RELAÇÃO ENTRE AS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS E A MICROESTRUTURA DO AÇO ABNT H13 NITRETADO POR PLASMA PULSADO¹

Mario Vitor Leite² Carlos A. Figueroa³ Israel J. R. Baumvol³ Rodrigo L. O. Basso⁴ Paulo R. Mei⁵ Amilton Sinatora⁶

Resumo

Discos de aço ABNT H13 foram nitretados por plasma pulsado numa atmosfera 20 % N₂ e 80 % H₂, à temperatura de 400 °C em diferentes tempos: 1 h, 4 h, 9 h, 16 h e 36 h. Estes discos foram testados num tribômetro para simular o desgaste por deslizamento. Para isto, foi utilizado uma esfera de Si₃N₄ com 7,14 mm de diâmetro e carga normal aplicada de 800 N. O disco deslizou sob a esfera sem a presença de um lubrificante por 8 horas, a velocidade de 0,05 ms⁻¹, totalizando uma distância de deslizamento de 1440 m. Os resultados deste ensaio mostraram que quanto maior o tempo de nitretação menor o volume de material desgastado. Os mecanismos de desgaste observados foram: deformação plástica, sulcamento e lascamento e estão relacionados com as características microestruturais da camada nitretada. O coeficiente de atrito medido foi de 0,2 para todas as condições testadas.

Palavras-chave: Nitretação a plasma; Desgaste por deslizamento; Atrito.

TRIBOLOGICAL PROPERTIES - MICROESTRUCTURE RELATIONSHIP OF ABNT H13 TOOL STEEL NITRIDED BY PULSED PLASMA

Abstract

ABNT H13 tool steel discs were nitrided by pulsed plasma in an atmosphere 20 % N_2 and 80 % H_2 and at a temperature of 400 °C in different times: 1 h, 4 h, 9h, 16 h and 36 h. The discs were tested in a tribometer in order to study the sliding wear of the nitrided material. A sphere of Si_3N_4 with 7.14 mm of diameter with an applied normal load of 800 N was used. The disc slid under the sphere without lubricant for 8 hours at a sliding speed of 0.05 ms⁻¹ up to a total distance of 1440 m. The results showed that longer nitriding times reduce the volume of wear. The following wear mechanisms were observed: plastic deformation, ploughing and spalling. They were related to the microstructure of the nitrided layer. The coefficient of friction was 0.2 for all tested conditions.

Key words: Plasma nitriding; Sliding wear; Friction.

- ¹ Contribuição técnica ao 6° Encontro da Cadeia de Ferramentas, Moldes e Matrizes, 20 a 22 de agosto de 2008, São Paulo, SP
- ² *M.Eng.* Doutorando do Laboratório de Fenômenos de Superfície da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo SP
- ³ Dr. Professor do Centro de Ciências Exatas e Tecnologia da Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul – RS.
- ⁴ Dr. Pesquisador do Instituto de Física "Gleb Wataghin" da UNICAMP, Campinas SP.
- ⁵ Dr. Professor do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMA) da Faculdade de Engenharia Mecânica (FEM) da UNICAMP, Campinas – SP.
- ⁶ Dr. Gerente de Inovação e Tecnologia da Aços Villares S.A., Pindamonhangaba SP.

1 INTRODUÇÃO

Uma rápida pesquisa pelos dicionários da Língua Portuguesa sobre a palavra "desgastar" resulta nas seguintes expressões: *gastar aos poucos*; *gastar pelo uso*. Todos têm a visão de que se gastou, houve perda. Sinatora⁽¹⁾ apresentou que as perdas devido ao desgaste no Brasil, considerando o PNB em 2004 de 1,7 trilhões de reais, estão entre 17 (1%) a 104 (6%) bilhões de reais por ano. O conhecimento para reduzir estas perdas está numa ciência relativamente nova que estuda a interação entre corpos com movimento relativo, a Tribologia.

