

WILIAN DA SILVA LABIAPARI

**ABRASÃO-CORROSÃO EM AÇOS
INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS**



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

2015

WILIAN DA SILVA LABIAPARI

**ABRASÃO-CORROSÃO EM AÇOS
INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA**.

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação.

Orientador: Prof. Dr. José Daniel Biasoli de Mello

UBERLÂNDIA – MG

2015

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

L118a Labiapari, Wilian da Silva, 1970-
2015 Abrasão-corrosão em aços inoxidáveis ferríticos / Wilian da Silva
Lapiapari. - 2015.
211 f. : il.

Orientador: José Daniel Biasoli de Mello.
Tese (doutorado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa
de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.
Inclui bibliografia.

1. Engenharia mecânica - Teses. 2. Aço inoxidável - Teses. 3.
Desgaste mecânico - Teses. 4. Corrosão - Teses. I. Mello, José Daniel
Biasoli de. II. Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-
Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título.

CDU: 621



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
MECÂNICA



ALUNO: Wilian da Silva Labiapari

NÚMERO DE MATRÍCULA: 11023EMC009

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Materiais e Processos de Fabricação

PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA: NÍVEL DOUTORADO

TÍTULO DA TESE:

“Abrasão-Corrosão em Aços Inoxidáveis Ferríticos”

ORIENTADOR: Prof. Dr. José Daniel Biasoli de Mello

A Tese foi **APROVADA** em reunião pública, realizada no Anfiteatro A-B do Bloco 5R, Campus Santa Mônica, em 25 de maio de 2015, às 08:30 horas, com a seguinte Banca Examinadora:

NOME	ASSINATURA
Prof. Dr. José Daniel Biasoli de Mello (orientador)	UFU
Profa. Dra. Henara Lillian Costa Murray	UFU
Profa. Dra. Sheila Cristina Canobre	UFU
Prof. Dr. Amilton Sinatora	USP
Prof. Dr. Luís Augusto S. Marques da Rocha	UNESP
Dr. Tarcísio Reis de Oliveira	APERAM

Uberlândia, 25 de maio de 2015

AGRADECIMENTOS

A **Deus**, que sabedor de minhas limitações, colocou em meu caminho um seleto grupo de pessoas sem as quais este trabalho não seria possível.

Agradeço ao **Professor Dr. José Daniel Biasoli de Mello**, pela orientação, motivação e empenho neste trabalho.

À minha esposa **Marlene**, que cuidou com maestria do que temos de mais importante, o nosso filho **Wilian**, para que eu me dedicasse a esse trabalho. Agradeço também ao pequeno **Wilian**, por compreender minhas ausências.

Aos meus pais, **Roberto e Terezinha**, berço de minha educação e caráter.

Aos meus **irmãos**, que cuidaram de meus pais idosos suprimindo a minha falta como filho nessa caminhada.

Ao **Prof. Marcelo Braga dos Santos** e a todos os **Professores** e **Alunos** do Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM-UFU), pela oportunidade de crescimento que o convívio me proporcionou.

A todos do Centro de Pesquisa da Aperam South America, em especial ao Ronaldo Claret, Tarcísio Reis e Cláudio Alcântara, pelo incentivo e apoio.

À **CBMM**, por acreditar no estudo proposto, fomentando a construção do equipamento necessário ao desenvolvimento do trabalho.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia.

LABIAPARI, W. S., *Abrasão-Corrosão em Aços Inoxidáveis Ferríticos*, 2015. 187 f., Tese de Doutorado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Resumo

O objetivo deste trabalho foi estudar o comportamento de aços inoxidáveis ferríticos em ambiente abrasivo-corrosivo, em solução de 10% SiO_2 + 1N H_2SO_4 . Foi projetado e construído um equipamento dotado de uma célula de carga para medir as forças normal e de atrito durante o ensaio, sendo um dispositivo inédito para este tipo de equipamento em sistema abrasivo-corrosivo. Em seguida, desenvolveu-se uma metodologia específica para os ensaios. Utilizou-se amostras de inoxidáveis ferríticos 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb (estabilizado ao Nb) e, para efeito comparativo, os aços inoxidáveis 18Cr8Ni (austenítico), 17CrTiNb (ferrítico), e aço carbono A36. Executou-se a caracterização mecânica (ensaio de dureza e de tração), química e metalográfica (tamanho de grão) das amostras. Para os aços 16Cr e 16CrNb analisou-se a textura cristalográfica, via EBSD. Foram realizados ensaios de corrosão em meio aerado e agitado, abrasão e abrasão-corrosão, sendo analisadas as curvas de polarização, o coeficiente de atrito e o coeficiente de desgaste k . Os ensaios de corrosão em meio aerado e agitado evidenciam de forma clara a maior resistência à corrosão em função do teor crescente de Cr nos materiais. O aço 18Cr8Ni teve pior desempenho nos ensaios de abrasão, embora fosse o mais duro. Neste sistema abrasivo houve um acréscimo da resistência ao desgaste após prévia deformação a frio. Para os ensaios de abrasão-corrosão o aço 18Cr8Ni, pior em abrasão, teve o melhor desempenho. No meio abrasivo-corrosivo, os materiais foram hierarquizados pela maior resistência ao desgaste em função do teor crescente de Cr, com o efeito da corrosão influenciando no desgaste. Em meio abrasivo o desgaste foi maior em relação ao meio abrasivo-corrosivo para todos os materiais. A causa fundamental foi a redução do coeficiente de atrito, sendo medido de forma inédita devido à versatilidade do equipamento construído. Para os aços 16Cr e 16CrNb verificou-se uma influência discreta da textura cristalográfica na resistência à corrosão em meio agitado, bem como ao desgaste abrasivo. Contudo, esta distinção inexistente para os ensaios de abrasão-corrosão combinados. Percebeu-se também uma influência dos carbonetos de Nb na redução do coeficiente de desgaste, mesmo em uma matriz macia como o aço 16CrNb.

Palavras chave: Abrasão-corrosão, Coeficiente de atrito, Aços inoxidáveis, Resistência ao desgaste, textura cristalográfica.

LABIAPARI, W. S., Abrasion-corrosion of Ferritic Stainless steel, 2015 187 f.,
PhD Thesis, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Abstract

The aim of this work was to study the behavior of ferritic stainless steels in abrasive-corrosive environment of 10%_{wt} SiO₂ + 1N H₂SO₄. It was developed an apparatus and a methodology to perform the tests. The equipment has a load cell to measure the normal and friction forces during the test, an original device due to the difficulty to use it without damaging in abrasive-corrosive environment. It was used samples of ferritic stainless 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb (Nb stabilized) and, for comparative purposes, the stainless steels 18Cr8Ni (austenitic), 17CrTiNb (ferritic) and the carbon steel A36. It was proceeded the mechanical characterization (hardness and tensile testing), chemical and metallographic test (grain size) of these samples. For 16Cr and 16CrNb steels the crystallographic texture was analyzed, by EBSD. It has been realized corrosion test at turbulent and aerated environment, abrasion and abrasion-corrosion test. So it was analyzed the polarization curves, the wear coefficient k and the samples, by SEM. It was clearly observed at the corrosion tests the increasing at corrosion resistance with the increasing of Cr content in the samples. Although the 18Cr8Ni was the hardest material, it had worse performance on the abrasion tests. In this abrasive system studied there was a wear resistance increased after prior cold deformation. For the abrasion-corrosion tests the 18Cr8Ni had the best performance, although it was the worse in abrasion test. The materials were ranked by the higher wear resistance due to the increasing Cr content that was associated to the corrosive influence on the total wear in this abrasive-corrosive environment. In abrasive-corrosive medium, the wear was lower when compared to the abrasive medium for all materials mainly due to the friction coefficient reduction. For the steels 16CrNb and 16Cr, it was observed a slight influence of crystallographic texture on the corrosion resistance in turbulent medium and abrasive wear. However, this distinction does not exist for the abrasion-corrosion tests. It was also noticed an influence of niobium carbides in reducing the wear coefficient, even in a soft matrix as 16CrNb steel.

Keywords: Abrasion-corrosion, Friction coefficient, Stainless Steel, Wear resistant, Crystallographic texture

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Influência do teor de cromo em um aço baixo carbono em ensaio de corrosão atmosférica	7
Figura 2.2 - Chapa esquematizada com orientação aleatória dos cristais	11
Figura 2.3 - (a) Textura, ou componente $\{001\}\langle 110 \rangle$ em uma chapa e (b) textura de fibra $\{hkl\}\langle 100 \rangle$ em um fio.....	12
Figura 2.4 - Intensidade da componente $\{011\}\langle 100 \rangle$ ao longo da espessura	13
Figura 2.5 - (a) Cone de difração, (b) bandas de Kikuchi obtido em uma amostra de nióbio (CCC) e o (c) padrão identificado	15
Figura 2.6 - (a) Mapa de orientação para aço AISI 430 estabilizado ao Nb, laminado a frio e recozido com taxa de aquecimento de 0,10 °C/s após ciclo com encharque de 24s a 880 °C e (b) escala de cores para os planos $\{hkl\}$ da chapa.	15
Figura 2.7 - Influência da textura cristalográfica no comportamento dos aços inoxidáveis ferríticos: (a) Deformação heterogênea na parede de uma peça estampada do aço AISI 430 (MORAES, 2000). (b) Ataque químico preferencial em alguns grãos do aço inoxidável com 17% Cr, 0,2% Nb e 0,2% Ti durante o processo de decapagem	16
Figura 2.8 - Curva de polarização esquemática para um aço inoxidável	18
Figura 2.9 - Curvas de polarização em solução 3,5% NaCl e pH 8 para diversas ligas quais sejam, 1800 (18% Cr), 1805 (18% Cr e 0,5% Mo), 1810 (18% Cr e 1% Mo), 1820 (18% Cr e 2% Mo), 304X (18% Cr e 8% Ni, material padrão AISI 304)	19
Figura 2.10 - Curva de polarização potenciodinâmica de aços inoxidáveis ferríticos com 16% Cr, estabilizados ao Ti, Nb e ambos. Meio aerado, condensado sintético (pH = 3,0), 70°C, 0,166mV/s	20
Figura 2.11 - Efeito do teor de Cr em ligas de Fe-Cr-Ni no comportamento de curvas de polarização anódica em meio 2N H ₂ SO ₄ a 90 °C	21
Figura 2.12 - Transiente de corrente para o aço inoxidável 18% Cr 2% Mo em solução de 0,05M H ₂ SO ₄ +0,05M NaCl, com e sem desaeração	21
Figura 2.13 - Curva de polarização potenciodinâmica para o aço inoxidável 18% Cr 2% Mo em solução de 0,05M H ₂ SO ₄ + 0,05M NaCl em ambiente aerado	22
Figura 2.14 - Efeito de diferentes taxas de incremento de potencial no traçado da curva de polarização anódica de um aço inoxidável 304 em 0,5M H ₂ SO ₄ sendo (1) 10 mV/s, (2) 50 mV/s, (3) 100 mV/s, (4) 250 mV/s, (5) 500 mV/s, (6) 750 mV/s, (7) 1000 mV/s	23
Figura 2.15 - Representação esquemática do efeito isolado de vários elementos de liga no traçado de uma curva de polarização anódica	26
Figura 2.16 - Estrutura próxima à superfície da amostra após ataque oxálico em um (a) aço inoxidável AISI 430 estabilizado ao Nb e (b) em um inoxidável AISI 430 sem estabilização	27

Figura 2.17 - Influência do teor de Nb na dureza e na resistência ao desgaste abrasivo para aços inoxidáveis ferríticos com 18% Cr	28
Figura 2.18 - Principais mecanismos de desgaste	30
Figura 2.19 - Esquema dos micromecanismos de desgaste abrasivo, sendo (a) microsulcamento, (b) microcorte e (c) microlascamento	31
Figura 2.20 - Relação entre a dureza do abrasivo e do material na transição de desgaste suave para severo.	31
Figura 2.21 - (a) Esquema do equipamento utilizado nos ensaios de desgaste em amostras de amostras de aço AISI 1020 revestido com WC-12% Co. (b) Resultados obtidos com a utilização dos abrasivos SiO ₂ , Al ₂ O ₃ e SiC.....	32
Figura 2.22 - (a) Esquema da distribuição das forças para o equipamento com esfera livre. (b) Disposição dos componentes segundo o “ <i>lay out</i> ” do equipamento em funcionamento.....	36
Figura 2.23 - (a) e (b) Equipamento de desgaste micro-abrasivo de esfera livre fabricado pela CSM Instruments SA.	37
Figura 2.24 - (a) e (b) Equipamento de desgaste micro-abrasivo de esfera fixa fabricado pela Phoenix Tribology e (c) “ <i>lay out</i> ” de funcionamento.	37
Figura 2.25 - (a) Cratera formada pelo ensaio de desgaste micro-abrasivo e (b) conformidade geométrica aferida via interferometria.....	39
Figura 2.26 - Mudança da dinâmica da partícula em função da força normal aplicada e da concentração de abrasivo para dois agentes distintos. (a) Diamante com $\phi = \pm 3,0 \mu\text{m}$ e (b) SiC com $\phi = \pm 4,5 \mu\text{m}$	39
Figura 2.27 - Influência da velocidade de rotação na taxa de desgaste	40
Figura 2.28 - Evolução do coeficiente de desgaste com o tempo de ensaio para (a) liga metálica temperada e revenida sem carbonetos e (b) com carbonetos de V e Mo	41
Figura 2.29 - Resultados dos ensaios de micro-abrasão para diferentes materiais	42
Figura 2.30 - Resultados de desgaste por deslizamento de partículas em meio úmido, com tempo de espera.....	43
Figura 2.31 - Amostras após ensaios de micro-abrasão, evidenciando o (a) processo corrosivo no aço carbono em torno da calota de desgaste fornada e a (b) ausência deste para o aço inox 11Cr.....	43
Figura 2.32 - Transição de mecanismo de desgaste observado para a solução neutra de H ₂ O e corrosiva de NaCl.....	46
Figura 2.33 - Curva de polarização para os aços 304, 316 e duplex.	47
Figura 2.34 - Sinergia entre abrasão e corrosão em função da fração volumétrica de abrasivo.	47
Figura 2.35 - Desenho esquemático do tribômetro.....	48
Figura 2.36 - Curvas de polarização potenciodinâmica do aço 304L em solução 0,5M de ácido sulfúrico.	49

Figura 2.37 - Perfil da seção transversal da pista de desgaste formada no aço 304L após ensaio de deslizamento com esfera de alumina em 0,5M H ₂ SO ₄ em potencial catódico -1 V e passivo de -0,5 V e carga normal 7 N.	49
Figura 2.38 - Desenho esquemático da adaptação do teste esfera sobre disco para realização de ensaios deslizamento-corrosão.	50
Figura 2.39 - Correlação entre a corrente anódica durante os ensaios de corrosão-desgaste em meio 0,5M H ₂ SO ₄ a 0,3 V vs. SCE, com a (a) frequência do contato deslizante e com a (b) carga aplicada.	51
Figura 2.40 - Ensaio de roda de borracha (a) segundo a norma ASTM G65-04 e (b) modificado para incorporar um componente corrosivo.	51
Figura 2.41 - Perda de volume vs. dureza em diferentes meios e utilizando areia 50/70	52
Figura 2.42 - Perda de volume em meio de H ₂ SO ₄ , com pH 1,1 em função da (a) dureza e da (b) quantidade de Co.	53
Figura 2.43 - Desenho esquemático da adaptação do teste de micro-abrasão para realização de ensaios abrasão-corrosão.	54
Figura 2.44 - Esquema detalhado da região de contato da adaptação do teste de micro-abrasão para os ensaios abrasão-corrosão	54
Figura 2.45 - Desenho esquemático hipotético do modelo proposto de ruptura da camada passiva.	55
Figura 2.46 - Curva típica de ruído de corrente para o aço inoxidável duplex 2205 com SiC em solução 3,5% NaCl.	55
Figura 2.47 - Corrente média em função do desgaste para o aço inoxidável duplex 2205 com SiC como abrasivo em solução a 3,5% NaCl.	56
Figura 2.48 - Curva de polarização de aço carbono em meio 0,5M NaHCO ₃ + 0,5M Na ₂ CO ₃ (a) sem abrasivo e (b) com abrasivo SiC, $\phi = 4 \mu\text{m}$ na proporção de 0,25 g/cm ³	57
Figura 2.49 - Perda de massa pela ação da corrosão, abrasão e efeito combinado para um potencial de -0,6 V.	57
Figura 2.50 - (a) Desenho esquemático da adaptação do teste de micro-abrasão para realização de ensaios abrasão-corrosão e (b) mapa dos mecanismos de desgaste mecânico atuante.	58
Figura 2.51 - Desgaste por rolamento “R”, misto “M”, por deslizamento “G” e pela esfera sem abrasivo “S” em meio de alumina (“BS”) e solução aquosa de 0,9% NaCl com abrasivo (a) SiC e (b) Al ₂ O ₃	58
Figura 2.52 - Ataque preferencial na região de interface, deixando o carboneto sem sustentação.	59
Figura 3.1 - Desenho de conjunto do equipamento projetado.	61
Figura 3.2 - Vista em perspectiva do equipamento em subconjuntos, sendo: (a) Estação de homogeneização e bombeamento de abrasivo para o contato esfera-amostra. (b) Aquisição de imagem da calota de desgaste. (c) Célula de corrosão e de abrasão. (d) Sistema de aplicação de força.	62

Figura 3.3 - Equipamento completo montado.	62
Figura 3.4 - Sistema de aplicação de carga onde F_1 e F_2 são respectivamente as cargas aplicadas pelo atuador e/ou pelo peso morto e F_3 a resultante na amostra.	63
Figura 3.5 - (a) Esquema de forças-momentos e a (b) imagem da célula de carga tridimensional <i>Nano43[®]</i> do fabricante <i>ATI Industrial Automation</i>	64
Figura 3.6 - Eixos construídos em polímero do tipo poliacetal.....	64
Figura 3.7 - Eixo construído para fixação da esfera em poliacetal.....	65
Figura 3.8 – Sistema do mancal de sustentação do eixo que suporta a esfera do lado oposto ao motor.	65
Figura 3.9 - Eixo construído para fixação da esfera em aço inoxidável AISI 316.....	65
Figura 3.10 – Sistema de alinhamento entre o motor e os eixos com acoplamento tipo fole. .	66
Figura 3.11 - Tela principal de controle dos parâmetros do equipamento.	67
Figura 3.12 - Esquema do sistema de controle do motor.	67
Figura 3.13 - Célula de corrosão em acrílico. (a) Posição dos componentes estruturais, do contra-eletródo - CE, do eletródo de referência - ER e (b) vista tridimensional sem os eletrodos CE, ER.	68
Figura 3.14 - Câmera digital <i>Cole-Palmer</i> modelo <i>RZ 48708-20</i>	69
Figura 4.1 - Fluxograma das etapas desenvolvidas no projeto de avaliação do desempenho de aços inoxidáveis ferríticos em meio abrasivo-corrosivo.....	70
Figura 4.2 - Esquema do nível de desbaste ao longo da espessura, produzindo amostras com texturas diferentes.	72
Figura 4.3 - Dimensões em milímetros do corpo de prova para o ensaio de tração	73
Figura 4.4 - Célula eletroquímica - “ <i>Flat Cell</i> ”, modelo <i>EL-FLAT 3[®]</i> do fabricante <i>Biologic</i> , com a indicação da posição de cada eletródo.	75
Figura 4.5 - Contra eletródo de gaze de platina.....	76
Figura 4.6 - Amostra para ensaio de corrosão-abrasão com (a) o fio preso na parte de trás e (b) selada com esmalte de base e cera.	77
Figura 4.7 - Amostra parcialmente submersa para os ensaios da Fase 1. (a) Tubo adaptado na amostra para direcionamento do eletrólito, (b) esquema da amostra na cuba e (c) situação real.....	78
Figura 4.8 – Análise química da esfera de zircônia via MEV-EDS.	79
Figura 4.9 – (a) Esquema e (b) foto do aparato montado sobre a politriz <i>Phoenix 2000[®]</i> , do fabricante <i>Jean Wirtz</i> , utilizado para preparar a superfície da esfera de zircônia....	79
Figura 5.1 - Comparativo das propriedades mecânicas dos materiais, sendo (a) limite de escoamento, (b) limite de resistência, (c) alongamento e (d) dureza.	84
Figura 5.2 - Efeito do endurecimento por solução sólida causado pela adição de elementos de liga no ferro puro	84

Figura 5.3 - Esquema de retirada das amostras em relação à largura da bobina com os locais definidos como superfície e centro em relação à espessura para análise da estrutura e ao longo da espessura para análise via EBSD.....	85
Figura 5.4 - Estrutura metalográfica próximo à superfície da chapa. (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni e (f) A36.....	86
Figura 5.5 - Estrutura metalográfica no centro da chapa. (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni e (f) A36.....	87
Figura 5.6 - Mapa de orientação dos grãos (EBSD) para duas bobinas do aço 16CrNb laminadas a quente para (a) 6,0 mm e (b) 4,0 mm (RODRIGUES, 2013). (c) Figura de pólo inversa para a direção normal ao plano da chapa.....	89
Figura 5.7 - Mapa de orientação dos grãos (EBSD) para amostras do aço (a) 16CrNb e (b) 16Cr de 4,0 mm de espessura.....	90
Figura 5.8 - Intensidade das texturas de (a) fibra e de (b) cisalhamento através da espessura para o aço 16Cr de 4,0 mm de espessura no sentido paralelo ao de laminação.....	91
Figura 5.9 - Intensidade das texturas de (a) fibra e de (b) cisalhamento através da espessura para o aço 16CrNb de 4,0 mm de espessura no sentido paralelo ao de laminação..	92
Figura 5.10 – Tamanho de grão médio ao longo da espessura para os aços 16Cr e 16CrNb, via EBSD.	93
Figura 5.11 - Curvas de polarização para amostras do aço 18Cr8Ni parcialmente submersas em solução 1N H ₂ SO ₄ . (a) 1 mV/s e vazão de 3,40 ml/min. vs. referência baseada na norma ASTM G5-94 (Ardila, 2013). (b) 1 mV/s e vazão de 3,40 vs. 1 mV/s e 1,70 ml/min.	94
Figura 5.12 – Curvas de polarização potenciodinâmicas em meio 1 N H ₂ SO ₄ , ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, para os aços (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni, (f) A36.....	96
Figura 5.13 – Curvas de polarização potenciodinâmicas em meio 1N H ₂ SO ₄ , ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, para o aço 17CrTiNb.	97
Figura 5.14 – Comparativo entre as curvas de polarização potenciodinâmicas em meio 1 N H ₂ SO ₄ , ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, para todos os materiais testados.....	97
Figura 5.15 - Resultados de (a) densidade de corrente de passivação I_p e I_p^* , (b) potencial de passivação E_p e E_p^* para os aços 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb, 18Cr8Ni e 17CrTiNb.	99
Figura 5.16 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em meio aerado, 1N H ₂ SO ₄ , vazão de 1,70ml/min. (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni, (f) 17CrTiNb.....	100
Figura 5.17 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em meio aerado, 1N H ₂ SO ₄ , vazão de 1,70ml/min., para o aço A36	101
Figura 5.18 - Curvas de polarização potenciodinâmica em solução aquosa de 1N H ₂ SO ₄ baseadas na norma ASTM G5-94 (2004) para os materiais A36 e 17CrTiNb em comparação aos resultados de Ardila (2013) para os aços 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb, 18Cr8Ni.....	102

Figura 5.19 - Amostras dos aços (a) 11Cr, (b) A36 evidenciando a presença de produto de corrosão após o ensaio de polarização anódica em 1N H ₂ SO ₄ e (c) análise química via MEV-EDS do produto de corrosão na amostra de aço A36.	103
Figura 5.20 – Análise via MEV do aço A36 após ensaio de corrosão via polarização anódica em meio 1N H ₂ SO ₄	103
Figura 5.21 – Análise da superfície do aço carbono (A36) através de analisador de topografia de superfície. (a) Ensaio em meio agitado, (b) baseado na norma ASTM G5-94 (2004).	104
Figura 5.22 - Resultados de (a) Ip, (b) Ep para os aços 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb, 18Cr8Ni e 17CrTiNb.	105
Figura 5.23 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em 1N H ₂ SO ₄ . (a) 11Cr, (b) 11CrTi	105
Figura 5.24 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em 1N H ₂ SO ₄ . (a) 16Cr, (b) 16CrNb	106
Figura 5.25 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em 1N H ₂ SO ₄ . (a) 18Cr8Ni (Ardila, 2013) e (b) 17CrTiNb.	106
Figura 5.26 – Curvas de polarização potenciodinâmicas em 1N H ₂ SO ₄ , ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, em amostras retiradas ao longo da espessura: (a) 16Cr 4,0 mm, (b) 16CrNb 4,0 mm, (c) 16Cr 3,6 mm (d) 16CrNb 3,6 mm, (e) 16Cr 2,0 mm, (f) 16CrNb 2,0 mm.	108
Figura 5.27 - Influência da posição de amostragem nos parâmetros (a) Ip, (b) Ep para os aços 16Cr e 16CrNb.	109
Figura 5.28 – Estrutura próxima à superfície da amostra após ataque oxálico. (a) 16Cr e (b) 16CrNb.	110
Figura 5.29 – Análise via MEV-EDS. (a) Carbonetos de Cromo no aço 16Cr. (b) Carbonetos de Níbio no aço 16CrNb.	110
Figura 5.30 - Resultados análise do teor de Cr nas amostras de 16Cr e 16CrNb via MEV-EDS e análise convencional via espectrometria de fluorescência de raios x.	111
Figura 5.31 - Resultados de (a) Ip* e (b) Ep* para as diferentes espessuras do aço 16Cr e 16CrNb extraídos da curva de polarização.	111
Figura 5.32 - Análise via MEV após ensaio de corrosão ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, em amostras retiradas ao longo da espessura: (a) 16Cr 4,0 mm, (b) 16CrNb 4,0 mm, (c) 16Cr 3,6 mm (d) 16CrNb 3,6 mm, (e) 16Cr 2,0 mm, (f) 16CrNb 2,0 mm.	113
Figura 5.33 - Distribuição granulométrica de SiO ₂ analisada por granulometria a laser.	114
Figura 5.34 - Morfologia do abrasivo (SiO ₂) analisada via MEV.	115
Figura 5.35 – Perfis transversais das calotas de desgaste avaliadas por analisador de topografia de superfície: (a) 11Cr, (b) 18Cr8Ni.	115
Figura 5.36 – Ensaio de desgaste micro-abrasivos em água destilada com 10% SiO ₂ em peso, esfera de zircônia $\phi = 25,4$ mm e rugosidade entre 0,32 e 0,38 Ra, 150 RPM, 1,42 N	

de força normal, realizados para os materiais (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr 4,0 mm, (d) 16CrNb 4,0 mm, (e) 18Cr8Ni, (f) A36.	116
Figura 5.37 – Coeficiente de desgaste k.	117
Figura 5.38 – Evolução das forças normal e de atrito durante o ensaio de micro-abrasão para o aço 18Cr8Ni.	118
Figura 5.39 – Coeficiente atrito no ensaio de micro-abrasão: (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni, (f) A36.	119
Figura 5.40 – Coeficiente atrito no ensaio de micro-abrasão.	119
Figura 5.41 – Coeficiente de desgaste k em função da (a) dureza e do (b) tamanho de grão.	120
Figura 5.42 – Análise via MEV da superfície após ensaio de desgaste: (a) (b) A36 e (c) (d) 18Cr8Ni.	121
Figura 5.43 – Análise via MEV da superfície após ensaio de desgaste: (a) 16CrNb e (b) 11CrTi.	122
Figura 5.44 – Avaliação via analisador de topografia da superfície após ensaio de desgaste: Topografia (a) 16CrNb e (b) 18Cr8Ni. Perfil (c) 16CrNb e (d) 18Cr8Ni.	122
Figura 5.45 – Análise via MEV da superfície após ensaio de desgaste: (a) 16Cr e (b) 11Cr.	123
Figura 5.46 – Coeficiente de desgaste k para os aços 18Cr8Ni e 16CrNb antes e após 20% de deformação por laminação a frio.	124
Figura 5.47 – Análise via MEV, após ensaio de desgaste, da superfície das amostras submetidas a 20% de deformação a frio: (b) 18Cr8Ni e (a) 16CrNb.	124
Figura 5.48 – (a) Esquema do mapeamento das medidas de microdureza Vickers nas amostras com e sem 20% de deformação a frio: (b) 16CrNb (c) 18Cr8Ni.	125
Figura 5.49 – Medidas de microdureza $HV_{0,05}$ na superfície das amostras com e sem deformação prévia, dentro e fora da calota. (a) 16CrNb e (b) 18Cr8Ni.	126
Figura 5.50 – Esquema representando: (a) A_{se} – área do segmento esférico da calota de desgaste. (b) A_{ut} – área ocupada coberta pelos abrasivos dentro do segmento esférico.	128
Figura 5.51 - Perfil da tensão de cisalhamento ao longo da espessura devido ao contato entre a partícula de abrasivo e a chapa.	130
Figura 5.52 – (a) Esquema de uma chapa submetida à laminação. (b) Esquema de tensões (c) e deformações atuantes no sistema.	131
Figura 5.53 – Curva Tensão vs. Deformação para o aço 18Cr8Ni.	132
Figura 5.54 – Espectros de difração de raios x das amostras de 18Cr8Ni.	133
Figura 5.55 – Estrutura do aço 18Cr8Ni. (a) Abaixo da calota de desgaste e (b) fora da calota de desgaste para amostras sem deformação. (c) Abaixo da calota de desgaste e (d) fora da calota de desgaste para amostras com 20% deformação.	134
Figura 5.56 – Microdureza $HV_{0,05}$ próxima à superfície abaixo da calota e fora da região da calota para as condições com e sem 20% deformação.	135

Figura 5.57 – Coeficiente de desgaste k para amostras retiradas em diferentes posições da espessura: (a) 16Cr 4,0 mm, (b) 16CrNb 4,0 mm, (c) 16Cr 3,6 mm (d) 16CrNb 3,6 mm, (e) 16Cr 2,0 mm, (f) 16CrNb 2,0 mm.....	137
Figura 5.58 – Coeficiente de desgaste k para as diferentes posições de amostragem para os aços 16CrNb e 16Cr.....	138
Figura 5.59 – Coeficiente atrito no ensaio de micro-abrasão para diferentes amostras dos aços 16Cr e 16CrNb.....	138
Figura 5.60 – Análise via MEV da seção transversal da amostra do aço 16CrNb ao longo da espessura. (a) 4,0 mm. (b) 3,6 mm (c) 2,0 mm (d) composição da micro-inclusão encontrada no centro da amostra.....	139
Figura 5.61 – Mapeamento de composição química da micro-inclusão via MEV-EDS.....	140
Figura 5.62 – Trilha formada pelo abrasivo sendo suavizada pela presença de carboneto de Nb do aço 16CrNb. (a) BSE e as mesmas regiões (b) SE.....	140
Figura 5.63 – Trilha formada pelo abrasivo sendo desviada pela presença inclusão no aço 16CrNb (a) BSE e as mesmas regiões (b) SE.....	141
Figura 5.64 - Superfície da esfera de zircônia vista ao microscópio ótico: (a) Superfície virgem com $R_a = 0,06 \pm 0,01 \mu\text{m}$, (b) superfície com $R_a = 0,34 \pm 0,06 \mu\text{m}$ e (c) superfície com $R_a = 0,54 \pm 0,04 \mu\text{m}$	142
Figura 5.65 - Superfície da esfera de zircônia analisada via analisador de topografia de superfície: (a) Superfície virgem com $R_a = 0,06 \pm 0,01 \mu\text{m}$, (b) superfície com $R_a = 0,34 \pm 0,06 \mu\text{m}$ e (c) superfície com $R_a = 0,54 \pm 0,04 \mu\text{m}$	143
Figura 5.66 - Coeficiente de desgaste k para amostras do aço 18Cr8Ni utilizando-se solução de água destilada com 10% SiO_2 em peso, esfera de zircônia $\phi = 25,4 \text{ mm}$, 150 RPM e força de 1,42 N e diferentes níveis de rugosidade média R_a	144
Figura 5.67 – Superfície da calota de desgaste das amostras para diferentes rugosidades da esfera: (a) $R_a = 0,06 \pm 0,01 \mu\text{m}$, (b) $R_a = 0,34 \pm 0,06 \mu\text{m}$ e (c) $R_a = 0,54 \pm 0,04 \mu\text{m}$	145
Figura 5.68 – Perfil de rugosidade média (R_a) da esfera após ensaios iniciais de desgaste e condicionamento da esfera.....	146
Figura 5.69 – Solução de 3% NaCl em água bidestilada com uma gota ferrocianeto de potássio. Amostra de 11Cr após ensaio micro-abrasivo evidenciando a região anódica na calota formada.....	147
Figura 5.70 – Ensaios eletroquímicos em amostras de 18Cr8Ni em 1N H_2SO_4 para diferentes condições: Corrosão padrão (Ardila, 2013), corrosão em ambiente agitado a 1,70 ml/min., ensaio de abrasão-corrosão com esfera de zircônia com $R_a = 0,34 \mu\text{m}$ a 150 RPM, 1,70 ml/min. e 10% SiO_2 em peso de concentração na solução.....	148
Figura 5.71 – Ensaio de polarização potenciodinâmica em meio 1N H_2SO_4 e 10% SiO_2 ($\phi = 3,4 \mu\text{m}$) em peso a uma vazão de 1,70 ml/min. (a) Duas rugosidades da esfera e (b) dois níveis de carga aplicadas.....	148
Figura 5.72 – Efeito da força normal em ensaio de abrasão-corrosão. 1N H_2SO_4 e 10% SiO_2 ($\phi = 3,4 \mu\text{m}$) em peso a uma vazão de 1,70 ml/min. (a) Curva de polarização potenciodinâmica. (b) Evolução dos esforços e coeficiente de atrito.....	149

Figura 5.73 – Ensaio de abrasão-corrosão em solução de 1N H ₂ SO ₄ com 10% SiO ₂ em peso, esfera de zircônia $\phi = 25,4$ mm, $0,32 \mu\text{m} < \text{Ra} < 0,38 \mu\text{m}$, 150 RPM, $F_n = 1,42$ N, (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr 4,0 mm, (d) 16CrNb 4,0 mm, (e) 18Cr8Ni e (f) A36.	151
Figura 5.74 – Ensaio de abrasão-corrosão em solução de 1N H ₂ SO ₄ com 10% SiO ₂ em peso, esfera de zircônia $\phi = 25,4$ mm e $0,32 \mu\text{m} < \text{Ra} < 0,38 \mu\text{m}$, 150 RPM, 1,42 N de força, realizados para o aço 17CrTiNb	152
Figura 5.75 – Comparativo entre as curvas de polarização potenciodinâmicas em meio 1N H ₂ SO ₄ e 10% SiO ₂ em peso, esfera de zircônia $\phi = 25,4$ mm e $0,32 \mu\text{m} < \text{Ra} < 0,38 \mu\text{m}$, 150 RPM, $F_n = 1,42$.	153
Figura 5.76 - Resultados de (a) I_p e I_{c^*} , (b) E_p e E_{p^*} para os aços 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb, 18Cr8Ni e 17CrTiNb.	154
Figura 5.77 – Análise via MEV da superfície após ensaio abrasivo-corrosivo: (a) 11Cr, (b) 11CrTi.	155
Figura 5.78 – Análise via MEV da superfície após ensaio abrasivo-corrosivo: (a) 16Cr, (b) 16CrNb.	156
Figura 5.79 – Análise via MEV da superfície após ensaio abrasivo-corrosivo: (a) 18Cr8Ni, (b) A36.	156
Figura 5.80 – Análise via MEV da superfície após ensaio abrasivo-corrosivo para o aço 17CrTiNb.	157
Figura 5.81 – Microdureza Vickers HV _{0,05} para as amostras dos materiais medidas antes dos ensaios e dentro da calota de desgaste após ensaio de abrasão e abrasão-corrosão.	157
Figura 5.82 – Coeficiente de atrito em amostras do aço 18Cr8Ni nas condições de abrasão pura e abrasão-corrosão.	158
Figura 5.83 – (a) Coeficiente de atrito e de (b) desgaste k no meio abrasivo-corrosivo.	159
Figura 5.84 – Curvas de polarização em distintos sistemas: Corrosão padrão, corrosão em meio agitado e abrasão-corrosão: (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni, (f) A36 (g) 17CrTiNb.	161
Figura 5.85 – Influência do sistema na densidade de corrente de passivação (I_p).	163
Figura 5.86 – Influência do sistema no primeiro potencial de passivação: E_p (11Cr e 11CrTi) e E_{p^*} (16Cr, 16CrNb e 17CrTiNb).	163
Figura 5.87 – Influência do sistema no segundo potencial de passivação para os aços 16Cr, 16CrNb e 17CrTiNb.	164
Figura 5.88 – Resultados de densidade de corrente passiva (I_p), coeficiente de desgaste (k) e coeficiente de atrito para o aço 18Cr8Ni nos diferentes sistemas estudados.	165
Figura 5.89 – Coeficiente de atrito durante o ensaio utilizando amostra de 18Cr8Ni e 10% SiO ₂ como abrasivo disperso em dois meios: (a) Iniciado em água e substituído por 1N H ₂ SO ₄ e (b) iniciado em 1N H ₂ SO ₄ e substituído por água.	166
Figura 5.90 – Avaliação do (a) coeficiente de desgaste k e do (b) coeficiente de atrito no meio abrasivo comparativamente ao meio abrasivo-corrosivo.	167

Figura 5.91 – Análise via MEV-BSE nas superfícies das amostras do aço 18Cr8Ni após ensaios de (a) micro-abrasão-corrosão e de (b) micro-abrasão.....	168
Figura 5.92 – Análise via FTIR da superfícies da amostras do aço 11Cr antes e após ataque químico em meio de 1N de H ₂ SO ₄ a temperatura ambiente por 1 hora.....	169
Figura 5.93 – Ensaio de abrasão-corrosão em solução de 1N H ₂ SO ₄ com 10% SiO ₂ em peso, esfera de zircônia $\phi = 25.4$ mm e $0,32 \mu\text{m} < R_a < 0,38 \mu\text{m}$, 150 RPM, $F_n=1,42$ N em amostras retiradas ao longo da espessura: (a) 16Cr 4,0 mm, (b) 16CrNb 4,0 mm, (c) 16Cr 3,6 mm (d) 16CrNb 3,6 mm, (e) 16Cr 2,0 mm, (f) 16CrNb 2,0 mm.	171
Figura 5.94 - Resultados de (a) densidade de corrente de passivação I_p e (b) potencial de passivação E_p	172
Figura 5.95 – (a) Coeficiente de atrito e (b) de desgaste k no meio abrasivo-corrosivo para o 16Cr e 16CrNb nas diferentes espessuras.	173

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Fibras para os metais e ligas CCC	14
Tabela 2.2 – Materiais ensaiados via micro-abrasão.....	42
Tabela 3.1 - Dados de entrada e de saída utilizados no controle do motor.	66
Tabela 4.1 - Tempos e tipo de ataque metalográfico para cada material.	74
Tabela 5.1 - Análise química das amostras.	82
Tabela 5.2 - Resultados de ensaios mecânicos de tração e dureza.....	83
Tabela 5.3 - Tamanho de grão ASTM E112 e diâmetro médio (Dm) dos grãos na superfície e no centro das amostras.....	88
Tabela 5.4 - Valores médios para I_p , E_p , I_p^* e E_p^* extraídos das curvas de polarização em 1N H ₂ SO ₄ em meio agitado para os diferentes materiais.....	98
Tabela 5.5 - Valores médios para I_p , I_c e E_p	104
Tabela 5.6 - Valores médios para I_p , E_p , I_p^* e E_p^*	109
Tabela 5.7 - Resultados de dureza HV ₁₀ antes e após 20% de deformação a frio.	123
Tabela 5.8 – Dados dos materiais utilizados.	129
Tabela 5.9 – Tensão máxima de cisalhamento τ_1 e profundidade z.....	130
Tabela 5.10 – Densidade de corrente de passivação I_p para as diferentes combinações de rugosidade e carga aplicada.	149
Tabela 5.11 - Valores de I_p , E_p , I_p^* e E_p^* extraídos das curvas de polarização em 1N H ₂ SO ₄ e 10% SiO ₂ ($\phi = 3,4 \mu\text{m}$).	154
Tabela 5.12 - I_p , E_p , I_p^* e E_p^* extraídos das curvas de polarização.....	172

LISTA DE SÍMBOLOS

Φ – Ângulo de Euler: Rotação em torno do eixo da direção [010] (DT)

ν - Coeficiente de Poisson

λ - Com comprimento de onda de raio x

ϕ - Diâmetro

θ - Textura de fibra theta

τ_0 – Tensão de cisalhamento na laminação

σ_0 – Tensão equivalente

θ_1 - Ângulo da amostra em relação ao plano horizontal

φ_1 – Ângulo de Euler: Rotação em torno do eixo da direção [100] (DL)

τ_1 – Tensão de cisalhamento máxima

σ_1 – Tensão principal na direção de laminação

θ_2 - Ângulo da amostra em relação ao eixo motor

φ_2 – Ângulo de Euler: Rotação em torno do eixo da direção [001] (DN)

σ_2 – Tensão principal na direção transversal

σ_3 – Tensão principal na direção normal

ΔNb – Teor de nióbio superior ao cálculo estequiométrico para reação com carbono/nitrogênio.

