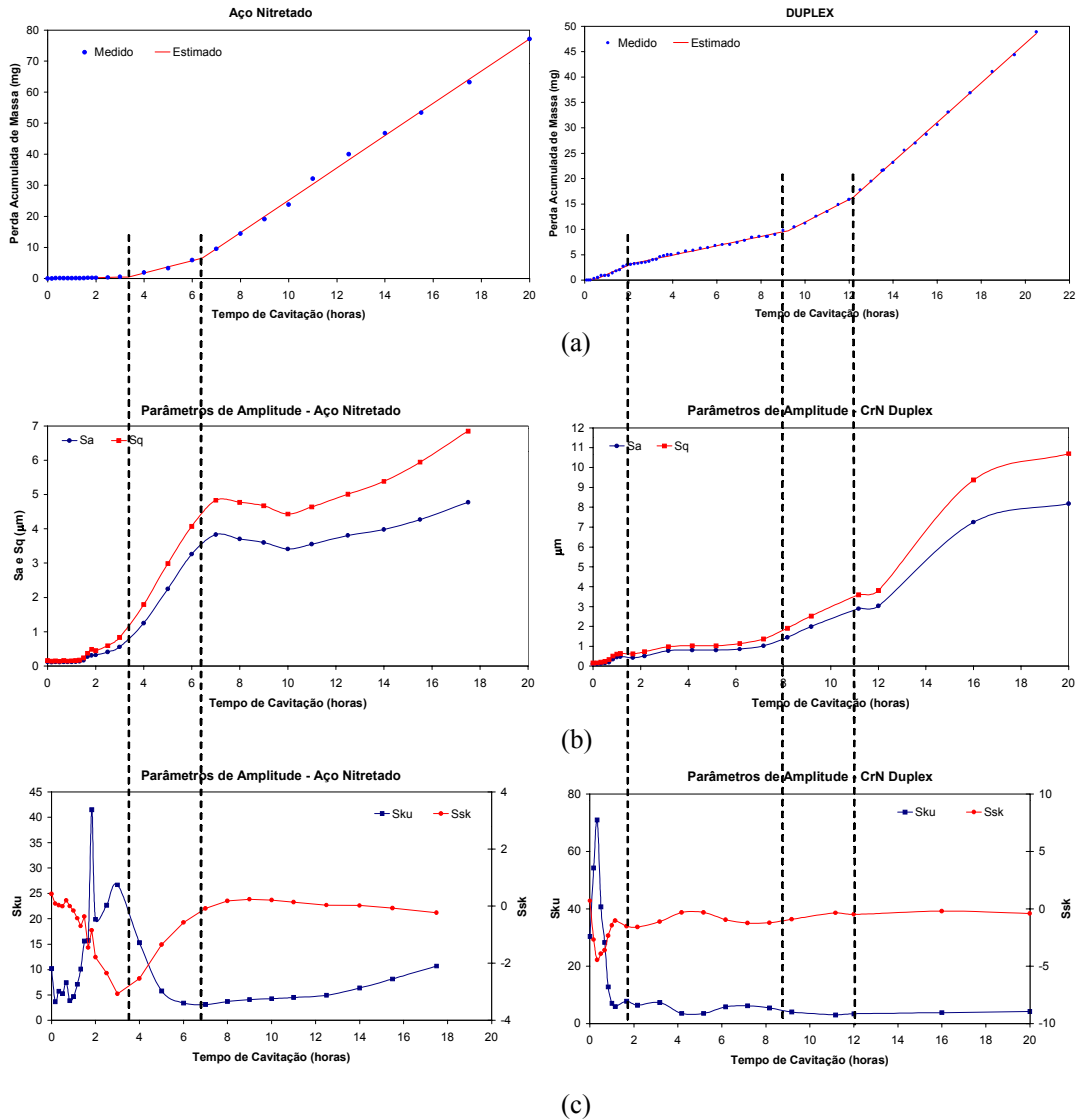


Figura 3: Gráficos de (a) Perda de Massa Acumulativa e tempo de cavitação e (b) e (c) parâmetros de rugosidade obtidos por perfilometria 3D para os sistemas aço ABNT 1045 nitretado e dúplex.