Tribologia, do grego *tribos* ($\tau\rho\iota\beta\sigma\sigma$) que significa roçar-esfregar, foi enunciada pela primeira vez no Comitê do Departamento Britânico da Educação e Ciência, em 9 de março de 1966 e definida como a "Ciência e Tecnologia de superfícies que se interagem em movimento relativo – e práticas e assuntos correlatos.⁽²⁾

Talvez um dos grandes desafios na resolução dos problemas de desgaste seja antecipar a forma na qual este irá ocorrer sobre um dado componente. Basicamente, a perda de material pode ocorrer de três formas: por fusão, por dissolução química ou ainda por separação física dos átomos da superfície.⁽³⁾

Conhecer a forma na qual ocorre à remoção de material pouco ajuda na compreensão do desgaste. A norma DIN 50320 classificou os processos de desgaste de acordo com o tipo de movimento (deslizamento, rolamento, oscilatório e de impacto) e estado físico do corpo que exerce ação sobre o outro (desgaste erosivo). Cada processo envolve um ou mais mecanismos de desgaste que podem ser resumidos em: adesão, abrasão, reações triboquímicas e fadiga superficial. Além destes, cita-se também a deformação plástica, que apesar da importância que tem sobre vários tipos de desgaste é pouco comum abordá-la como um mecanismo de desgaste.⁽⁴⁾

Uma vez divido e delineado os problemas surgiram modelos relacionados aos mecanismos que auxiliam na predição do desgaste. O modelo mais difundido na literatura estabelece uma relação entre o volume ou massa de material removido durante um período ou uma distância em que permaneceram em contato com movimento relativo (Q), chamada de taxa de desgaste, com três parcelas: a primeira é referente à fração do material na qual efetivamente ocorre o contato, também conhecida como constante de desgaste (K); a segunda é referente à força normal que atua sobre os corpos (F) e a terceira é a parcela referente a uma propriedade do material, a dureza (H). Esta relação é apresentada pela Equação 1.⁽⁵⁾

$$Q = K \frac{F}{H}$$
 Eq. 1.

Com o modelo de Archard observa-se que a taxa de desgaste é inversamente proporcional à dureza e assim se compreende os grandes esforços em modificar as superfícies de componentes sujeitos ao desgaste visando endurecê-la.

O processo de nitretação a plasma é mais um entre inúmeros capazes de promover o endurecimento superficial.⁽⁶⁾ Há estudos sobre os benefícios que a nitretação a plasma oferece para os materiais destinados à aplicação na qual o desgaste tem grande influência sobre a funcionalidade do equipamento, e.g. Efeito da nitretação a plasma de um aço ABNT H13 para ferramentas de conformação mecânica.^(7,8)

O fato que potencializa mais um estudo sobre o efeito dos parâmetros da nitretação a plasma na resistência ao desgaste do aço ABNT H13 é justamente o ponto que torna tão desafiador o entendimento do desgaste, ou seja, as inúmeras combinações entre

tipos dos corpos em contato, variações do processo de desgaste quanto ao tipo de movimento e esforços mais os mecanismos de desgaste.

O objetivo deste trabalho é descrever os danos causados durante o desgaste por deslizamento a seco, simulado em condições laboratoriais, e relacioná-los as modificações microestruturais sofridas pelo aço ABNT H13 nitretado a plasma em diferentes tempos.

2 DETALHAMENTO EXPERIMENTAL E TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

O estudo da relação entre propriedades microestruturais com a resistência ao desgaste de um material nitretado em diferentes tempos foi realizado utilizando o aço ABNT H13, temperado a partir de uma temperatura de austenitização de 1030 °C e duplamente revenido a 580°C por 2 h cada. A dureza resultante deste tratamento térmico foi de 570 ± 6 HV_{0.1}.

A geometria dos corpos-de-prova tem o formato de disco com as dimensões apresentadas na Figura 1. O tratamento de nitretação foi realizado por plasma com uma atmosfera de composição 20% de N_2 e 80% de H_2 , à temperatura de 400°C em diferentes tempos: 1 h, 4 h, 9 h, 16 h e 36 h.