ΔTi – Teor de titânio superior ao cálculo estequiométrico para reação com carbono/nitrogênio

μ_1 - Coeficiente de atrito entre a esfera e a mostra

μ_2 - Coeficiente de atrito entre a esfera e eixo motor

A_l – Alongamento total

A_{se} - Área real do segmento esférico da calota de desgaste

A_{ut} = Área útil ocupada pelos abrasivos dentro da calota de desgaste

b - Diâmetro da calota

C_0 - Corrosão pura

DL - Direção de laminação

DN - Direção normal

DT - Direção transversal

E - Módulo elástico

E^* - Módulo elástico equivalente no contato

E_c - Potencial de corrosão

E_p - Potencial de passivação

E_p - Potencial de pite, de transpassivação ou de ruptura

E_p^* - Potencial de “pseudo-passivação”

F_a – Força de atrito

F_n - Força normal

F_{nAbr} - Força normal em um único abrasivo

H - Dureza do material

h - Profundidade da calota

$HV_{0,05}$ – Dureza Vickers medida com 50 gf de carga

HV_{10} – Dureza Vickers medida com 10 kgf de carga

I_c - Densidade de corrente crítica de corrosão

I_p - Densidade de corrente de passivação

I_p^* - Densidade de corrente de “pseudo-passivação”

k - Coeficiente de desgaste [$m^3(N.m)^{-1}$]

Le – Limite de escoamento medido para 0,2% de deformação

Lr – Limite de resistência

mV – Milivolt

n – índice de encruamento medido entre 5 e 13% de deformação

N_{Abr} - Número de abrasivos na calota

p_0 - Pressão máxima de contato entre a chapa e o abrasivo

pH – potencial Hidrogênio

R - Raio da esfera

R_I - Raio do abrasivo

R_e - Raio de contato equivalente

S - Distância total de deslizamento

S - Sinergismo

SCE – Eletrodo de calomelano saturado (“*Saturated Calomel Electrode*”)

T - Desgaste total (Abrasivo + Corrosivo + Efeito sinérgico)

V - Volume de material removido

W_0 - Abrasão pura

W – Peso da esfera

α – Textura de fibra alfa

γ – Textura de fibra gama

ε – Textura de fibra epslon

ζ – Textura de fibra zeta

η – Textura de fibra eta

α - Raio da área circular de contato entre o abrasivo e a chapa

z - Posição da tensão na espessura da chapa

SUMÁRIO

1 - INTRODUÇÃO.....	1
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
2.1 - AÇOS INOXIDÁVEIS.....	6
2.1.1 - Influência dos Elementos de Liga	7
2.1.2 - Classificação dos Aços Inoxidáveis	8
2.1.2.1 - Aços Inoxidáveis Ferríticos.....	8
2.1.2.2 - Aços Inoxidáveis Austeníticos.....	9
2.1.2.3 - Aços Inoxidáveis Martensíticos	10
2.1.2.4 - Aços Inoxidáveis Duplex	10
2.1.2.5 - Aços Inoxidáveis Endurecidos por Precipitação.....	10
2.1.3 - Anisotropia dos Aços Inoxidáveis Ferríticos	11
2.1.3.1 - Textura Cristalográfica.....	11
2.1.3.2 - Formação da Textura Cristalográfica.....	12
2.1.3.3 - Análise da Textura Cristalográfica via EBSD	14
2.2 - CORROSÃO.....	16
2.2.1 - Curva de Polarização.....	17
2.2.2 - Corrosão por Pites.....	23
2.2.3 - Corrosão por Frestas	24
2.2.4 - Corrosão Intergranular	25
2.2.5 - Resistência à Corrosão dos Aços Inoxidáveis	25
2.2.6 - Estabilização	26
2.2.6.1 - Estabilização ao Titânio	27
2.2.6.2 - Estabilização ao Nióbio.....	27
2.3 - ATRITO E DESGASTE	29
2.3.1 - Desgaste Abrasivo	30
2.3.2 - Desgaste Adesivo	33
2.3.3 - Desgaste Erosivo.....	34
2.3.4 - Desgaste Corrosivo (Tribocorrosão)	34
2.3.5 - Desgaste por Fadiga de Contato	35
2.4 - MICRO-ABRASÃO	35
2.4.1 - Micro-Abrasão por Esfera Rotativa.....	35
2.4.2 - Parâmetros que Afetam o Desgaste Micro-Abrasivo.....	39
2.4.3 - Resistência à Abrasão de Aços inoxidáveis.....	41

2.5 - TRIBOCORROSÃO	44
2.5.1 - Fenômenos de Corrosão e Abrasão Avaliados Separadamente	45
2.5.2 - Tribocorrosão “<i>in situ</i>”	48
2.5.2.1 - Tribocorrosão por Deslizamento	48
2.5.2.2 - Abrasão-Corrosão	51
2.5.2.3 - Micro-Abrasão-Corrosão	53
3 - PROJETO E CONSTRUÇÃO DO EQUIPAMENTO DE MICRO-ABRASÃO-CORROSÃO	60
3.1 - SISTEMA DE FORÇAS	63
3.2 - SISTEMA DE ROTAÇÃO DA ESFERA	64
3.3 - CÉLULA DE ABRASÃO-CORROSÃO	67
3.4 - SISTEMA DE ALIMENTAÇÃO DE SOLUÇÃO	68
3.5 - SISTEMA DE MEDIDA DA CALOTA DE DESGASTE	69
4 - MATERIAIS E MÉTODOS	70
4.1 - INTRODUÇÃO	70
4.2 - TÉCNICAS EXPERIMENTAIS	71
4.2.1 - Seleção de Materiais.....	71
4.2.2 - Caracterização Química	72
4.2.3 - Ensaios Mecânicos.....	73
4.2.4 - Análise Metalográfica	74
4.2.5 - Análise da Textura Cristalográfica para os Aços 16Cr e 16CrNb	74
4.2.6 - Ensaios de Corrosão.....	75
4.2.7 - Ensaios de Micro-abrasão	78
4.2.8 - Ensaios Tribocorrosivos: Abrasão-Corrosão	81
5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO	82
5.1 - CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA	82
5.2 - CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	83
5.3 - CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA	85
5.4 - CARACTERIZAÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRAFICA PARA OS AÇOS 16Cr E 16CrNb	89
5.5 - ENSAIOS DE CORROSÃO	94
5.5.1 Ensaios de Corrosão em Meio Aerado e Agitado	94
5.5.2 - Ensaios de Corrosão Baseado na Norma ASTM G5-94 (2004).....	101
5.5.3 - Ensaios de Corrosão em Meio Agitado para Diferentes Texturas Cristalográficas dos Aços 16Cr e 16CrNb.....	107

5.6 - ENSAIOS DE MICRO-ABRASÃO.....	114
5.6.1 - Caracterização do Abrasivo (SiO₂) e Condicionamento da Esfera (Contra-corpo)	114
5.6.2 - Ensaios de Micro-Abrasão	115
5.6.3 - Ensaios de Micro-Abrasão para Diferentes Texturas Cristalográficas dos Aços 16Cr e 16CrNb	136
5.6.4 - Influência da Topografia da Esfera no Comportamento Micro-abrasivo	142
5.7 - ENSAIOS DE MICRO-ABRASÃO-CORROSÃO	146
5.7.1 - Ensaios de Micro-Abrasão-Corrosão	150
5.7.2 - Influência da Abrasão na Corrosão.....	160
5.7.3 - Influência da Corrosão na Abrasão.....	166
5.7.4 - Ensaios de Micro-Abrasão-Corrosão para Diferentes Texturas Cristalográficas dos Aços 16Cr e 16CrNb	170
6 - CONCLUSÕES	174
7 - SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....	177
8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	178

CAPÍTULO I

1 - INTRODUÇÃO

Habitualmente, os temas corrosão e abrasão são tratados isoladamente, com vários estudos sobre os diferentes meios e materiais, ou seja, sistemas corrosivos (SANTANDRÉA, 1999; PANOSSIAN, 1993), ou abrasivos (HUTCHINGS, 1992; ZUM GAHR, 1987).

O conceito de abrasão e corrosão simultaneamente é de interesse particular para algumas áreas das engenharias, e da bioengenharia, que estão sujeitas a este efeito, como por exemplo, bombas, válvulas em processos, dutos de óleo-gás e implantes cirúrgicos (WOOD et al., 2010). O efeito combinado passou a ser estudado de forma embrionária há aproximadamente quinze anos. Este pode promover danos muito maiores do que simplesmente o percebido pela atuação separada destes dois mecanismos, resultando em expressiva redução da vida útil de equipamentos e componentes (BELLO et al., 2007).

Se para corrosão encontram-se equipamentos consagrados para os estudos, como potenciostatos/galvanostatos, estes são mais escassos para o estudo do desgaste. Neste caso, os equipamentos são construídos para simular, especificamente, determinado sistema tribológico. Neste sentido, é seguro afirmar que não existem equipamentos no mercado que possam ser adquiridos para executar ensaios combinados e simultâneos de abrasão e corrosão.

Com o objetivo central de se estudar abrasão-corrosão agindo simultaneamente em aços inoxidáveis ferríticos, devido ao seu emprego no setor bioenergético com este sistema, houve a necessidade de se desenvolver um equipamento e uma metodologia específica para tal. Para o maior controle da componente corrosiva optou-se pela utilização de um potenciostato/galvanostato, que por trabalhar com amostras de dimensões reduzidas

possibilita a utilização de um equipamento de micro-abrasão para os estudos simultâneos de abrasão-corrosão. Assim, com uma área útil nas amostras de $2,0 \text{ cm}^2$, as componentes corrosivas e abrasivas poderiam atuar ao mesmo tempo sobre a mesma superfície, conforme trabalhos citados na literatura.

Sinnett-Jones et al. (2005) utilizaram um equipamento de micro-abrasão associado a um potenciostato, sendo citado como o primeiro experimento de micro-abrasão-corrosão medindo o sinal eletroquímico de densidade de corrente “*in situ*”. Estudaram ligas de CoCrMo e aço inoxidável AISI 304 em uma solução aquosa a base de NaCl e SiC como abrasivo. Eles concluíram que a sinergia entre os sistemas abrasivo e corrosivo estava associada à integridade do filme passivo e da cinética de repassivação. Também enfatizaram a necessidade de se aprofundar no entendimento dos fenômenos que governam os efeitos sinérgicos de abrasão e corrosão.

Stack et al. (2005) também adaptaram um equipamento de micro-abrasão a um potenciostato, para estudar amostras de aço carbono em soluções a base de $\text{NaHCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ e SiC como abrasivo. A flutuação da densidade de corrente foi associada à remoção da camada passiva pelo agente abrasivo, em uma concorrência entre passivação e a remoção dessa camada formada.

Bello et al. (2007) estudaram aços inoxidáveis tipo 304, 316 e duplex, com SiC disperso em água destilada e em meio aquoso a base de NaCl. Avaliaram que o mecanismo por rolamento de partículas promove um desgaste maior, tanto para a água destilada quanto para a solução com NaCl. Observaram ainda que tanto para a densidade de corrente quanto para a resistência ao desgaste no meio abrasivo-corrosivo, o aço 304 teve o pior desempenho, o aço duplex o melhor e o aço 316 em uma posição intermediária. Neste sistema, os materiais mais resistentes à corrosão foram igualmente os mais resistentes ao desgaste.

Wood et al. (2010) utilizaram o mesmo conceito de equipamento, ensaiando amostras de aço inoxidável duplex em solução 3,5% de NaCl e SiC. Foi visto que a densidade de corrente aumenta de forma expressiva em meio abrasivo-corrosivo. O aumento da densidade de corrente relatado foi associado à influência da abrasão na resistência à corrosão do material, sendo atribuído ao dano ou remoção da camada passiva.

Sob esta ótica, projetou-se um equipamento que possibilitasse o trabalho simultâneo de um potenciostato/galvanostato e um micro-abrasômetro, impondo o efeito abrasivo e corrosivo a

uma mesma área de uma amostra. De maneira original, foi prevista uma célula de carga tridimensional com seis graus de liberdade para mensurar os esforços atuantes durante o ensaio de abrasão-corrosão. Baseada nessas premissas de projeto, o equipamento foi construído e utilizado nos ensaios de abrasão, corrosão e abrasão-corrosão.

Com esta nova ferramenta, objetivou-se o maior entendimento sobre os efeitos tribocorrosivos em aços inoxidáveis ferríticos, comparando-os com aqueles relativos a um aço austenítico e um aço carbono. Dentre estes, foram utilizados materiais com e sem estabilização ao Ti e Nb.

Para este trabalho foram selecionados materiais classificados em três grupos. No primeiro grupo, aços inoxidáveis ferríticos com 11% Cr, com e sem estabilização ao Ti. No segundo, aços inoxidáveis ferríticos com 16% Cr, com e sem estabilização ao Nb. De forma comparativa, selecionou-se também um dos aços inoxidáveis mais conhecidos, AISI 304, e um aço carbono estrutural de baixo custo, ASTM A36.

Especificamente para os aços inoxidáveis ferríticos de 16% Cr, utilizou-se o EBSD para caracterização da microtextura cristalográfica ao longo da espessura, avaliando-se posteriormente a resistência à corrosão, abrasão e à abrasão-corrosão em texturas pré-definidas. Para todos os materiais, procedeu-se a caracterização química, mecânica e metalográfica.

Para os ensaios de corrosão, os sinais eletroquímicos de densidade de corrente de passivação I_p e potencial de passivação E_p foram os principais resultados avaliados. Nos ensaios de desgaste avaliou-se prioritariamente o coeficiente de desgaste k e o coeficiente de atrito. Para os ensaios combinados, além dos resultados dos sinais eletroquímicos, do coeficiente de desgaste k e do coeficiente de atrito, foi avaliada a influência da abrasão na corrosão, e da corrosão na abrasão.

Se Sinnett-Jones et al. (2005) estabeleceram um marco ao fazer os primeiros ensaios de micro-abrasão-corrosão medindo o sinal eletroquímico de densidade de corrente “*in situ*”, este trabalho **estabelece um marco com o monitoramento das forças em tempo real** para este tipo de ensaio. A dificuldade de se medir as forças atuantes foi superada com a utilização de uma célula de carga posicionada fora da célula de corrosão. Isto permitiu mensurar as forças normal e tangencial durante os ensaios, possibilitando elucidar o comportamento diferenciado dos materiais, mensurando o coeficiente de atrito, em relação aos ensaios abrasivo e abrasivo-corrosivo. Esta abordagem diferenciada do ensaio elevou o nível de controle e de informação

sobre os resultados. Isto se traduz na possibilidade de estudos sobre a dinâmica das partículas no contato (rolando ou deslizando), influência dos meios dispersantes (ácidos, básicos ou neutros) ou mesmo do estado eletroquímico anódico ou catódico das amostras nos esforços atuantes, etc., de forma que se abre um novo segmento de estudo. Baseado nessas informações foi possível verificar que no sistema abrasivo-corrosivo ($1N\ H_2SO_4 + 10\% SiO_2$) o coeficiente de atrito é menor do que no sistema abrasivo ($H_2O + 10\% SiO_2$), sendo um fenômeno observado em todos os materiais testados. Este efeito da redução do coeficiente de atrito, que é uma redução da energia dissipada na superfície sob a forma de atrito, se traduziu em um menor coeficiente de desgaste k . Além disso, foi constatado um menor aumento da dureza devido à deformação no sistema abrasivo-corrosivo (menor coeficiente de atrito) em relação ao sistema abrasivo (maior coeficiente de atrito).

Adicionalmente, foi constatada a influência da rugosidade da esfera no coeficiente de desgaste k e na densidade de corrente de passivação I_p , sendo uma variável de extrema importância para avaliar o desempenho dos materiais, e por isso controlada em todos os ensaios.

Com o equipamento construído e a metodologia desenvolvida, os materiais foram hierarquizados segundo o sistema a que foram submetidos, sendo:

- No sistema abrasivo o aço 18Cr8Ni, que é austenítico, teve o pior desempenho em comparação aos outros aços, que são ferríticos. Entre os aços ferríticos, os aços não estabilizados tiveram melhor desempenho do que os aços estabilizados;
- No sistema corrosivo, a maior resistência à corrosão foi associada ao maior teor de Cr, de forma que o aço 18Cr8Ni teve o melhor desempenho e o A36 (aço carbono) o pior;
- No sistema abrasivo-corrosivo houve uma hierarquização do desempenho em função do teor de Cr, ou seja, da resistência à corrosão neste meio. O aço 18Cr8Ni, pior na condição de abrasão pura, foi o melhor no sistema abrasivo-corrosivo, invertendo completamente a hierarquia do ensaio de desgaste. Entre os ferríticos também se estabeleceu a diferença regida pela resistência à corrosão, sendo maior quanto maior o teor de Cr. Por outro lado, entre os aços com e sem estabilização o comportamento foi similar.

No Capítulo II é apresentada uma revisão bibliográfica tratando dos aços inoxidáveis e suas principais particularidades, mecanismos de corrosão e de abrasão, das técnicas utilizadas para estudar o efeito combinado além dos principais aspectos de abrasão, corrosão e abrasão-corrosão.

No Capítulo III é descrito o projeto conceitual do equipamento construído para os estudos, tratando do sistema de forças, sistema de rotação da esfera, célula de abrasão-corrosão, sistema de alimentação de solução e sistema de medida da calota de desgaste.

No Capítulo IV é descrita a metodologia experimental e dos recursos laboratoriais utilizados.

No Capítulo V são apresentados os resultados experimentais e as discussões relevantes do trabalho.

No Capítulo VI estão as principais conclusões do estudo, enquanto é apresentado no Capítulo VII algumas propostas de trabalhos futuros decorrentes das observações e conclusões do presente trabalho.

CAPÍTULO II

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis são ligas de ferro e cromo, com um mínimo de 11% Cr, que estando em solução sólida, garante maior resistência à corrosão, prevenindo-a em atmosferas não poluídas (ASM, 1994). São assim considerados inoxidáveis, devido à formação de uma película protetora, definida como camada passiva, fina e aderente de óxido-hidróxido, rica em cromo, que mantém esta resistência até mesmo para um dado aumento de temperatura acima da ambiente.

A camada passiva é formada por um filme de óxido hidratado de Fe-Cr que confere boa resistência à corrosão aos aços inoxidáveis, que apresentam como característica a propriedade de tornar-se passivo. A natureza da passividade é descrita como sendo a existência de um filme protetor que restringe o ataque corrosivo, oriundo de camadas de gases absorvidos fisicamente, mas não necessariamente o oxigênio. O filme superficial protetor é formado nos aços inoxidáveis com o aumento do teor de cromo, cuja estabilidade, para o exemplo da Figura 2.1, é alcançada para teores acima de 12%.

Devido às diversas aplicações às quais são destinados, outros elementos de liga são adicionados, conferindo-lhes propriedades físicas e químicas distintas em função de cada ambiente ao qual ficará exposto. Os elementos de liga regem importantes e diferentes leis para os aços inoxidáveis.

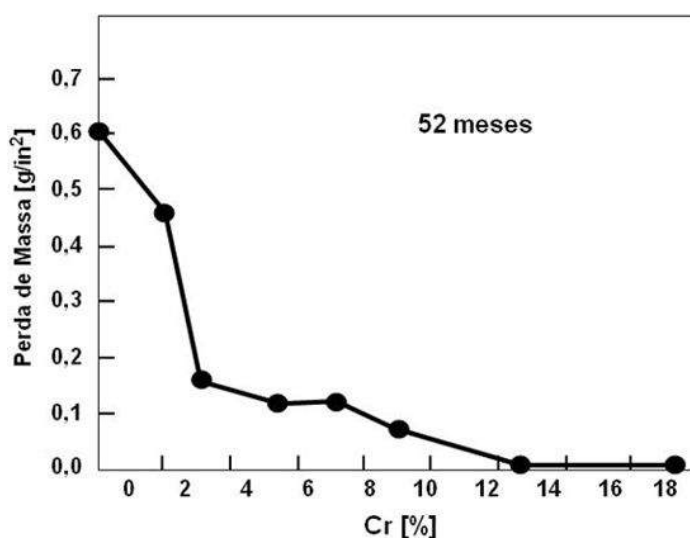


Figura 2.1 - Influência do teor de cromo em um aço baixo carbono em ensaio de corrosão atmosférica (SEDRIKS, 1996).

2.1.1 - Influência dos Elementos de Liga

Existem elementos presentes no aço que são austenitizantes e outros ferritizantes. Alguns são fortes formadores de carbonetos como o Ti, Nb, V, Mo e Cr, se presentes em quantidades suficientes. Assim, a adição de elementos de liga pode alterar tanto as propriedades físicas quanto as mecânicas, bem como seu comportamento em relação à resistência à corrosão (SANTANDRÉA, 1999), abrasão e abrasão-corrosão.

O níquel se destaca por sua contribuição na melhoria da ductilidade (DAVIS, 1994), e juntamente com o Cr, tem um papel fundamental na resistência à corrosão. O Ti e o Nb são utilizados como estabilizadores da fase ferrita, além de evitar a precipitação de carbonetos e nitretos de cromo (LULA, 1986; ASM, 1996; PICKERING, 1976). Contudo, o Cr ainda permanece como o elemento de liga mais importante.

Segundo a influência na estrutura cristalina, os elementos de liga podem ser classificados em dois grandes grupos, sendo (SHAEFFLER, 1949):

- Gamagênicos, ou estabilizadores da fase austenítica: C, N, Mn e Ni principalmente.
- Alfa-gênicos, ou estabilizadores da fase ferrítica: Cr, Mo, Ti e Nb principalmente.

A adição desses elementos permite a formação de um extenso conjunto de materiais que, associado à qualidade estética devido a diferentes tipos de acabamentos, explica o também crescente uso como material arquitetural, em ambientes internos e externos.

2.1.2 - Classificação dos Aços Inoxidáveis

Conforme encontrado em vasto material da literatura (ASM, 1994; LABIAPARI, 2003; SANTANDRÉA, 1999), pode-se classificar os aços inoxidáveis em cinco grandes grupos. Quatro deles são diferenciados pela estrutura cristalográfica característica e o quinto e último se baseia no tratamento térmico final a que é submetido, sendo:

- Aços inoxidáveis ferríticos, com estrutura cristalina CCC;
- Aços inoxidáveis austeníticos, com estrutura cristalina CFC;
- Aços inoxidáveis duplex, com microestrutura composta, ferrítica-austenítica;
- Aços inoxidáveis martensíticos, com estrutura cristalina TCC;
- Aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação, EPP.

2.1.2.1 - Aços Inoxidáveis Ferríticos

Os aços inoxidáveis ferríticos são ligas que contêm entre 11 e 30% Cr, com pequenas adições de elementos austenitizantes, como o C, N e Ni, mas seu uso, em geral, depende basicamente da quantidade de Cr.

São aplicados na fabricação de baixelas, pias, coifas, fogões, talheres, linha branca (Fornos elétricos, fornos de microondas, geladeiras, máquinas de lavar roupa, etc.), utensílios domésticos, revestimentos internos, etc. Com altos teores de Cr e com Mo, tem excepcional resistência à corrosão localizada em meios contendo cloretos, onde os aços austeníticos falham. São indicados, por exemplo, para tubulações de soluções aquosas contendo cloretos ou água do mar.

Os aços com baixos teores de Cr, 11%, tem grande aplicação em sistemas de exaustão de automóveis de baixa motorização. Com teores entre 16 e 18% Cr, são usados em ornamentos automotivos e utensílios de cozinha. Em teores acima de 19%, até 30% Cr, são utilizadas para aplicações que exigem alta resistência à corrosão e oxidação. Neste último caso, geralmente contêm Al ou Mo, baixo teor de C além de elementos estabilizantes como Titânio e o Nióbio, para prevenir a sensitização.

2.1.2.2 - Aços Inoxidáveis Austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos constituem a maior família em termos de número de ligas e utilização, portanto, sendo os mais conhecidos. São aplicados em indústrias como aeronáutica, química, naval, arquitetural, alimentícia, caldeireira, de tubos, etc. Contudo, a mais conhecida utilização dos aços inoxidáveis austeníticos é em aplicações domésticas, seja em cozinhas ou instalações hospitalares e hoteleiras.

Possuem como elementos base o cromo, de 16 a 18%, e o níquel, de 8 a 12%, em geral. Assim como a adição de Cr em uma liga de Fe-C restringe a região da austenita, deslocando-a para o campo ferrítico, a adição de Ni em um aço inoxidável ferrítico com 18% Cr desloca-a para o campo austenítico, mesmo à temperatura ambiente.

Estes aços também não sofrem endurecimento por tratamentos térmicos. Sua estrutura cristalina é a cúbica de face centrada. São dotados de excelente ductilidade, capacidade de conformação e tenacidade, mesmo em temperaturas criogênicas.

Por ser meta-estável, pode sofrer transformação martensítica quando há suficiente trabalho a frio, ou operações de usinagem e conformação. Este grau de endurecimento por trabalho a frio, de certa forma, depende do teor de elemento de liga contido. Segundo os estudos de Angel (1954), aumentando-se a quantidade de elementos de liga há um decréscimo da taxa de endurecimento por trabalho a frio, por decrescer também a formação de martensita induzida por deformação. Nohara et al. (1977) propuseram uma versão mais completa, levando em consideração o tamanho de grão, onde há uma maior fração de martensita formada devido à deformação a frio para um maior tamanho de grão. Estes estudos mostram que para uma mesma composição química e mesmo tamanho de grão, ao fixar a temperatura de trabalho, a transformação martensítica fica condicionada ao nível de deformação a frio imposta ao material, sendo maior quando maior a deformação a frio.

As faixas de alto cromo são utilizadas para ambientes oxidantes e em aplicações a altas temperaturas. Para prevenir a corrosão intergranular são adicionados Titânio e Nióbio para estabilizar o Carbono na forma de carbonetos.

2.1.2.3 - Aços Inoxidáveis Martensíticos

Os aços inoxidáveis são ditos martensíticos por serem austenitizados e temperados, ou seja, são similares aos aços carbono endurecíveis por têmpera. A resistência obtida no tratamento térmico depende da quantidade de carbono na liga, e são revenidos para aumentar a ductilidade e tenacidade. Aumentando-se o teor de carbono, aumenta-se a dureza, mas tem diminuída sua ductilidade e a tenacidade.

Podem ter adições de Mo e Ni para melhorar as propriedades de corrosão e tenacidade. O Ni também serve para manter a estrutura desejada, prevenindo o aparecimento de ferrita livre quando altos níveis de Cr são utilizados para melhorar a resistência à corrosão. A adição destes elementos é um pouco restrita, pois, grandes quantidades resultam em uma microestrutura que não é totalmente martensítica.

2.1.2.4 - Aços Inoxidáveis Duplex

Os aços inoxidáveis duplex são ligas cromo-níquel-molibdênio, balanceadas objetivando 50% de estrutura austenítica e 50% ferrítica. Sua estrutura duplex resulta em melhorias na resistência à corrosão sob tensão, se comparada aos aços austeníticos, e na tenacidade e ductilidade, se comparados aos aços ferríticos.

Entre os aços inoxidáveis esta é classe que atualmente desperta grande interesse das empresas de extração petróleo, principalmente as que trabalham na exploração do pré-sal. Devido à combinação de propriedades mecânicas e resistência à corrosão, tem grande potencial de utilização estrutural em ambientes corrosivos, na bioengenharia e sistemas tribocorrosivos.

2.1.2.5 - Aços Inoxidáveis Endurecidos por Precipitação

Os endurecidos por precipitação, “*PH - Precipitation-Hardenable*”, formam a família menos conhecida entre os aços inoxidáveis. São do tipo cromo-níquel e podem ser endurecidos através de tratamento de envelhecimento, sendo classificados como austeníticos, semi-austeníticos ou martensíticos.

2.1.3 - Anisotropia dos Aços Inoxidáveis Ferríticos

2.1.3.1 - Textura Cristalográfica

A variação das propriedades dos aços inoxidáveis em relação à direção de laminação está diretamente ligada ao seu histórico termomecânico e químico. Além de influenciar propriedades como tamanho de grão, também é responsável pela textura cristalográfica nestes materiais. Características superficiais (aparência) e físicas (resistividade térmica/elétrica) e/ou mecânicas são afetadas pela textura cristalográfica.

Em geral, as propriedades físicas dos cristais dependem da direção em que são medidas. Se os cristais de uma amostra policristalina estão orientados aleatoriamente esta apresentará as mesmas propriedades em todas as direções, ou seja, apresentará isotropia das propriedades. Entretanto, um arranjo cristalino verdadeiramente ao acaso raramente é conseguido, pois os processos de fabricação tendem a alinhar os grãos, de forma que as orientações não estão uniformemente distribuídas. O resultado é uma textura cristalográfica ou orientação preferencial, onde a distribuição de orientações do cristal não é aleatória (COELHO, 2000).

Assim, as propriedades do policristal dependem da forma, do tamanho e da orientação dos grãos. Cada grão em um agregado policristalino tem orientação cristalográfica diferente de seus vizinhos. Isto quer dizer que os planos e as direções cristalinhas têm orientação espacial diferente de grão para grão, Figura 2.2. As diferenças de orientação são habitualmente da ordem de dezenas de graus (VIANA e PAULA, 2003).

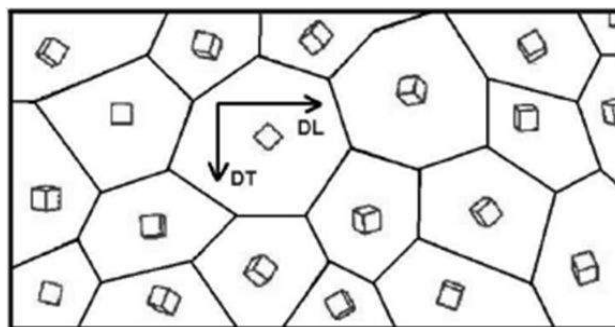


Figura 2.2 - Chapa esquematizada com orientação aleatória dos cristais (VIANA e PAULA, 2003).

A textura não se refere à forma dos grãos, mas sim, como a rede cristalina desses grãos é arranjada espacialmente. A presença ou ausência de textura não pode ser inferida a partir da

forma dos grãos. Por exemplo, grãos alongados (não equiaxiais) não indicam necessariamente presença de textura cristalográfica. Um processo que introduz textura em um material pode ou não levar à existência de grãos alongados, não equiaxiais (PADILHA et al., 2005).

Uma textura é formada por componentes, sendo representada por uma orientação cristalina ideal próxima da qual as orientações de um número de grãos se agrupam. No caso de uma chapa laminada, a componente é representada pelo plano cristalino $\{hkl\}$, que é paralelo ao plano da chapa, e pela direção $\langle uvw \rangle$, pertencente ao plano $\{hkl\}$, que é paralela à direção de laminação. Isto fixa a posição do cristal em relação aos eixos DL (direção de laminação), DT (direção transversal) e DN (direção normal) da chapa (PADILHA et al., 2005).

Como exemplos de textura, na Figura 2.3a há a componente de cubo rodado $\{001\}\langle 110 \rangle$. No caso de produtos com simetria cilíndrica, como barras ou fios trefilados, as componentes são representadas pelas direções $\langle uvw \rangle$ paralelas à direção axial (DA) do fio ou barra, em torno das quais os grãos se organizam, Figura 2.3b. A textura é então chamada de textura de fibra.

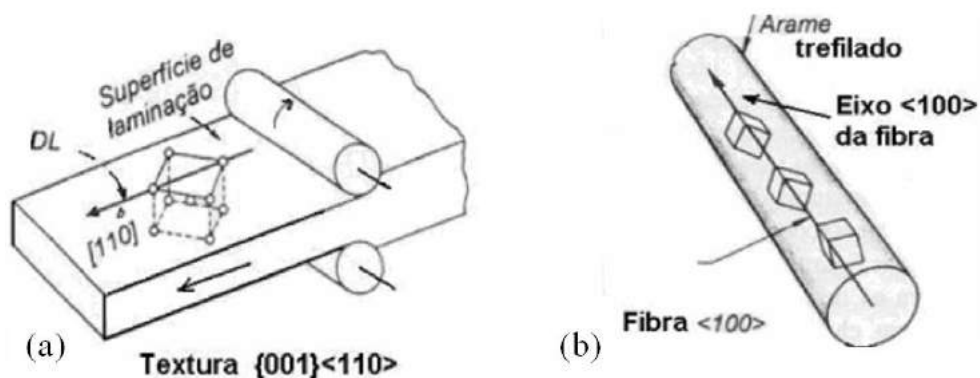


Figura 2.3 - (a) Textura, ou componente $\{001\}\langle 110 \rangle$ em uma chapa e (b) textura de fibra $\{hkl\}\langle 100 \rangle$ em um fio (PADILHA et al., 2005).

2.1.3.2 - Formação da Textura Cristalográfica

Não é muito usual o estudo da textura cristalográfica para os aços inoxidáveis austeníticos em aplicações mais comuns, que usualmente requerem maior alongamento ou maior resistência mecânica. Isto porque estes aços são meta-estáveis, ou seja, quando submetidos a deformação a frio sofrem transformação martensítica e esta característica, na maioria dos casos, sobrepõe-se à influência da textura cristalográfica. Neste contexto, é mais evidente o estudo da textura cristalográfica para os aços inoxidáveis ferríticos.

Para o caso dos aços inoxidáveis ferríticos, após o lingotamento contínuo eles apresentam uma fração da estrutura composta por grãos colunares, devido ao rápido crescimento na direção $\langle 001 \rangle$ paralela à direção normal ao plano da placa. Também apresentam uma fração de grãos equiaxiais formados na região coquilhada e na parte central da chapa (HUH e ENGLER, 2001).

Após o processo de laminação a quente, os aços inoxidáveis ferríticos apresentam forte gradiente na textura ao longo da espessura, proveniente do processo de deformação plástica (HUH e ENGLER, 2001). No caso dos aços inoxidáveis ferríticos com 17% de cromo, e estabilizados ao nióbio, a textura mais comum próximo à superfície corresponde à orientação Goss $\{011\}\langle 001 \rangle$, Figura 2.4. Na região central é comum uma maior intensidade de fibra α , $\langle 011 \rangle \parallel DL$, e uma fraca intensidade de fibra γ , $\langle 111 \rangle \parallel DN$ (RAABE e LÜCKE, 1993).

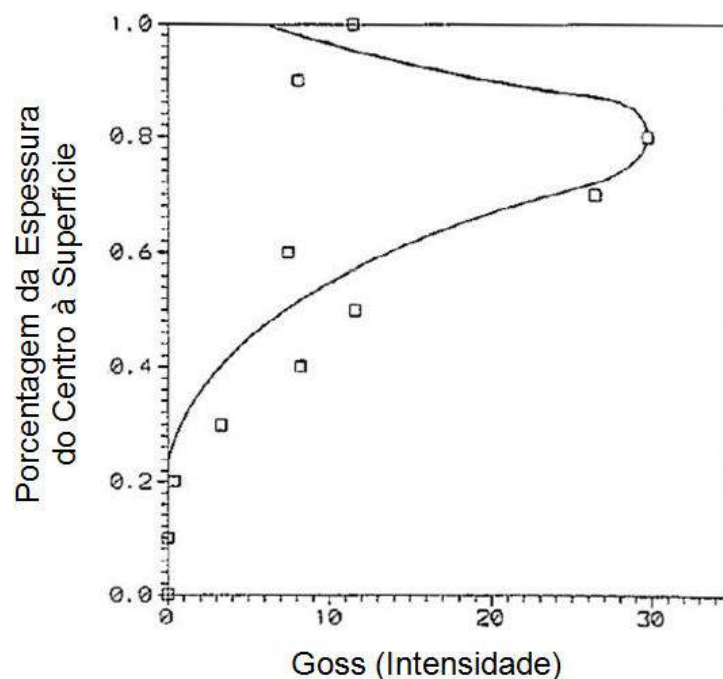


Figura 2.4 - Intensidade da componente $\{011\}\langle 100 \rangle$ ao longo da espessura (RAABE e LÜCKE, 1993).

Estes materiais tendem a desenvolver textura de fibra acentuada e na Tabela 2.1 são apresentas algumas características.

Tabela 2.1 - Fibras para os metais e ligas CCC (RAABE e LÜCKE, 1993).

Fibra	Eixo da fibra	Componentes
α	$\langle 011 \rangle \parallel \text{DL}$	$\{001\} \langle 110 \rangle$, $\{112\} \langle 110 \rangle$, $\{111\} \langle 110 \rangle$
γ	$\langle 111 \rangle \parallel \text{DN}$	$\{111\} \langle 110 \rangle$, $\{111\} \langle 112 \rangle$
η	$\langle 001 \rangle \parallel \text{DL}$	$\{001\} \langle 100 \rangle$, $\{011\} \langle 100 \rangle$
ζ	$\langle 110 \rangle \parallel \text{DN}$	$\{110\} \langle 112 \rangle$, $\{110\} \langle 110 \rangle$
ε	$\langle 110 \rangle \parallel \text{DT}$	$\{001\} \langle 110 \rangle$, $\{112\} \langle 111 \rangle$, $\{4\ 4\ 11\} \langle 11\ 11\ 8 \rangle$, $\{111\} \langle 112 \rangle$, $\{11\ 11\ 8\} \langle 4\ 4\ 11 \rangle$, $\{011\} \langle 100 \rangle$

A componente Goss é resultante de uma forte deformação por cisalhamento. A pronunciada textura $\langle 001 \rangle$ formada na solidificação leva uma forte componente $\{001\} \langle 110 \rangle$ na bobina laminada a quente (HUH e ENGLER, 2001; LIU et al., 2009).

A fibra γ aumenta a estampabilidade dos aços inoxidáveis ferríticos, contudo, a fibra θ , $\langle 001 \rangle \parallel [001]$, atua de forma prejudicial. Desta forma, os melhores resultados na estampagem são correlacionados à maior fração de fibra γ e menor de fibra θ (HUTCHINSON, 1984).

2.1.3.3 - Análise da Textura Cristalográfica via EBSD

Uma das técnicas mais utilizadas para avaliação da textura cristalográfica é a difração de raios x. Ultimamente tem crescido a utilização do EBSD (*“Electron Back-Scatter Diffraction”*), difração de elétrons retro-espalhados como método de análise.

A técnica EBSD é realizada por um sistema assessorio ao MEV, onde a amostra é bombardeada por um feixe de elétrons a um ângulo entre 70 e 80° (RANDLE et al., 1988). Os elétrons difratam nos planos atômicos seguindo a lei de Bragg, formando dois cones de difração, um de cada lado do plano cristalográfico, Figura 2.5a, para cada conjunto de planos cristalinos. Os padrões de elétrons retro-espalhados gerados através deste processo são captados por uma câmera com lente de fósforo, revelando as bandas de Kikuchi, que marcam a orientação cristalográfica no espaço, Figura 2.5b. A imagem é então processada em um sistema de identificação automática dos padrões do sistema cristalino da amostra analisada, permitindo a identificação dos planos cristalinos por simetria (Figura 2.5c).

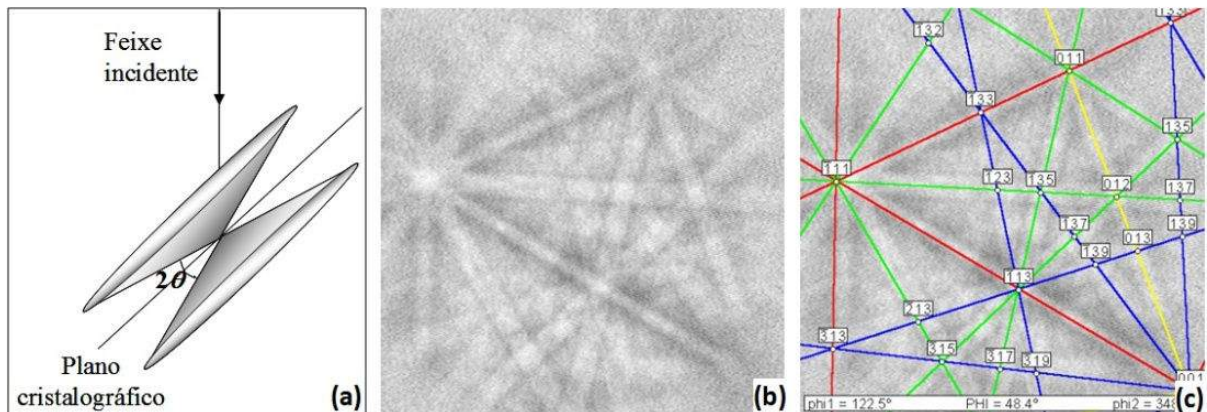


Figura 2.5 - (a) Cone de difração, (b) bandas de Kikuchi obtido em uma amostra de nióbio (CCC) e o (c) padrão identificado (PINTO et al., 2003).

Em ângulos de bombardeamento inferiores a 70° grande parte dos elétrons difratados são absorvidos pela amostra, gerando um sinal muito fraco para ser detectado. Através desta técnica pode-se identificar claramente a textura cristalográfica de cada grão isoladamente, ou a microtextura do material, exemplificado pela Figura 2.6.

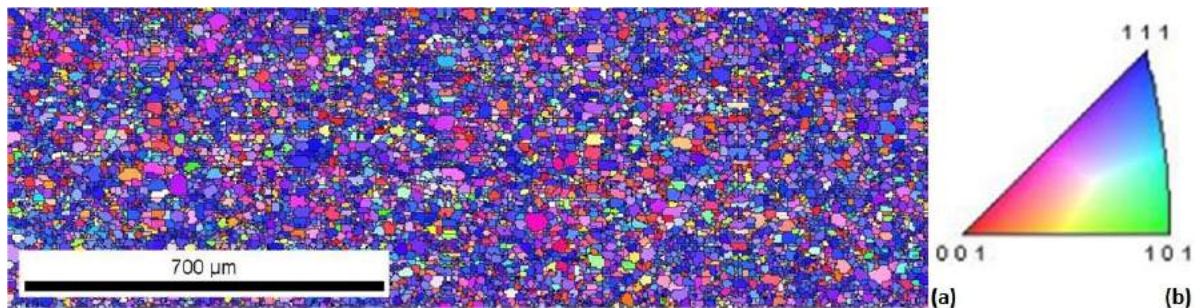


Figura 2.6 - (a) Mapa de orientação para aço AISI 430 estabilizado ao Nb, laminado a frio e recozido com taxa de aquecimento de $0,10^\circ\text{C/s}$ após ciclo com encharque de 24s a 880°C e (b) escala de cores para os planos $\{hkl\}$ da chapa (RODRIGUES, 2013).