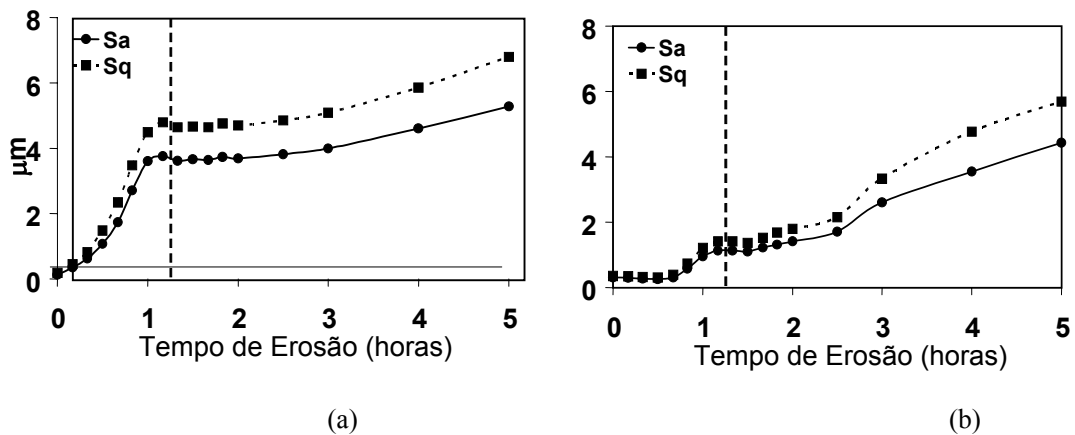


Figura 4: Gráficos Comparativos entre (a) Parâmetros de Amplitude Sa e Sq do Perfil de Rugosidade (b) do Perfil de Ondulação para o sistema aço ABNT 1045.

3.1. Correlação entre Perfilometria e Corrosão

Análise Topográfica 3D também foi realizada nos sistemas revestidos corroídos em H_2SO_4 1N, na tentativa de ser uma ferramenta a mais na descrição do fenômeno superficial de corrosão. Os parâmetros topográficos 3D dos sistemas iniciais, submetidos aos testes de corrosão, (Tabela II). A análise estatística obtida pela aplicação do teste de igualdade de médias indicou que a nitretação aumenta a rugosidade do substrato aço, desde que as médias de Sa e Sq não podem ser aceitas como iguais. O sistema dúplex apresentou a maior rugosidade entre todos os sistemas. Isto pode ser atribuído ao fato que além de ter sofrido um processo de nitretação a plasma, o mesmo sofreu um procedimento de ataque iônico antes da deposição do recobrimento (*sputtering*) com o objetivo de retirar uma possível camada de compostos de nitretos, que se formada poderia se desestabilizar durante o processo de deposição do recobrimento e formar uma camada de ferro alfa (*black layer*) que comprometeria a adesão do filme ao substrato. Por outro lado, a deposição de um filme processado por PAPVD sobre um substrato altera pouco a textura superficial do substrato (valores de Sa e Sq próximos), no entanto aumenta o valor de Ssk negativamente, correspondendo a um perfil do tipo platô, com uma quantidade de material grande próximo a superfície. Os valores de Sku são sempre superiores a 3, indicando uma frequência alta de vales com uma dada amplitude no perfil.

Tabela II: Parâmetros da Análise Estatística de Regressão Linear Segmentada das Curvas “Perda de Massa Acumulativa e Tempo de Cavitação”.

Parâmetros	Aço AISI H13		Sistema Nitretado		Sistema Monocamada Cr-N		Sistema Dúplex Cr-N	
	Média	IC 95%	Média	IC 95%	Média	IC 95%	Média	IC 95%
Sa (nm)	87,7	10,6	143,0	0,1	81,9	14,0	329,3	28,3
Sq (nm)	124,3	0,5	199,0	9,7	151,7	9,9	470,3	50,5
Ssk	-1,2	1,3	-0,2	0,3	-5,2	1,6	-1,7	0,3
Sku	13,4	12,9	9,7	2,0	60,6	32,3	10,2	2,2