Foram retiradas amostras do material nitretado para análise microestrural. Para isso foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca Shimadzu, modelo SM – 550, com sonda para análise química e um difratômetro de raios-X (DRX) da marca Shimadzu, modelo D-6000.

Os ensaios de desgaste foram realizados num tribômetro da marca Plint[®], modelo TE67, na configuração esfera sobre disco. A condição de deslizamento foi única para todos os discos nitretados em diferentes tempos (Figura 2).



Durante o deslizamento, o disco nitretado, gira no sentido anti-horário a 40 rotações por minuto (rpm) em contato com uma esfera de Si_3N_4 , com 7,14 mm de diâmetro e carga normal aplicada de 800 N. O período de deslizamento foi de 8 horas e a distância percorrida com velocidade de 0,05 ms⁻¹ foi de 1.440 m.

A cada hora de deslizamento media-se a massa do disco e traçava-se o perfil topográfico da região correspondente à trilha de desgaste. Porém, antes de realizar

este procedimento, o disco era limpo em banho ultra-sônico enquanto que a esfera além de limpa era girada para que ao iniciar um novo período de deslizamento apresentasse as mesmas condições superficiais.

O deslizamento foi a seco num ambiente com temperatura média de 25°C \pm 5°C e umidade relativa (UR) de 50% \pm 10%.

Foi utilizado um disco de feltro de uma politriz manual, que girava a 2000 rpm, para remover as partículas de desgaste que surgiam na trilha no decorrer do deslizamento. O tribômetro utilizado possibilita medir a força tangente às superfícies em contato e na direção do deslizamento, resultante do esfregamento entre os corpos. Neste

trabalho, esta força tangente ao deslizamento, àquela que oferece resistência ao movimento, será chamada de força de esfregamento (F_e) e o resultado da divisão de F_e pela força normal (F_n), conforme a primeira Lei do Atrito, se obtém o coeficiente de atrito (μ) do esfregamento.⁽⁹⁾

A variação de massa sofrida pelo disco foi medida em uma balança com resolução de 0,1 mg. A caracterização dos mecanismos de desgaste foi realizada em um microscópio óptico na superfície da trilha de desgaste.

A perfilometria foi obtida com um perfilômetro de contato da marca Kosaka[®], modelo Sufcorder 1700 α , que utiliza uma ponta cônica de diamante com raio igual a 2 µm. A amplitude máxima de medição no eixo vertical do perfil é de 800 µm com resolução de 0,05 µm. Os perfis topográficos foram obtidos sempre numa mesma região antes e após cada hora de deslizamento. A Figura 3 mostra um exemplo destes perfis e as informações que podem ser obtidas.



Figura 3. Exemplo de perfis topográficos antes e após o deslizamento sobrepostos.

A Figura 3 apresenta os perfis topográficos antes do deslizamento e após 8 horas de um disco ensaiado. Observa-se que da sobreposição destes há uma área abaixo do perfil inicial, que será abordada como área da trilha de desgaste (A_{td}) e outra acima que será chamada de área de material empilhado (A_{me}). O volume da trilha de desgaste (V_{td}) foi determinado considerando que a área (A_{td}) é constante em todo o perímetro da trilha com a seguinte expressão: ($V_{td} = 2\pi r A_{td}$), onde r é o raio de deslizamento apresentado na Figura 3.

Será utilizada a seguinte nomenclatura para os materiais estudados: 1 h, 4 h, 9 h, 16 h e 36 h, representando os discos com seus respectivos tempos de nitretação. Para o disco sem nitretação vale a seguinte nomenclatura: SN.

3 RESULTADOS e DISCUSSÕES

3.1 Caracterização das Amostras Nitretadas

A espessura das camadas nitretadas foi medida por meio das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura. A Figura 4 apresenta um exemplo do contraste promovido na microestrutura devido a nitretação. O contraste foi obtido por ataque químico utilizando o reagente Nital com 5% de concentração.



Figura 4. Aspectos microestruturais das amostras nitretadas após ataque químico com reagente Nital 5 %. (a) seção transversal da amostra 9 h. (b) seção transversal da amostra 16 h.