Este gradiente de textura cristalográfica pode representar um comportamento diferente quanto ao desempenho mecânico, Figura 2.7a. Também pode ser associado à resistência à corrosão evidenciado pelo ataque localizado de alguns grãos (Figura 2.7b) mas, neste caso, carece de maior comprovação.

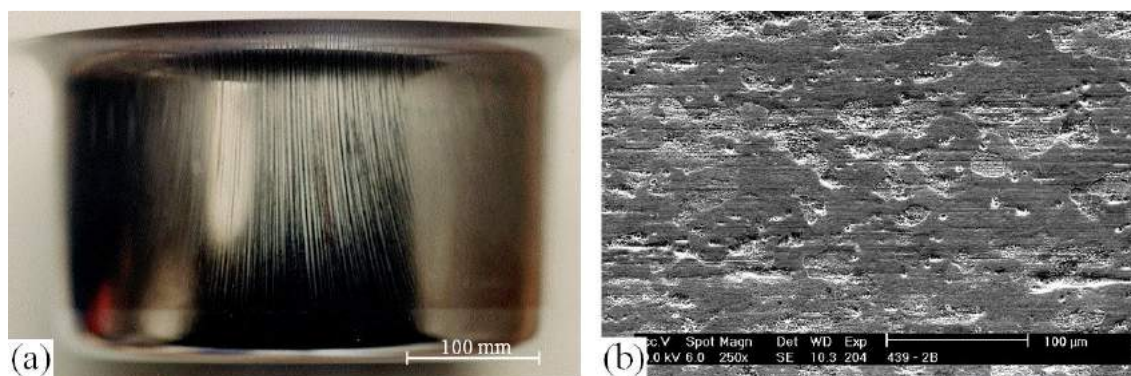


Figura 2.7 - Influência da textura cristalográfica no comportamento dos aços inoxidáveis férricos: (a) Deformação heterogênea na parede de uma peça estampada do aço AISI 430 (MORAES, 2000). (b) Ataque químico preferencial em alguns grãos do aço inoxidável com 17% Cr, 0,2% Nb e 0,2% Ti durante o processo de decapagem (LABIAPARI, 2003).

2.2 - CORROSÃO

Em conceitos bem difundidos e aceitos universalmente pode-se definir corrosão como a deterioração de um material, geralmente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente, associada ou não a esforços mecânicos (GENTIL, 2007).

Sendo a corrosão, em geral, um processo espontâneo, ela transforma constantemente os materiais metálicos, de forma que a durabilidade e desempenho destes deixem de satisfazer os fins a que se destinam (GENTIL, 2007).

À exceção de alguns metais nobres que ocorrem no estado elementar, como o ouro, os metais são geralmente encontrados na natureza sob a forma de compostos como óxidos ou sulfetos metálicos. Destes compostos, os que possuem energia de ativação inferior à dos metais são mais estáveis.

Em ambientes aquosos, a corrosão de metais majoritariamente ocorre de forma eletroquímica, quando alguns dos elementos do metal, ou da liga, mudam do estado metálico para um estado não metálico mais estável. Os produtos de corrosão podem ser compostos dissolvidos ou produtos sólidos, mas, em ambos os casos a energia do sistema é reduzida. A oxidação do ferro do aço é o exemplo mais conhecido de conversão de um metal, ferro, num produto de corrosão não metálico. Essas reações eletroquímicas podem ser generalizadas ou localizadas. Como resultado da reação, a interface eletrodo/eletrólito adquire uma estrutura especial. Fatores como a separação de cargas entre elétrons no metal e íons na solução, a interação de

íons com as moléculas de água, a adsorção de íons no eletrodo e a difusão desempenham papéis importantes.

Os problemas promovidos pela corrosão são perceptíveis nas indústrias químicas, petrolíferas, naval, civil/arquitetura, mineração, metalurgia, sucroalcooleira, de transportes, meios de comunicação dentre tantas outras. Também são observadas em áreas como a medicina, odontologia e obras de arte. As perdas econômicas diretas, normalmente de fácil quantificação, passam por custos com substituição de peças, manutenção de processos, mão de obra e energia associada. Já as perdas indiretas, de mais difícil quantificação, podem ser descritas em perda de eficiência, paradas acidentais, contaminações ou mesmo superdimensionamento de projetos, podendo, muitas vezes, superar as perdas diretas (FONTANA, 1986).

2.2.1 - Curva de Polarização

Em termos de resistência à corrosão, uma das técnicas mais difundidas e aplicadas para avaliação dos aços inoxidáveis são as curvas de polarização. Trata-se de um diagrama de densidade de corrente versus potencial eletroquímico e é comumente obtida a partir de técnicas de polarização potenciodinâmica.

Pode ser construída através de uma varredura do potencial a uma taxa de 0,1 a 5 mV/s, incrementando o potencial para obter o valor de densidade de corrente correspondente (EVANS, 1982; MATIAS, 2003; EG&G Note CORR-4, 2004).

A partir do gráfico obtido, Figura 2.8, extraem-se os principais parâmetros que regem a resistência à corrosão, sendo:

- Densidade de corrente crítica de corrosão (I_c) - É a corrente na qual o aço inicia seu processo de passivação. Quanto maior, mais difícil é o processo de passivação, ou seja, menor resistência à corrosão;
- Densidade de corrente de passivação (I_p) - É a mínima corrente alcançada pelo processo de passivação. Quanto menor for esta corrente, melhor capacidade de passivação terá o aço, e mais resistente ao meio ele é;

- Potencial de corrosão (E_c) - É o potencial onde se inicia a curva anódica e indica o potencial necessário para que o aço possa ser polarizado na zona ativa da curva anódica para determinado meio eletrolítico;
- Potencial de passivação (E_p) - É o potencial em que o aço inicia o processo de passivação. Quanto mais alto, mais difícil é o processo de passivação, ou seja, menor resistência à corrosão;
- Potencial de pite, de transpassivação ou de ruptura (E_t) - É o potencial onde se extingue a passividade do material, iniciando um processo transpassivo. Quanto maior for este potencial, maior será a resistência à corrosão. É um parâmetro muito utilizado para meios contendo halogênios, como cloretos, para avaliação da corrosão localizada.

Destaca-se ainda a relevância de três regiões: Ativa, passiva e transpassiva. Neste diagrama, os aços inoxidáveis apresentam como característica principal a transição ativa-passiva (FARIA, 2006; SEDRIKS, 1996).

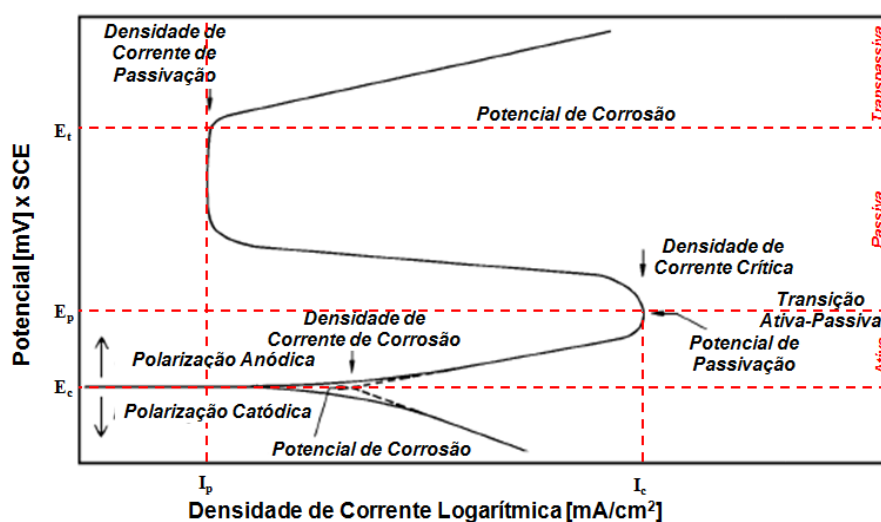


Figura 2.8 - Curva de polarização esquemática para um aço inoxidável (SANTANDRÉA, 1999).

Um aço inoxidável passivado tem uma taxa de corrosão muito baixa. A passivação acontece quando certos metais e ligas formam filmes protetores muito finos e oxidados em sua superfície, se submetidos a meios corrosivos e oxidantes. O fenômeno de transpassivação é caracterizado pela grande evolução de oxigênio a partir da eletrólise da água (SEDRIKS, 1996; EVANS, 1982; MATIAS, 2003).

Sob esta técnica é possível se fazer, de forma acelerada, estudos comparativos de resistência à corrosão entre materiais. Santandréa (1999) utilizou-a para comparação entre materiais em função da variação de composição química, Figura 2.9.

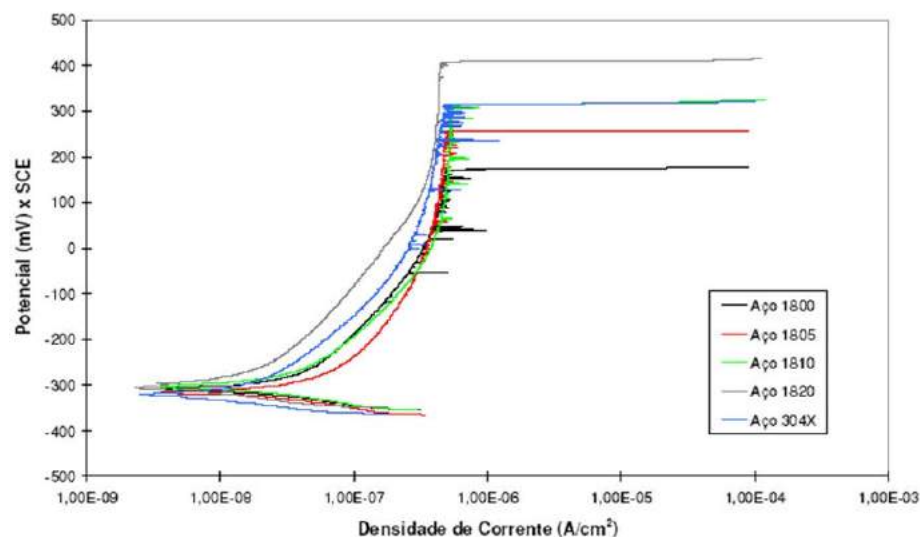


Figura 2.9 - Curvas de polarização em solução 3,5% NaCl e pH 8 para diversas ligas quais sejam, 1800 (18% Cr), 1805 (18% Cr e 0,5% Mo), 1810 (18% Cr e 1% Mo), 1820 (18% Cr e 2% Mo), 304X (18% Cr e 8% Ni, material padrão AISI 304) (SANTANDRÉA, 1999).

Um dos principais pontos a ser observado é a diferença no potencial de transpassivação, que neste caso, é crescente com o aumento do teor de Mo. A pior condição foi para o material padrão, AISI 304, identificado no gráfico como 304X, sem adição de Mo.

Faria (2006), objetivando estudar materiais utilizados em sistemas automobilísticos de exaustão, utilizou esta técnica em aços inoxidáveis ferríticos com 16% Cr e diferentes teores de Ti e Nb, Figura 2.10. Como eletrólito foi utilizado um condensado sintético a 70°C, proveniente da queima de combustíveis em meio aerado.

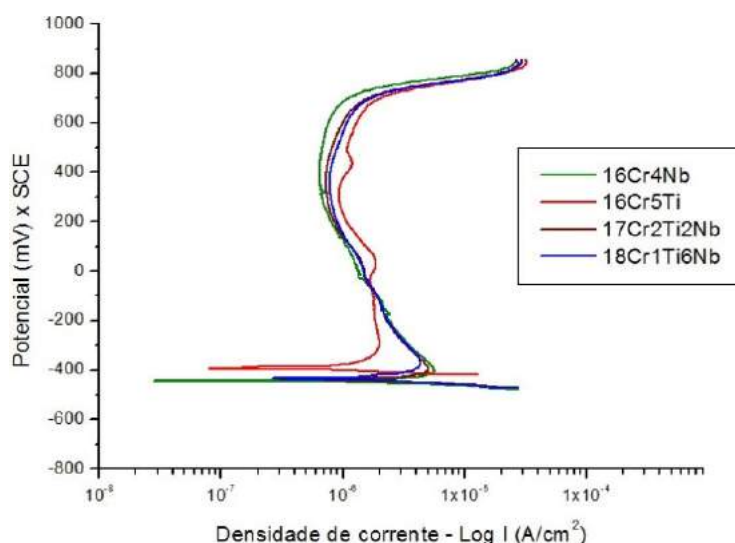


Figura 2.10 - Curva de polarização potenciodinâmica de aços inoxidáveis ferríticos com 16% Cr, estabilizados ao Ti, Nb e ambos. Meio aerado, condensado sintético (pH = 3,0), 70°C, 0,166mV/s (FARIA, 2006).

Os materiais apresentaram resultados bem similares, exceto o material 16Cr5Ti, estabilizado ao titânio, com leve superioridade quanto à densidade de corrente crítica de corrosão e o 16Cr4Nb, estabilizado ao Nióbio, com menor densidade de corrente passiva.

Variando o teor de Cr das ligas entre 3,5 e 19%, e em ambiente bem mais agressivo, 2N H₂SO₄ a 90°C, Sedriks (1996) encontrou uma distinção bem mais pronunciada do que Faria (2006), conforme pode ser visto na Figura 2.11. A densidade de corrente de passivação é menor quanto maior o teor de cromo.

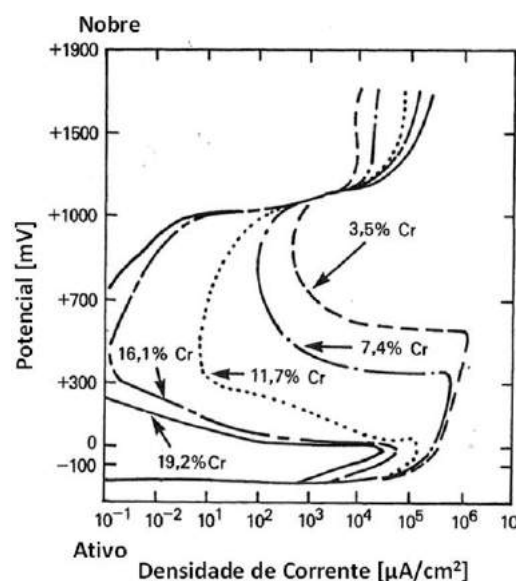


Figura 2.11 - Efeito do teor de Cr em ligas de Fe-Cr-Ni no comportamento de curvas de polarização anódica em meio 2N H₂SO₄ a 90 °C (SEDRIKS, 1996).

Qiao et al. (2009) utilizaram amostras de um aço inoxidável com 18% Cr e 2% Mo em solução de H₂SO₄ 0,05 M + 0,05 M de NaCl, Figura 2.12, sendo observado um aumento da corrente para a solução aerada.

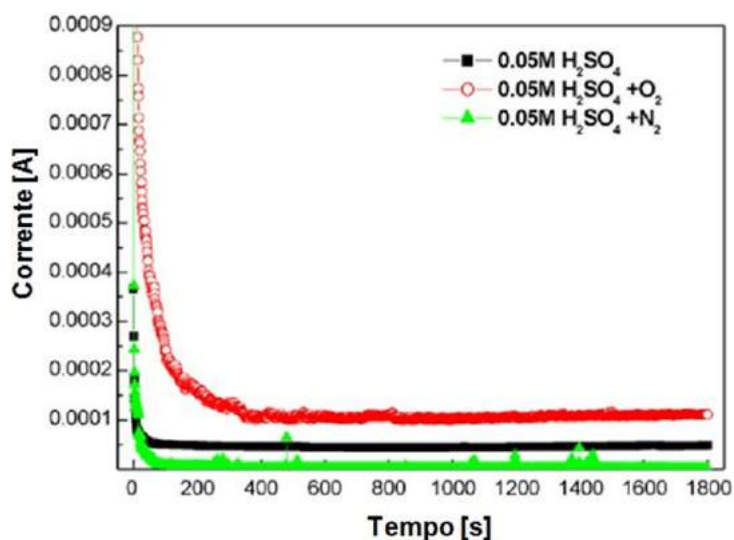


Figura 2.12 - Transiente de corrente para o aço inoxidável 18% Cr 2% Mo em solução de 0,05M H₂SO₄+0,05M NaCl, com e sem desaeração (QIAO et al., 2009).

Em solução saturada de oxigênio as reações anódicas e catódicas são acentuadas (LE BOZEC et al., 2001). O aumento do potencial e da densidade de corrente de corrosão são devidos a

fatores como o aumento no transporte de carga pelo oxigênio, aumentando a disponibilidade de elétrons para o eletrodo (FREGUIA et al., 2007). Assim, o oxigênio quando dissolvido numa solução aumenta a taxa de corrosão de alguns metais.

Nos experimentos de Qiao et al. (2009) as curvas de polarização apresentaram uma característica de instabilidade no potencial de corrosão, sendo descrita como três potenciais de corrosão distintos, Figura 2.13. Este fenômeno foi atribuído à instabilidade do filme passivo no sistema afetado por dois fatores. O primeiro é o aumento da concentração de ácido na solução de 0,05M NaCl, ou seja, reduzindo o pH da solução tornando-a mais corrosiva. Neste caso, o aumento da disponibilidade íons H^+ a ser reduzido a H_2 consome elétrons do meio proveniente do metal. O segundo é o aumento da concentração de oxigênio no meio, que acelera a redução do H^+ para H_2O , também consumindo elétrons do meio proveniente do metal.

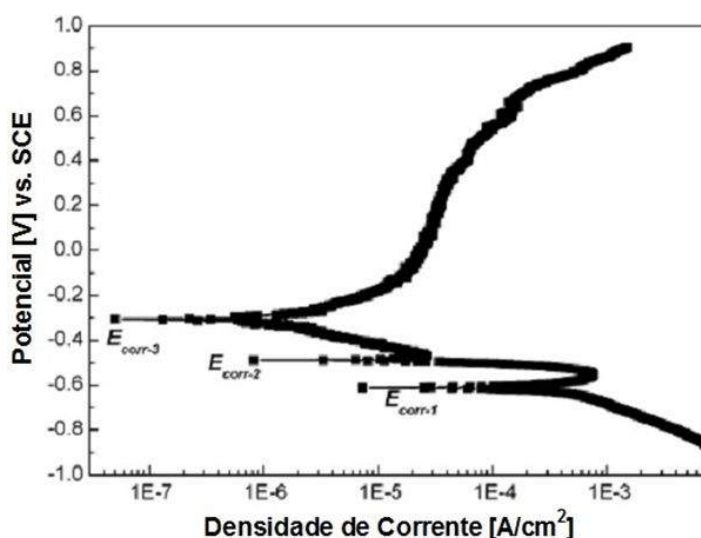


Figura 2.13 - Curva de polarização potenciodinâmica para o aço inoxidável 18% Cr 2% Mo em solução de 0,05M H_2SO_4 + 0,05M NaCl em ambiente aerado (QIAO et al., 2009).

Abdallah (2003) descreve a instabilidade da corrente em função da taxa de incremento de potencial. Se esta é muito elevada, o tempo necessário para a nucleação e crescimento de óxidos é curto e a passivação é atrasada até que os núcleos tenham a dimensão crítica necessária para a passivação efetiva. Assim, para taxas mais elevadas, a carga elétrica necessária para passivar o anodo pode não ser fornecida completamente e, conseqüentemente, existe um aumento na densidade de corrente de passivação, Figura 2.14.

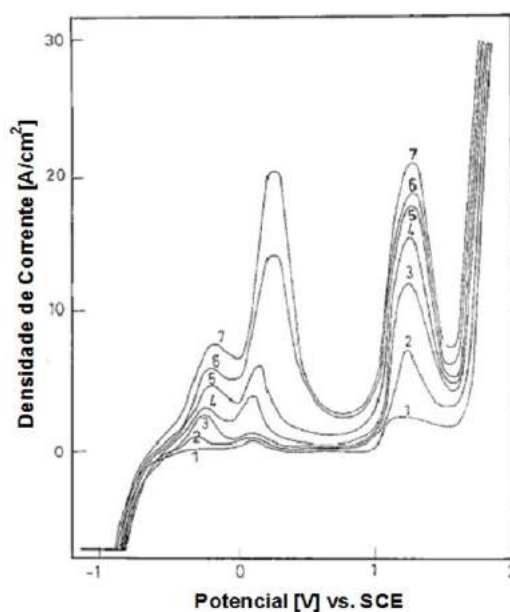


Figura 2.14 - Efeito de diferentes taxas de incremento de potencial no traçado da curva de polarização anódica de um aço inoxidável 304 em 0,5M H₂SO₄ sendo (1) 10 mV/s, (2) 50 mV/s, (3) 100 mV/s, (4) 250 mV/s, (5) 500 mV/s, (6) 750 mV/s, (7) 1000 mV/s (ABDALLAH, 2003).

2.2.2 - Corrosão por Pites

Trata-se de um tipo de corrosão localizada que ocorre de forma muito rápida, devido à diminuta área anódica. O ataque corrosivo pode provocar perfurações nos metais, sendo geralmente maiores em profundidade do que em largura. Na parte interna do pite ocorrem as reações anódicas além de acidificação enquanto na parte externa ocorrem as reações catódicas (EVANS, 1982; FONTANA, 1986).

Existem situações de maior criticidade como em presença de halogênios, sendo mais comuns os que contêm cloretos, onde o filme passivo pode ser rompido em potenciais mais ativos do que o potencial de pite. Quanto maior a concentração de cloretos, menor é o potencial de pite e mais facilmente o material sofre esta forma de corrosão (SEDRIKS, 1996). Uma das teorias que explica a formação do pite considera duas condições (SEDRIKS, 1996; FONTANA, 1986):

- A cinética, que explica a quebra da camada passiva em termos da adsorção competitiva entre íons cloreto e oxigênio;
- A termodinâmica, que considera o potencial de pite como aquele potencial no qual o íon cloreto está em equilíbrio com o óxido.

Uma vez iniciados, os pites continuam a crescer por mecanismos autocatalíticos podendo levar à perfuração da chapa em um tempo reduzido.

A resistência à corrosão por pites tende a melhorar com a adição de titânio devido à sua precipitação na forma de TiS e/ou $Ti_4C_2S_2$. Isto evita precipitação de MnS . Os precipitados de MnS podem ser pontos preferenciais de nucleação de pites (FARIA, 2006; GORDON et al., 1996; BUCHER, 2004; SCHMITT et al., 2005).

O potencial crítico de pite também aumenta com a adição de nióbio e, principalmente, de Molibdênio. O excesso de nióbio em solução sólida contribui para formação de um filme de óxido superficial enriquecido com íons de nióbio. Além disto, estes íons contribuem para a maior estabilização da camada passiva, ou seja, dificultando a quebra do filme passivo promovido por íons agressivos (SOUSA e KURI, 1995). Contudo, a maior influência na resistência à corrosão nessas ligas é ditada principalmente pela quantidade de Cr e Mo, evidenciada nos estudos de Szklarska-Smialowska (1986). Em curvas de polarização potenciodinâmicas para aços com 17 e 18% Cr e entre 2 e 3% Mo, o acréscimo no teor de Mo aumenta o potencial de pite tornando-se mais nobre. Além disso, a densidade de corrente crítica e o potencial de passivação são diminuídos.

2.2.3 - Corrosão por Frestas

É uma forma localizada de corrosão normalmente associada à solução estagnada ao nível de microambientes. Tais microrregiões estagnadas tendem a ocorrer em fendas e áreas fechadas como as formadas em juntas, arruelas, material de isolamento, cabeçotes fixadores, depósitos superficiais, tintas deslocando, articulações, abraçadeiras, etc. Como a difusão de oxigênio para a fresta é restrita, uma célula de aeração diferencial tende a ser criada na superfície externa. A reação catódica de redução do oxigênio não pode ser sustentada na área da fresta, induzindo um caráter anódico na célula. Este desequilíbrio anódico pode levar à criação de condições ambientais altamente corrosivas na fresta (ROBERGE, 1999).

Todos os aços inoxidáveis estão sujeitos a este tipo de ataque localizado (SCHMITT et al., 2005). A formação de uma camada passiva que resista a um pH baixo nas frestas se traduz em maior resistência à corrosão por este mecanismo (SANTANDRÉA, 1999).

2.2.4 - Corrosão Intergranular

Os aços inoxidáveis estão particularmente sujeitos à sensitização. Trata-se de um fenômeno que reduz a resistência à corrosão de forma localizada nos contornos de grão. A explicação mais difundida consiste em que a precipitação de carbonetos de cromo em contornos de grão forma uma região empobrecida em Cromo, circundando este precipitado, tornando-a mais susceptível à corrosão (DAVIS, 1994; BOND et LIZLOVS, 1969; LULA et al., 1954). Sendo um fenômeno de ataque preferencial, também está associado a defeitos superficiais de ordem estética (LABIAPARI et al., 2011). A sensitização pode ocorrer tanto em aços austeníticos quanto nos ferríticos, levando à corrosão intergranular quando expostos a meios agressivos (SEDRIKS, 1996; BOND et LIZLOVS, 1969).

2.2.5 - Resistência à Corrosão dos Aços Inoxidáveis

A principal propriedade dos aços inoxidáveis é a resistência à corrosão em meios onde muitos outros materiais falham. A sua utilização é recomendada quando representa um aumento de vida útil, de coeficiente de segurança, assepsia ou mesmo estético.

Os efeitos provocados pela adição de elementos de liga são os mais variados possíveis, principalmente no que diz respeito às propriedades de resistência à corrosão (SANTANDRÉA, 1999). Na Figura 2.15, análoga à Figura 2.8, é possível se fazer uma avaliação geral da influência de vários elementos de liga sobre o comportamento em corrosão de aços inoxidáveis em soluções aquosas (PADILHA et al., 1994). Neste caso, não é especificado se o elemento está em solução sólida ou sob a forma de precipitados (SANTANDRÉA, 1999), o que é de grande relevância.

De uma forma geral, a importância de quatro dos elementos mais relevantes pode ser descrita como (PADILHA et al., 1994; SANTANDRÉA, 1999):

- Cromo: Elemento de liga mais importante, pois aumenta de forma considerável a região de passivação do ferro na curva de polarização. A presença de oxigênio no meio onde o aço se encontra causa uma passivação mais efetiva. No sistema Fe-Cr e para soluções aquosas com pH em torno de 7, o teor de Cr necessário para uma passivação efetiva é de 12%;
- Molibdênio: Elemento de efeito expressivo na resistência à corrosão localizada e sob tensão. Melhora também o desempenho dos aços inoxidáveis em água do mar;

- Titânio e Nióbio: Elementos adicionados com função estabilizante nos aços inoxidáveis, principalmente para reduzir a corrosão intergranular. As adições nestes casos são ligeiramente superiores ao teor estequiométricamente necessário à fixação do carbono e nitrogênio como carbonetos e nitretos na estrutura.

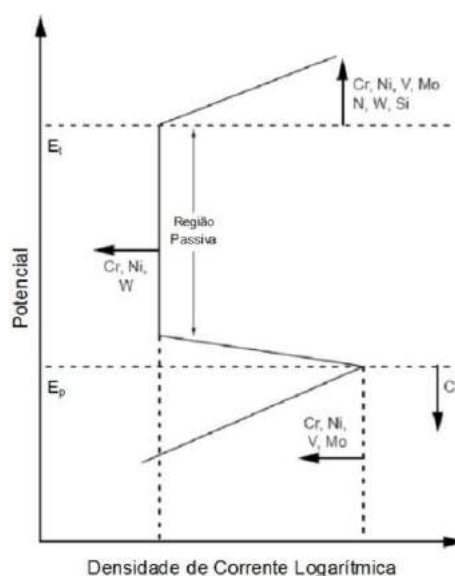


Figura 2.15 - Representação esquemática do efeito isolado de vários elementos de liga no traçado de uma curva de polarização anódica (ROBERGE, 1999).

2.2.6 - Estabilização

Uma das formas mais eficientes de se reduzir o efeito da corrosão intergranular é evitar que carbono e nitrogênio fiquem livres. Os aços estabilizados apresentam uma maior resistência à corrosão intergranular, Figura 2.16a, onde os contornos de grãos são menos atacados do que em um material sem estabilização, Figura 2.16b (LABIAPARI et al., 2010).

Para isto, além da redução da concentração dos elementos intersticiais nas ligas, são adicionados outros estabilizantes, como Nb e Ti, formando precipitados com o Carbono e/ou Nitrogênio, retirando-os de solução sólida. Tal técnica mostra-se uma das mais viáveis e de menor custo concernente à redução no teor dos elementos intersticiais (GORDON et al., 1996; OLIVEIRA, 2003).

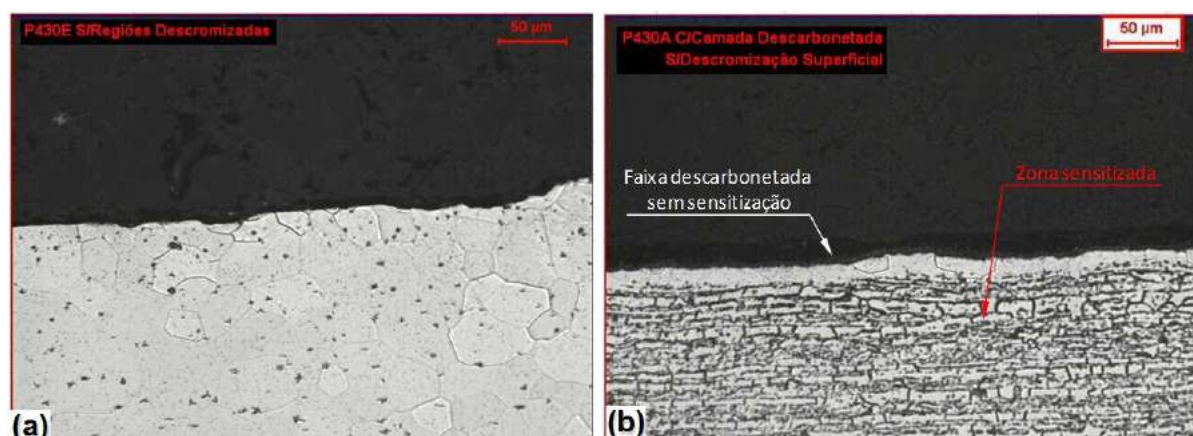


Figura 2.16 - Estrutura próxima à superfície da amostra após ataque oxálico em um (a) aço inoxidável AISI 430 estabilizado ao Nb e (b) em um inoxidável AISI 430 sem estabilização (LABIAPARI et al., 2010).

2.2.6.1 - Estabilização ao Titânio

Dos elementos estabilizantes, o titânio é o mais difundido, agindo como formador de precipitados como TiN, TiC e Ti(C,N). No caso do TiN que tem uma temperatura de dissolução muito elevada, próxima à de “*liquidus*”, este age como sítio de nucleação para solidificação heterogênea resultando em estruturas de grãos mais finos (GORDON et al., 1996; BUCHER, 2004; SCHMITT et al., 2005).

Sato et al. (1995) relatam que o teor de titânio no aço deve ser superior ao calculado estequiometricamente para consumir todo carbono e nitrogênio sob a forma de precipitados, deixando uma quantidade deste elemento em solução sólida. Por outro lado, seu excesso aumenta a resistência mecânica em função do endurecimento por solução sólida, reduz a ductilidade e aumenta a temperatura de transição dútil-frágil. Devido ao maior tamanho de seus precipitados, aços estabilizados ao titânio podem ter uma menor tenacidade ao impacto (GORDON et al., 1996; SCHMITT et al., 2005).

2.2.6.2 - Estabilização ao Nióbio

Formador de precipitados do tipo Nb(C,N), o nióbio é menos reativo e seus precipitados menos estáveis quando comparados ao titânio, mas é eficiente na prevenção da sensibilização. Na forma de bastões ou placas, e com tamanho em torno de 10 µm, os precipitados não diminuem significativamente a tenacidade dos aços (BUCHER, 2004; MANTEL et al., 1990). Segundo Sato et al. (1995), como no caso do titânio, também é recomendado trabalhar com o

teor de nióbio superior ao cálculo estequiométrico, deixando uma quantidade deste elemento em solução sólida.

A adição em excesso ainda promove o fenômeno de inibir o crescimento de grão quando o aço é mantido em elevadas temperaturas e por longo tempo, devido à precipitação de fases intermetálicas (SCHMITT, 2002; OLIVEIRA, 2003). Em temperaturas acima de 650 °C, o nióbio em solução sólida (ΔNb) precipita na forma de partículas intermetálicas (Fe_xNb_y) (SCHMITT, 2002). Segundo Schmitt (2002), a resistência à fluência é, no mínimo, duas vezes maior em aços estabilizados ao nióbio.

Aksoy et al. (1998) observaram que aços inoxidáveis estabilizados ao nióbio apresentam precipitados do tipo NbC ou Nb₂C, quando em teores acima de 3,0% Nb. Observou-se ainda o acréscimo em quantidade e tamanho das partículas de NbC com o aumento de ΔNb .

Kuzucu et al. (1997) estudaram o comportamento em desgaste abrasivo de aços inoxidáveis ferríticos com 18% Cr e diferentes teores de Nb em ensaios pino sobre disco. As amostras foram confeccionadas em pinos de 10 mm de diâmetro e testadas contra um lixa #80 de SiC em ensaio seco ao ar. A perda de massa foi medida em uma balança de precisão. Conforme pode ser observado na Figura 2.17, o melhor resultado de resistência ao desgaste não foi obtido para uma maior dureza e sim para o teor de nióbio de 0,50% em peso. Segundo o autor esta foi a condição mais homogeneia de distribuição de carbonetos tipo M₂₃C₆. Nas amostras com maior teor de Nióbio, estes formavam precipitados maiores e mais facilmente removidos durante o ensaio.

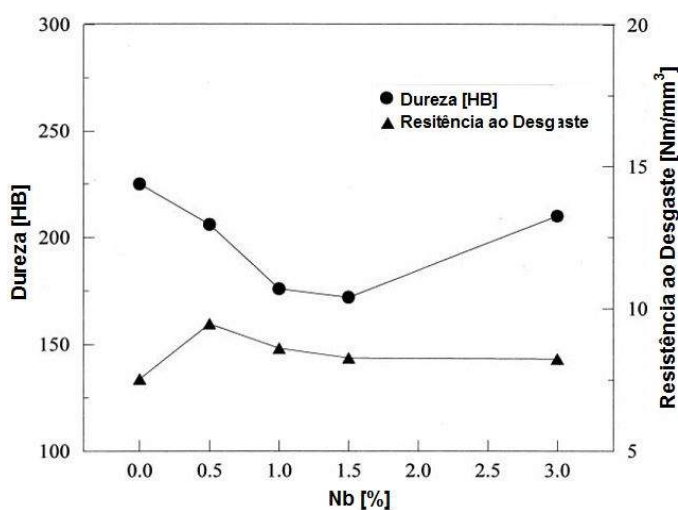


Figura 2.17 - Influência do teor de Nb na dureza e na resistência ao desgaste abrasivo para aços inoxidáveis ferríticos com 18% Cr (AKSOY et al., 1998).

2.3 - ATRITO E DESGASTE

O atrito não é uma propriedade intrínseca dos materiais, sendo dependente do sistema. Ele desempenha um papel importante em muitas de nossas atividades diárias e em processos industriais. Sem atrito, dificilmente poderíamos nos mover, ouvir o som de um violino ou executar uma variedade de outras tarefas cotidianas. Na indústria, sem atrito os laminadores não poderiam operar e solda por atrito, obviamente não existiria (ASM, 1992).

Durante a movimentação de máquinas, o atrito também é responsável pela perda de energia. Aproximadamente 28% do consumo de combustível em carros de passeio são gastos para vencer o atrito do motor, das engrenagens, dos pneus, dos freios, etc., e apenas 21,5% é usado para mover o veículo (HOLMBERG et al., 2012).

Como as superfícies não são idealmente planas e lisas em escala microscópica, onde até mesmo uma superfície polida apresentará picos e vales, quando colocadas em contato apenas as pontas de poucas asperezas se tocam. Nesses locais restritos, a tensão de contacto pode exceder a resistência mecânica do material mais macio. A deformação localizada pode gerar uma solda a frio formando uniões entre os dois materiais (ASM, 1992).

Os estudos sobre desgaste tiveram um marco histórico em 1966, após o que ficou conhecido como “*Jost Report*”. Trata-se de um relatório elaborado por um comitê multinacional presidido pelo professor britânico Peter Jost abordando os gastos gerados com o desgaste. A conclusão era de que aproximadamente 1% do PIB nas nações desenvolvidas poderia ser economizado em função dos danos provocados pelo atrito, gerando desgaste de equipamentos e consumo extra de energia (HUTCHINGS, 1992). Paralelamente, outros autores estipulavam o gasto total em função do atrito sendo muito maior, girando em torno de 4,5% do PIB nestes países (ZUM GAHR, 1987).

Fomentada pelo “*Jost Report*”, nascia então uma nova ciência de perfil multidisciplinar, denominada Tribologia, definida como: *Ciência e tecnologia de superfícies interagindo em movimento relativo e das práticas e assuntos associados*. Segundo a O.E.C.D. (“*Organizaton for Economic Cooperation and Development*”) o desgaste é *perda progressiva de matéria da superfície de um corpo em consequência do movimento relativo de outro corpo sobre o mesmo* (ZUM GAHR, 1987).

Sob a luz da multidisciplinaridade, a transposição de resultados laboratoriais para as condições industriais podem ser aplicáveis apenas se os mecanismos de degradação do

tribossistema real forem reproduzidos em escala piloto. Ao contrário de outros ensaios mecânicos, os ensaios de desgaste usualmente não seguem uma norma específica (ZUM GAHR, 1987). Os principais mecanismos de desgaste são citados no esquema da Figura 2.18.

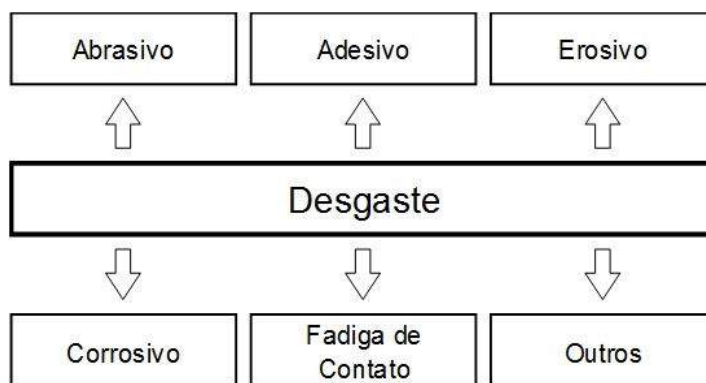


Figura 2.18 - Principais mecanismos de desgaste (JOST REPOT, 1966 apud DE MELLO, 2013).

2.3.1 - Desgaste Abrasivo

Perda de matéria devido ao movimento relativo de duas superfícies decorrente de:

- Ação de asperidades duras em uma das superfícies;
- Ação de partículas abrasivas livres entre as duas superfícies;
- Ação de partículas abrasivas engastadas em uma das superfícies.

Essas partículas duras podem ser provenientes do material em processo, de fragmentos oriundos do processo de desgaste ou contaminação por uma fonte externa ao tribossistema (ZUM GHAR, 1997).

A interação entre a superfície de trabalho e a partícula abrasiva promove o surgimento de micro-mecanismos de abrasão conforme se segue (ZUM GHAR, 1997):

- Microsulcamento – Deformações plásticas sem perda de matéria, gerando um sulco com conseqüente formação de acúmulos frontais e laterais da matéria movimentada, Figura 2.19a;
- Microcorte – Formação de microcavacos sem deformação plástica lateral, com conseqüente geração de um risco, Figura 2.19b;

- Microlascamento – Formação de grandes partículas de desgaste, devido à interação de fissuras. Este tipo de mecanismo acontece quando as tensões impostas superam as tensões críticas para a formação e propagação de trincas. É um mecanismo restrito aos materiais frágeis, Figura 2.19c.

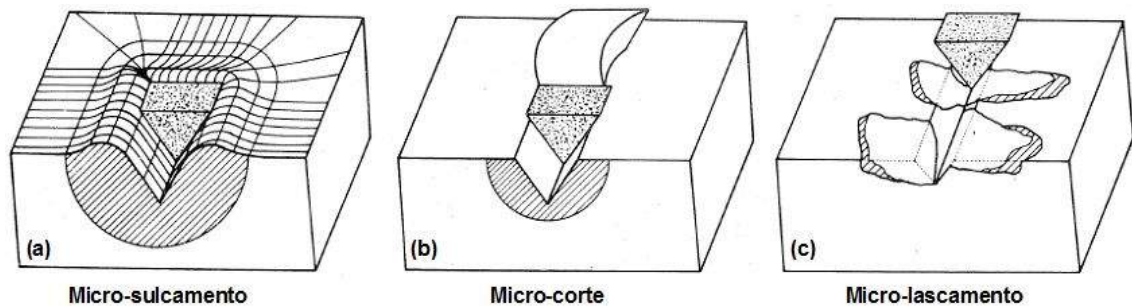


Figura 2.19 - Esquema dos micromecanismos de desgaste abrasivo, sendo (a) microsulcamento, (b) microcorte e (c) microlascamento (adaptado de ZUM GHAR, 1997).

Há também relatos na literatura de outro micromecanismo, definido como microfadiga, contudo, este pode ser entendido como uma variante do exposto na Figura 2.19a, com sucessivos eventos de microsulcamento. Tal mecanismo foi estudado por Da Silva et al. (2011) para amostras de aço ferramenta M2, mostrando o aumento da perda de massa pela sobreposição dos eventos.