A tabela III reúne os parâmetros obtidos nos testes potenciodinâmicos (Figura 5) para os conjugados monocamada e o dúplex. Os valores obtidos para E_{corr} são muito próximos entre si e assim evidenciam semelhante tendência termodinâmica dos sistemas em relação à corrosão em H_2SO_4 1N aerado [12]. Os valores de i_{corr} e R_p obtidos apresentam um intervalo de confiança muito alto, no entanto testes de igualdade de médias indicaram que os valores não são iguais. Podemos concluir que o sistema monocamada de Cr_xN_{1-x} apresentou R_p praticamente três vezes maior que o conjugado dúplex e uma corrente de corrosão menor para o sistema monocamada. Estes resultados indicam uma tendência do sistema monocamada apresentar uma maior resistência à corrosão. Observa-se que os valores obtidos para R_p e i_{corr} são muito baixos relativos a valores convencionalmente encontrados. Isto se deve provavelmente ao procedimento adotado de realização dos ensaios potenciodinâmicos em meio aerado. É sabido que a aeração do meio corrosivo ou

seja, a presença de oxigênio dissolvido pode influenciar profundamente o valor da taxa de corrosão [15].

Tabela III. Parâmetros de corrosão obtidos através da polarização linear.

Parâmetros	Sistema Monocamada Cr-N		Sistema Dúplex Cr-N	
	Média	IC 95%	Média	IC 95%
$E_{corr}(V/(SCE))$	-0,438	0,009	-0,446	0,007
$i_{cc} (mA\ cm^{-2})$	8,95E-03	1,03E-02	2,04E+00	3,95E+00
$R_p (W\ cm^2)$	67	46	24	12

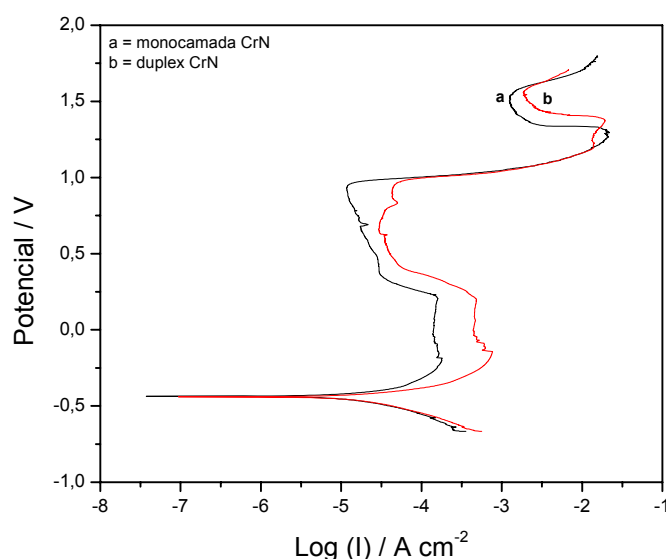
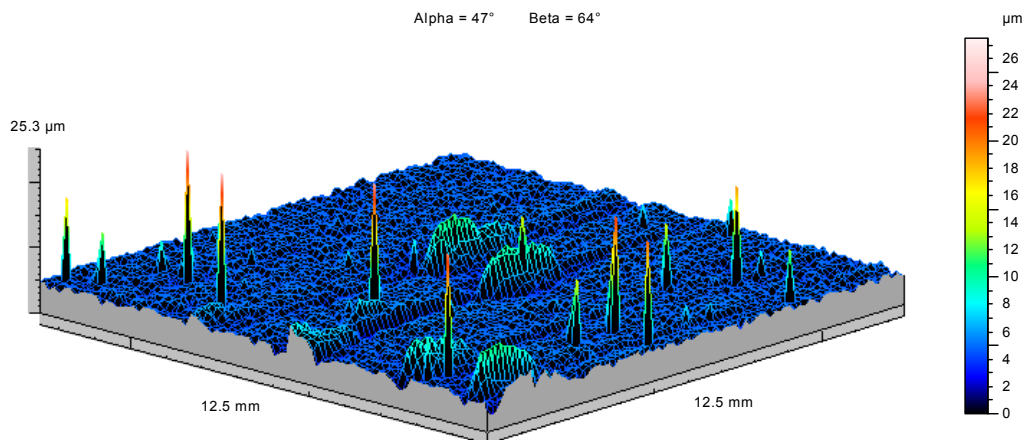
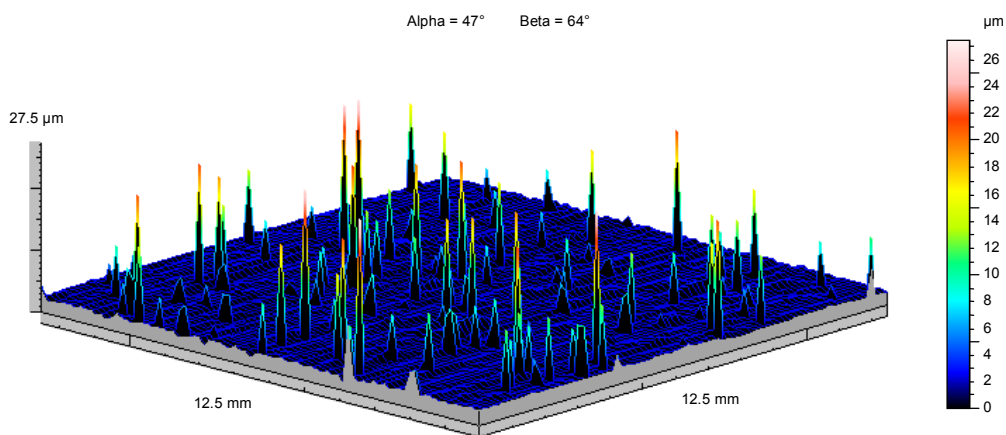