A Figura 5 apresenta a dependência da espessura da camada com o tempo de nitretação.



Figura 5. Espessura da camada em função do tempo de nitretação.

3.2 Ensaio de Desgaste

Medir a quantidade de material removido pela diferença de massa do disco antes e depois do deslizamento não possibilitou classificar os materiais, isto porque mesmo

após 8 horas, ou 1.440 m de deslizamento, o disco que apresentou maior redução de massa foi o (1 h) com 2,2 \pm 0,5 mg e aquele que perdeu menos massa foi o (16 h) com 1,1 \pm 0,5 mg.

O fato que impossibilita maiores discussões sobre estes resultados está relacionado ao procedimento experimental, pois foi utilizada uma balança com resolução máxima de 0,1 mg com medições a cada hora de deslizamento com valores próximos a sua sensibilidade.

A massa total removida é a soma das diferenças de massa a cada hora de deslizamento, dessa forma o erro da medição é propagado para o valor final.

Porém há uma outra forma de quantificar o desgaste, medindo o volume (V_{td}), o que corresponde ao material que foi removido ou o resultado da sua soma com o material deslocado para a borda da trilha, formando a área (A_{me}), assim como descrito e apresentado na Figura 3.

A formação da área (A_{me}) não pode ser abordada como aquela comumente encontrada em ensaio de dureza, onde recebem a denominação de *piling-up*, comum para materiais altamente encruados, e *sinking-in*, para materiais recozidos, Tabor⁽¹⁰⁾. A Figura 6 (a) e a Figura 6 (b) são representações esquemáticas destes fenômenos.



Figura 6. Representação esquemática do (a) piling-up, para metais altamente encruados e (b) sinkingin para metais recozidos.⁽¹⁰⁾ Perfis topográficos antes (linha pontilhada) e após oito horas de deslizamento (linha contínua) para os materiais (c) 1 h e (d) 36 h.

A Figura 6 (c) e a Figura 6 (d) mostram a similaridade dos perfis do material deslocado pela esfera deslizante do ensaio de desgaste com aquele deslocado por uma esfera em ensaio de dureza.

A comparação entre os perfis deve permanecer apenas sob o ponto de vista morfológico, pois além da diferença de carregamento estático do ensaio de dureza contra o deslizante do ensaio de desgaste, o material nitretado por 1 hora tem dureza inferior aquele nitretado por 36 horas e assim as características dos perfis estão trocadas em relação aos materiais de maior dureza (encruados) com os de menor dureza (recozidos).

Dessa forma, abordando o desgaste apenas com o volume da trilha de desgaste, apresenta-se na Figura 7 a variação do volume (V_{td}) com a distância de deslizamento para os diferentes tempos de nitretação.



Figura 7. Variação do volume da trilha de desgaste (V_{td}) em função da distância de deslizamento.

Estabelecendo o critério de que quanto maior o volume (V_{td}) menor é a resistência ao desgaste promovida pelo tratamento de nitretação, descreve-se a seguir o desempenho de cada amostra.

i/ 2 horas de deslizamento (360 m): após duras horas de deslizamento observa-se que a amostra 1 h sofre maior desgaste enquanto que as demais se prevalecem da maior dureza para resistir a ação da esfera.

ii/ 3 horas de deslizamento (540 m): A região endurecida no tratamento por 4 horas não se apresenta vantajosa sobre a amostra nitretada por 1 hora, diferente daquelas nitretadas por 9 h, 16 h e 36 horas, com maior resistência ao desgaste.

iii/ 6 horas de deslizamento (1.080 m): Somente após 1.080 m de deslizamento foi possível diferenciar a resistência ao desgaste entre as amostras 9 h e 16 h, seguindo a tendência de que quanto maior a dureza menor o desgaste. Essa tendência é mantida até o final da oitava hora de deslizamento.

Ainda na Figura 7 pode ser observado que após 8 horas de deslizamento as amostras nitretadas por 1 h e 4 h apresentam o mesmo volume de desgaste da amostra sem nitretação (SN).