Segundo Zum Gahr (1998) o desgaste abrasivo pode evoluir de suave a severo em função da relação dureza do abrasivo e do material, Figura 2.20.

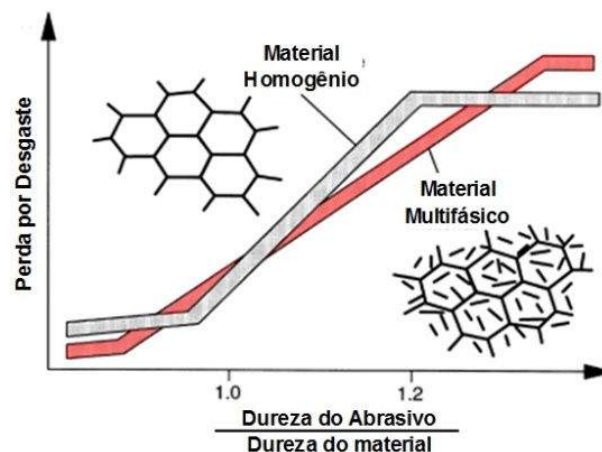


Figura 2.20 - Relação entre a dureza do abrasivo e do material na transição de desgaste suave para severo (ZUM GHAR, 1998).

Este comportamento foi evidenciado por Bozzi e De Mello (1999), quando estudaram amostras de aço AISI 1020 revestido com WC-12% Co, utilizando o equipamento conforme esquema da Figura 2.21a, fazendo variar a tensão de contato. Os resultados podem ser vistos na Figura 2.21b para os abrasivos SiO_2 , Al_2O_3 e SiC , cujas durezas relativas ao material da amostra eram respectivamente 0,84, 1,51 e 2,80.

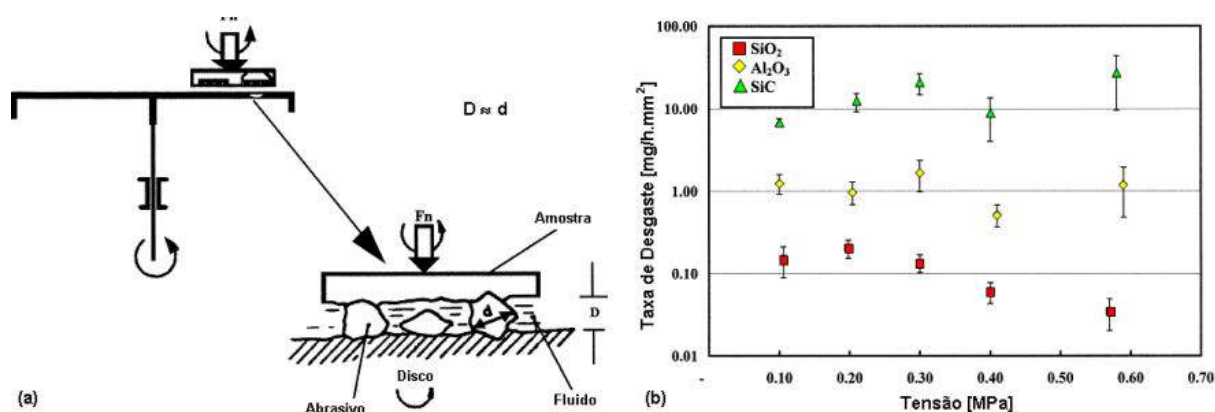


Figura 2.21 - (a) Esquema do equipamento utilizado nos ensaios de desgaste em amostras de amostras de aço AISI 1020 revestido com WC-12% Co. (b) Resultados obtidos com a utilização dos abrasivos SiO_2 , Al_2O_3 e SiC (BOZZI e DE MELLO, 1999).

A dureza é um bom indicativo da resistência ao desgaste abrasivo, mas não governa isoladamente os fenômenos, principalmente se comparado diferentes materiais (ZUM GAHR, 1987). Vê-se na literatura a baixa eficiência da deformação a frio prévia de ligas metálicas objetivando o aumento da resistência ao desgaste (AMBRISH et al., 1981; KHRUSCHOV, 1957; KHRUSCHOV, 1974; ZUM GAHR, 1987).

Por outro lado, Yan et al. (2007) realizaram ensaios pino de aço sobre lixa utilizando dois tipos de abrasivos com durezas distintas, 500 HV (sílica $\phi = 250\text{-}400\ \mu\text{m}$) e 1800 HV (lixa com abrasivo $\phi = 100\text{-}120\ \mu\text{m}$), pressões de contato 2,34 e 0,03 N/mm^2 . As amostras foram previamente submetidas a jateamento com esfera de aço de $\phi = 200\ \mu\text{m}$, arremessadas a um ângulo de 85° sobre a superfície, utilizando 0,18 MPa. Os diferentes níveis de deformação foram controlados pelo tempo de processo, variando entre 2 e 120 minutos, sendo confirmado pelo aumento de dureza entre 256 e 774 HV. Os autores concluíram que para abrasivos mais macios há a influência da deformação a frio prévia no aumento da resistência ao desgaste até um certo limite. Para os tempos de jateamento até 30 minutos (503 HV) houve um aumento da resistência ao desgaste. Acima deste valor houve um decréscimo. Ainda de acordo com o

modelo proposto por YAN et al. (2007), o dano da partícula abrasiva sobre a superfície pré-deformada é menor, o que pode atenuar o desgaste. Por outro lado, para os materiais extremamente deformados tem-se acentuado o fenômeno de fadiga de superfície.

Majid et al. (2010) utilizaram amostras de aços austeníticos meta-estáveis em ensaios pino sobre disco abrasivo e observaram uma menor resistência ao desgaste para as mais baixas cargas, por não haver deformação suficiente da superfície. De acordo com Zum Gahr (1987), se a estrutura é suficientemente deformada para sofrer transformação martensítica durante o processo abrasivo isto pode traduzir-se em maior resistência ao desgaste.

Toppo et al. (2009) estudaram desgaste por deslizamento pino sobre disco com pressão de contato entre 0,4 e 5,6 MPa e velocidade 0,5 m/s. Foram utilizadas amostras de aço com teores de carbono entre 0,15 e 0,82%, sendo previamente deformadas por tração em diferentes níveis, entre 2 e 20%. Foi observado que para alguns desses materiais, a taxa de desgaste aumenta inicialmente, mas cai em seguida, com o aumento da pré-deformação. Para Toppo et al. (2009) há um nível ótimo de deformação para que haja um efeito positivo na resistência ao desgaste, e este nível varia em função do tipo de aço e de estrutura. Segundo os autores, acima deste ponto ótimo de deformação a resistência ao desgaste dos materiais previamente deformados é função da nucleação e propagação de microtrincas.

O Desgaste micro-abrasivo, por ser o objeto deste trabalho será tratado em um tópico específico, item 2.4.

2.3.2 - Desgaste Adesivo

A adesão corresponde, normalmente, ao início do processo de degradação de superfícies em contato. Quando do contato superficial, e em consequência das asperezas onde é mais intenso, aparecem forças de interação atômica não negligenciáveis. Estabelecido o equilíbrio entre as forças de atração e repulsão as duas superfícies encontram-se "soldadas", o que caracteriza a adesão. O esforço necessário para romper as ligações assim estabelecidas é responsável pela força de atrito. Quando a ruptura não acontece exatamente no plano de adesão original, haverá transferência de matéria de uma superfície para a outra e, portanto, desgaste adesivo (ZUM GHAR, 1997).

Para que ocorra a adesão, há uma interdependência das propriedades físicas e químicas dos materiais em contato, da intensidade da carga e das características superficiais, como

rugosidade e contaminantes do ambiente. É relativamente severo e ocorre em qualquer situação onde não exista uma lubrificação efetiva na interface entre dois corpos em (ZHUM GHAR, 1997). O desgaste adesivo foi descrito pela lei de Archard em 1953, Eq. 2.1, como uma função linear (FINKIN, 1979):

$$V = k \frac{SL}{H} \quad \text{Eq. 2.1}$$

V - Volume de material removido;

S - Distância total de deslizamento;

L - Força normal;

H - Dureza do material;

k - Coeficiente de desgaste.

O modelo é bem simplificado sendo, independente da área nominal de contato, diretamente proporcional à força aplicada e à distância de deslizamento e inversamente proporcional à dureza do material. Por outro lado era negligenciado, por exemplo, a velocidade de deslizamento, que tem um efeito direto no fenômeno, uma vez que seu aumento provoca um acréscimo da temperatura no contato, o que facilita a formação de óxidos. Esse mecanismo requer especial atenção, pois é relativamente severo e ocorre em qualquer situação onde não exista uma lubrificação efetiva na interface entre dois corpos em contato.

2.3.3 - Desgaste Erosivo

Aparece quando a superfície é sujeita à ação de partículas abrasivas de pequena massa unitária, mas de grandes velocidades relativas. As forças aplicadas, muito embora pequenas, são extremamente concentradas.

2.3.4 - Desgaste Corrosivo (Tribocorrosão)

Este mecanismo de desgaste, ou de corrosão, é caracterizado pelo movimento relativo entre duas superfícies em contato que reagem com o ambiente no qual estão inseridas. Sendo o meio corrosivo, ou ativo, em estado gasoso ou líquido, há uma contínua formação e remoção

de camadas. Tal fenômeno é fortemente influenciado pela cinética de formação e remoção dessas camadas (ZUM GHAR, 1997). O desgaste abrasivo em meio corrosivo, por ser o objeto central deste trabalho, será tratado em tópico específico, item 2.5.

2.3.5 - Desgaste por Fadiga de Contato

Este mecanismo pode ser caracterizado pela formação de trincas e destacamento de material causado por carregamento alternado e repetitivo. O rolamento ou contato deslizante entre sólidos, ou mesmo o impacto entre sólidos e/ou líquidos podem resultar numa tensão de superfície cíclica (ZUM GHAR, 1997).

2.4 - MICRO-ABRASÃO

O desgaste micro-abrasivo está contemplado pela definição de desgaste abrasivo e é usualmente associado a um tipo específico de ensaio tribológico cuja utilização tem se popularizado. Trata-se do ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa (*“Ball Cratering Abrasion Test”*), cuja magnitude do abrasivo é em escala micrométrica.

2.4.1 - Micro-Abrasão por Esfera Rotativa

O primeiro ensaio de micro-abrasão foi descrito em 1949, por Grodzinski. Em seu experimento foi utilizado um disco em ferro fundido de 25,4 mm de diâmetro, carga normal entre 0,2 e 5,0 N, rotação de até 20.000 RPM e como abrasivo, partículas de diamante com diâmetro máximo de 2 μm (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997).

Happ e Shockley utilizaram em 1956 um contra corpo cilíndrico para estudar a dimensão das camadas de difusão de silício. Esta técnica foi posteriormente refinada por McDonald e Goetzberger em 1962. Um contra corpo esférico foi utilizado pela primeira vez por Thompson et al. em 1979, juntamente com pasta de diamante como abrasivo em seu sistema. Um estudo mais detalhado foi então realizado por Valli et al. em 1985, quando determinaram as condições de teste ideais para a medição da espessura de camadas de revestimento (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1996).

Em 1996, Rutherford e Hutchings utilizaram o ensaio de micro-abrasão por esfera rotativa, até então utilizada para medir a espessura de revestimentos, para mensurar a resistência à abrasão do revestimento e do substrato. A versatilidade deste ensaio permitiu sua utilização em pesquisas envolvendo desgaste abrasivo de materiais metálicos e não-metálicos.

Para este tipo de ensaio existem basicamente duas configurações de equipamentos, sendo uma por esfera livre (ou móvel) e outra por esfera fixa. Embora a diferença operacional destes dois métodos seja pequena, a diferença entre os resultados obtidos é significativa.

No ensaio por esfera livre, a configuração do equipamento é caracterizada pelo controle da força normal aplicada sobre a amostra ser regido pelo próprio peso da esfera. Consequentemente a variação da força aplicada ocorre em função da mudança da distância e da inclinação da amostra em relação ao eixo motor que gira a esfera, conforme esquema de forças mostrado na Figura 2.22a. A amostra é fixada em um porta-amostra acoplado a uma célula de carga, que mede em tempo real e continuamente ao longo do ensaio a força normal aplicada durante o teste. No esquema da Figura 2.22b pode ser vista a disposição de cada componente.

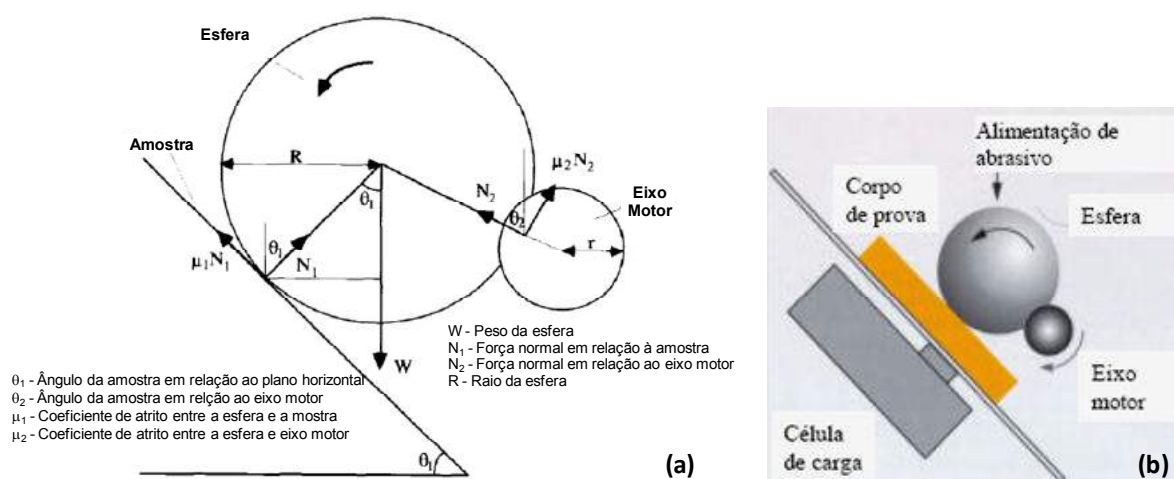


Figura 2.22 - (a) Esquema da distribuição das forças para o equipamento com esfera livre (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1996). (b) Disposição dos componentes segundo o “lay out” do equipamento em funcionamento.

Na Figura 2.23 pode ser visto o equipamento de micro-abrasão por esfera livre, fabricado pela CSM Instruments SA, pertencente ao LTM - Laboratório de Tribologia e Materiais da UFU - Universidade Federal de Uberlândia.

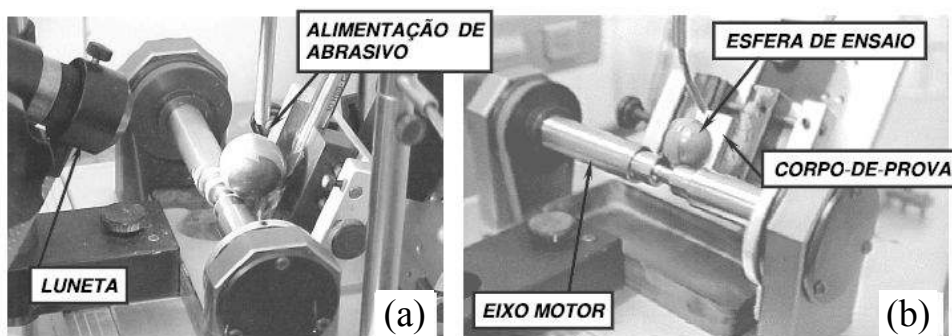


Figura 2.23 - (a) e (b) Equipamento de desgaste micro-abrasivo de esfera livre fabricado pela CSM Instruments SA.

No equipamento de esfera fixa a força normal é definida com mais flexibilidade, não sendo dependente do peso da esfera, já que a carga é aplicada por algum dispositivo externo como peso morto. Na Figura 2.24 pode ser visto um modelo de fabricado pela Phoenix Tribology.

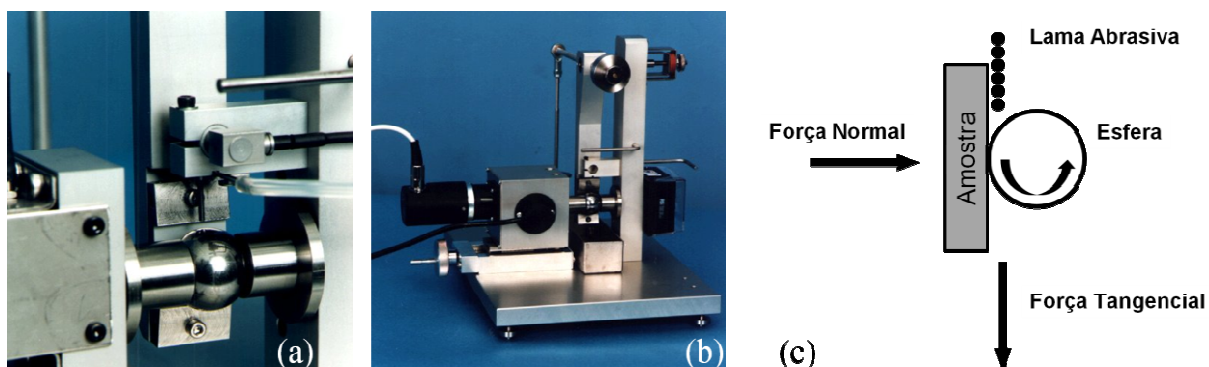


Figura 2.24 - (a) e (b) Equipamento de desgaste micro-abrasivo de esfera fixa fabricado pela Phoenix Tribology e (c) “lay out” de funcionamento.

Em ambos os métodos controla-se a rotação do motor que move a esfera e o fluxo de abrasivo liberado sobre a amostra durante o ensaio. A geometria da impressão de desgaste formada sobre a amostra é a reprodução negativa da forma geométrica do contra-corpo esférico. Em materiais homogêneos e não revestidos, o volume de desgaste pode ser calculado em função da distância total de deslizamento e da força normal atuante no contato. Este modelo se traduz na equação para desgaste mostrada pela Eq. 2.2 (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997; TREZONA et al., 1999).

$$V = k \cdot s \cdot F_n$$

Eq. 2.2

V - Volume de desgaste [m^3];

k - Coeficiente de desgaste [$\text{m}^3(\text{N.m})^{-1}$];

S - Distância total de deslizamento [m];

F_n - Força normal no contato [N].

Neste contexto, onde k é o coeficiente de desgaste, a resistência ao desgaste abrasivo é definida por k^{-1} expressa em $[(\text{N.m}).\text{m}^{-3}]$, limitando sua utilização às situações onde o volume de desgaste é diretamente proporcional à carga aplicada e à distância percorrida (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997; TREZONA et al., 1999).

Partindo-se de amostra inicialmente plana, o volume de desgaste pode ser calculado em função das dimensões da calota esférica formada durante o ensaio, segundo as equações simplificadas Eq. 2.3 e Eq. 2.4.

$$V \approx \frac{\pi.b^4}{64.R} \text{ para } b \ll R \quad \text{Eq. 2.3}$$

$$V \approx \pi.h^2.R \text{ para } h \ll R \quad \text{Eq. 2.4}$$

b - Diâmetro da calota;

h - Profundidade da calota;

R - Raio da esfera.

Com pequenas interrupções do ensaio, a calota de desgaste é medida por microscopia ótica e registrada continuamente, sem remover a amostra. A conformidade geométrica de uma calota esférica é validada por interferometria (Figura 2.25) após os ensaios.

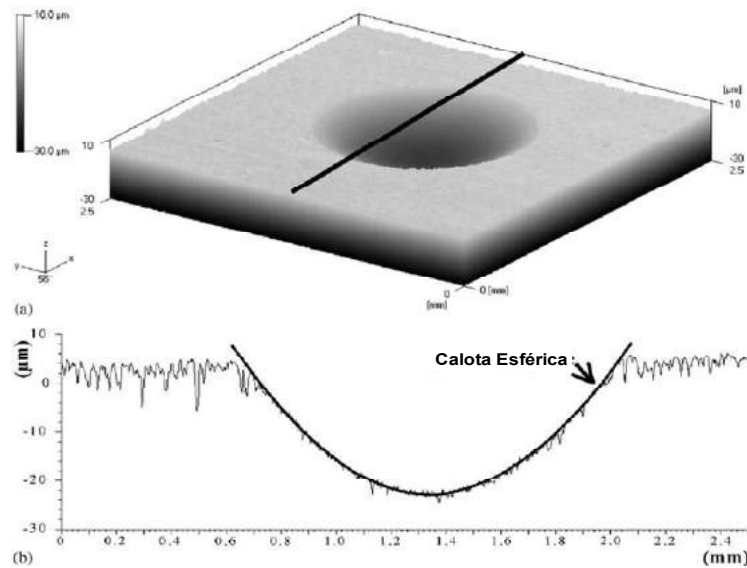


Figura 2.25 - (a) Cratera formada pelo ensaio de desgaste micro-abrasivo e (b) conformidade geométrica aferida via interferometria (DA SILVA et al., 2005).

2.4.2 - Parâmetros que Afetam o Desgaste Micro-Abrasivo

Como a resistência ao desgaste não é uma propriedade intrínseca ao material, e sim, dependente do sistema, as condições às quais a amostra é submetida devem ser rigorosamente controladas. A influência da carga e da fração volumétrica do abrasivo pode ser atestada pelos resultados mostrados na Figura 2.26, para dois abrasivos distintos (TREZONA et al., 1999).

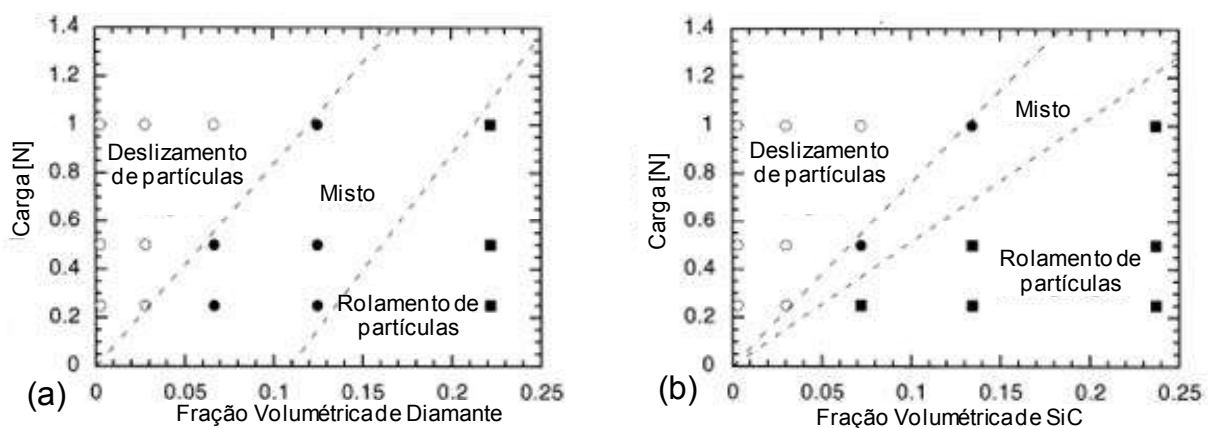


Figura 2.26 - Mudança da dinâmica da partícula em função da força normal aplicada e da concentração de abrasivo para dois agentes distintos. (a) Diamante com $\phi = \pm 3,0 \mu\text{m}$ e (b) SiC com $\phi = \pm 4,5 \mu\text{m}$ (TREZONA et al., 1999).

A influência da velocidade de rotação da esfera foi verificada por Bose e Wood (2005), Figura 2.27. Os autores utilizam amostras com revestimento tribológico de carboneto de boro aplicado via técnica CVD. Como agente abrasivo foi utilizado SiC de aproximadamente $\phi = 5 \mu\text{m}$ disperso em água na fração de 0,5 g/ml. Também foi utilizada uma esfera de aço de $\phi = 25,4 \text{ mm}$ e carga de 0,3 N. Percebe-se uma influência pouco significativa ao aumentar a rotação de 75 para 150 RPM.

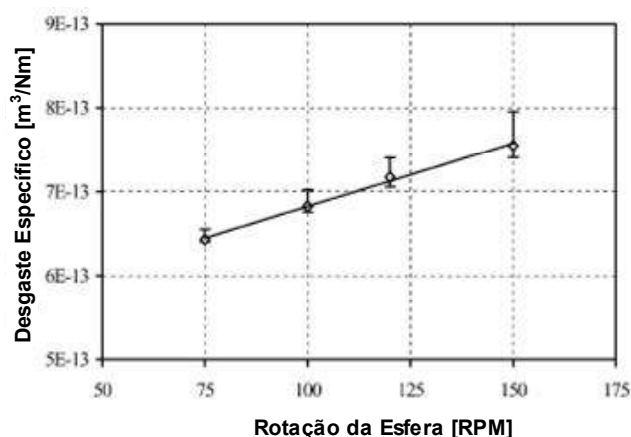


Figura 2.27 - Influência da velocidade de rotação na taxa de desgaste (BOSE e WOOD, 2005).

O tempo de ensaio também é uma variável influente, principalmente se considerado a necessidade de estabilização do fenômeno, ou seja, o coeficiente de desgaste k entrar em regime permanente. Trata-se da minimização da flutuação dos resultados para os coeficientes de desgaste medidos, sendo aceitos estatisticamente. Da Silva et al. (2005) utilizaram SiO_2 como abrasivo e amostras de ferro puro sinterizadas oxidadas a vapor com diferentes pressões de compactação. O regime permanente de desgaste foi encontrado sendo menor para a maior pressão de compactação do pó de ferro. De Mello e Polycarpou (2010) utilizaram amostras de duas ligas metálicas distintas, temperadas e revenidas, com teores variados de vanádio ou molibdênio, obtendo ligas com e sem carbonetos. Como abrasivo foi usado SiO_2 de $\phi = 3,5 \mu\text{m}$ em uma concentração de 10 g/cm^3 , uma esfera de aço de $\phi = 30 \text{ mm}$ e carga de $0,45 \pm 0,01 \text{ N}$. Observou-se também que há um tempo de ensaio necessário para que o desgaste entre em regime permanente, conforme Figura 2.28.

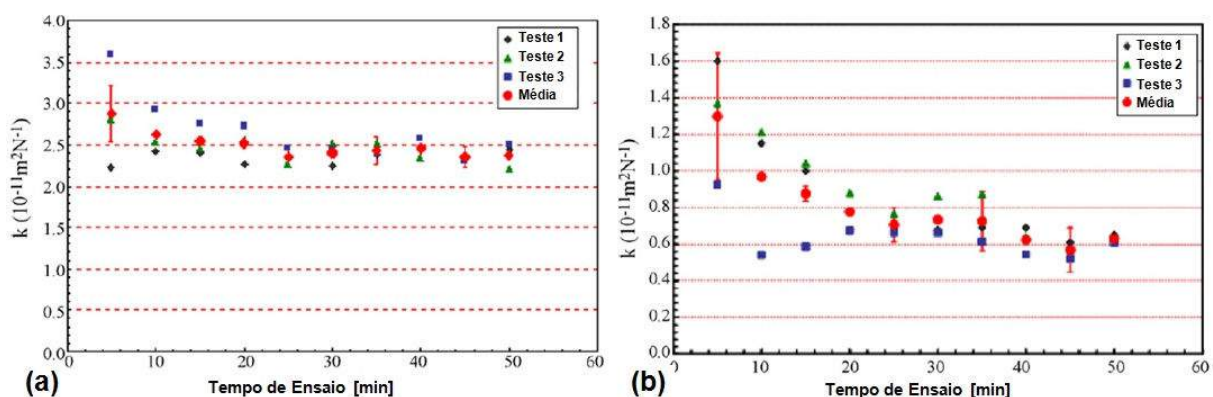


Figura 2.28 - Evolução do coeficiente de desgaste com o tempo de ensaio para (a) liga metálica temperada e revenida sem carbonetos e (b) com carbonetos de V e Mo (DE MELLO e POLYCARPOU, 2010).

Observa-se na Figura 2.28a, para a liga sem carbonetos, a evolução do coeficiente de desgaste abrasivo com o tempo de ensaio. Este diminui de forma aleatória até 25 minutos de ensaio. Após este período sua dispersão é reduzida evidenciando-se o regime estacionário. Ao comparar estes resultados com os apresentados na Figura 2.28b, constatou-se que para as ligas ricas em carbonetos tal regime necessita de um tempo maior para ser alcançado (DE MELLO e POLYCARPOU, 2010).

2.4.3 - Resistência à Abrasão de Aços inoxidáveis

Existem aços inoxidáveis especificamente destinados a aplicações onde a resistência ao desgaste abrasivo é de fundamental importância. Usualmente são materiais trabalhados para adquirir a forma desejada enquanto ainda estão na estrutura ferrítica, sendo mais maleáveis. Posteriormente são endurecidos por têmpera. Como exemplos de sua utilização citam-se talheres e discos de freio automobilístico. Para essas aplicações, a resistência à corrosão é muitas vezes associada a um papel estético ou de assepsia, sendo raramente lembrada no auxílio à resistência ao desgaste abrasivo.

Há situações onde os aços necessitam de resistência à abrasão, podendo ser mais maleáveis (ferríticos ou austeníticos) com certa resistência à corrosão. Um trabalho interessante foi desenvolvido para as indústrias do setor sucroalcooleiro (LABIAPARI et al., 2013). Aços inoxidáveis foram utilizados para substituir aços carbono, que por serem mais duros, eram associados à maior resistência à abrasão.

No trabalho desenvolvido para usinas de biocombustíveis (LABIAPARI et al., 2013) foram ensaiados vários materiais via micro-abrasão, no LTM-UFU, conforme apresentados na Tabela 2.2. Os resultados dos ensaios podem ser vistos na Figura 2.29, onde o aço mais duro apresentou o segundo pior resultado.

Tabela 2.2 – Materiais ensaiados via micro-abrasão.

Aço	Descrição	Dureza HV ₁₀
P410D	Aço inox ferrítico recozido, 11% Cr	163 ± 3
3CR12 (SS12%Cr)	Aço inox ferrítico recozido, 12% Cr	169 ± 3
P304A	Aço inox austenítico, 18% Cr e 8% Ni	194 ± 2
Aço C (JIS SS540)	Aço carbono, 0,5% de C	189 ± 7
A36	Aço carbono estrutural	149 ± 4

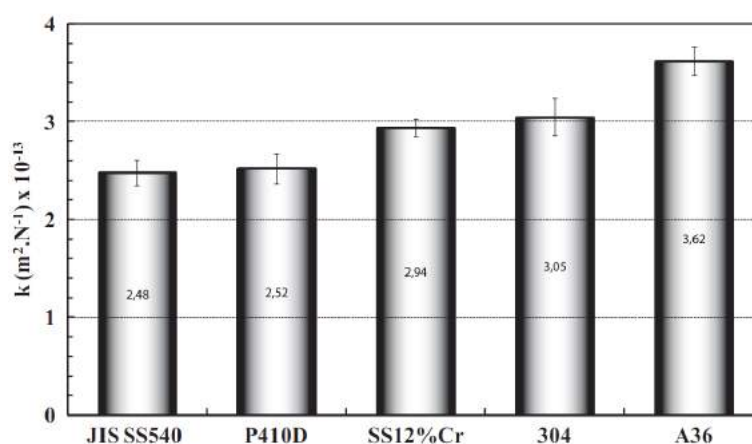


Figura 2.29 - Resultados dos ensaios de micro-abrasão para diferentes materiais (LABIAPARI et al., 2013).

O Aço C (JIS SS540) que se destacou como mais eficiente não apresentava os mesmos resultados em ambiente industrial, principalmente, onde o P410D se mostrava superior.

Em uma segunda bateria de testes, os ensaios foram realizados deixando as amostras em repouso em meio úmido, por 30 e 60 minutos, para que a componente corrosiva pudesse atuar. Os resultados estão dispostos na Figura 2.30.

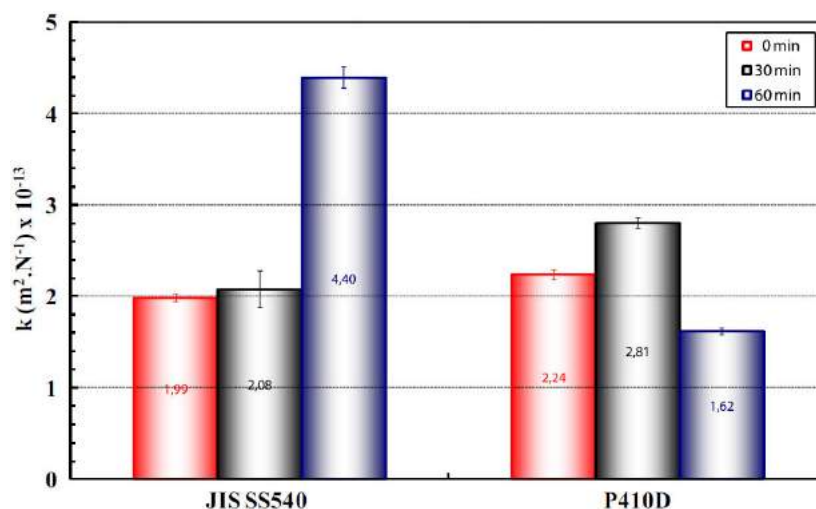


Figura 2.30 - Resultados de desgaste por deslizamento de partículas em meio úmido, com tempo de espera (LABIAPARI et al., 2013).

Pela Figura 2.30 observou-se que com o intervalo de 60 minutos a variável corrosão torna-se significativa. Avaliando-se as amostras, observou-se a extensão do efeito corrosivo em torno da calota, mas apenas para Aço C (JIS SS540), Figura 2.31.

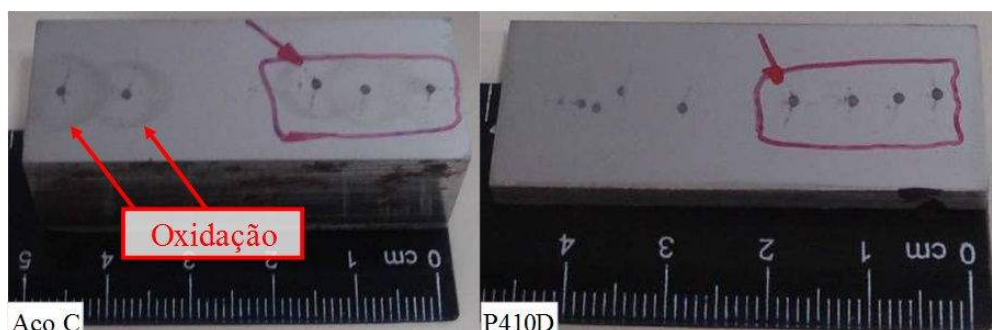


Figura 2.31 - Amostras após ensaios de micro-abrasão, evidenciando o (a) processo corrosivo no aço carbono em torno da calota de desgaste fornada e a (b) ausência deste para o aço inox 11Cr (LABIAPARI et al., 2013).

A maior resistência do aço P410D em ambientes úmidos se torna um fator determinante na resistência ao desgaste destes materiais. Com o processo corrosivo, a perda de massa é potencializada no aço carbono, e reduzida para o aço inoxidável, já que este está praticamente imune à corrosão durante os ensaios no sistema em questão.

2.5 - TRIBOCORROSÃO

Em sistemas tribocorrosivos a degradação do material ocorre por uma combinação de desgaste mecânico e corrosivo. Em tais situações, a deformação plástica não só influencia a falha mecânica pelo desgaste, mas também leva à exposição do metal tornando-o altamente reativo ao meio e, conseqüentemente, acelerando a corrosão (LANDOLT, 2004). Soma-se a isto o fato de que estruturas tensionadas podem desenvolver diferentes respostas eletroquímicas em relação ao estado não tensionado (VIGNAL et al., 2006). Portanto, torna-se essencial obter mais informações sobre a subsuperfície como o entendimento das mudanças estruturais induzidas durante a tribocorrosão. Seu efeito combinado pode promover danos muito maiores do que simplesmente o perceptível pela atuação separada destes dois mecanismos, resultando em expressiva redução da vida útil de equipamentos e componentes (BELLO et al., 2007).

O efeito sinérgico tem sido largamente debatido e segundo alguns autores, acentua a corrosão, para outros, atenua. Em contraste com o considerável esforço que tem sido feito para entender a sinergia da abrasão/corrosão, para os aços inoxidáveis pouco progresso vem sendo feito na quantificação deste fenômeno (BELLO et al., 2007).

Alguns trabalhos desenvolvidos nesta linha foram executados em materiais com recobrimentos tribológicos e aços inoxidáveis. São materiais que têm a capacidade de repassivação, promovendo uma maior proteção contra corrosão. Contudo, sob uma tensão ou desgaste a camada passiva pode ser quebrada ou removida. O complexo mecanismo de corrosão e desgaste é dependente da microestrutura e da composição química da superfície dos materiais, do pH do meio, do tamanho, do tipo e da concentração de abrasivos, sendo ainda associado ao sinal eletroquímico (WOOD et al., 2010).

Nessa linha de entendimento, Buscher e Fischer (2005) investigaram mudanças estruturais na região próxima à superfície de desgaste para ligas CoCrMo. Amostras de um mesmo material foram analisadas após um experimento tribocorrosivo pino sobre disco utilizando 1,77 Hz e 370 MPa em água, e também retiradas de quadril humano após a utilização real, sendo um estudo voltado para a bioengenharia. Foi verificado que o atrito induz tensões de cisalhamento no material através da superfície, promovendo aumento de dureza em ambos os casos.

Favero et al. (2006) e Bidiville et al. (2007) investigaram o comportamento do aço inoxidável 316L após ensaio de deslizamento alternado contra uma esfera de alumina ($\phi = 6$ mm) em

0,5M H₂SO₄, 5 Hz, 5,6 mm de comprimento e 5 N de força normal. Utilizando dois potenciais eletroquímicos, um catódico e outro passivo, os autores encontraram para este segundo o maior desgaste. No potencial passivo foi observado o maior nível de corrente durante o ensaio sob hipótese de destruição da camada passiva e repassivação. Na condição passiva também encontraram a maior deformação, com possível destacamento de material da superfície.

A ASTM G119-93 (1998) apresenta um guia geral para determinar a sinergia entre abrasão/corrosão, recomendando medidas eletroquímicas feitas “*in situ*”. Isto torna o trabalho de simulação ainda mais complicado, porém, com resultados mais confiáveis. Essa norma não se restringe apenas aos ensaios ou métodos aprovados pela ASTM, sendo uma orientação para o cálculo do desgaste total T envolvendo todas as componentes da Eq. 2.5.

$$T = W_0 + C_0 + S \quad \text{Eq. 2.5}$$

W_0 - Abrasão pura;

C_0 - Corrosão pura;

S - Sinergismo. Efeito da ação conjunta dos dois fenômenos de degradação da superfície.

2.5.1 - Fenômenos de Corrosão e Abrasão Avaliados Separadamente

Habitualmente, os temas corrosão e abrasão são tratados isoladamente, com várias fontes de pesquisa dissertando sobre diferentes meios e materiais, ou seja, sistemas mais ou menos susceptíveis à corrosão (PANOSSIAN, 1993), ou abrasão (HUTCHINGS, 1992; ZUM GAHR, 1987).

Bello et al., 2007 executaram ensaios em amostras de aços inoxidáveis tipo 304, 316 e duplex, utilizando abrasivo (SiC, $\phi = 4,5 \mu\text{m}$) disperso em água destilada e solução de cloreto de sódio 3,5%. Foi utilizado o equipamento de micro-abrasão Phoenix Tribology TE66, e para os ensaios de corrosão o potenciostato Gamry PC4-750. Neste contexto, observou-se o aumento da densidade de corrente no meio abrasivo-corrosivo, fenômeno este associado à remoção da camada passiva. A mudança do mecanismo de deslizamento de partícula para rolamento foi conseguido com o aumento da fração de abrasivos disperso no fluido. Inicialmente foi percebido que o mecanismo por rolamento de partículas promove um desgaste maior, tanto para a solução com água destilada quanto para a solução com cloreto de sódio, Figura 2.32. Os pontos com as duas soluções são praticamente coincidentes (BELLO et al., 2007).

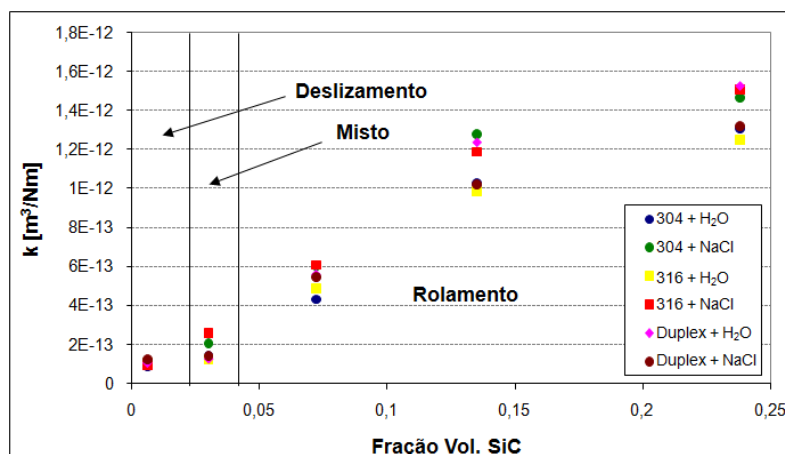


Figura 2.32 - Transição de mecanismo de desgaste observado para a solução neutra de H₂O e corrosiva de NaCl (adaptado de BELLO et al., 2007).

As indentações provocadas pelo abrasivo rolando pode ter aumentado em poucos milivolts a diferença de potencial entre as áreas, afetando a cinética de corrosão. Isto pode justificar o maior desgaste para a solução abrasiva corrosiva em relação à solução neutra. Por outro lado, o menor desgaste no deslizamento de partículas pode estar associado à menor presença de abrasivo na região do contato. Posteriormente, o abrasivo foi removido e a esfera de alumina foi colocada girando contra a amostra apenas com a solução eletroquímica, esperando-se evidenciar a influência da corrosão. Observou-se os níveis mais baixos de remoção de material, mas também a formação de camadas triboquímicas devido à reação da esfera com a amostra (BELLO et al., 2007).