Figura 5: Curvas de Polarização Potenciodinâmica dos conjugados monocamada e dúplex CrN.

De acordo com as imagens invertidas dos perfis de rugosidade dos conjugados após a corrosão (Figura 6), observou-se que no mesmo potencial aplicado, o dúplex Cr-N apresentou a maior quantidade de pites de corrosão (correspondente aos picos apresentados na imagem invertida) que o conjugado monocamada, evidenciando o maior ataque localizado do dúplex. Este fato corrobora os resultados dos testes potenciodinâmicos, que indicaram maior taxa de corrosão (também expressa pela velocidade de penetração do ataque localizado) [12,13] do conjugado dúplex em comparação entre os conjugados. Embora ambos os sistemas apresentem o mesmo recobrimento (Cr-N) ou seja, são quimicamente similares e, apresentem as mesmas estruturas cristalinas [13,16], a diferença de rugosidade inicial entre elas, revelada pela perfilometria, parece ter sido o fator decisivo na resposta à corrosão em meio ácido. Esse fato corrobora a evidência de que o crescimento da rugosidade superficial pode aumentar a quantidade de pilhas eletroquímicas [15], além de acarretar o crescimento de um filme menos denso e com maior quantidade de defeitos [2,4], o que pode piorar o desempenho do material em corrosão.



(a)



(b)

Figura 6: Perfis topográficos invertidos dos conjugados (a) monocamada Cr-N e (b) dúplex Cr-N, após o teste potenciodinâmico de corrosão.

4. CONCLUSÕES

1. A perfilometria tridimensional se mostrou uma ferramenta poderosa em estudos de fenômenos de modificação superficial, como cavitação e corrosão, possibilitando a caracterização e conseqüente diferenciação das texturas superficiais dos materiais antes e após estes fenômenos.
2. A utilização da perfilometria aliada a testes de cavitação e corrosão permitiu estabelecer a existência significativa ou não de uma correlação entre o fenômeno de superfície e rugosidade. A rugosidade não foi o fator preponderante na resistência à cavitação dos sistemas estudados. A nitretação a plasma anterior à deposição do filme Cr-N por PAPVD, apesar de aumentar a rugosidade, acarretou o melhor desempenho em cavitação, evidenciando que este fenômeno foi mais dependente da profundidade de endurecimento do que da rugosidade superficial.