Outra forma de comparar a resistência ao desgaste de materiais com diferentes tratamentos e bastante usual para aplicações de engenharia é o coeficiente de desgaste dimensional ou específico (k = K/H), apresentado da seguinte forma: mm³(Nm)⁻¹, que representam o volume do material removido no desgaste (mm³) por unidade de deslizamento (m), pela carga normal aplicada (N).⁽¹¹⁾ A Figura 8 apresenta os valores de (k) para os materiais estudados.



Figura 8. Variação do coeficiente de desgaste dimensional (*k*) para os materiais testados.

Valores de coeficiente (*k*) entre 10^{-6} e 10^{-5} em condições de deslizamento com carregamento cíclico, como utilizado neste trabalho, indicam que o desgaste pode ser classificado como moderado e os mecanismos de danos estão relacionados às deformações que surgem do carregamento repetitivo. Nesta situação há formação e propagação de trincas, acúmulo de deformações plástica e lascamento.⁽¹²⁾

Pode ser observado na tabela dos danos de desgaste (Quadro 1) que o lascamento é um mecanismo que se destaca nas amostras nitretadas com tempo superior a 4 horas. Sun et al.⁽¹³⁾ estudaram o comportamento de desgaste do aço inox martensítico nitretado a plasma e abordaram o lascamento pela teoria da delaminação de Suh⁽¹⁴⁾ a qual é descrita como a formação de trincas superficiais e subsuperficiais, propagação e surgimento de partículas de desgaste. A relação entre o lascamento com o tempo de nitretação pode ser abordada partindo do fato que as camadas nitretadas são frágeis devido a precipitação de nitretos nos contornos de grão (Edenhofer, 1974 *apud* Sun e colaboradores⁽¹³⁾).

Análises por difração de raios-X mostraram que com o aumento do tempo de tratamento, aumenta a quantidade da fase ϵ -Fe₂₋₃N com intensa distorção na rede cristalina.

Na amostra 1 h não há formação da camada de compostos e os precipitados da fase ϵ -Fe₂₋₃N estão finamente dispersos na matriz. A formação da camada de compostos coincide com a presença de trincas superficiais. Na amostra 4 h esta camada é descontínua e inferior a 1 µm. Com 9 h, 16 h e 36 h a camada de compostos atinge uma espessura de 1 µm, 2 µm e 5 µm respectivamente. Nessas amostras os nitretos tornam-se cada vez mais grosseiros com o aumento do tempo de nitretação.

Quadro 1. Danos típicos das superfícies desgastadas das amostras nitretatas.



3.3 Atrito

O coeficiente de atrito (μ) obtido da relação (F_e/C_n) foi de 0,20 + 0,05 para todos os materiais estudados. O valor médio de μ = 0,2 obtido nestes ensaios é fortemente dependente do acionamento do disco de feltro responsável pela limpeza da trilha de desgaste. O efeito da limpeza da trilha pode ser observado na Figura 9, onde independente do corpo-de-prova ou do período de ensaio, há um comportamento oscilatório do coeficiente de atrito em função do tempo de deslizamento.



Tempo de deslizamento (s)



Os pontos mais altos da curva, exceto aqueles de reinício e fim do ensaio, correspondem ao momento em que o limpador foi acionado e nos pontos mais baixos o momento em que foi desligado.

A Figura 9 apresenta o comportamento típico do coeficiente de atrito, não somente da oitava hora de ensaio como também das precedentes. Além disso, o comportamento se repete para as demais amostras. Há apenas uma diferença das curvas de atrito entre os materiais e está relacionada à freqüência de acionamento do limpador de partículas, porém estudos mais detalhados deverão ser realizados como continuação deste trabalho.

Embora a literatura clássica de materiais para aplicações de atrito e desgaste⁽³⁾ descreva os materiais nitretados como redutores de atrito, estudos preliminares mostraram que na ausência do limpador de partículas o coeficiente de atrito pode atingir valores na ordem de 1. Outros pesquisadores^(7,15) também obtiveram valores altos de atrito em condições de deslizamento e carregamento semelhantes ao deste estudo com materiais nitretados.