Para quantificar a componente de corrosão, os ensaios de polarização potenciodinâmica mostraram similaridade com o que se conhece da literatura. O potencial de pite e a corrente de corrosão são crescentes do aço 304 para o 316 e, por fim, para o duplex, Figura 2.33, justificado pelo crescente teor de Cr e Mo.

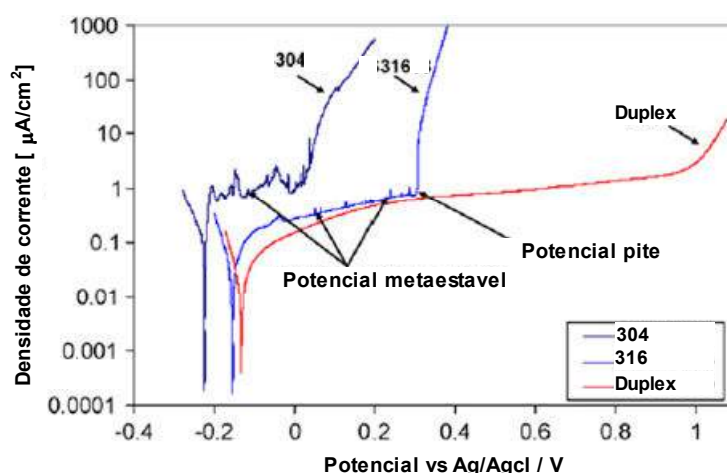


Figura 2.33 - Curva de polarização para os aços 304, 316 e duplex (BELLO et al., 2007).

Na Figura 2.34 observa-se o efeito sinérgico em função da fração volumétrica de abrasivo, e consequentemente, em função do mecanismo de desgaste observado na Figura 2.32. Em termos de efeitos sinérgicos, os resultados mais expressivos são obtidos quando o mecanismo de desgaste é por rolamento de partícula (BELLO et al., 2007). Embora também haja dispersões nos resultados, parte das flutuações é atribuída à concorrência entre a remoção da camada passiva e a repassivação dos materiais (WOOD et al., 2010). A interação negativa pode ocorrer quando o produto de corrosão formado durante os ensaios de desgaste produzem maior resistência do que a superfície original (ASTM G119-93, 1998), mas também pode ser atribuída à imprecisão da técnica.

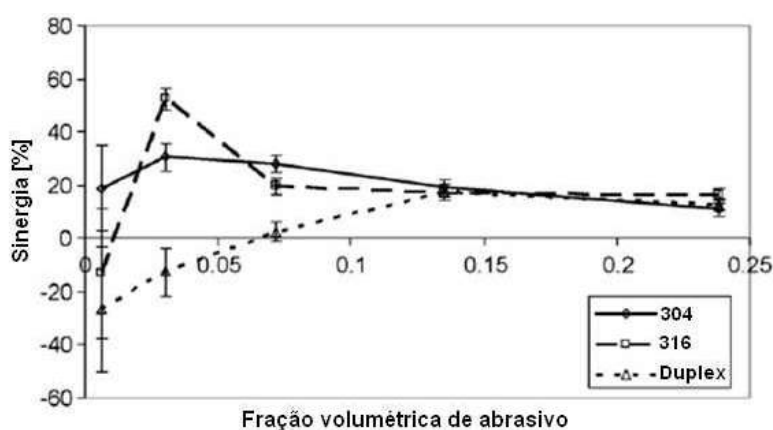


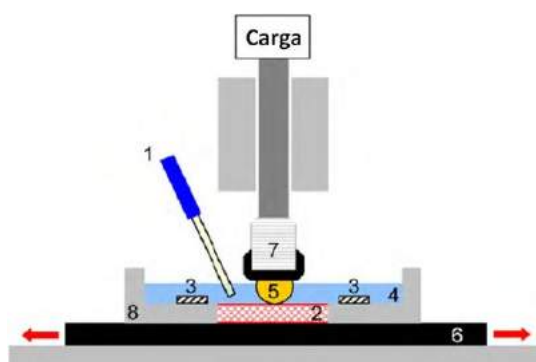
Figura 2.34 - Sinergia entre abrasão e corrosão em função da fração volumétrica de abrasivo (BELLO et al., 2007).

2.5.2 - Tribocorrosão “*in situ*”

Trabalhos realizados com abrasão e corrosão separadamente em uma tentativa de entender a influência do meio corrosivo por aproximação matemática incorrem em muita dispersão e erros (BELLO et al., 2007). Segundo Wood et al. (2010) a redução destes erros pode ser tratada com ensaios que possam conter o efeito combinado “*in situ*”. Neste caso, os resultados mecano-eletroquímicos dispensam a aproximação matemática dos efeitos sinérgicos, antagônicos e aditivos associados.

2.5.2.1 - Tribocorrosão por Deslizamento

Para estudar desgaste por deslizamento em meio corrosivo, Perret et al. (2010) executaram ensaios em um tribômetro com movimento alternado na configuração esfera (alumina) sobre plano (chapa de AISI 304L), esquematizado na Figura 2.35.



- (1) Eletrodo de referência;
- (2) Eletrodo de trabalho - AISI 304L com 20 mm diâmetro e 4 mm de espessura;
- (3) Contra eletrodo de platina;
- (4) Eletrolito - H_2SO_4 0,5 M em água bidestilada;
- (5) Esfera de alumina de 10 mm de diâmetro;
- (6) Estágio linear de movimentação.

Figura 2.35 - Desenho esquemático do tribômetro (PERRET et al., 2010).

O aço 304L foi montado em uma célula eletroquímica, construída em PVC por ser material inerte ao meio corrosivo, com volume 30 ml. A área do disco exposta para a solução era $2,5 \text{ cm}^2$. O coeficiente de atrito foi determinado na posição central do percurso na pista de desgaste formada, evitando erros da aceleração e desaceleração da amostra. Foi utilizada uma carga normal de 7 N para a condição passiva, correspondendo a uma pressão média de 676 MPa. Todos os experimentos foram realizados à temperatura ambiente ($21\sim 22^\circ\text{C}$), com um movimento alternado em um percurso de 5 mm, a 1 Hz por 1800 s, o que equivale a uma distância total de deslizamento de 18 m.

O comportamento eletroquímico está representado por duas curvas de polarização do aço 304L em ácido sulfúrico 0,5 M, Figura 2.36. Os potenciais escolhidos para os testes tribológicos (-1 e -0,5 V) encontram-se no domínio catódico e passivo, respectivamente. Sob estes dois potenciais, na Figura 2.37 é possível observar o perfil transversal da pista de desgaste para as duas condições do ensaio tribocorrosivo (PERRET et al., 2010).

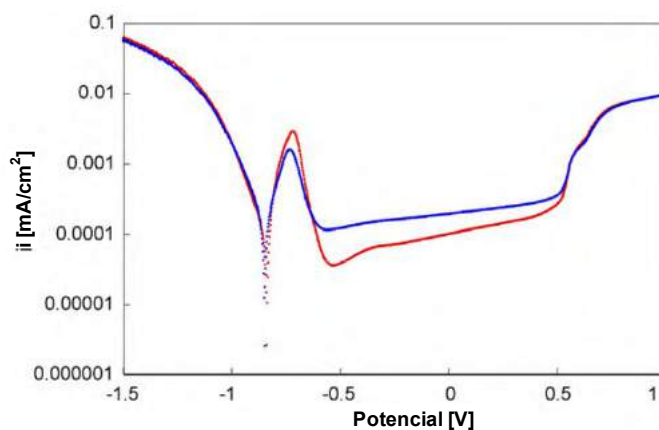


Figura 2.36 - Curvas de polarização potenciodinâmica do aço 304L em solução 0,5M de ácido sulfúrico (PERRET et al., 2010).

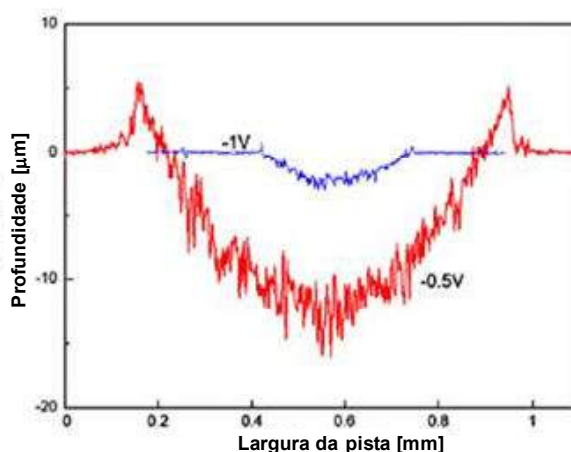


Figura 2.37 - Perfil da seção transversal da pista de desgaste formada no aço 304L após ensaio de deslizamento com esfera de alumina em 0,5M H_2SO_4 em potencial catódico -1 V e passivo de -0,5 V e carga normal 7 N (PERRET et al., 2010).

Perret et al. (2010) discutem a diferença de desgaste em função do potencial na região passiva (-0,5 V) e catódica (-1,0 V) sob a hipótese de presença e ausência de um filme passivo. Segundo estes autores, as discordâncias geradas na superfície são difundidas para o volume ou são aniquiladas quando emergentes na superfície do metal. Suportado por análises

metalográficas e de EBSD, foram observadas ilhas de martensita para a condição de $-0,5$ V. A hipótese apresentada é a de que a presença de um filme passivo pode reduzir ou mesmo suprimir a aniquilação de discordâncias através do bloqueio na superfície do metal e, por se tratar de um aço meta-estável, promove a formação da martensita visualizada via EBSD. A não aniquilação das discordâncias, ou acúmulo dessas, leva ao maior desgaste, visualizado na Figura 2.37 para a condição passiva. Favero et al. (2006) e Bidiville et al. (2007) também observaram um maior desgaste por este fenômeno em potencial passivo quando comparado à um catódico, nas mesmas condições de ensaios, mas com amostras do aço 316L. No potencial catódico, a contribuição de desgaste ativado pela corrosão ao desgaste total em princípio é insignificante e, portanto, a perda de massa total corresponde ao desgaste mecânico. A corrosão age em potencial passivo acentuando o efeito deletério do desgaste mecânico sobre a superfície (PERRET et al., 2010).

Também nessa linha de estudo, Garcia et al. (2001) utilizaram uma amostra de aço inox AISI 316 e uma esfera de alumina na configuração esfera sobre disco (“*ball-on-disc*”), Figura 2.38.

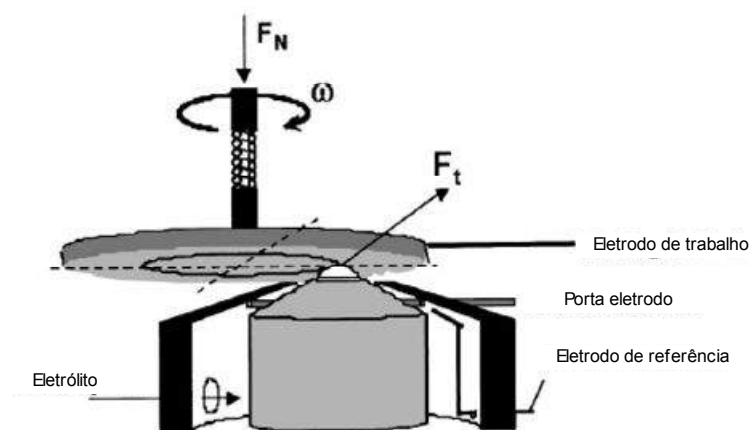


Figura 2.38 - Desenho esquemático da adaptação do teste esfera sobre disco para realização de ensaios deslissamento-corrosão (GARCIA et al., 2001).

Na Figura 2.39 apresenta-se os resultados obtidos no aparato, avaliando a corrente anódica em relação à frequência de rotação e à carga normal aplicada em uma solução de $0,5$ M H_2SO_4 . A corrente anódica média gerada durante o contato deslizante do ensaio de corrosão-desgaste (Figura 2.39a) aumenta linearmente com a frequência do ensaio. Isto indica que a corrente é proporcional ao número de eventos de ativação da superfície por unidade de tempo. Em relação à carga, a corrente anódica média descreve uma curva parabólica até a carga de 20 N

(Figura 2.39b). A saturação da corrente após 20 N se deve à completa ativação da pista de desgaste. Por outro lado, aparentemente, abaixo de 2 N não há ruptura do filme passivo, pois a corrente anódica permanece constante durante todo o ensaio de corrosão-desgaste.

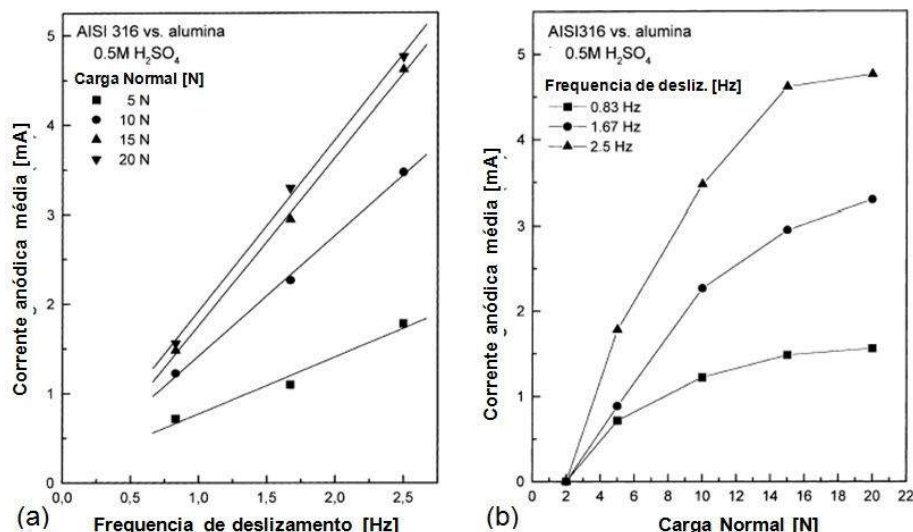


Figura 2.39 - Correlação entre a corrente anódica durante os ensaios de corrosão-desgaste em meio 0,5M H₂SO₄ a 0,3 V vs. SCE, com a (a) frequência do contato deslizante e com a (b) carga aplicada (GARCIA et al., 2001).

2.5.2.2 - Abrasão-Corrosão

Metais duros a base de WC são materiais amplamente utilizados em aplicações onde a resistência à abrasão se faz necessária. Ensaio de roda de borracha foram realizados orientados pela norma ASTM G65-04, Figura 2.40a, mas utilizando uma versão modificada para utilização de agente corrosivo, Figura 2.40b.

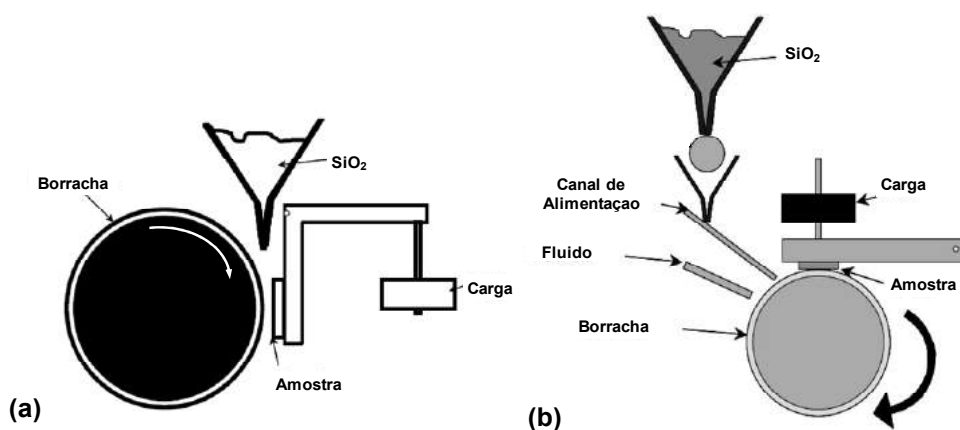


Figura 2.40 - Ensaio de roda de borracha (a) segundo a norma ASTM G65-04 e (b) modificado para incorporar um componente corrosivo (GANT et al., 2004).

Uma versão similar à Figura 2.40b foi utilizada por Stevenson et al. (1996) para promover alimentação a uma fração de abrasivo controlada e constante além de produzir uma monocamada de abrasivo entre a amostra e a borracha. As diferenças fundamentais são que Stevenson et al. (1996) fizeram ensaios de abrasão pura, e não utilizaram o tubo para condução do “fluido” corrosivo indicado na Figura 2.40b.

Além do abrasivo, areia 50/70 (200~312 μm), foi incorporado um agente corrosivo (ácido sulfúrico, água deionizada e solução de hidróxido de cálcio), o que demandou uma alteração no equipamento. O objetivo era estudar o desempenho dos materiais em ambientes ácidos em estações termo-elétricas a carvão, e básicos encontrados em ferramentas de conformação utilizados na fabricação de telhas de cerâmica (GANT et al., 2004). Cada ensaio durou 20 minutos, sob uma carga de 130 N e em percurso total de 345 m. A componente de corrosão pura foi medida utilizando-se a solução de H_2SO_4 com pH de 1,1 e 2,6 sem abrasivo. A componente de abrasão pura foi trabalhada com areia e água deionizada. As condições foram comparadas considerando-se a perda de volume total, Figura 2.41.

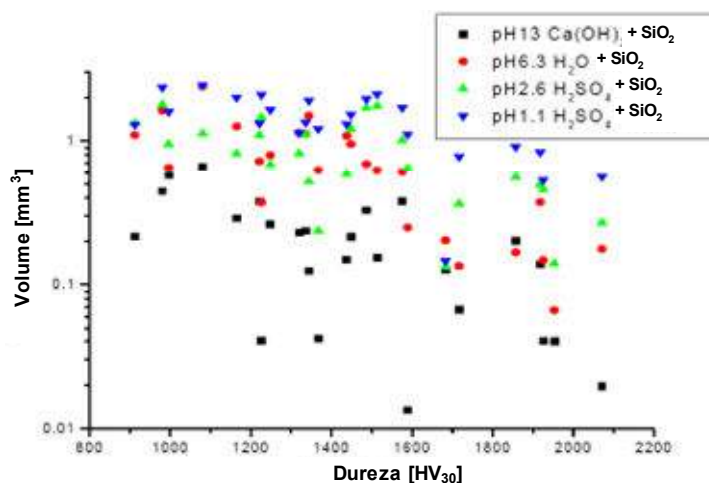


Figura 2.41 - Perda de volume vs. dureza em diferentes meios e utilizando areia 50/70 (GANT et al., 2004).

Observou-se que a condição de pH mais baixo é a que produzia a maior perda total em volume. GANT et al. (2004) ainda observaram que em presença de ácido sulfúrico a componente de sinergismo promovia a maior perda de volume total (T), sendo maior do que a perda devido à corrosão pura (C_0) e ao desgaste puro (W_0). Isto se tornou particularmente importante para a condição de pH mais baixo, conforme Figura 2.42.

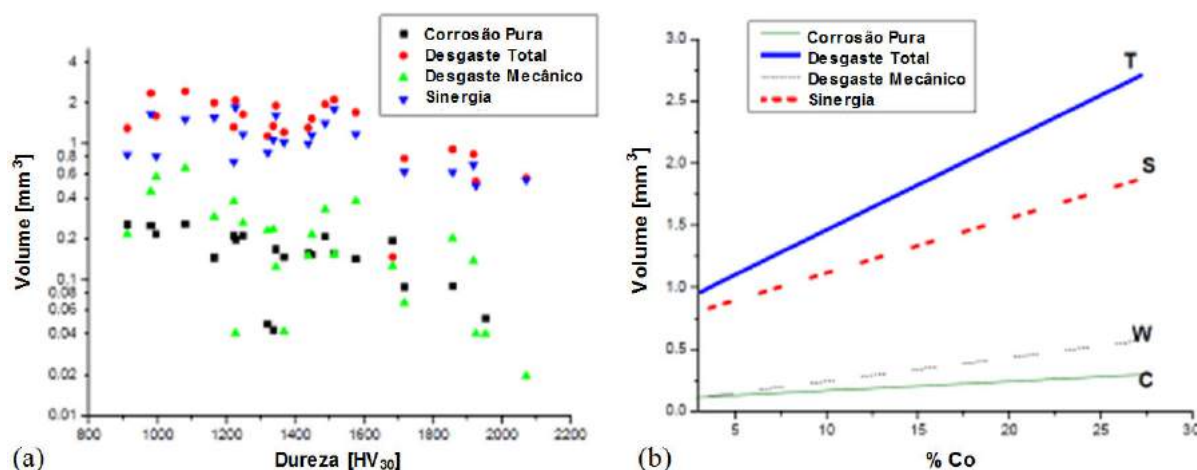


Figura 2.42 - Perda de volume em meio de H_2SO_4 , com pH 1,1 em função da (a) dureza e da (b) quantidade de Co (GANT et al., 2004).

Tanto na avaliação quanto à dureza das ligas (Figura 2.42a) quanto ao teor de Co contido (Figura 2.42b), a influência da sinergia entre a abrasão e a corrosão é muito mais expressiva do que simplesmente a soma destes dois fenômenos isoladamente.

2.5.2.3 - Micro-Abrasão-Corrosão

Há um crescente interesse em se conhecer o comportamento de materiais onde há a interação da micro-abrasão em sistemas aquosos, principalmente em meios corrosivos. Este fato é devido aos inúmeros processos de micro-abrasão onde a presença do meio corrosivo modifica o comportamento em desgaste. Se a superfície sofre ataque químico, isto pode interferir no processo de desgaste (STACK et al., 2005). Vários estudos têm medido abrasão-corrosão para biomateriais e diversos revestimentos (WOOD et al., 2010). Para tanto, equipamentos de micro-abrasão têm sido adaptados para realizar “*in situ*” os ensaios combinados com corrosão, conforme Figura 2.43 (STACK et al., 2005).

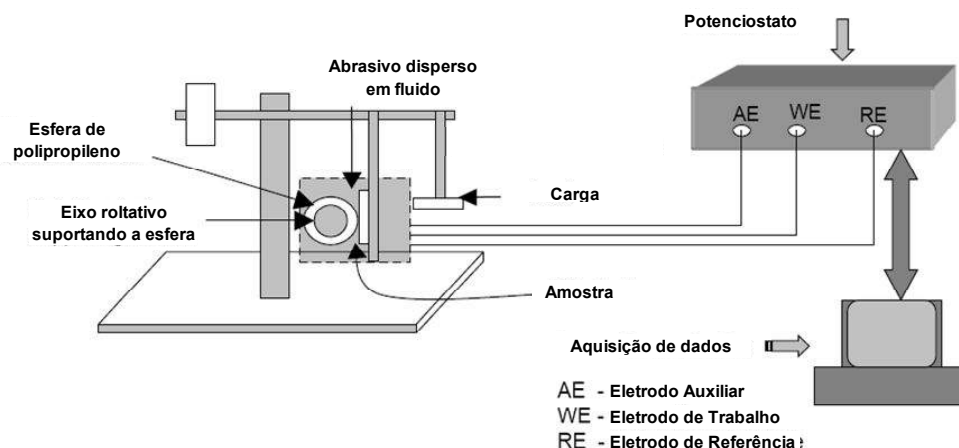


Figura 2.43 - Desenho esquemático da adaptação do teste de micro-abrasão para realização de ensaios abrasão-corrosão (STACK et al., 2005).

Uma visão detalhada da região do contato entre a amostra e a esfera para este tipo de equipamento pode ser observada na Figura 2.44 (SINNETT-JONES et al., 2005), utilizada para estudar materiais para articulações humanas artificiais. O princípio é o mesmo da Figura 2.43, mas neste caso há uma alimentação de eletrólito por gotejamento na região do contato.

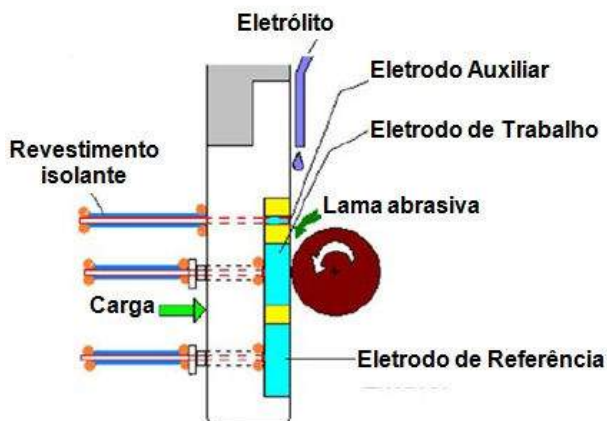


Figura 2.44 - Esquema detalhado da região de contato da adaptação do teste de micro-abrasão para os ensaios abrasão-corrosão (SINNETT-JONES et al., 2005).

Com esta configuração de equipamento foram executados vários trabalhos. Em uma dessas abordagens, o estudo foi desenvolvido em materiais com revestimento tribológico, CoCrMo, e em aço duplex 2205, materiais estes escolhidos pela capacidade de repassivação, promovendo uma maior resistência à corrosão. Contudo, sob tensão ou por desgaste esta camada pode ser quebrada ou removida, conforme hipótese do modelo proposto na Figura 2.45 (THAKARE et al., 2009). No caso, o aço 2205 foi escolhido para ser testado juntamente

com outros materiais devido sua alta resistência à corrosão, principalmente em atmosferas marinhas, quando comparado ao aço AISI 316 (WOOD et al., 2010).

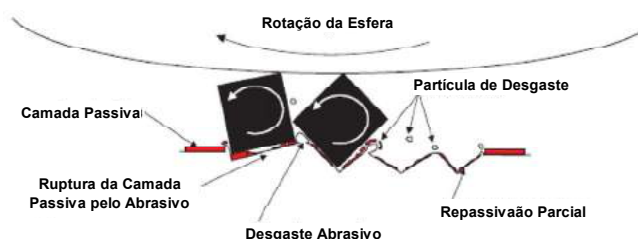


Figura 2.45 - Desenho esquemático hipotético do modelo proposto de ruptura da camada passiva (THAKARE et al., 2009).

Para os ensaios, foi utilizado o equipamento Phoenix Tribology TE/66 modificado, incorporando um tanque como célula eletroquímica. As amostras utilizadas foram polidas com pasta de diamante de 1 μm . Como abrasivo foi utilizado SiC de $\phi = 4,5 \mu\text{m}$ (WOOD et al., 2010). Sob esta configuração, os resultados estão dispostos na Figura 2.46.

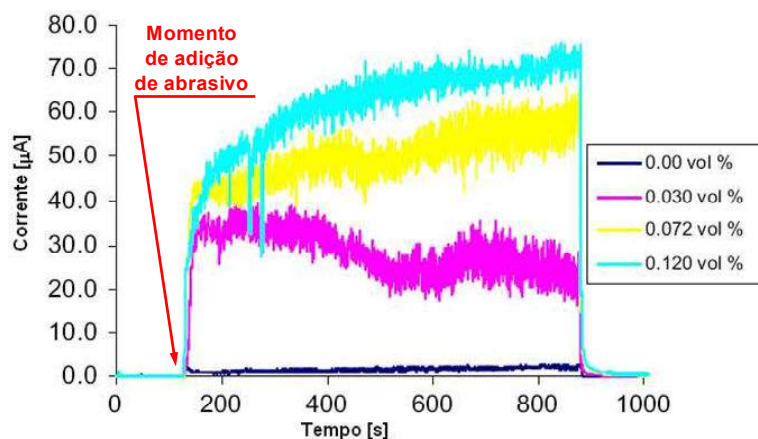


Figura 2.46 - Curva típica de ruído de corrente para o aço inoxidável duplex 2205 com SiC em solução 3,5% NaCl (WOOD et al., 2010).

O ensaio era iniciado sem a adição de abrasivo, estando em um baixo nível de corrente. Após aproximadamente 150 segundos de ensaio foi adicionado abrasivo ao sistema e observado o aumento da corrente. A forma da curva muda ao iniciar o processo abrasivo, com o aumento do nível de corrente, provavelmente devido à remoção ou danos causados à camada passiva. A corrente média é calculada após o início de adição do abrasivo, indicada na Figura 2.46.

Para um mesmo tempo de ensaio, a corrente média é mostrada na Figura 2.47 em função da desgaste para diferentes concentrações de abrasivo.

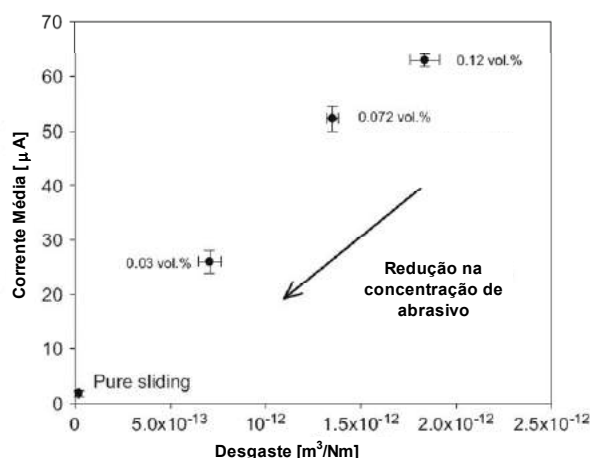


Figura 2.47 - Corrente média em função do desgaste para o aço inoxidável duplex 2205 com SiC como abrasivo em solução a 3,5% NaCl (WOOD et al., 2010).

A representação dos resultados em efeito mecânico versus efeito eletroquímico parece ser uma excelente forma para se entender e prever o desempenho de superfícies para diversos sistemas tribocorrosivos (WOOD et al., 2010).

Em outra abordagem, Stack et al. (2005) utilizaram aço carbono e estudaram a influência da carga aplicada. Pode ser visto na curva de polarização o efeito do abrasivo, Figura 2.48, cujos ensaios foram executados em um equipamento similar ao mostrado na Figura 2.43.

Para a condição sem abrasivo, a menor densidade de corrente foi encontrada para a carga de 1 N e a maior para a carga de 2 N. Provavelmente, o efeito do aquecimento pelo atrito em acelerar o processo de passivação é crescente a partir de 2 até 5 N, o que não ocorre de forma tão expressiva com 1 N (STACK et al., 2005).

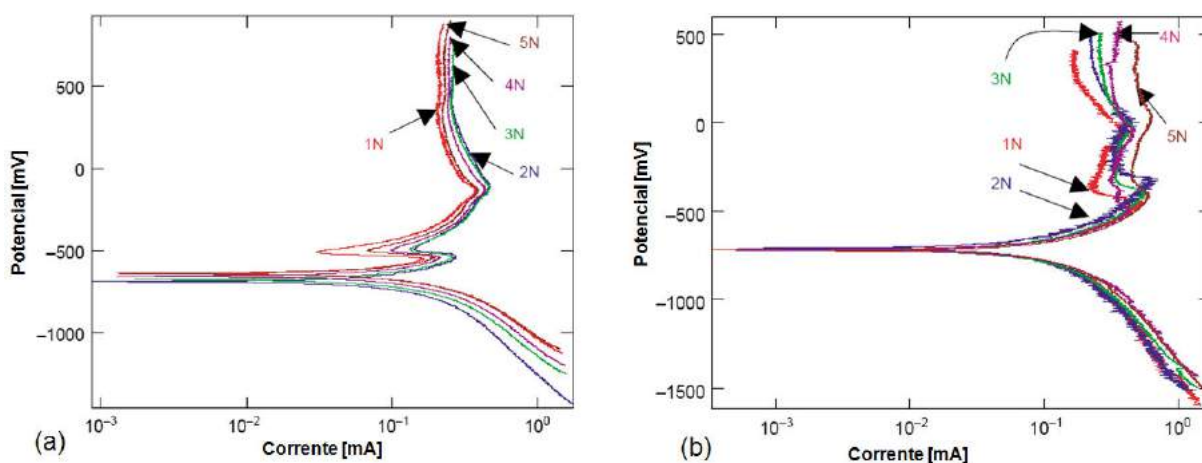


Figura 2.48 - Curva de polarização de aço carbono em meio 0,5M NaHCO_3 + 0,5M Na_2CO_3 (a) sem abrasivo e (b) com abrasivo SiC, $\phi = 4 \mu\text{m}$ na proporção de 0,25 g/cm^3 (STACK et al., 2005).

Na condição com abrasivo a densidade de corrente tende a aumentar com o acréscimo da carga, ou seja, neste caso, o abrasivo suprimiu o efeito da passivação. O maior resultado para corrente de passivação ocorreu para a maior carga, 5 N. Considerou-se como abrasão pura os ensaios executados na região catódica da curva de polarização, onde teoricamente não há corrosão. Na Figura 2.49 estão os dados medidos.

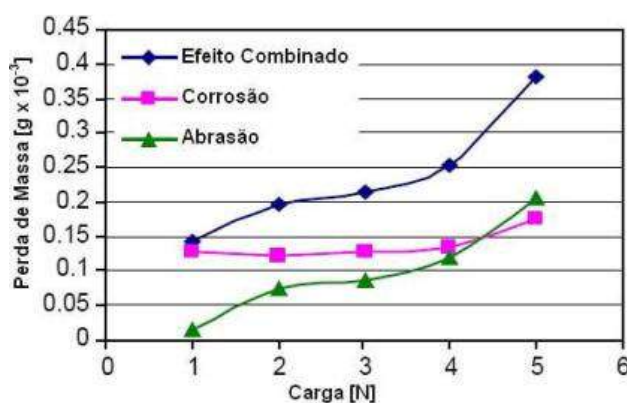


Figura 2.49 - Perda de massa pela ação da corrosão, abrasão e efeito combinado para um potencial de -0,6 V (STACK et al., 2005).

Sob esta forma gráfica também pode ser estudada, para diferentes potenciais, a sinergia entre os efeitos combinados de abrasão e corrosão. Neste mesmo sentido, Sun et al. (2009) trabalharam com ligas de CoCrMo, estudando tribossistemas para a condição de trabalho da bioengenharia. Utilizaram em seu sistema como abrasivo SiC e Al_2O_3 , disperso em dois

líquidos, 0,9% NaCl e 25% soro a base de albumina bovina. A configuração do equipamento é vista na Figura 2.50a. Variando a concentração de abrasivo montou-se um mapa de desgaste, conforme pode ser visto na Figura 2.50b.

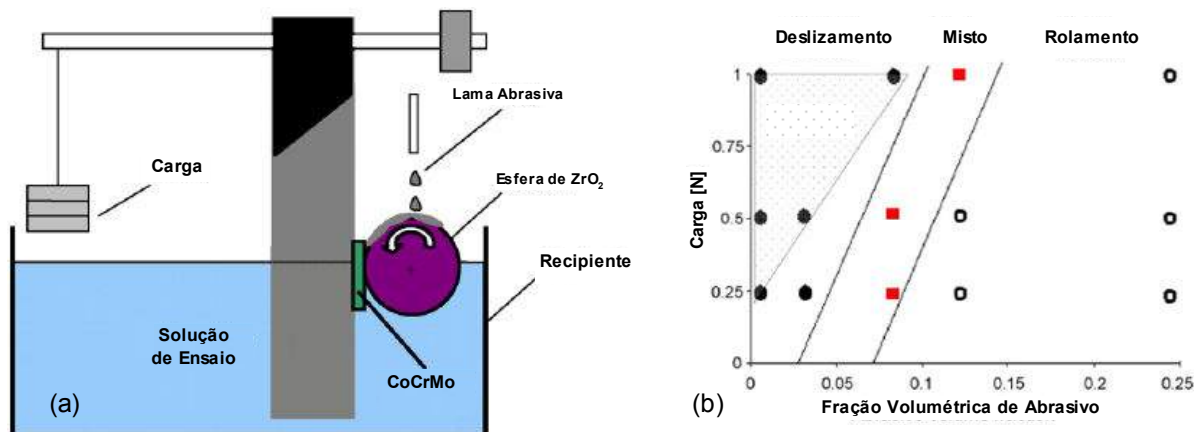


Figura 2.50 - (a) Desenho esquemático da adaptação do teste de micro-abrasão para realização de ensaios abrasão-corrosão e (b) mapa dos mecanismos de desgaste mecânico atuante (SUN et al., 2009).

Nesta condição, não foi utilizado o potenciostato para os ensaios eletroquímicos, mas os resultados sinérgicos podem ser visto na Figura 2.51.

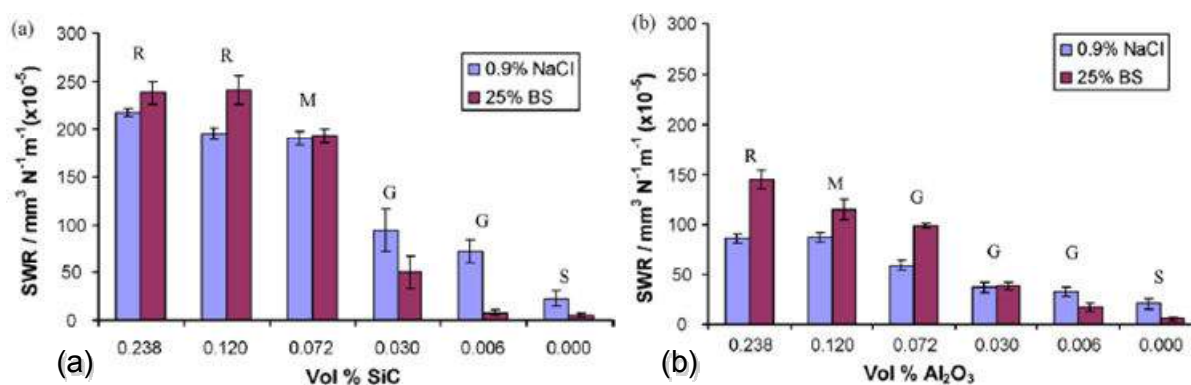


Figura 2.51 - Desgaste por rolamento “R”, misto “M”, por deslizamento “G” e pela esfera sem abrasivo “S” em meio de albumina (“BS”) e solução aquosa de 0,9% NaCl com abrasivo (a) SiC e (b) Al₂O₃ (SUN et al., 2009).

Foi observado um acréscimo na taxa de desgaste com o aumento na concentração de abrasivo, e que a albumina bovina promove uma majoração da taxa de desgaste em concentrações

maiores de abrasivo. Também foi observado o maior desgaste para o abrasivo SiC em relação ao Al_2O_3 .

Existem outras citações relevantes para os ensaios micro-abrasivos associados a um ambiente corrosivo. Dois trabalhos que demonstram esta técnica foram apresentados por Thakare et al. (2007), estudando ligas de WC em meio básico. Em uma condição combinada de abrasão-corrosão, o carboneto perde a sustentação da matriz, Figura 2.52, podendo ser removido por inteiro (TAKEDA et al., 2002).

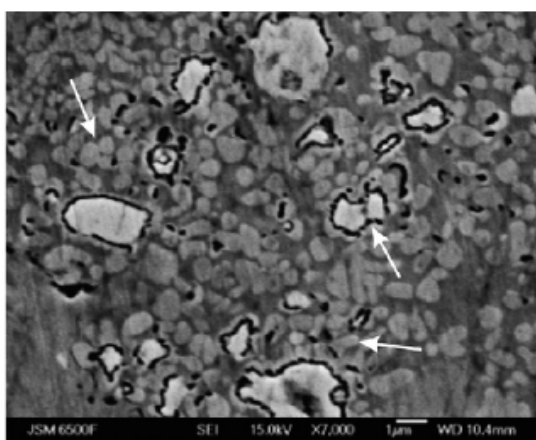


Figura 2.52 - Ataque preferencial na região de interface, deixando o carboneto sem sustentação (THAKARE, 2007).

Estes materiais submetidos a ensaios de corrosão-abrasão combinados apresentam comportamentos distintos. Quando há o efeito dos carbonetos perderem a funcionalidade de sustentação da matriz e serem removidos, inteiros ou fragmentados, há uma sinergia positiva. Por outro lado, nas ligas que formam uma camada passiva no meio corrosivo pode levar os materiais a uma sinergia negativa (THAKARE et al., 2007).

CAPÍTULO III

3 - PROJETO E CONSTRUÇÃO DO EQUIPAMENTO DE MICRO-ABRASÃO-CORROSÃO

Devido à necessidade de se estudar o efeito combinado de abrasão e corrosão, estabeleceu-se como premissa a utilização de um equipamento híbrido, associando-se um potenciostato a um micro-abrasômetro. Por não existir tal aparato disponível comercialmente, foi projetado um equipamento que permitisse a execução de ensaios de micro-abrasão com uma componente corrosiva. Sob esses princípios haveria a possibilidade de estudar a influência da corrosão atuando simultaneamente com o desgaste micro-abrasivo.

Como características de projeto, seria possível realizar ensaios de micro-abrasão pura com amostras de diversos materiais e esferas com dimensões entre 10 e 30 mm. A rotação da esfera deveria ser controlada entre 50 e 300 RPM. Projetou-se uma carga entre 0,5 e 10 N aplicada via um sistema eletromagnético e/ou de peso morto. O monitoramento ocorreria através de uma célula de carga tridimensional, cuja principal atribuição seria mensurar não só a força normal, mas também a de atrito. A medida da força de atrito, estando associada à energia disponibilizada no sistema, poderia ajudar a elucidar comportamentos diferenciados entre os materiais, e principalmente, nos diferentes sistemas utilizados, possibilitando também a associação ao comportamento eletroquímico. Torna-se particularmente interessante o fato de não se encontrar na literatura que a força de atrito foi mensurada em sistema micro-abrasivo-corrosivo, dada a complexidade de se utilizar célula de carga neste ambiente com o equipamento proposto.