3. O aumento da rugosidade resultante da nitretação a plasma foi o fator predominante na diminuição da resistência à corrosão dos sistemas revestidos por Cr-N, em H₂SO₄1N.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPEMIG e ao CNPq pelo apoio financeiro concedido para o desenvolvimento deste trabalho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] DONG, H.; SUN, Y.; BELL, T. Enhanced corrosion resistance of duplex coatings. **Surface and Coatings Technology**, v.90, p. 91-101, 1997.
- [2] MATTOX, D. M. Surface effects on the growth, adhesion and properties of reactively deposited hard coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 81, pp. 8-16, 1996.
- [3] BATISTA, J.C.A. Promising duplex coatings for tribological applications at elevated temperature. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2001a. 155p. (Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).
- [4] MUNEMASA, J.; KUMAKIRI, T. Effect of the surface roughness of substrates on the corrosion properties of films coated by physical vapour deposition. **Surface and Coatings Technology**, v.49, p.496-499, 1991.
- [5] HAN, S.; LIN, J.H.; KUO, J.J.; HE, J.L.; SHIH, H.C. The cavitation erosion phenomenon of chromium nitride coatings deposited using cathodic arc plasma deposition on steel. **Surface and Coatings Technology**, v.161, p.20-25, 2002.
- [6] MÜNSTERER, S.; KOHLHOF, K. Cavitation protection by low temperature TiCN coatings. **Surface and Coatings Technology**, v.74-75, p.642-647, 1995.
- [7] MUMMERY, L. **Surface Texture Analysis: The Handbook**, West Germany: HOMMELWERKE GMBH, 1992, 105p.
- [8] STOUT, K.J.; BLUNT, L. **Three Dimensional Surface Topography**. 2ed. Penton Press, 1994, 285p.
- [9] STOUT, K.J. **Development of Methods for the Characterisation of Roughness in Three Dimensions**, Penton Press, 1993, 358p.
- [10] DIN, Medição de Rugosidade; Norma Alemã DIN 4776, 1990.
- [11] LIMA, M. M.; GODOY, G. C.; MODENESI, P. J.; BATISTA, J. C. A. Toughness evaluation of HVOF WC-Co coatings using Non-Linear Regression Analysis. **Materials Science And Engineering A- Structural Materials Properties Microstructure And Processing**, v. 357, n. 1-2, p. 337-345, 2003.
- [12] MONTGOMERY, C.D., PECK, E.A. **Introduction to linear regression analysis**, 2th edition, New York: John Wiley & Sons, 1992, p.210.
- [13] LEIDHEISER, H. **Fundamentals of Corrosion Protection in Aqueous Solutions**, ASM Handbook, v.13, 1987, 1415p.
- [14]. TIBURCIO, C.G.; CALDERÓN; F.A.; NAVA; J.G.C.; AQUINO; J.A.M.; VILLAFANE, A.M. **Electrochemical response of permanent magnets in different solutions**, **Journal of Alloys and Compounds**, v.369, p. 78-80, 2004.
- [15] FONTANA, M.G. **Corrosion Engineering**, 3 ed., Mc Graw-Hill International Editions, 1986, 556p.
- [16] GODOY, G. C, MORAIS, J. K.; BATISTA, J. C. A.; LINS, V. F. C.; MATENCIO, T.; Textura Superficial e Resistência a Corrosão após Nitretação e Revestimento por PAPVD, In. JORNADAS SAM/CONAMET/SIMPOSIO MATERIA 2003, San Carlos de Bariloche, Argentina, Asociación Argentina de Materiales SAM, 2003, p. 592-595. ISBN: 98720975-0-X.

THREE-DIMENSIONAL SURFACE TOPOGRAPHY ANALYSIS AS A STUDY TOOL IN TRIBOLOGICALLY PROCESSES.

*Cristina Godoy
Marília Mendonça de Lima
Janaína Kizzi Morais
Rafael Drumond Mancosu*

Abstract

Tribology is the field of science dealing with contacting surfaces in relative motion. A rigorous characterization of this interaction between the surfaces in movement it is necessary for the determination of the form and the area of contact between the surfaces. In this work phenomena, where tribological processes are involved, had been studied using three-dimensional profilometry. The studies of the influence of the superficial texture (roughness 3D) in the cavitation resistance and corrosion resistance are distinguished, as well as the characterization of the evolution of the cavitation erosion through three-dimensional parameters of roughness. The studied systems had consisted of a ABNT 1045 steel modified structurally and chemically in the surface, through the deposition of the PVD CrN tribological coating. Mechanical modification was also realized, through plasma nitriding previous the deposition of the PVD coating, producing the duplex system. Results mass loss for cavitation erosion tests and results of potentiodynamic tests in acid had been compared with the gotten ones for profilometry. The systems had been characterized through 3D topographical analysis, before the tests and during the evolution the phenomenon. We have concluded that the superficial roughness has little influence in the resistance to the cavitation while it has strong influence in the chemical corrosion resistance. Correlations between evolution of cavitation erosion rate and profilometry parameters had been observed. Potentiodynamic tests in acid had not been capable to distinguish the different chemical reactivities from systems with same coating, while the profilometry characterization indicated a lesser resistance of the duplex system through the identification of larger amount of pites and pites with bigger depth than the non-duplex system. The three-dimensional approach had revealed a robust tool for analysis of the evolution of the superficial texture in phenomena that occur superficially, where mechanical requests can occur simultaneously with the chemical requests.