Este estudo não tem o objetivo de descrever os mecanismos que operam durante a limpeza da trilha de desgaste, porém, é conhecido que a remoção física das partículas da trilha de desgaste promove a redução imediata do coeficiente de atrito, como apresentado por Hwang et al.⁽¹⁶⁾

5 CONCLUSÃO

Os ensaios de desgaste por deslizamento das amostras nitretadas mostraram que quanto maior o tempo de nitretação – maior a quantidade e tamanho dos precipitados da fase ϵ -Fe₂₋₃N e consequentemente maior a dureza – maior é a resistência aos mecanismos de danos.

Os mecanismos de danos, ou mecanismos de desgaste por deslizamento foram: deformação plástica, sulcamento e lascamento. A quantidade de lascamento e trincas superficiais associadas a este dano são mais freqüente nas amostras nitretadas por 4 h, 9 h e 36 h. Por outro lado a deformação plástica e o sulcamento têm maior intensidade na amostra sem nitretar e naquela nitretada por 1 h.

O coeficiente de atrito para todas as condições foi igual a 0,2. Foi identificada neste trabalho a forte relação do atrito com a presença das partículas de desgaste. Trabalhos futuros serão realizados com o objetivo de caracterizar estas partículas.

Agradecimentos

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela bolsa de doutorado de acordo com o processo número 142812/2006-4. Ao Prof. Fernando Alvarez pela disponibilização do equipamento PlasmaTec 450 do Laboratório de Implantação lônica e Tratamentos de Superfícies do DFA-IFGW-UNICAMP para realização dos tratamentos de nitretação por plasma pulsado.

REFERÊNCIAS

- 1 SINATORA, A. Tribologia: Um resgate histórico e o estado da arte. Departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2005.
- 2 JOST, H.P. Tribology origin and future. Wear, 136, 1990. p. 1-17.
- 3 AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Friction, Lubrication and Wear Technology. In: Metals Handbook, Vol. 18. 1992. p. 942.
- 4 ZUM GAHR, K. H. Microstructure and wear of materials. Elsevier, 1987.
- 5 ARCHARD, J.F., Contact and Rubbing of Flat Surfaces. J. Appl. Phys. 241, 1953, p. 891-988.
- 6 AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Heat treating. In: Metals Handbook, Vol. 4. 1991. p. 1012.
- 7 KARAMIS, M.B. An investigation of the properties and wear behaviour of plasma-nitrided hot-working steel (H13). Wear, 150, 1991. p. 331-342.
- 8 DEVI, M.U.; CHAKRABORTY, T.Y.; MOHANTY, O.N. Wear behaviour of plasma nitrided tool steels. Surface and coatings technology, 116-119, 1999. p. 212-221.
- 9 TANAKA, D.K.; SINATORA, A. As leis do Atrito: da Vinci, Amonton ou Coulomb. Associação Brasileira de Engenharia e Ciências Mecânicas, 12, 2007. p. 31-34.
- 10 TABOR, D. The Hardness of Metals. Oxford, London, 1951.
- 11 HUTCHINGS, I.M. Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials. 1.ed. London: Edward Arnold, 1992.
- 12 BAYER, R.G. Wear Analysis for Engineers. HNB Publishing, New York, 2002.
- 13 SUN, Y.; BELL, T.; WOOD, G. Wear behaviour of plasma-nitrided martensitic stainless steel. Wear, 178, 1994. p. 131-138.
- 14 SUH, N.P. An overview of the delamination theory of wear. Wear, 44, 1977. p. 1-16.
- 15 KARAOGLU, S. Structural characterization and wear behaviour of plasma-nitrided AISI 5140 low alloy steel. Materials Characterization, 49, 2003. p. 349-357.
- 16 HWANG, D.H.; KIM, D.E.; LEE, S.J. Influence of wear particle interaction in the sliding interface on friction of metals. Wear, 225-229, 1999. p. 427-439.