Para a construção das curvas de polarização, estabeleceu-se uma faixa de potencial para o equipamento em $\pm 1,5$ V. Por se tratar também de um ensaio de corrosão, os materiais

destinados à construção do equipamento deveriam ser inertes à maioria dos meios corrosivos para os metais, principalmente os aços. A não observância deste pré-requisito poderia causar erros na interpretação dos resultados dos ensaios envolvendo corrosão, caso o fenômeno estivesse ocorrendo em algum componente do equipamento, em vez da amostra selecionada. Por outro lado, a utilização de materiais cerâmicos traria grande dificuldade fabril.

Sob essas definições o equipamento foi projetado conforme a Figura 3.1. Um desenho esquemático da localização de cada componente pode ser visto na Figura 3.2, e o equipamento após sua construção na Figura 3.3.

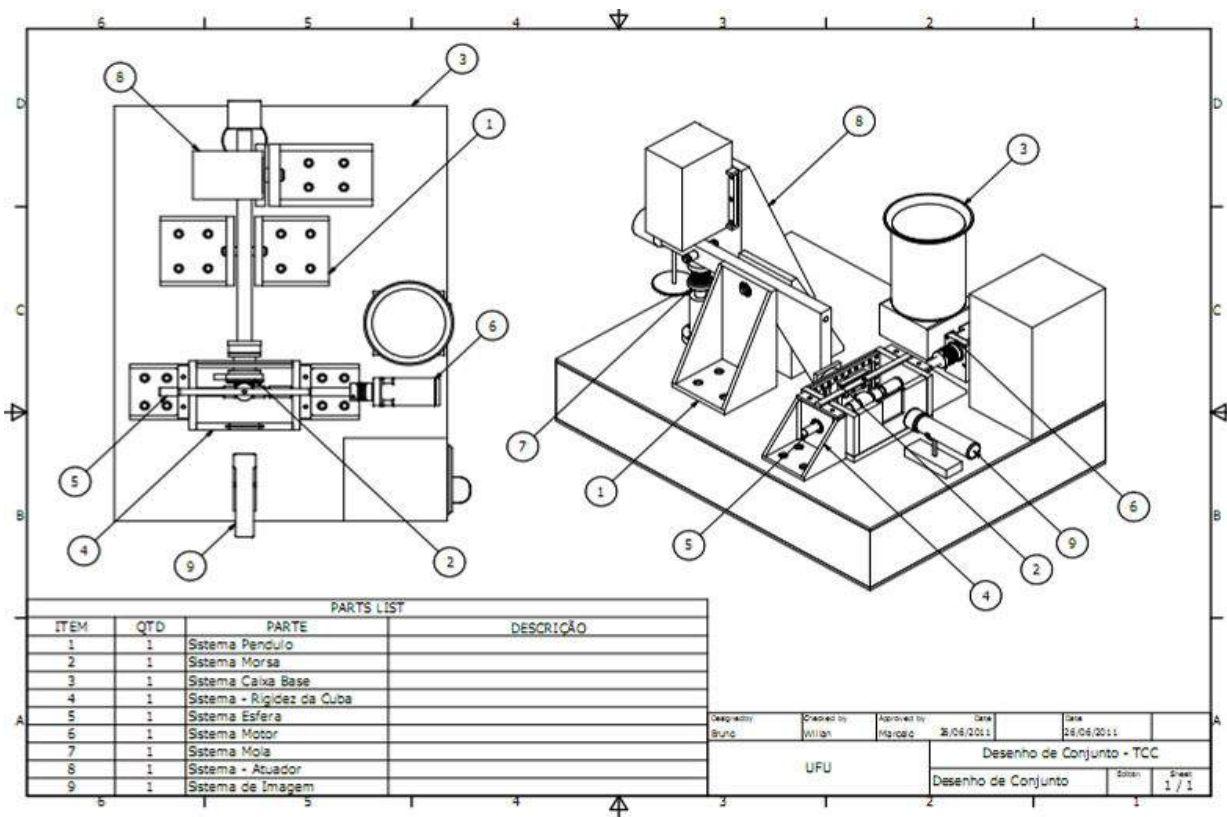


Figura 3.1 - Desenho de conjunto do equipamento projetado.

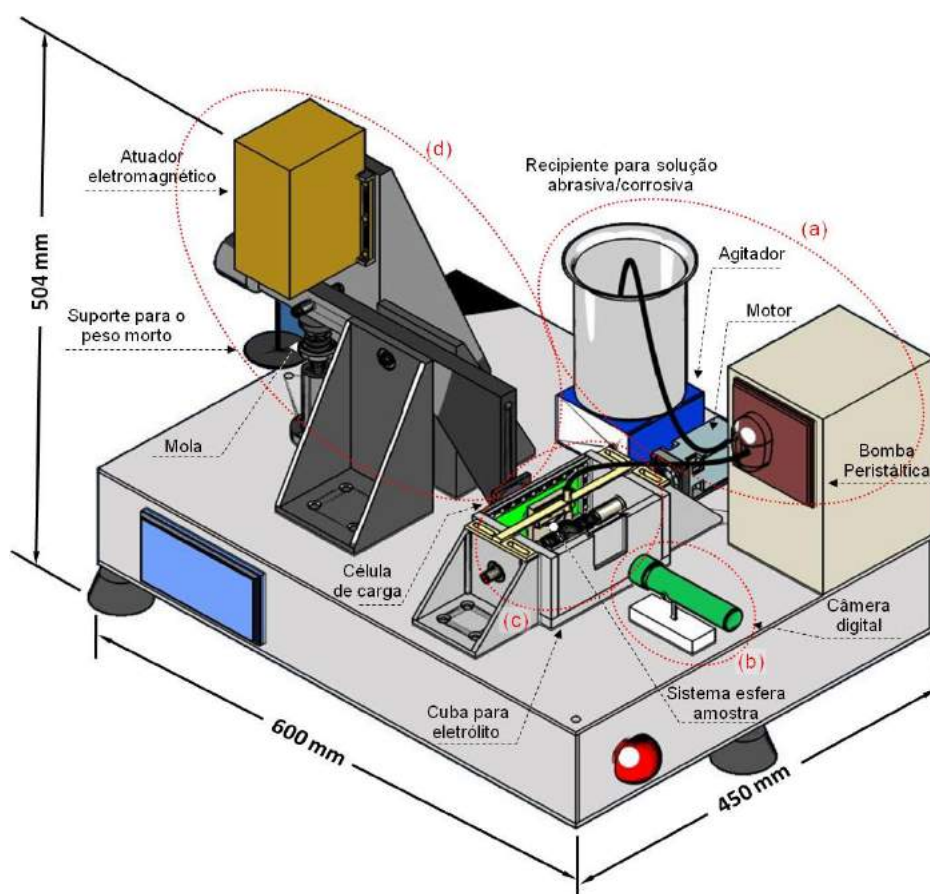


Figura 3.2 - Vista em perspectiva do equipamento em subconjuntos, sendo: (a) Estação de homogeneização e bombeamento de abrasivo para o contato esfera-amostra. (b) Aquisição de imagem da calota de desgaste. (c) Célula de corrosão e de abrasão. (d) Sistema de aplicação de força.



Figura 3.3 - Equipamento completo montado.

Com o equipamento em operação, os testes iniciais e ajustes necessários ao início dos ensaios são descritos nos itens específicos de cada ensaio, item 4.3.6 para ensaios de desgaste micro-abrasivo e item 4.3.7 para os ensaios de micro-abrasão-corrosão.

3.1 - SISTEMA DE FORÇAS

A primeira etapa foi a definição do tipo de micro-abrasômetro a ser construído, ou seja, se de esfera fixa ou livre. Devido à possibilidade de maior flexibilidade em relação à aplicação de carga, definiu-se pelo modelo de esfera fixa, onde a força é aplicada na amostra, e esta é comprimida contra a esfera.

Especificou-se a carga para os ensaios entre 0,5 e 10 N, aplicada via peso morto e/ou através de um atuador eletromagnético. Foi prevista uma mola posicionada abaixo do braço principal da alavanca, Figura 3.4, de forma a limitar a força máxima aplicada. No caso de utilização do atuador eletromagnético, esta garante também o seu retorno.

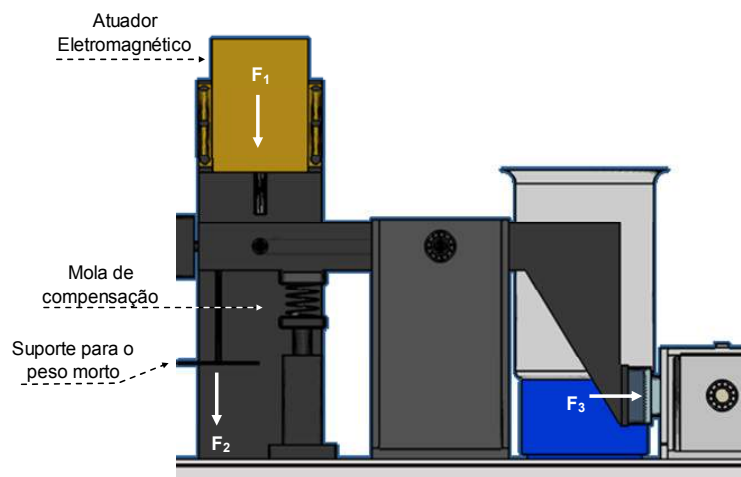


Figura 3.4 - Sistema de aplicação de carga onde F_1 e F_2 são respectivamente as cargas aplicadas pelo atuador e/ou pelo peso morto e F_3 a resultante na amostra.

Sob esta configuração, baseada em um sistema de alavanca, a força é aplicada em uma das extremidades para que a resultante gerada na outra comprima a amostra contra a esfera. O material para construção deste sistema foi o aço carbono ABNT 1020 pintado com tinta epóxi, evitando assim o ataque corrosivo pelas soluções empregadas nos ensaios, seja por contato acidental ou por vapores gerados.

Para determinação das forças nas três direções ortogonais foi selecionada a célula de carga tridimensional *Nano43*[®] do fabricante *ATI Industrial Automation*, Figura 3.5, cuja faixa de trabalho é de 0,1 a 53 N com resolução de $\pm 0,05$ N.

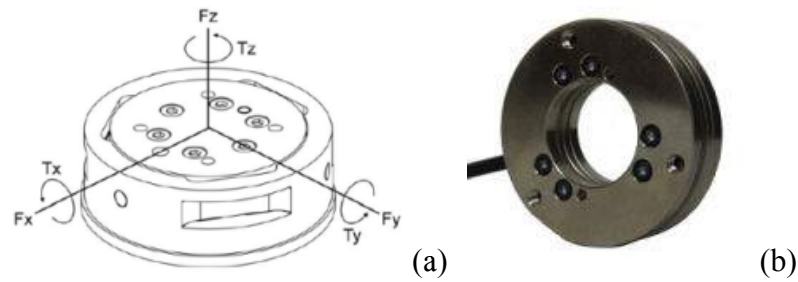


Figura 3.5 - (a) Esquema de forças-momentos e a (b) imagem da célula de carga tridimensional *Nano43[®]* do fabricante *ATI Industrial Automation*.

Trata-se de uma célula de carga com seis graus de liberdade, medindo a força em três direções (x, y e z) e os momentos em torno destes eixos. Sob esta configuração, além dos ensaios de micro-abrasão objetivados, o sistema permitirá em trabalhos futuros o estudo da cinética das partículas abrasivas, rolando ou deslizando nos contatos.

3.2 - SISTEMA DE ROTAÇÃO DA ESFERA

Para a rotação da esfera foi proposto um sistema de eixo permitindo o ajuste para diversos diâmetros de esferas entre 10 e 30 mm. Para a construção foi utilizado um polímero do tipo poliacetal, Figura 3.6, para evitar ataque corrosivo.

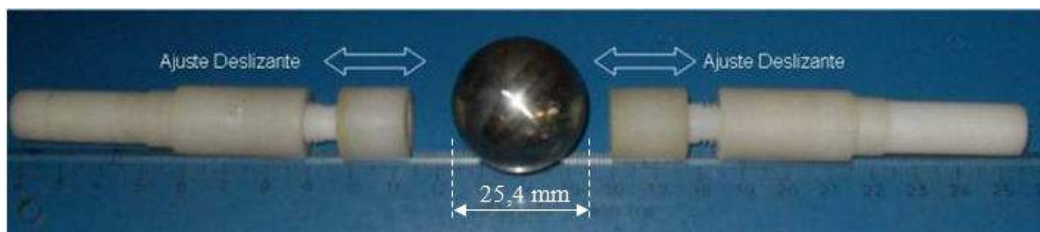


Figura 3.6 - Eixos construídos em polímero do tipo poliacetal.

Foi percebida uma excentricidade do eixo de poliacetal, devido à flambagem e ao desalinhamento das roscas dos componentes durante o aperto da esfera, Figura 3.7. O material estava corretamente especificado para maior resistência à corrosão, mas havia a barreira técnica quanto à dificuldade fabril, principalmente das roscas. Os mancais foram novamente projetados para permitir o melhor alinhamento entre os eixos que suportam a esfera, Figura 3.8.



Figura 3.7 - Eixo construído para fixação da esfera em poliacetal.

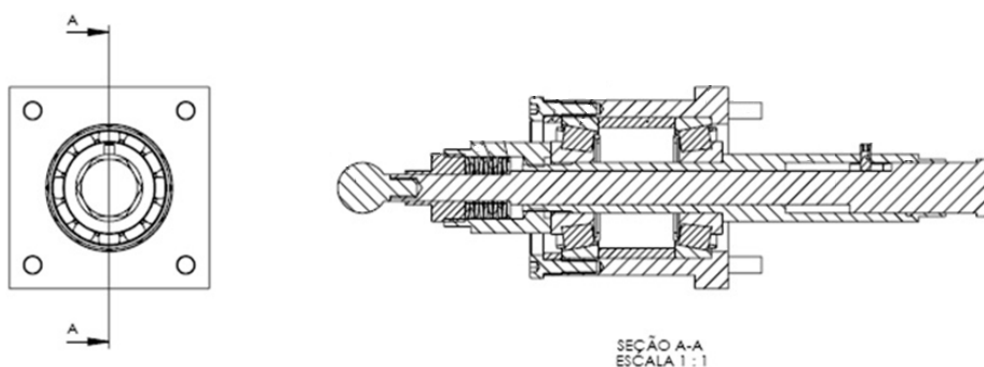


Figura 3.8 – Sistema do mancal de sustentação do eixo que suporta a esfera do lado oposto ao motor.

O material dos eixos foi substituído pelo aço inoxidável AISI 316. Trata-se de um aço inoxidável mais resistente à corrosão na maioria dos meios a ser utilizado, embora o eixo não entre em contato com a solução. Para garantir a fixação centrada de esferas com diferentes diâmetros, entre 10 e 30 mm, um sistema de eixos deslizantes foi projetado e construído, conforme Figura 3.9.

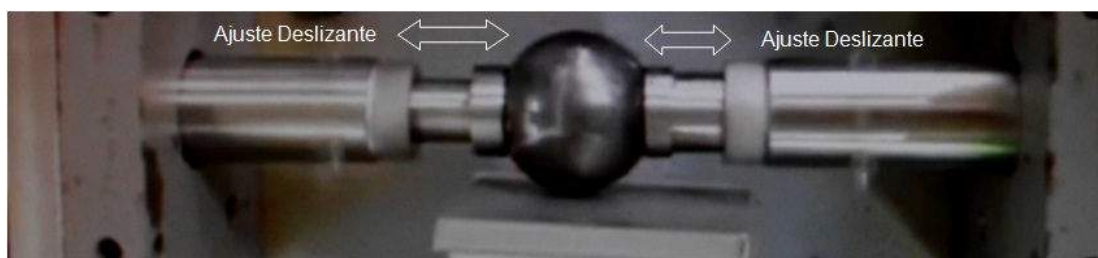


Figura 3.9 - Eixo construído para fixação da esfera em aço inoxidável AISI 316.

A transmissão de torque para o eixo foi prevista via acoplamento tipo fole, facilitando o alinhamento com o eixo do motor, Figura 3.10.

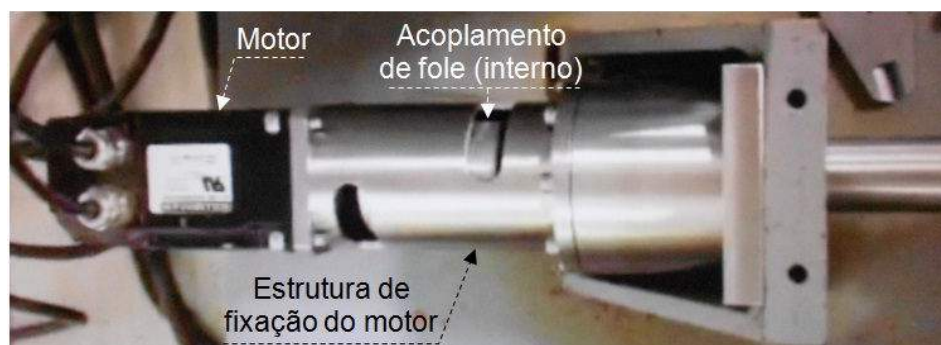


Figura 3.10 – Sistema de alinhamento entre o motor e os eixos com acoplamento tipo fole.

Para a rotação do eixo foi selecionado um motor elétrico do fabricante *National Instruments*, modelo *AMK11B*, cuja rotação máxima é de 800 RPM, compatível com a faixa de trabalho requerida entre 50 e 300 RPM pré-definida. Com potência máxima de 9,42 W, este motor possui um sistema de *hardware/software* que permite um controle automático externo de aceleração e rotação.

Todo controle do motor foi desenvolvido em ambiente *LabView*. Os parâmetros de segurança do motor, os dados de entrada e de saída, listados na Tabela 3.1, foram inseridos na rotina de controle, cuja tela principal pode ser vista na Figura 3.11.

Tabela 3.1 - Dados de entrada e de saída utilizados no controle do motor.

Entradas	Saídas
Velocidade objetivada [RPM]	Distância percorrida [mm]
Diâmetro da esfera [mm]	Número de voltas completas
Tempo de ensaio [s]	Tempo de decorrido [s]
Aceleração [RPM/s]	Velocidade real [RPM]
Desaceleração [RPM/s]	Progressão do ensaio [%]
Sentido [Horário/Anti-horário]	

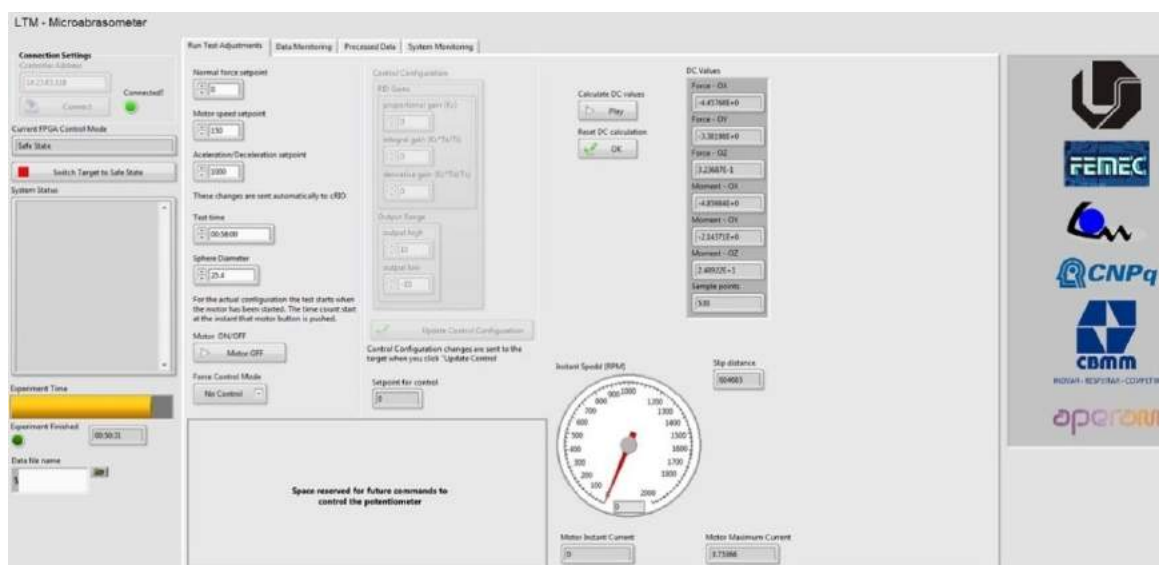


Figura 3.11 - Tela principal de controle dos parâmetros do equipamento.

Os principais componentes do sistema de controle do motor, Figura 3.12, são:

- 1 - Computador de interface entre o usuário e os comandos do motor. A velocidade é selecionada em uma plataforma desenvolvida em *LabView*;
- 2 – Sistema de aquisição de dados que recebem e enviam sinais para o sistema de acionamento;
- 3 – Sistema de acionamento. Os sinais são amplificados para acionar o motor;
- 4 – Motor elétrico, responsável pelo movimento rotativo do eixo da esfera;
- 5 – Fonte de 24 V para alimentação do motor e do sistema de controle.

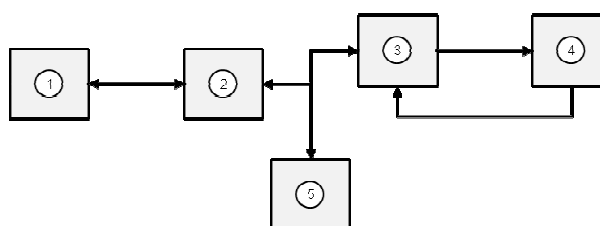


Figura 3.12 - Esquema do sistema de controle do motor.

3.3 - CÉLULA DE ABRASÃO-CORROSÃO

Para a construção da curva de polarização a área da amostra a ser ensaiada deve estar em contato com solução eletrolítica, possibilitando o controle do processo corrosivo. Neste

sentido, uma cuba de retenção de líquido foi projetada e construída em acrílico para abrigar a esfera rotativa e o porta-amostra, Figura 3.13, cujos principais componentes são:

- Uma face da cuba em membrana flexível de látex, protegendo a célula de carga no lado externo, mas permitindo a leitura da carga aplicada;
- Dois eixos para fixação da esfera com retentores na parede da cuba, evitando o transbordo de solução corrosiva;
- Uma janela móvel, para aquisição de imagens da calota de desgaste formada.

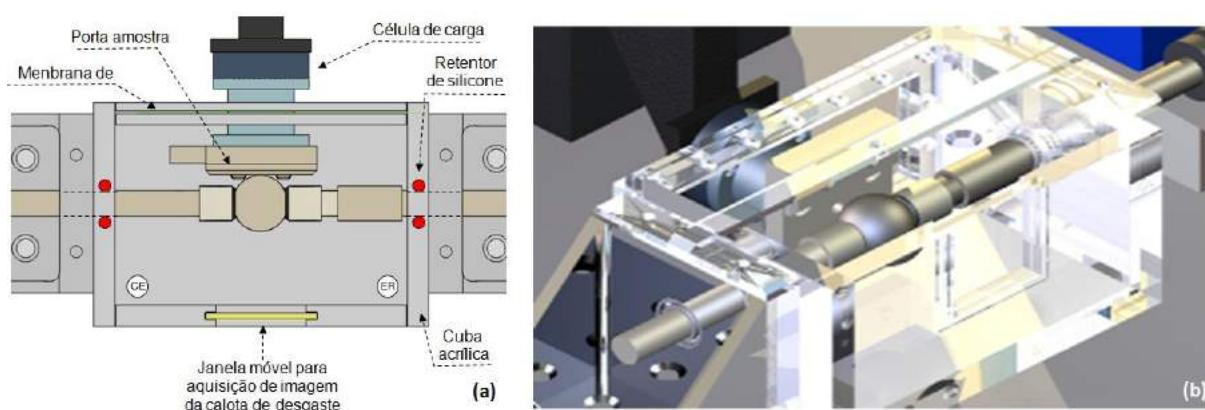


Figura 3.13 - Célula de corrosão em acrílico. (a) Posição dos componentes estruturais, do contra-eletrodo - CE, do eletrodo de referência - ER e (b) vista tridimensional sem os eletrodos CE, ER.

Para aplicação do potencial eletroquímico foi selecionado o potenciostato/galvanostato *SP150* com os “softwares” de aquisição e processamento de dados *EC Lab[®] V10.18* e *EC Lab Express[®] V5.4*, respectivamente. Tanto os “softwares” quanto os “hardwares” são do fabricante *Biologic*. A faixa permissível de aplicação de potencial é de $\pm 2,0$ V, dentro dos limites pré-definidos.

3.4 - SISTEMA DE ALIMENTAÇÃO DE SOLUÇÃO

A solução corrosiva/abrasiva é homogeneizada durante o ensaio por um agitador eletromagnético. Para condução e suprimento de solução na interface entre a esfera e a

amostra foi utilizada uma bomba peristáltica que garante a alimentação periódica e controlada de 1 a 10 gotas por minuto.

3.5 - SISTEMA DE MEDIDA DA CALOTA DE DESGASTE

Para medida da calota de desgaste nos ensaios de micro-abrasão há a necessidade de um aumento aproximado de 20 vezes, quando usualmente se utiliza uma lente de aumento. Na configuração projetada para o equipamento foi selecionada uma câmera digital com possibilidade de aumento entre 10 e 200 vezes, sendo suficiente para as medidas das calotas de desgaste formadas.

Antes de se medir a calota de desgaste a câmera é calibrada com um escala, posicionando-a à frente da cuba da célula de corrosão-abrasão, Figura 3.14. Esta é a mesma posição em que será medida a calota de desgaste do ensaio, sendo perpendicular à escala, ou à amostra, permitindo a aquisição de imagem, seja para calibração, seja para medida da calota após a calibração. Com a medida da calota de desgaste faz-se o cálculo do coeficiente de desgaste.



Figura 3.14 - Câmera digital *Cole-Palmer* modelo *RZ 48708-20*.

CAPÍTULO IV

4 - MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 - INTRODUÇÃO

A Figura 4.1 representa o fluxograma das diversas atividades desenvolvidas pelo presente programa de doutorado.

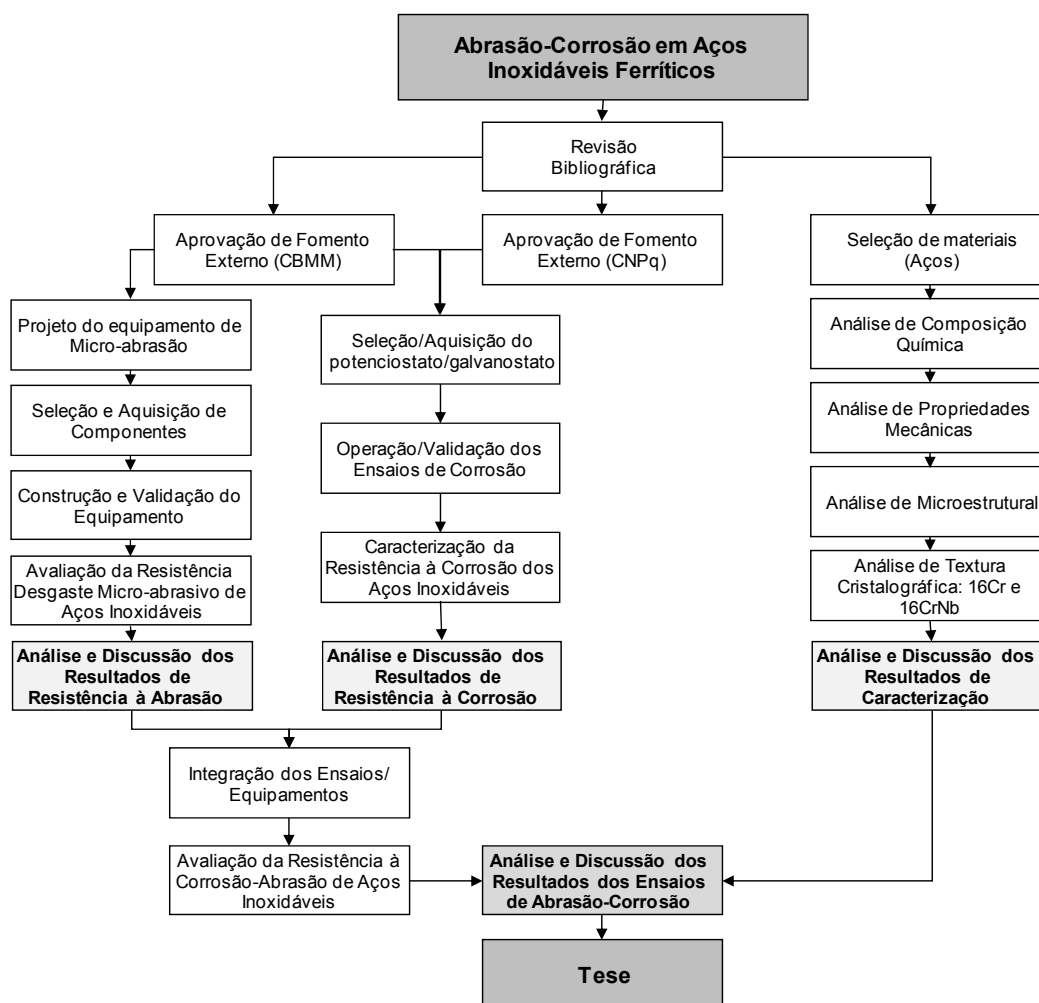


Figura 4.1 - Fluxograma das etapas desenvolvidas no projeto de avaliação do desempenho de aços inoxidáveis ferríticos em meio abrasivo-corrosivo.

4.2 - TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

4.2.1 - Seleção de Materiais

Foram selecionados cinco aços inoxidáveis, sendo quatro ferríticos e um austenítico (por ser o mais conhecido dos aços inoxidáveis), e um aço de baixo carbono (por ser o de menor custo), todos no estado recozido. Posteriormente, foi necessária a utilização de um quinto aço inoxidável ferrítico para comparação e melhor compreensão dos resultados encontrados. Os materiais originalmente escolhidos podem ser agrupados em três grupos, sendo:

Grupo 1 – Aços Inoxidáveis Ferríticos com 11% Cr

- 11Cr - DIN 14003 (nome comercial - P410D). Aço inoxidável ferrítico não estabilizado. Devido ao baixo teor de Cr, é um dos aços inoxidáveis de mais baixo custo. Foi desenvolvido para aplicações estruturais, tendo também seu uso difundido em ambientes abrasivo-corrosivos de indústrias do setor sucroalcooleiro;
- 11CrTi - ASTM S40910 (nome comercial - P409A). Aço inoxidável ferrítico estabilizado ao Ti. Também de baixo custo, tem sua principal aplicação em escapamentos automobilísticos. Ainda não é utilizado em ambientes abrasivo-corrosivos.

Grupo 2 – Aços Inoxidáveis Ferríticos com 16% Cr

- 16Cr - ASTM S43000 (nome comercial - P430A). Aço inoxidável ferrítico não estabilizado. Usualmente possui forte gradiente de textura cristalográfica ao longo da espessura. Com custo mais baixo que a maioria dos aços inoxidáveis austeníticos, tem na cutelaria sua principal utilização;
- 16CrNb - ASTM S43000 (nome comercial – P430E). Não há distinção em norma para o anteriormente citado. É também um aço inoxidável ferrítico, porém, estabilizado ao Nb. Possui forte gradiente de textura cristalográfica ao longo da espessura e custo mais baixo que a maioria dos aços inoxidáveis austeníticos. A cutelaria e a estampagem são os principais setores em que são empregados.

Grupo 3 – Aços de Referência

- 18Cr8Ni - AISI 304 (nome comercial - P304A). Aço inoxidável austenítico com 18% Cr e 8% Ni. Tem um custo mais elevado que os anteriores, mas de utilização extremamente versátil, com elevada resistência à corrosão, boa conformabilidade e soldabilidade;

- A36 - ASTM A36. Aço baixo carbono de múltiplas aplicações fundamentalmente em função do custo reduzido. Foi selecionado por ser o principal concorrente, especialmente do Grupo 1, quando o requisito de projeto é custo e não desempenho.

Foi objetivada a espessura de 6,0 mm para todos os materiais, embora os ensaios principais, corrosão e abrasão, fossem superficiais e não no volume, como são os ensaios mecânicos. No caso dos aços 16Cr e 16CrNb, percebeu-se nas análises de microtextura cristalográfica via EBSD que amostras 4,0 mm apresentavam gradientes de textura cristalográfica mais acentuada do que as de 6,0 mm. Para estes materiais, e partindo da espessura inicial de 4,0 mm, as amostras foram desbastadas ao longo da espessura conforme exemplificado pela Figura 4.2. Este procedimento produziu três tipos de amostras sendo, sem desbaste (4,0 mm), desbastado em 20% (3,6 mm) e 50% (2,0 mm) da espessura, o que produz superfícies com texturas cristalográficas distintas (RAABE e LÜCKE, 1993).

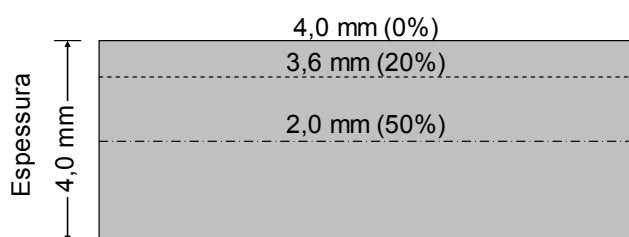


Figura 4.2 - Esquema do nível de desbaste ao longo da espessura, produzindo amostras com texturas diferentes.

Adicionalmente, amostras dos aços 16CrNb e 18Cr8Ni foram submetidas a 20% de redução na espessura via laminação a frio, utilizando-se laminador piloto, para posteriormente serem submetidas ao ensaio de micro-abrasão. O objetivo dessa etapa era o melhor entendimento dos fenômenos de desgaste associados à deformação e endurecimento da superfície durante o processo abrasivo.

4.2.2 - Caracterização Química

Para execução da análise química foram selecionados equipamentos distintos devido à maior precisão do resultado em função da técnica, do elemento químico e do tipo de material a ser avaliado, como se segue:

- C e S analisados pela técnica de absorção de infravermelho no equipamento do fabricante Leco, modelo *CS444*[®];
- N analisado pela técnica de termocondutividade no equipamento do fabricante Leco, modelo *TC436*[®];
- Os demais elementos químicos dos aços inoxidáveis analisados pela técnica de espectrometria de fluorescência de raios x no equipamento do fabricante ThermoARL, modelo 9900;
- Os demais elementos químicos do aço carbono analisados via espectrometria de emissão ótica no equipamento do fabricante ThermoARL, modelo 4460.

4.2.3 - Ensaios Mecânicos

Para a caracterização mecânica foram executados ensaios de tração e dureza. Os corpos de prova para os ensaios de tração foram preparados em uma fresadora CNC segundo as dimensões especificadas pela norma ASTM E8/E8M-11, Figura 4.3.

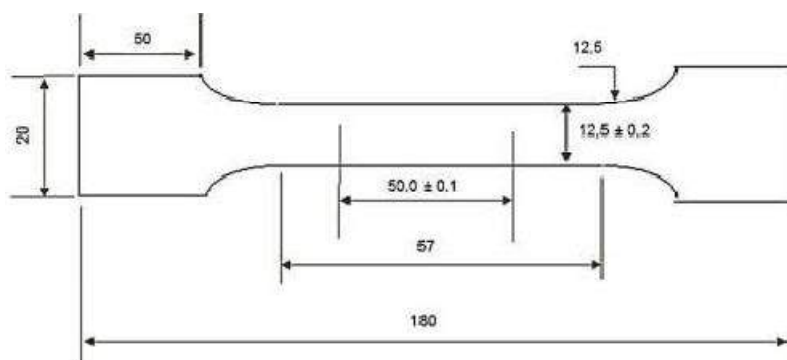


Figura 4.3 - Dimensões em milímetros do corpo de prova para o ensaio de tração (ASTM E8/E8M-11).

Os ensaios foram realizados em conformidade com a norma ASTM A370-12, utilizando-se uma máquina de tração do fabricante INSTRON, modelo 5583, com capacidade máxima de carga de 150 kN. Esta é dotada de um extensômetro ótico, o que permite mensurar a deformação durante todo o ensaio até a ruptura do corpo de prova. Para os ensaios de dureza

foi utilizado o durômetro *Testor 930*[®], do fabricante INSTRON WOLPERT, segundo a norma ABNT NBR ISO 6508-1.

4.2.4 - Análise Metalográfica

A preparação para análise metalográfica foi composta das etapas de corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico.

Os cortes foram inicialmente executados em tesoura guilhotina e, posteriormente, em um equipamento com disco abrasivo refrigerado. Neste sentido, eliminou-se da área útil das amostras regiões encruadas pelo corte com a tesoura guilhotina e evitou-se o sobreaquecimento durante o corte com o disco refrigerado.

Em seguida, as amostras foram embutidas em resina polimérica utilizando-se a máquina do fabricante BUEHLER, modelo *Simplimet 1000*[®]. Nas etapas subsequentes de lixamento e polimento utilizou-se o equipamento *Abramin*[®] do fabricante Struers. Para desbaste foram utilizadas as lixas P120, P220, P320, P500 e P600 e, em seguida, polidas com pasta diamantada de 9, 3 e 1 μm de diâmetro.

Todas as amostras passaram por ataque químico com finalidade de revelar a microestrutura. Em função dos diferentes tipos de aço, com distinta resistência à corrosão, foram necessários reativos e tempos específicos para cada material, conforme listado na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Tempos e tipo de ataque metalográfico para cada material.

Aço	Tempo [s]	Ataque	Composição da Solução
18Cr8Ni	90	Água Régia	30 ml de água destilada + 20 ml de ácido clorídrico + 15 ml de ácido nítrico
11CrTi	50	Vilella	1 g de ácido pícrico + 5 ml de ácido clorídrico + 100 ml de álcool etílico
11Cr	80	Vilella	
16Cr	50	Vilella	
16CrNb	50	Vilella	
A36	12	Nital	5% ácido nítrico + 95% de álcool etílico

4.2.5 - Análise da Textura Cristalográfica para os Aços 16Cr e 16CrNb

A preparação das amostras foi precedida pelas etapas de corte, embutimento, lixamento e polimento descritas no item 4.2.4. Em seguida, procedeu-se um novo polimento com sílica

coloidal, por aproximadamente 2700 segundos, na politriz *Minimet 1000B*[®] do fabricante BUEHLER.

Para a análise da microtextura cristalográfica utilizou-se a técnica de EBSD, “*Electron Back Scattered Diffraction*”, acoplado a um MEV convencional do fabricante PHILIPS, modelo *XL-30*[®], com filamento de LaB₆. Neste caso, somente as amostras de aço inoxidável de 16% Cr foram analisadas.

Como condições de análise utilizou-se aceleração do feixe de elétrons de 20 kV e passo 8 µm, sendo os dados coletados na seção longitudinal ao longo da espessura, tratados e analisados no “*software*” *OIM Analysis*[®].

4.2.6 - Ensaios de Corrosão

Para os ensaios de corrosão foi utilizado o potenciostato/galvanostato do fabricante *Biologic*, conforme especificado no item 3.3. Como célula eletroquímica foi utilizada a cuba construída conforme Figura 3.13. Comparativamente foi utilizada a célula de corrosão original do equipamento, Figura 4.4.

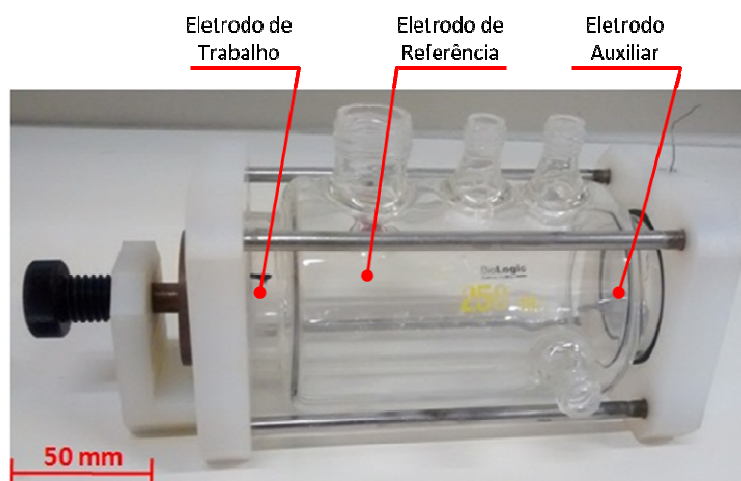


Figura 4.4 - Célula eletroquímica - “*Flat Cell*”, modelo *EL-FLAT 3*[®] do fabricante Biologic, com a indicação da posição de cada eletrodo.

Como contra eletrodo e eletrodo de referência utilizou-se uma gaze de platina, Figura 4.5, e calomelano saturado (SCE), respectivamente.

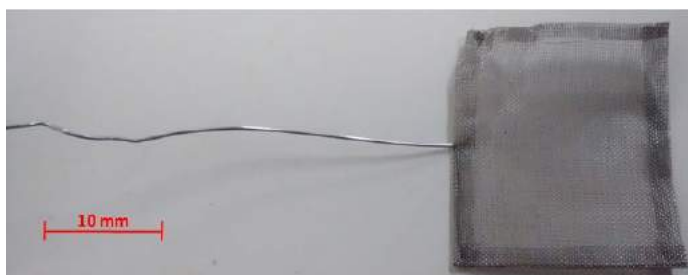


Figura 4.5 - Contra eletrodo de gaze de platina.

Os ensaios de polarização potenciodinâmica, com aumento de potencial elétrico em função do tempo, foram efetuados em solução 1N H_2SO_4 em água destilada como eletrólito. Todas as amostras passaram por duas etapas de lixamento, iniciando-se com a lixa P220 e finalizando com a P600. Posteriormente as amostras foram colocadas em um recipiente com acetona para limpeza com ultrassom por 15 minutos.

A polarização potenciodinâmica foi baseada na norma ASTM G5-94 (2004) “*Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements*” e também executada em ambiente aerado. A norma estabelece um fluxo de gás no eletrólito por no mínimo 30 minutos antes de submergir a amostra. Na “*Flat Cell*” a montagem da amostra a coloca em contato com o eletrólito anteriormente ao borbulhamento de gás, o que inviabilizaria o ensaio. Por este motivo, esta condição de ensaio definida como “padrão” não segue rigorosamente a norma ASTM G5-94 (2004).

No caso da célula construída, Figura 3.13, o controle também é dificultado pela exposição ao ambiente externo, condição a ser reproduzida nos ensaios de abrasão-corrosão. Neste caso, não há o borbulhamento de gás para a desaeração do eletrólito.

Os ensaios via “*Flat Cell*” foram precedidos de 15 minutos para desaeração do meio com argônio a uma vazão de $150 \text{ cm}^3/\text{min.}$ e posteriormente, mais 30 minutos para estabilização do potencial de circuito aberto, mantendo-se a vazão do gás. Os ensaios tiveram como parâmetro a razão de aumento do potencial (E) que, segundo a norma ASTM G5-94 (2004), deve ser 50 mV a cada 5 min., ou seja, $0,167 \text{ mV/s.}$ Após toda a preparação, as amostras aguardavam entre 8 e 12 horas antes de serem colocadas em contato com a solução para início do ensaio (ARDILA, 2013). Evitar grandes flutuações no intervalo de tempo entre o final da preparação da amostra e o início do ensaio é um controle indireto da formação da camada passiva em atmosfera aberta, garantindo uma maior estabilidade das curvas de polarização.

Para a realização dos ensaios com a célula de corrosão da Figura 3.13, foi inicialmente necessário o desenvolvimento de preparação específica para as amostras. Após as etapas de lixamento e limpeza com ultrassom descritas anteriormente, foi colado, com cola para fixar e tinta prata para facilitar o contato elétrico, um fio de cobre na parte de trás da amostra. Utilizou-se esmalte sintético transparente a base de nitrocelulose para delimitar 2,0 cm² como área útil, aguardando duas horas para secagem. Após este período, todo o restante da superfície foi recoberto com cera parafínica a 150 °C. A amostra preparada pode ser vista na Figura 4.6.

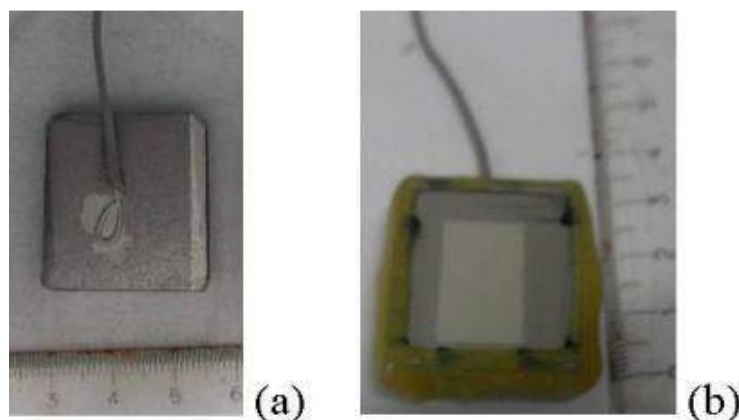


Figura 4.6 - Amostra para ensaio de corrosão-abrasão com (a) o fio preso na parte de trás e (b) selada com esmalte de base e cera.

Os ensaios foram executados inicialmente na célula de corrosão construída e em sequência na original do equipamento, Figura 4.4, para comparação. Em termos práticos, houve uma divisão em duas fases, sendo:

Fase 1 – Ensaio de corrosão com a amostra parcialmente submersa, Figura 4.7, com taxa de aumento de potencial de 1 mV/s. Por estar parcialmente submersa, foi instalado um tubo de borracha direcionando o eletrólito bombeado, a 1,70 ml/min., para a parte útil exposta da amostra acima do nível de fluido.

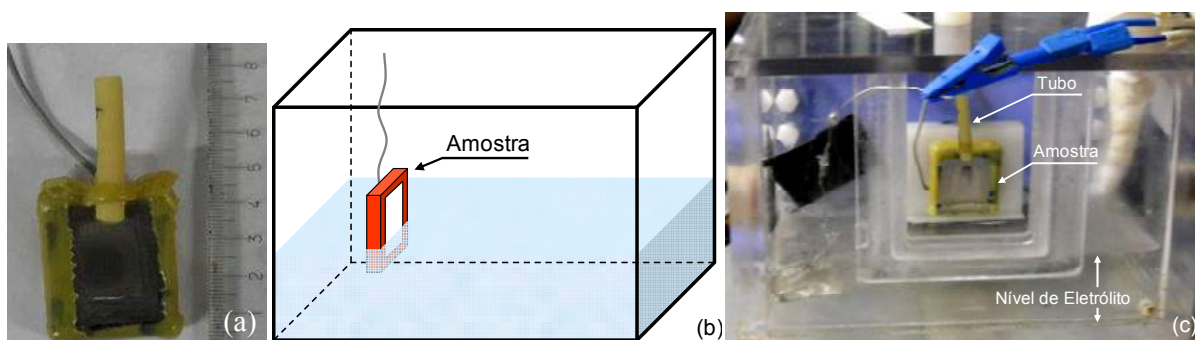


Figura 4.7 - Amostra parcialmente submersa para os ensaios da Fase 1. (a) Tubo adaptado na amostra para direcionamento do eletrólito, (b) esquema da amostra na cuba e (c) situação real.

Fase 2 – Ensaio de corrosão baseado na norma ASTM G5-94 (2004), com uma taxa de aumento de potencial de 0,167 mV/s, para os aços A36 e 17CrTiNb, materiais que não foram abordados por Ardila (2013).

Como a obtenção da curva de polarização é demorada, quase 4 horas sob a taxa prevista na norma ASTM G5-94 (2004), o aumento da taxa de 0,167 para 1 mV/s reduziria o tempo para aproximadamente 42 minutos. Isto se faz necessário em função de o ensaio abrasivo-corrosivo a ser realizado em sequência ser com esfera fixa, onde um tempo muito longo poderia danificá-la. A redução do tempo de ensaio permite que sejam replicadas as mesmas condições eletroquímicas para os ensaios de corrosão e de abrasão-corrosão. Ao contrário do sistema com esfera móvel, na qual um movimento aleatório pode promover um desgaste mais homogêneo de sua superfície, no sistema de esfera fixa o desgaste é localizado. Poderia então ser formada uma pista que afetaria o seu caráter esférico, ou mesmo alteraria a rugosidade da esfera, o que poderia influenciar nos resultados do ensaio de desgaste.

A taxa de 1 mV/s já foi utilizada por outros autores recentemente, como Lee (2010), García et al. (2001), Thakare et al., (2007) Sinnett-Jones et al. (2005) ou acima desta como 2 mV/s utilizada por Perret et al. (2010). Após os ensaios as amostras foram analisadas via MEV.

4.2.7 - Ensaios de Micro-abrasão

Para esta etapa optou-se por uma esfera a base de zircônia, Figura 4.8, por ser a mesma selecionada para os ensaios abrasivo-corrosivos.

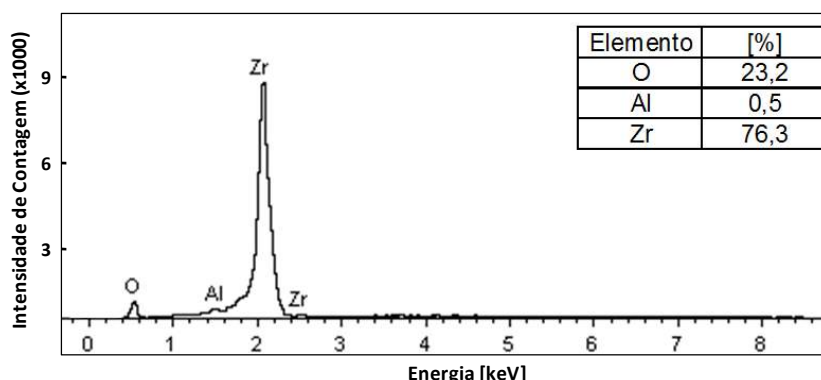


Figura 4.8 – Análise química da esfera de zircônia via MEV-EDS.

Sendo a superfície originalmente polida, houve a necessidade inicial de preparação da superfície. Segundo Trezona e Hutchings (1999), para amostras de materiais mais duros, como aço endurecido por têmpera, a superfície da esfera torna-se rugosa com o decorrer do ensaio, melhorando o arraste de abrasivo para a região de contato. Para materiais mais macios, como aços recozidos, a superfície da esfera deve ser preparada, aumentando sua rugosidade, e com isto facilitando o arraste de abrasivo. De acordo com Shipway e Hodge (2000), a dificuldade de arraste de abrasivo pode levar ao fenômeno de “ridge”. Trata-se da zona da amostra que entra em contato direto com a esfera que suporta parte da carga aplicada, devido à ausência de abrasivo entre a amostra e a esfera. Esta ausência de abrasivo reduz localmente o fenômeno de abrasão.

Como a superfície polida da esfera dificultaria o arraste de abrasivo para a região de contato com a amostra, a utilização de um aparato montado sobre uma politriz, Figura 4.9, permitiu aumentar sua rugosidade de forma controlada.

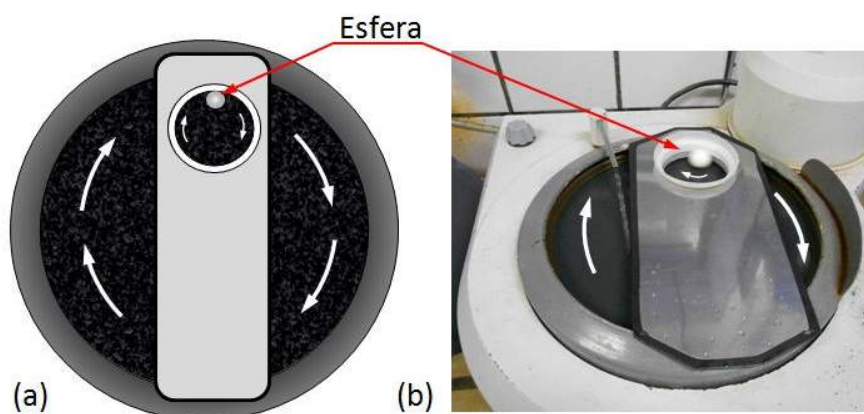


Figura 4.9 – (a) Esquema e (b) foto do aparato montado sobre a politriz *Phoenix 2000*[®], do fabricante Jean Wirtz, utilizado para preparar a superfície da esfera de zircônia.

Trata-se de uma chapa de aço com 400 x 150 x 1 mm, na qual foi feito orifício de aproximadamente 100 mm de diâmetro em uma das extremidades. Nele foi instalado um cone polimérico de 100 mm de diâmetro dentro do qual a esfera desenvolve um movimento rotativo sobre uma lixa d'água. Foi utilizada inicialmente uma esfera de vidro, como teste, sobre uma lixa P120 com rotação de 150 RPM durante 35 minutos. Visto a possibilidade de utilização deste procedimento, a esfera de cerâmica foi submetida a ele. O melhor ajuste foi encontrado para uma lixa P220 nova de SiC por 20 minutos, permitindo o controle da rugosidade média Ra entre 0,32 e 0,38 μm .

A superfície foi avaliada de forma qualitativa, utilizando-se um analisador de imagens, e quantitativa, através de um analisador de topografia de superfície. Para tratamento dos dados foi utilizado o “software” “*Mountains Map Universal 3.1.9[®]*”.

Como a sílica é o abrasivo mais comum em ambientes abrasivos em que se usa aço inox, como usinas sucroalcooleiras, para os ensaio de desgaste utilizou-se dióxido de silício (SiO_2) como abrasivo. O fabricante, SIGMA-ALDRICH, garante a granulometria entre 0,5 e 10 μm , onde aproximadamente 80% está entre 1 e 5 μm . Para certificação das características de distribuição granulométrica foi utilizada a técnica de granulometria a laser. Para isto o abrasivo foi disperso em água e utilizou-se o equipamento *Mastersizer[®]* do fabricante Malvern Instruments.

Para os ensaios de micro-abrasão foi utilizado o equipamento projetado, Figura 3.3 com as seguintes variáveis:

- Esfera a base de zircônia, $\phi = 25,4$ mm e rugosidade $0,32 \mu\text{m} < \text{Ra} < 0,38 \mu\text{m}$;
- Rotação: 150 RPM;
- Carga: 1,42 N;
- Concentração de abrasivo (SiO_2): 10%, em massa diluído em água destilada;
- Tempo de ensaio antes de cada medida: 3 min.

A cada três minutos de ensaio o processo foi interrompido e procedeu-se a medida do diâmetro da calota formada para cálculo do coeficiente de desgaste k. Em seguida o ensaio era reiniciado até que após vários ciclos de três minutos os valores de k estivessem em um nível que não fossem descartados pela dispersão, assegurando o regime permanente de desgaste no ensaio. Neste caso, os valores foram estatisticamente validados pelo critério de rechaço de

Chauvenet (LINK, 2000), critério este de exclusão de resultados que por fatores externos e não identificados, distorcem os resultados médios obtidos.

Após os ensaios as calotas de desgaste foram analisadas via MEV, por analisador de topografia de superfície, e também submetidas a ensaios de microdureza Vickers com 50 gf de carga ($HV_{0,05}$).

4.2.8 - Ensaios Tribocorrosivos: Abrasão-Corrosão

Para os ensaios tribocorrosivos foi necessária a utilização de uma esfera de zircônia, por ter elevada resistência elétrica e ser inerte ao ataque químico pelo ácido sulfúrico, de forma a não afetar o sinal eletroquímico do potenciostato nem muito menos seria corroída.

Outro ponto de fundamental importância seria a reação anódica ocorrendo preferencialmente na calota de desgaste, de forma que o ambiente poderia ser abrasivo e corrosivo. Para verificar esta condição foi utilizada uma chapa de aço 11Cr, após ensaio de micro-abrasão, imersa em uma solução contendo ferricianeto de potássio. Este reagente muda a coloração em presença de íons ferrosos, Eq. 4.1, evidenciando a região anódica (PANOSSIAN, 1993).



Como solução, foi utilizada:

- NaCl 3,0 % (300 ml);
- Uma gota de ferricianeto de potássio $[K_3Fe(CN)_6]$.

Nos ensaios de abrasão-corrosão utilizou-se o equipamento projetado, Figura 3.3, acoplado ao potenciostato com as seguintes variáveis:

- Ensaio abrasivo-corrosivo conforme descrito no item 4.2.7, com 10% em peso de abrasivo, mas substituindo-se a água destilada como agente dispersante do abrasivo pela solução de 1N H_2SO_4 . Foi utilizada a taxa de incremento de potencial de 1 mV/s, 1,70 ml/min. de vazão de solução e 2,0 cm^2 de área útil;
- A amostra foi posicionada na célula de corrosão, estando parcialmente submersa, iniciando-se o ensaio de desgaste. Após 15 minutos com a esfera em movimento rotativo

sobre a amostra, e com a solução abrasiva-corrosiva, ligou-se o potenciostato para a construção da curva.

A rugosidade da esfera também foi controlada, a exemplo da abrasão. Como a dificuldade de arraste de abrasivo afeta as condições de desgaste (SHIPWAY e HODGE, 2000) também poderia afetar as respostas eletroquímicas dos ensaios de corrosão, principalmente a densidade de corrente. Em seguida foram construídas as curvas de polarização para todos os materiais. Após os ensaios, as calotas de desgaste foram analisadas via MEV, e também submetidas a ensaios de microdureza Vickers com 50 gf de carga ($HV_{0,05}$).

5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 - CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

Os resultados de composição química dos materiais estão listados na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 - Análise química das amostras.

Elemento [%]	11Cr	11CrTi	16Cr	16CrNb	18Cr8Ni	A36	17CrTiNb
C	0,011	0,009	0,049	0,025	0,055	0,138	0,011
Mn	0,61	0,13	0,32	0,21	1,15	1,06	0,16
Si	0,49	0,52	0,36	0,46	0,42	0,01	0,36
P	0,0247	0,0182	0,0395	0,0358	0,0251	0,0154	0,0219
S	0,0002	0,0005	0,0015	0,0013	0,0009	0,0075	0,0024
Cr	11,23	11,29	16,10	16,19	18,28	0,01	17,62
Ni	0,31	0,12	0,27	0,19	8,01	0,01	0,17
Mo	0,021	0,005	0,020	0,035	0,063	0,003	1,75
Al	0,002	0,003	0,002	0,002	0,003	0,033	0,0055
Cu	0,022	0,015	0,050	0,021	0,085	0,014	0,028
Co	0,018	0,018	0,020	0,021	0,115	0,003	0,025
V	0,008	0,027	0,038	0,039	0,045	0,002	0,052
Nb	0,006	0,002	0,014	0,416	0,005	0,001	0,183
Ti	0,003	0,144	0,003	0,004	0,001	0,001	0,177
Sn	0,003	0,002	0,004	0,003	0,006	0,004	0,002
W	0,000	0,003	0,009	0,017	0,019	0,008	0,015
N	0,0145	0,0087	0,0528	0,0202	0,0421	0,0026	0,0112

Ressalta-se como principais diferenças o maior teor de Cr no 18Cr8Ni e 17CrTiNb, seguido dos aços 16Cr e 16CrNb, posteriormente os aços 11CrTi e 11Cr e por último, o A36 que não tem a adição deste elemento. Também observou-se o maior teor de carbono no aço A36, de Ni

no 18Cr8Ni e a adição elementos estabilizantes como Ti e Nb nos aços 11CrTi e 16CrNb respectivamente. No aço 17CrTiNb verifica-se que além do maior teor de Cr em relação aos outros aços ferríticos, há os dois agentes estabilizantes, Ti e Nb, visto que nos aços 11CrTi e 16CrNb é utilizado apenas um destes elementos estabilizadores. O Mo, utilizado principalmente para aumentar a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis em meios contendo cloretos também está presente no 17CrTiNb.

5.2 - CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

Os resultados dos ensaios mecânicos de tração e dureza podem ser vistos na Tabela 5.2. De forma mais clara, as diferenças de limite de escoamento (Le) entre os materiais podem ser vistas na Figura 5.1a, cujos maiores valores são para os aços 18Cr8Ni, 16Cr e 16CrNb, com o menor para o aço A36. Em função do aço 18Cr8Ni ser meta-estável, segundo Neff et al. (1969) e Santos (2008) a transformação martensítica induzida por deformação promove um maior limite de resistência (Lr), Figura 5.1b, bem como um maior alongamento (Al), Figura 5.1c. A transformação martensítica tem sido tratada em diversos estudos. No aço inoxidável 304 há um aumento do endurecimento pela deformação induzindo a transformação martensítica. A distribuição homogênea dessa martensita está associada também à maior ductilidade (LO et al., 2009). Em relação aos resultados de dureza (HV₁₀), Figura 5.1d, os extremos são os aços 18Cr8Ni e A36, como maior e menor dureza respectivamente.

Tabela 5.2 - Resultados de ensaios mecânicos de tração e dureza.

AÇO	Le [MPa]	Lr [MPa]	Al [%]	Dureza HV ₁₀
11Cr	323 ± 6	412 ± 2	38 ± 1	152 ± 4
11CrTi	316 ± 4	400 ± 1	40 ± 2	150 ± 3
16Cr	343 ± 4	488 ± 3	31 ± 2	167 ± 1
16CrNb	336 ± 3	447 ± 2	36 ± 2	154 ± 1
18Cr8Ni	347 ± 9	706 ± 7	62 ± 2	195 ± 3
A36	305 ± 4	445 ± 3	34 ± 1	143 ± 1
17CrTiNb	361 ± 1	483 ± 3	36 ± 1	177 ± 2

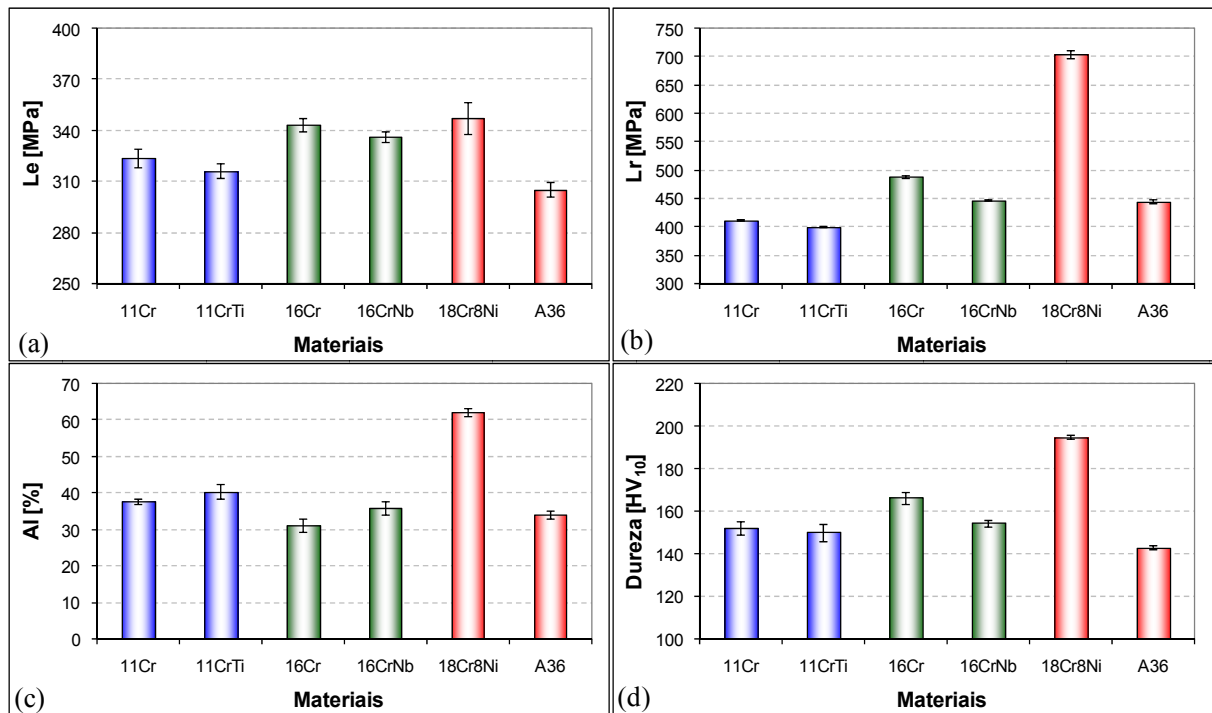


Figura 5.1 - Comparativo das propriedades mecânicas dos materiais, sendo (a) limite de escoamento, (b) limite de resistência, (c) alongamento e (d) dureza.

Para estes materiais, incluindo o 11Cr e o 11CrTi, a maior quantidade de liga está associada à maior dureza. Isto, em parte, é explicado pelo efeito da composição química, principalmente para os aços ferríticos, Figura 5.2.

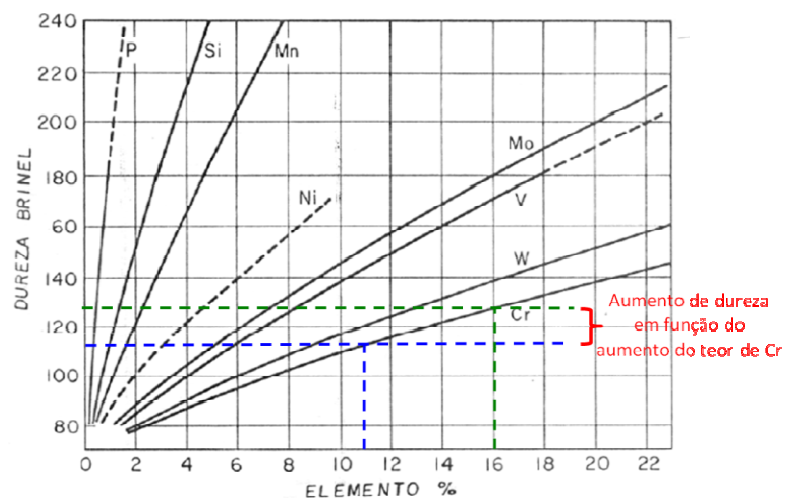


Figura 5.2 - Efeito do endurecimento por solução sólida causado pela adição de elementos de liga no ferro puro (BAIN e PAXTON, 1966).

5.3 - CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA

As análises foram executadas em amostras retiradas na região central da chapa, sendo avaliadas nas regiões definidas como superfície e centro em relação à espessura, conforme esquema da Figura 5.3.

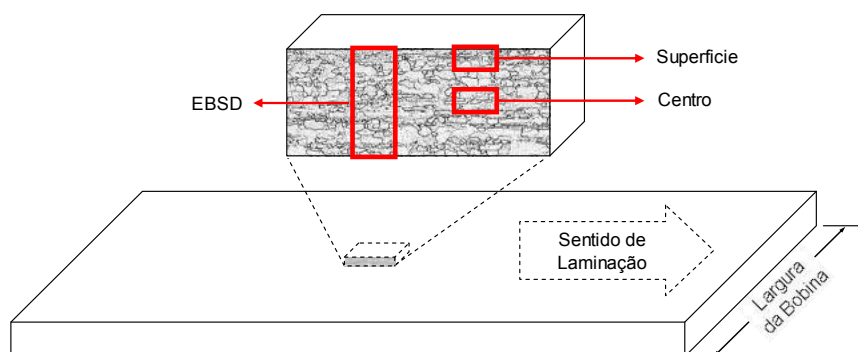


Figura 5.3 - Esquema de retirada das amostras em relação à largura da bobina com os locais definidos como superfície e centro em relação à espessura para análise da estrutura e ao longo da espessura para análise via EBSD.

De uma forma geral, próximo à superfície, Figura 5.4, os materiais apresentam grãos mais finos do que os do centro da chapa, Figura 5.4. Na Tabela 5.3 são apresentados os valores de medida de tamanho de grão, tanto em diâmetro médio quanto sua referência segundo a norma ASTM E112.

O aço 11Cr tem uma estrutura mais fina que o 11CrTi tanto na superfície, Figura 5.4a e Figura 5.4b, quanto no centro da chapa, Figura 5.5a e Figura 5.5b. Particularmente no centro, a estrutura do 11Cr é mais heterogênea em relação ao 11CrTi.

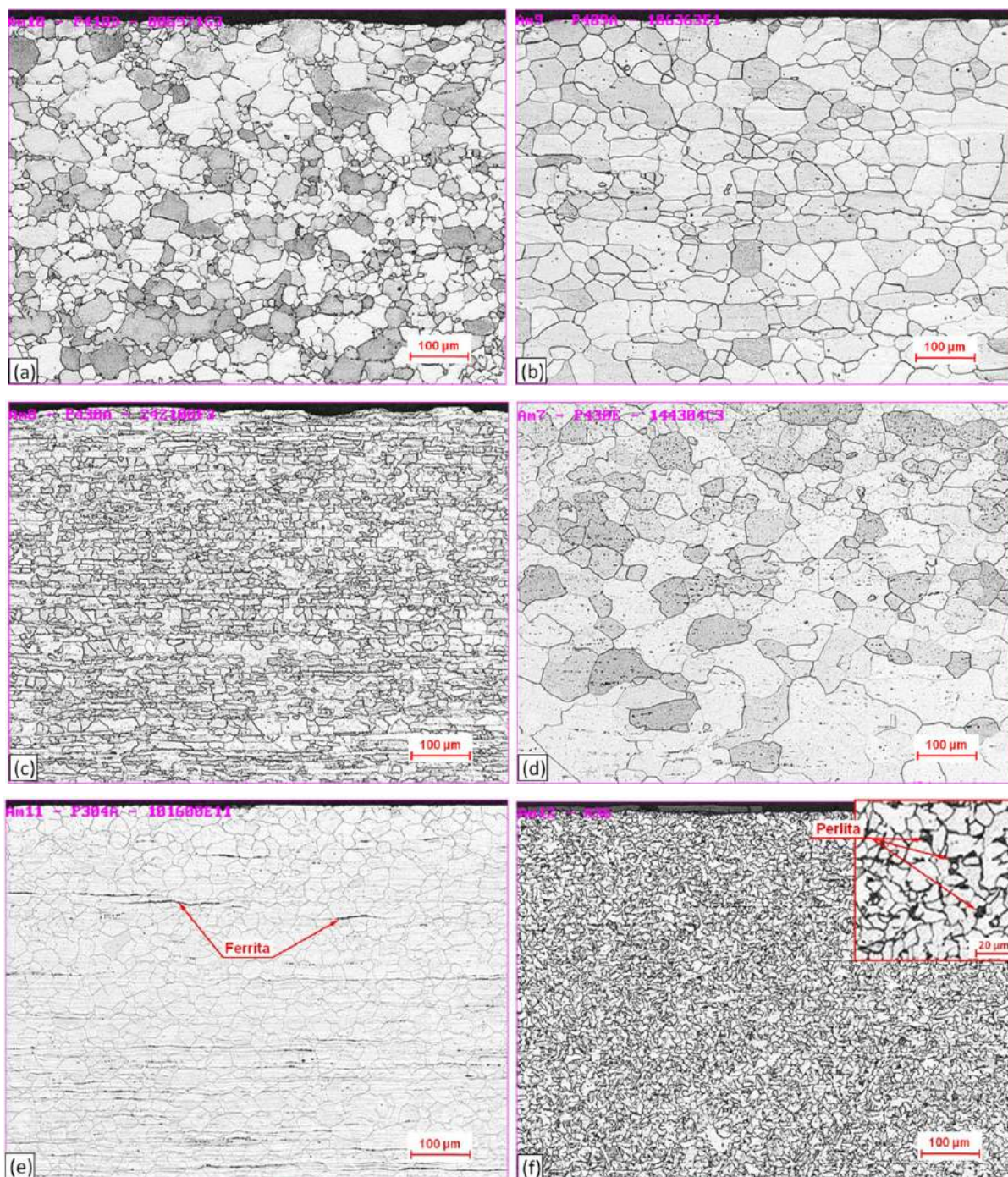


Figura 5.4 - Estrutura metalográfica próximo à superfície da chapa. (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni e (f) A36.

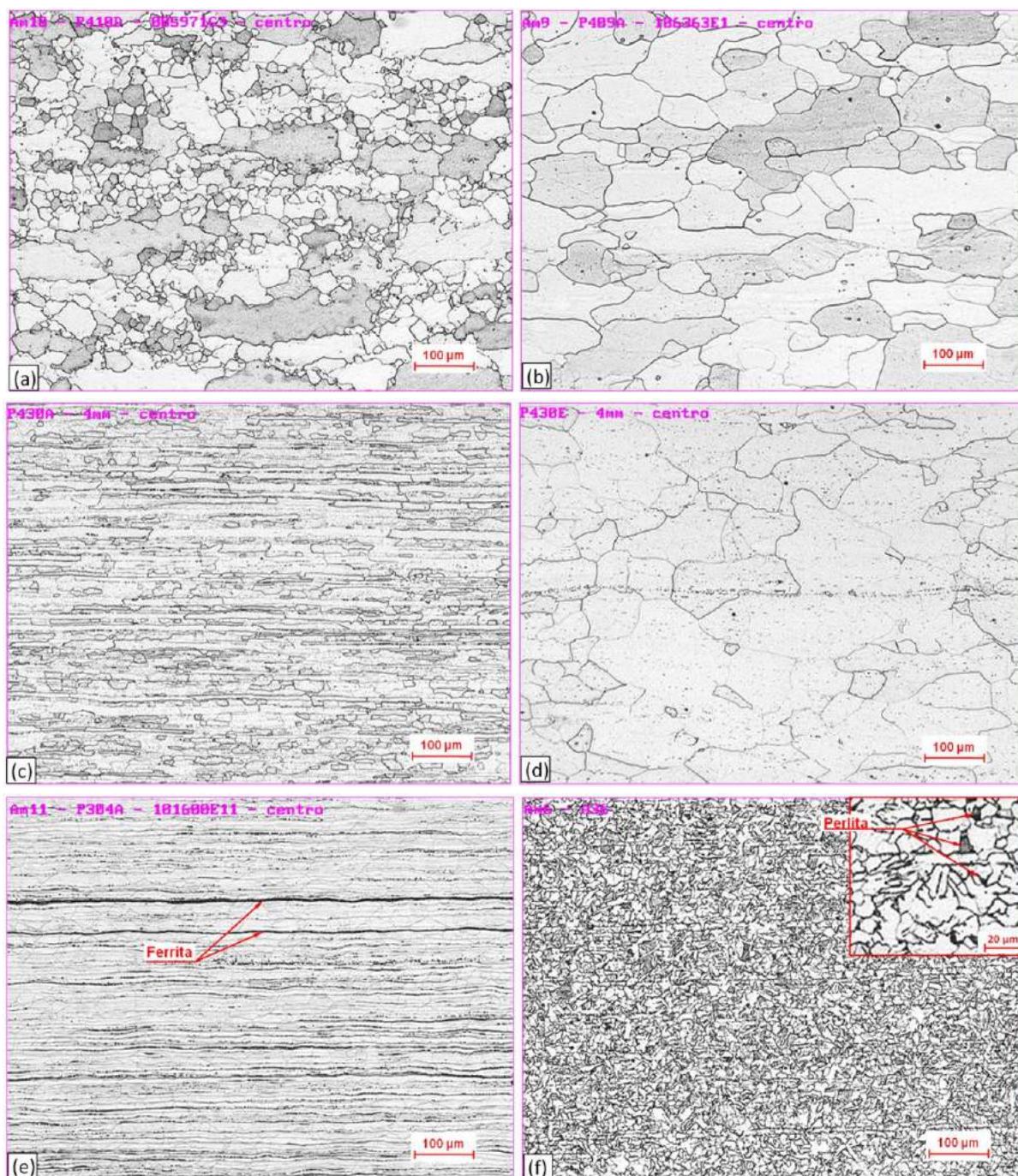


Figura 5.5 - Estrutura metalográfica no centro da chapa. (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni e (f) A36.

Comparativamente, o 16Cr também tem uma estrutura mais refinada do que o 16CrNb, Figura 5.4c e Figura 5.4d, na superfície. No centro, o 16Cr tem estrutura de grãos mais alongados do que o 16CrNb, que apresenta grãos bem maiores, Figura 5.5c e Figura 5.5d. Estes grão mais alongados do aço 16Cr no centro dificultam a medida do tamanho de grão por microscopia

ótica, de forma que estes valores não constam na Tabela 5.3. Esta limitação foi contornada utilizando a técnica de EBSD, tratada no item subsequente.

Tabela 5.3 - Tamanho de grão ASTM E112 e diâmetro médio (Dm) dos grãos na superfície e no centro das amostras.

	Tamanho de Grão			
	Superfície		Centro	
	ASTM E112	Dm [μm]	ASTM E112	Dm [μm]
11Cr	$7,3 \pm 0,3$	$28,7 \pm 2,8$	$7,6 \pm 0,2$	$25,7 \pm 2,1$
11CrTi	$5,4 \pm 0,4$	$56,4 \pm 7,1$	$4,9 \pm 0,1$	$64,9 \pm 2,9$
16Cr	$8,2 \pm 0,2$	$21,1 \pm 1,4$	-	-
16CrNb	$4,9 \pm 0,4$	$65,8 \pm 10,6$	$5,1 \pm 0,2$	$60,7 \pm 4,8$
18Cr8Ni	$7,3 \pm 0,1$	$28,3 \pm 1,4$	$7,4 \pm 0,2$	$28,2 \pm 1,4$
A36	$10,2 \pm 0,3$	$10,7 \pm 0,9$	$10,2 \pm 0,2$	$10,5 \pm 0,7$

Para o aço 18Cr8Ni, que é austenítico, o ataque utilizado permite revelar a estrutura bem como a ocorrência de ferrita delta. Neste material pode ser notada uma menor quantidade de ferrita delta próxima à superfície, Figura 5.4e, em relação ao centro, Figura 5.5e. Normalmente esta ferrita está associada à perda de ductilidade para os aços inoxidáveis austeníticos (PICKERING, 1976).

O aço carbono tem uma estrutura de grãos de menor tamanho tanto na superfície, Figura 5.4f, quanto no centro, Figura 5.5f, quando comparado aos outros materiais. Sendo de estrutura ferrítica, também é composto por uma fração de perlita.

Além da composição química, essas diferenças entre os materiais foram influenciadas pelo processamento termomecânico na laminação a quente. A deformação plástica modifica a microestrutura alterando a forma dos grãos, aumentando a área de seus contornos e formando uma subestrutura nos grãos. Trata-se de transformações regidas pelo aumento da densidade de discordâncias (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004; SANDIM, 2003). A energia das discordâncias, dos defeitos pontuais gerados na deformação plástica e a energia das novas interfaces representam a energia armazenada na deformação (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004). Esta energia armazenada influencia os processos de recuperação e recristalização durante o processamento a quente desses materiais. A estrutura final influencia as

propriedades dos materiais, podendo estender esta influência para a resistência ao desgaste e/ou corrosão.

5.4 - CARACTERIZAÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA PARA OS AÇOS 16Cr E 16CrNb

Inicialmente todas as amostras do trabalho seriam de 6,0 mm de espessura, sendo alterada para 4,0 mm após as análises de EBSD. Havia menor gradiente de textura cristalográfica nas amostras de 6,0 mm (Figura 5.6a) em relação às amostras de 4,0 mm estudadas por Rodrigues (2013) (Figura 5.6b) orientando-se pela escala de cores entre elas. Também pela escala de cores da Figura 5.6c (figura de pólo inversa para a direção de laminação), há uma maior ocorrência dos planos (101) próximo à superfície e (001) no centro da espessura da chapa de 4,0 mm, Figura 5.6b. Esta distinção praticamente inexiste para o material de 6,0 mm, Figura 5.6a.

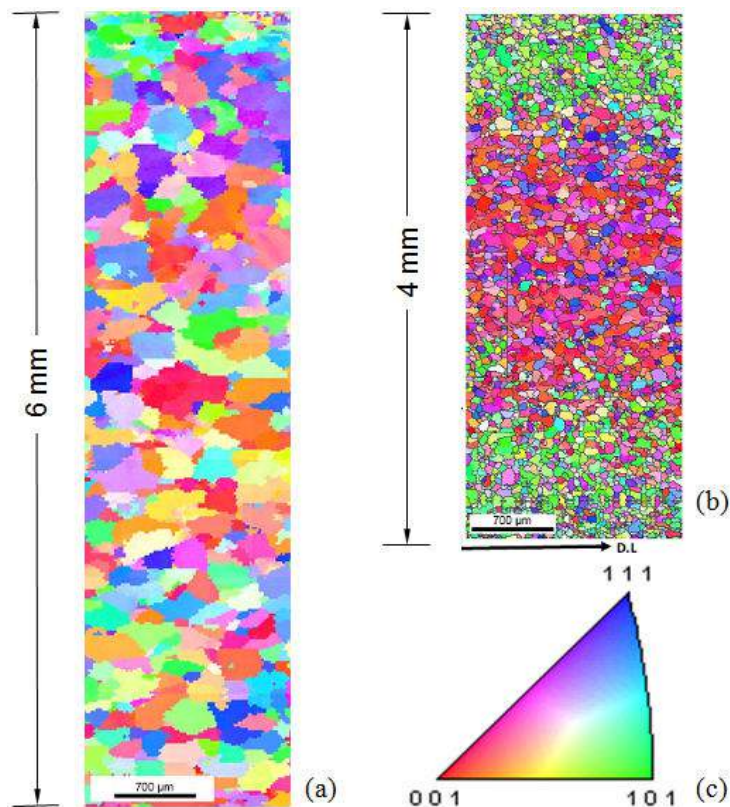


Figura 5.6 - Mapa de orientação dos grãos (EBSD) para duas bobinas do aço 16CrNb laminadas a quente para (a) 6,0 mm e (b) 4,0 mm (RODRIGUES, 2013). (c) Figura de pólo inversa para a direção normal ao plano da chapa.

Sob esta ótica, a espessura das amostras do aço 16CrNb passou a ser 4,0 mm, cujo mapa de orientação dos grãos pode ser visto na Figura 5.7a. Como o aço 16Cr seria utilizado para comparativo entre as duas ligas, também foi utilizada a espessura de 4,0 mm, Figura 5.7b.

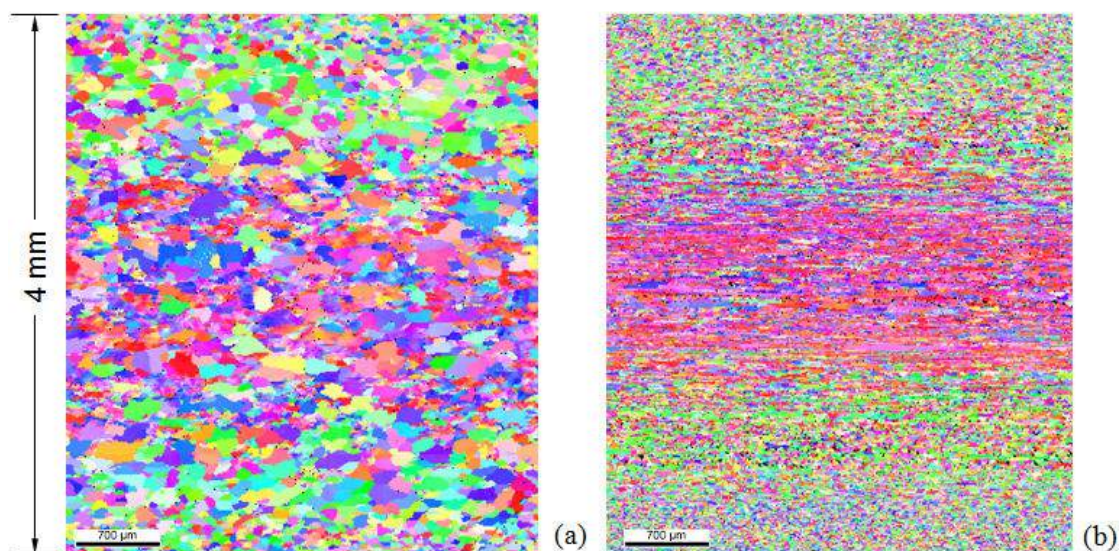


Figura 5.7 - Mapa de orientação dos grãos (EBSD) para amostras do aço (a) 16CrNb e (b) 16Cr de 4,0 mm de espessura.

Pelo mapeamento de cores percebe-se de forma nítida o maior gradiente de textura cristalográfica na espessura de 4,0 mm (Figura 5.7a) em relação à amostra de 6,0 mm (Figura 5.6a) facilitando uma análise qualitativa. Os gráficos quantificando as texturas preferenciais nessa espessura (4,0 mm) são apresentados na Figura 5.8, para o aço 16Cr, e na Figura 5.9, para o aço 16CrNb. Pelos gráficos, a faixa de “0 a 100%” do eixo da ordenada representa extensão dos 4,0 mm de espessura das amostras de uma face (0%) a outra (100%). Dessa forma, o ponto “50%” representa o centro da chapa, ou seja, a textura, ou estrutura a 2,0 mm da superfície.

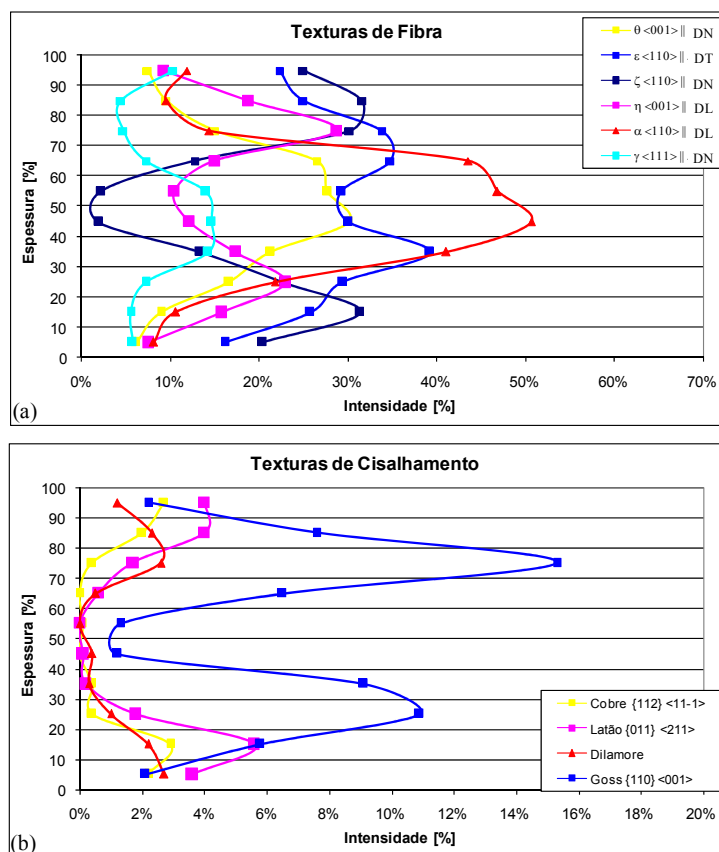


Figura 5.8 - Intensidade das texturas de (a) fibra e de (b) cisalhamento através da espessura para o aço 16Cr de 4,0 mm de espessura no sentido paralelo ao de laminação.

Conforme pode ser observado, tomando-se como base o centro da chapa, há uma forte simetria nos resultados tanto de fibra quanto de textura de cisalhamento, para os dois aços. As texturas preferenciais de fibra $\alpha <110> \parallel$ DL e de cisalhamento Goss $\{011\} <100>$ são texturas que ocorreram tanto no aço 16Cr quanto no 16CrNb.

A intensidade da fibra α é maior na região central do aço 16Cr. A textura Goss também apresenta maior relevância no aço 16Cr, mas seu pico de intensidade está a 25 e 75% da espessura para os dois materiais. Raabe e Lücke (1993) reportam um comportamento similar para a textura Goss num aço com 17% de cromo com e sem estabilização ao nióbio, equivalentes aos 16Cr e 16CrNb empregados neste trabalho.

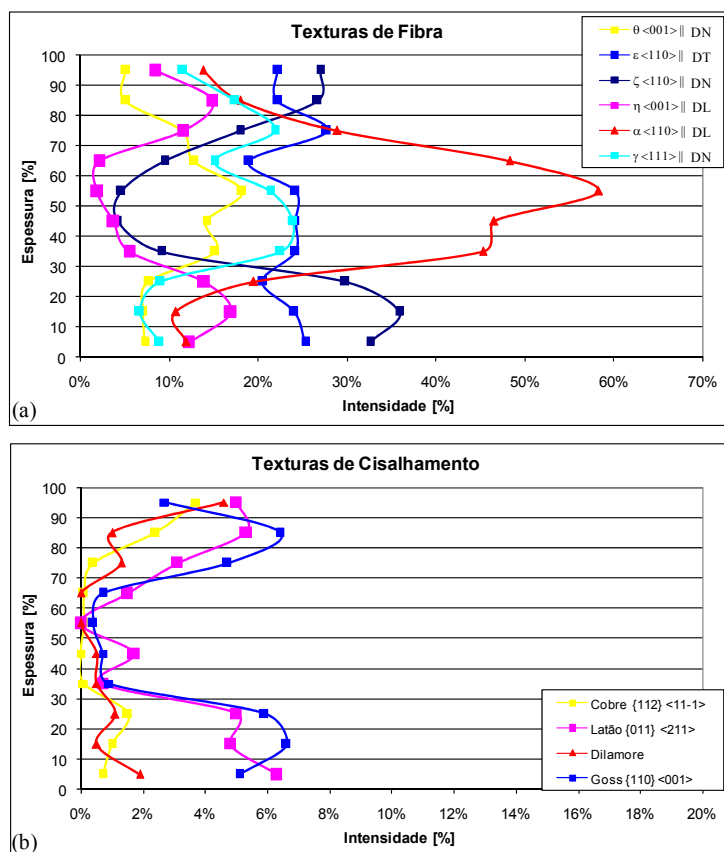


Figura 5.9 - Intensidade das texturas de (a) fibra e de (b) cisalhamento através da espessura para o aço 16CrNb de 4,0 mm de espessura no sentido paralelo ao de laminação.

A diferença de intensidade ao longo da espessura pode ser causada diretamente pela estabilização ao nióbio. Contudo, o processamento termomecânico distinto destes materiais durante a laminação a quente tem grande influência. A faixa de temperatura para o processamento final na laminação a quente para o aço 16Cr é de 950 a 1050 °C, enquanto que para o 16CrNb está entre 900 e 1000 °C.

A textura de cisalhamento Latão $\{011\} <211>$, embora em intensidade menor que 4%, também está presente próximo à superfície. Raabe e Lücke (1993) relatam ser devido ao fenômeno de recristalização. No centro da amostra do aço 16Cr, além da textura α , as fibras $\epsilon <110> \parallel \text{DT}$ e $\theta <001> \parallel \text{DN}$ ocorrem com uma intensidade de aproximadamente 30%. Na superfície as fibras preferenciais são $\zeta <110> \parallel \text{DN}$ e $\epsilon <110> \parallel \text{DT}$ com intensidades de 25 e 22%, respectivamente. Entre 90 e 75% da espessura, têm-se as mesmas fibras preferenciais, $\zeta <110> \parallel \text{DN}$ e $\epsilon <110> \parallel \text{DT}$, mas como maior intensidade, além da fibra $\eta <001> \parallel \text{DL}$.

O aço 16CrNb tem texturas preferenciais de tipo fibra α $\langle 011 \rangle \parallel$ DL na região central e textura de cisalhamento Goss $\{011\} \langle 100 \rangle$ na posição correspondente a 15 e 85% da espessura. Este resultado está em acordo com o reportado por Raabe e Lücke (1993) para um aço com 17% Cr e estabilizado ao nióbio. A textura de cisalhamento Latão $\{011\} \langle 211 \rangle$ também possui maior intensidade próxima à superfície. As fibras ϵ $\langle 110 \rangle \parallel$ DT e γ $\langle 111 \rangle \parallel$ DN estão presentes no centro da amostra, mas em intensidade menor do que a fibra α $\langle 011 \rangle \parallel$ DL.

Segundo os estudos de Hutchinson (1984) a família de planos $\{110\}$ é a que mais acumula energia de deformação. Rodrigues (2013), encontrou em seus experimentos uma tendência de maior limite de escoamento e maior limite de resistência para amostras com maior intensidade de textura Goss $\{011\} \langle 100 \rangle$.

Por esta técnica também foi possível mensurar o tamanho de grão ao longo da espessura para os dois materiais, Figura 5.10, visto que principalmente para a região central do aço 16Cr, devido ao formato alongado dos grãos, tal procedimento foi dificultado por microscopia ótica.

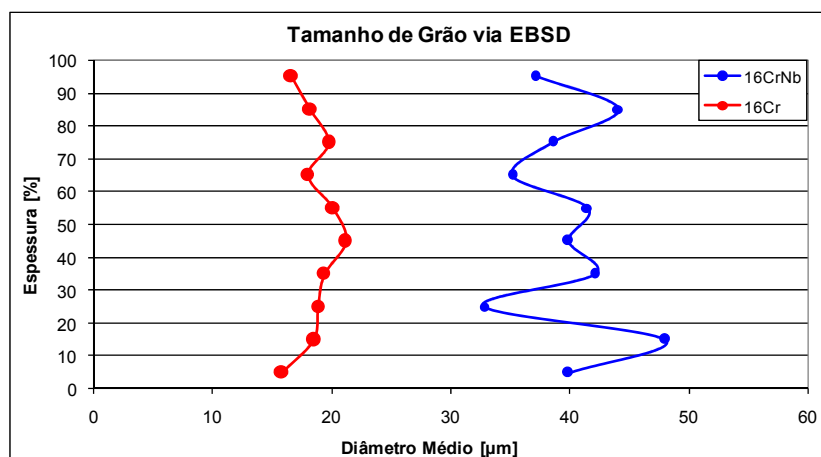


Figura 5.10 – Tamanho de grão médio ao longo da espessura para os aços 16Cr e 16CrNb, via EBSD.

Conforme pode ser visualizado, o tamanho de grão do aço 16Cr é menor do que para o aço 16CrNb. Observa-se ainda uma maior dispersão do tamanho de grão para o aço 16CrNb.

5.5 - ENSAIOS DE CORROSÃO

5.5.1 Ensaios de Corrosão em Meio Aerado e Agitado

Nesta etapa todas as amostras foram ensaiadas parcialmente submersas na cuba do equipamento construído, mas com varredura de 1 mV/s, sendo maior do que o padrão de 0,167 mV/s utilizado por Ardila (2013). Inicialmente trabalhou-se com a vazão de 3,40 ml/min. e posteriormente esta vazão foi reduzida a 1,70 ml/min., no intuito de se obter maior estabilidade do ensaio. As curvas construídas durante este ajuste do equipamento são apresentadas na Figura 5.11, em comparação com o padrão de Ardila (2013) baseado na norma ASTM G5-94.

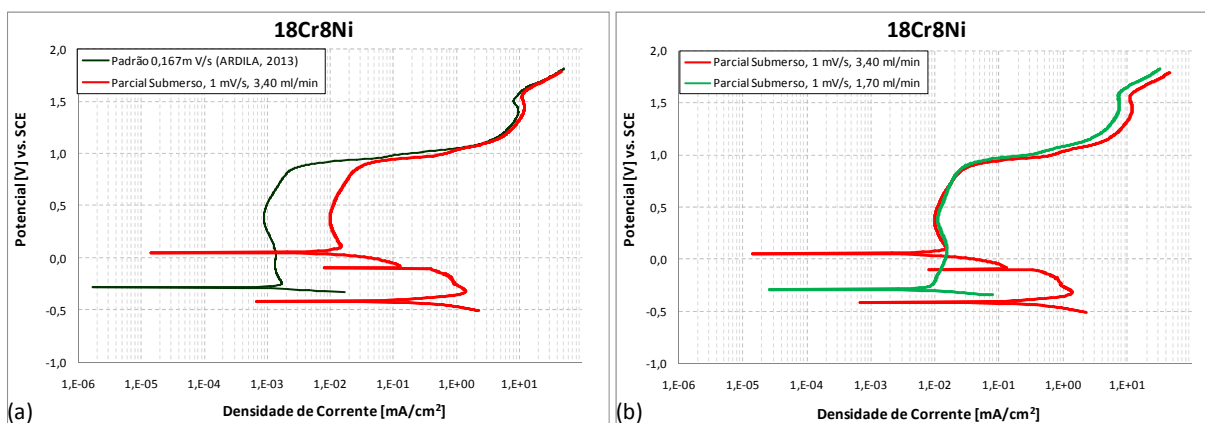


Figura 5.11 - Curvas de polarização para amostras do aço 18Cr8Ni parcialmente submersas em solução 1N H₂SO₄. (a) 1 mV/s e vazão de 3,40 ml/min. vs. referência baseada na norma ASTM G5-94 (Ardila, 2013). (b) 1 mV/s e vazão de 3,40 vs. 1 mV/s e 1,70 ml/min.

Sob a vazão de 3,40 ml/min. as curvas apresentaram maior densidade de corrente de passivação e três potenciais de corrosão (Figura 5.11a). A taxa de incremento de potencial passou de 0,167 mV/s, condição padrão de Ardila (2013), para 1 mV/s nos ensaios executados. Segundo Abdallah (2003), isto contribui para a instabilidade do filme passivo, onde o tempo necessário para a nucleação e crescimento de óxidos é curto e a passivação efetiva é atrasada até que os núcleos tenham uma dimensão crítica estável. Assim, para taxas mais elevadas de aumento de potencial, a carga elétrica necessária para passivar o anodo pode não ser fornecida completamente e, consequentemente, existe um aumento na corrente de passivação. A presença dos três potenciais de corrosão é uma característica reportada por

Qiao et al. (2009) como proveniente da instabilidade do filme passivo. Posteriormente esta vazão foi reduzida a 1,70 ml/min., que juntamente com a garantia mínima de 4 h para secagem do esmalte e da cera de selagem (após o período de 8 a 12 h do lixamento), fez com que o ensaio ficasse mais estável (Figura 5.11b).

Ao contrário dos ensaios de Ardila (2013), não houve desaeração do eletrólito. Neste caso, para as amostras parcialmente submersas em ambiente aerado e agitado, a densidade de corrente na região passiva é mais elevada. Este fenômeno para ambiente aerado foi observado por Qiao et al. (2009), e segundo Le Bozec et al. (2001), em solução saturada de oxigênio as reações anódicas e catódicas são acentuadas. A densidade de corrente crítica de corrosão I_c eleva-se devido ao aumento no transporte de massa pelo oxigênio, acelerando o processo corrosivo (FREGUIA et al., 2007).

Ajustadas as condições de teste, os materiais selecionados foram submetidos ao ensaio de polarização potenciodinâmica, Figura 5.12, e em meio 1N H_2SO_4 , ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/min. e taxa de aumento de potencial de 1 mV/s.

Conforme pode ser observado, com um mínimo de três curvas para cada material, há uma estabilidade dos ensaios neste sistema, atestada pela sobreposição das curvas. Os aços com 11% de Cr (11Cr e 11CrTi), o aço com 18% de Cr (18Cr8Ni) e o aço carbono (A36) são os mais estáveis, com as curvas de densidade de corrente praticamente sobrepostas. Deste grupo, o aço carbono (A36) não se passiva neste meio, devido à quase ausência de Cr, e a densidade de corrente é crescente durante o ensaio. Para os aços com 16% de Cr (16Cr e 16CrNb), há uma característica interessante no que diz respeito a um patamar “pseudo-passivo”, ou pré-passivação, e posteriormente um pico de repassivação, reduzindo ainda mais a densidade de corrente. Em função deste pico de repassivação não ocorrer no mesmo potencial de forma repetitiva, vários ensaios foram executados, Figura 5.12c e Figura 5.12d. Este comportamento poderia ser atribuído à instabilidade desses materiais neste sistema sob agitação, ocasionando comportamentos menos repetitivos.

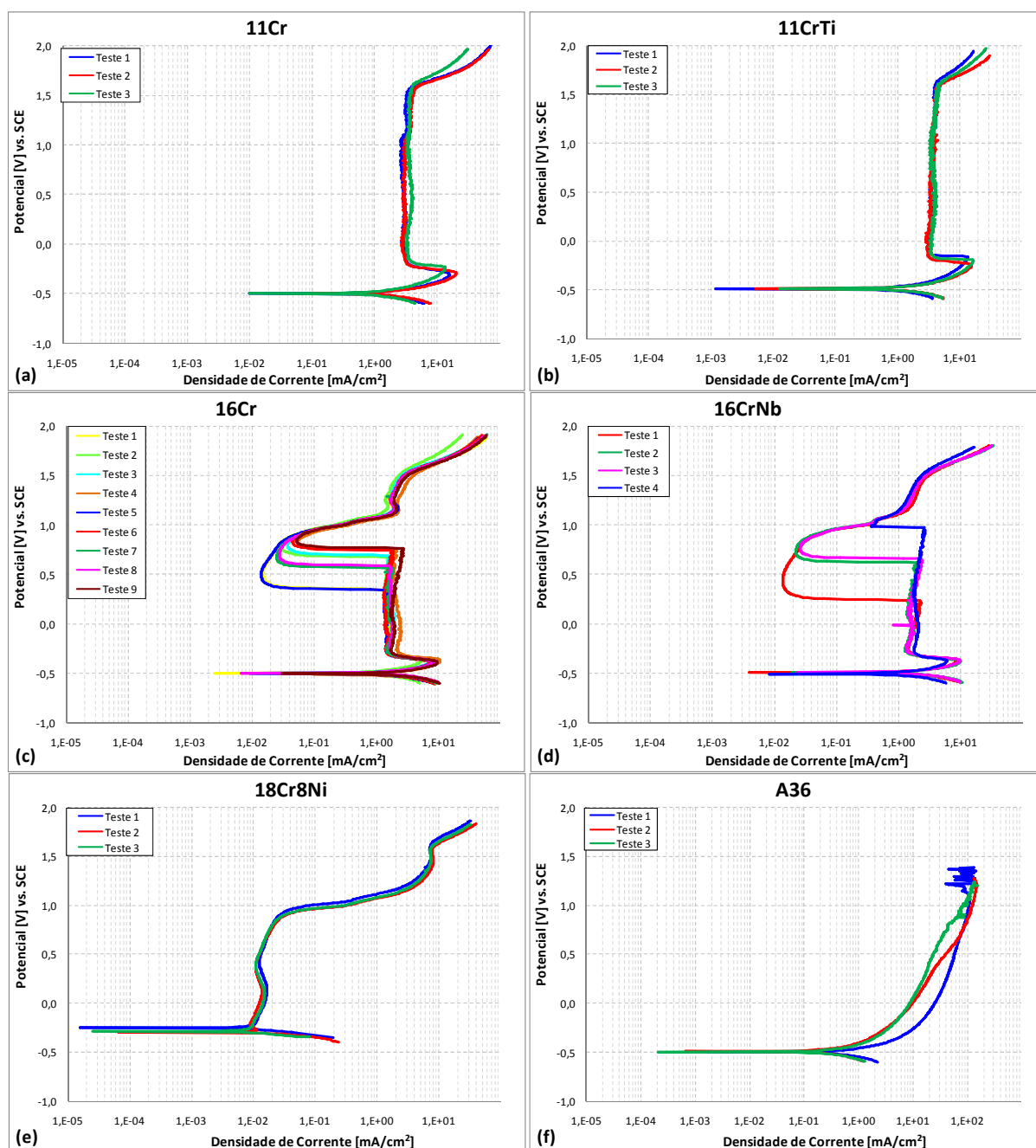


Figura 5.12 – Curvas de polarização potenciodinâmicas em meio 1 N H_2SO_4 , ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, para os aços (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni, (f) A36.

Houve a necessidade de se comprovar que a instabilidade desses materiais com 16% Cr estaria associada à resistência à corrosão neste meio, e não ao método. Para isso foi necessária a utilização de outro aço inoxidável ferrítico, com maior teor de Cr (17,5%) que os anteriores, sendo selecionado o aço 17CrTiNb, Figura 5.13.

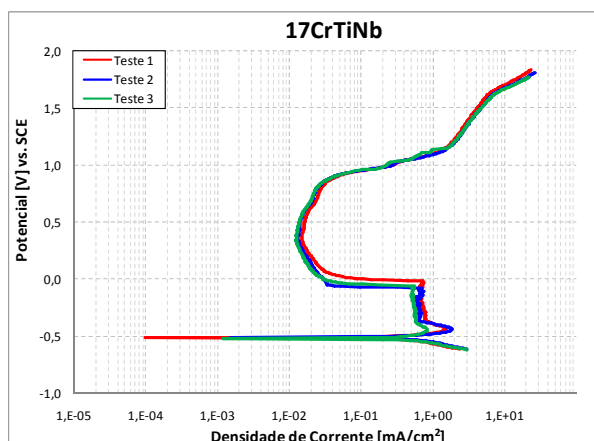


Figura 5.13 – Curvas de polarização potenciodinâmicas em meio 1N H₂SO₄, ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, para o aço 17CrTiNb.

Observou-se que este aço apresenta o mesmo comportamento em relação ao pico de repassivação, mas sempre ocorrendo no mesmo potencial, ou seja, também se trata de um material cujos resultados são bem repetitivos neste sistema. Desta forma evidencia-se que os aços com 16% Cr estão em uma fronteira de estabilidade do ensaio para este ambiente. O aumento do teor de Cromo acentua a adsorção química através de ligações covalentes coordenadas entre o S do SO₄⁻² e o Cr. Este fato está de acordo com as simulações pelo método de dinâmica molecular executadas por Diawara et al. (2006), onde a estabilidade do filme passivo cresce a partir de 17% Cr, atingindo seu máximo em 20% Cr.

Para facilitar a avaliação da diferença de comportamento entre os materiais, as curvas de polarização típica para cada material são apresentadas na Figura 5.14.

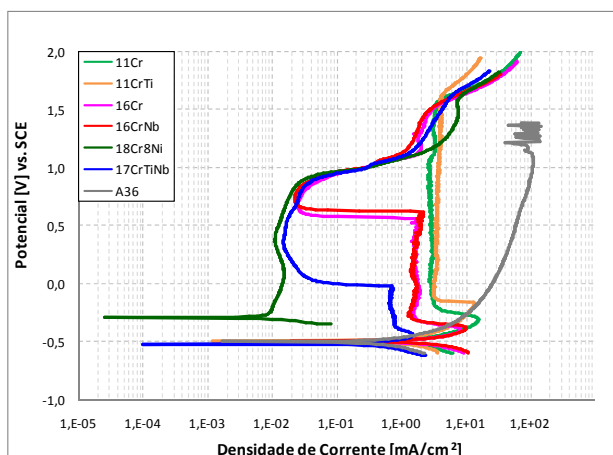


Figura 5.14 – Comparativo entre as curvas de polarização potenciodinâmicas em meio 1 N H₂SO₄, ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, para todos os materiais testados.

Observa-se uma menor densidade de corrente de passivação para o aço 18Cr8Ni (18% Cr), estando praticamente na mesma faixa o aço 17CrTiNb (17,5% Cr). Em outro patamar, com densidade de corrente de passivação e um pico de repassivação dentro de uma região pseudo-passiva estão os aços 16Cr e 16CrNb, com aproximadamente 16% Cr. Posteriormente estão os aços com 11% Cr, 11Cr e 11CrTi e por último o aço A36 que não se passiva neste meio.

Na Tabela 5.4 podem ser vistos os valores dos parâmetros extraídos das curvas de polarização e na Figura 5.15 estes valores colocados de forma comparativa. Para o aço 18Cr8Ni, o parâmetro mais expressivo a ser discutido é a densidade de corrente de passivação, visto que seu comportamento passivo durante quase todo ensaio, Figura 5.14, não deixa bem evidenciado o potencial de passivação (E_p). Para os aços que apresentaram o pico de repassivação (16Cr, 16CrNb e 17CrTiNb), serão analisados os dados definidos como densidade de corrente passiva (I_p), pseudo-passiva (I_p^*), potencial de passivação (E_p) e de pseudo-passivação (E_p^*). A densidade de corrente pseudo-passiva (I_p^*) é a menor densidade de corrente no primeiro patamar de passivação, visto que estes materiais apresentam um segundo pico de passivação, levando a uma densidade de corrente ainda menor. O potencial de pseudo-passivação (E_p^*) é o potencial em que o aço inicia redução da densidade de corrente formando o primeiro patamar passivo, visto que em um potencial mais elevado ocorrerá o segundo pico de redução da densidade de corrente. Para o aço A36 que não se passiva neste meio, devido ao teor de Cromo extremamente baixo, não há objetividade em se discutir estes parâmetros.

Tabela 5.4 - Valores médios para I_p , E_p , I_p^* e E_p^* extraídos das curvas de polarização em 1N H_2SO_4 em meio agitado para os diferentes materiais.

Material	I_p ($\times 10^{-3}$) [mA/cm²]	E_p [mV]	I_p^* ($\times 10^{-3}$) [mA/cm²]	E_p^* [mV]
11Cr	3030 \pm 252	-282 \pm 36		
11CrTi	3159 \pm 107	-207 \pm 39		
16Cr	36 \pm 15	600 \pm 159	1610 \pm 219	-385 \pm 11
16CrNb	20 \pm 5	516 \pm 203	1396 \pm 225	-354 \pm 49
18Cr8Ni	11 \pm 1			
17CrTiNb	13 \pm 2	58 \pm 5	583 \pm 68	-444 \pm 4

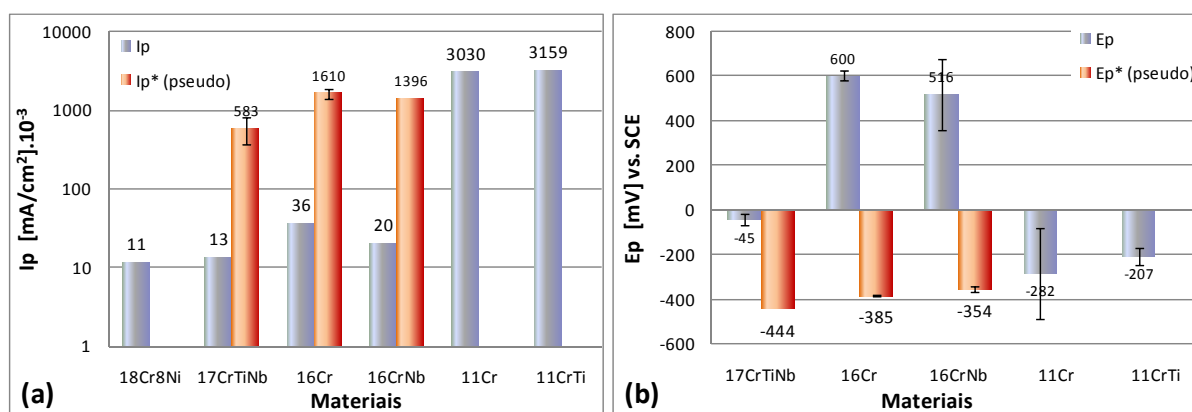


Figura 5.15 - Resultados de (a) densidade de corrente de passivação I_p e I_p^* , (b) potencial de passivação E_p e E_p^* para os aços 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb, 18Cr8Ni e 17CrTiNb.

Nessa condição de ensaio a densidade de corrente de passivação I_p (Figura 5.15a) segue a tendência de ser menor quanto maior o teor de Cr na liga. Os valores de densidade corrente de pseudo-passivação, I_p^* , embora mais elevados, também seguem esta tendência.

Os aços 16Cr, 16CrNb e 17CrTiNb apresentam comportamento pseudo-passivo. Ao avaliar o potencial de pseudo-passivação E_p^* para estes aços e o potencial de passivação E_p para os demais fica evidenciado o caráter de redução do potencial de passivação em função do aumento do teor de Cr, Figura 5.15b. Posteriormente há um segundo pico de passivação, em potencial superior aos demais, levando a um menor patamar de densidade de corrente de passivação (I_p). A lei regida pelo teor Cr é respeitada, sendo visto que o 17CrTiNb tem um menor potencial tanto de passivação (E_p), quanto de pseudo-passivação (E_p^*). Fica evidente que estes materiais, sendo mais resistentes do que os aços com 11% Cr, acentuam tal diferença, como ainda mais resistentes. Analisando, via MEV, a superfície dos materiais submetidos à corrosão observa-se um comportamento diferenciado entre eles, Figura 5.16.

De uma forma geral, as superfícies mais atacadas são das amostras com menor teor de Cr. Dentre os aços com 11% Cr, o aço 11Cr (Figura 5.16a) sofre ataque mais pronunciado nos contornos de grão, em relação ao 11CrTi, cujo ataque abrange alguns grãos preferencialmente como um todo (Figura 5.16b). Entre os aços com 16%, o aço 16CrNb (Figura 5.16d) tem concentrado o ataque em pequenos pontos preferenciais, como ocorre no aço 16Cr (Figura 5.16c), que também é afetado pelo ataque generalizado. No caso dos aços 18Cr8Ni (Figura 5.16e) e 17CrTiNb (Figura 5.16f) o ataque é bem menos severo e em pequenos pontos.

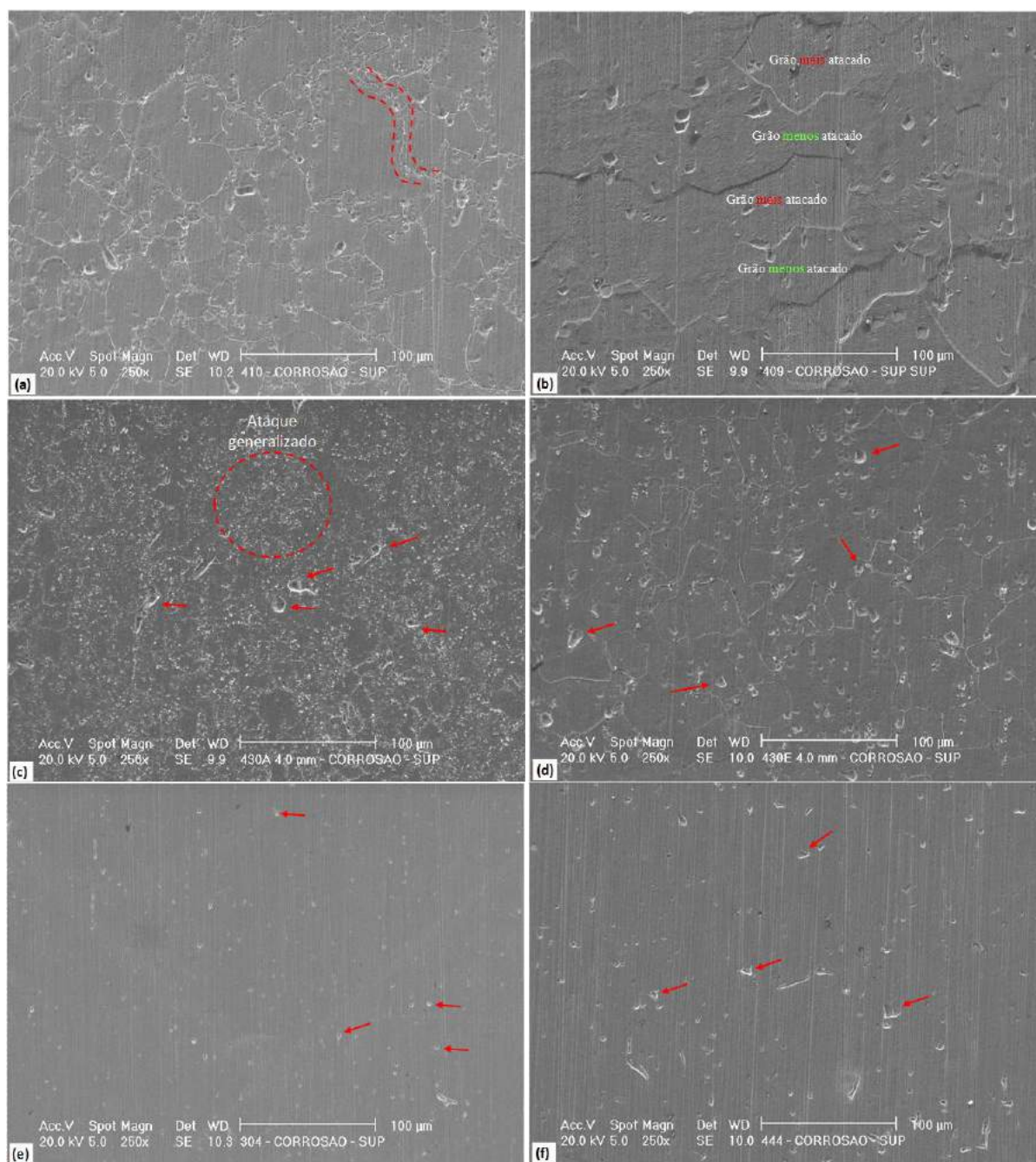


Figura 5.16 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em meio aerado, 1N H_2SO_4 , vazão de 1,70ml/min. (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni, (f) 17CrTiNb.

A amostra de aço carbono sofre um ataque generalizado mais acentuado do que os aços inoxidáveis. Embora apresente alguns pontos de corrosão preferencial, Figura 5.17, não ocorre ataque preferencial em contornos de grãos, ou de alguns grãos isoladamente, ficando a superfície inteira afetada.

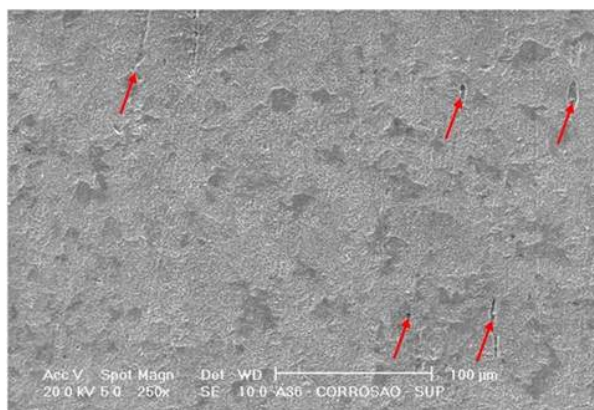


Figura 5.17 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em meio aerado, 1N H₂SO₄, vazão de 1,70ml/min., para o aço A36

Conclusões Parciais

O equipamento utilizado dentro da metodologia estabelecida para os ensaios é bem estável, permitindo o estudo comparativo entre os materiais neste sistema.

Há uma estabilidade da densidade de corrente passiva (I_p) em um patamar mais elevado para os aços com 11% Cr em relação aos outros materiais. O aço 18Cr8Ni que tem maior teor de Cr, 18%, seguido pelo aço 17CrTiNb, com 17,5% Cr, tem as menores densidades de correntes de passivação e o aço carbono A36 não se passiva neste meio.

Os aços com 16% Cr, 16Cr e 16CrNb, situam-se em uma posição intermediária com corrente de passivação, menor do que os aços com 11% Cr e maior do que os de 17,5 e 18% Cr.

Neste sistema os aços 16Cr e 16CrNb apresentaram a ocorrência de um patamar pseudo-passivo, e posteriormente um pico de repassivação levando a densidades de correntes menores, mas com grande flutuação em relação ao potencial em que ocorre. A exemplo do que acontece no aço 17CrTiNb, mas em um potencial muito bem definido, a variação é atribuída à estabilidade dos materiais a este sistema, e não ao método ou ao equipamento, haja vista a estabilidade de todos os outros aços.

5.5.2 - Ensaio de Corrosão Baseado na Norma ASTM G5-94 (2004)

As amostras dos aços A36 e 17CrTiNb foram ensaiadas baseadas na norma ASTM G5-94 (2004) em 1N H₂SO₄, e as curvas obtidas foram comparadas àquelas dos aços 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb e 18Cr8Ni executados por Ardila (2013), Figura 5.18.

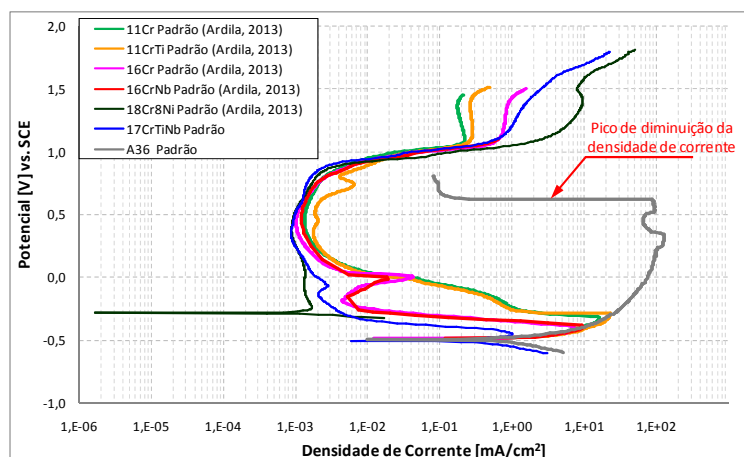


Figura 5.18 - Curvas de polarização potenciodinâmica em solução aquosa de 1N H_2SO_4 baseadas na norma ASTM G5-94 (2004) para os materiais A36 e 17CrTiNb em comparação aos resultados de Ardila (2013) para os aços 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb, 18Cr8Ni.

Nessa condição de ensaio baseada na norma ASTM G5-94 (2004), para ambiente estático, desaerado e com 0,167 mV/s, Figura 5.18, entre os aços inoxidáveis não há uma distinção tão clara quanto na condição do sistema sob agitação, Figura 5.14. A diferença pronunciada em ambientes mais agressivos também é reportada por Sedriks (1996), utilizando ligas com diferentes teores de Cr em 2N H_2SO_4 . Por outro lado, a curva de polarização para o aço carbono (A36) é bem diferente em relação aos outros materiais, com uma maior densidade de corrente ao longo de todo ensaio. Há ainda um pico de diminuição de corrente próximo a 600 mV, que se deve à excessiva formação de uma camada de produto de corrosão na amostra, Figura 5.19b, agindo como um bloqueio ao fluxo de elétrons. Mesmo com essa redução, a densidade de corrente permanece superior às dos aços inoxidáveis. Esta camada pode ser evidenciada de forma qualitativa entre os aços 11Cr e A36, Figura 5.19a e Figura 5.19b, e sua composição química analisada via MEV-EDS, Figura 5.19c.

Conforme pode ser constatado, Figura 5.19c, trata-se de um composto de Ferro, Enxofre e Oxigênio que segundo Craig et al. (1995), consiste em uma camada de sulfato ferroso. Para caracterização da superfície abaixo da camada de óxido foram realizados ensaios via MEV, Figura 5.20, e analisador de topografia de superfície.

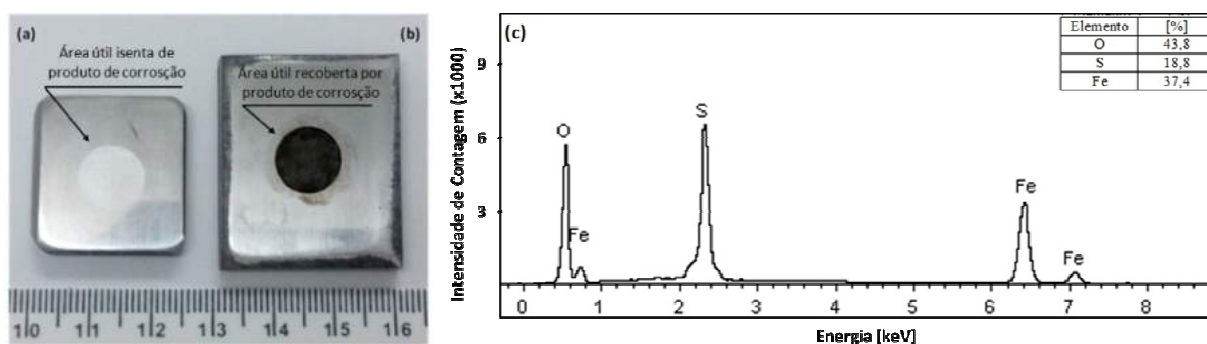


Figura 5.19 - Amostras dos aços (a) 11Cr, (b) A36 evidenciando a presença de produto de corrosão após o ensaio de polarização anódica em 1N H₂SO₄ e (c) análise química via MEV-EDS do produto de corrosão na amostra de aço A36.

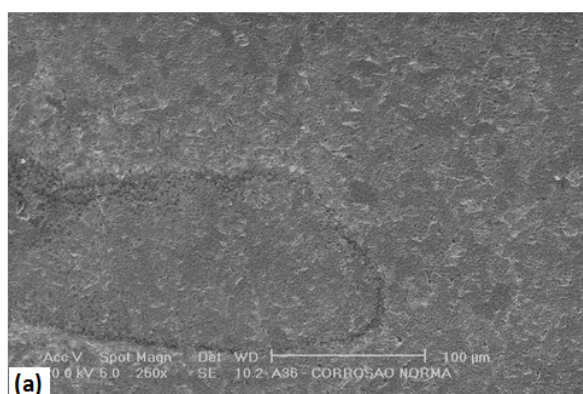


Figura 5.20 – Análise via MEV do aço A36 após ensaio de corrosão via polarização anódica em meio 1N H₂SO₄.

Assim como no caso do meio agitado, neste ensaio baseado na norma ASTM G5-94 (2004) a corrosão ocorre de forma generalizada. Para avaliar o nível de ataque foram executadas análises via analisador de topografia de superfície, Figura 5.21.

No ambiente agitado, onde o transporte de massa é favorecido, a superfície da amostra é menos atacada. Este fato se deve principalmente ao menor tempo de ensaio, 42 contra 250 minutos, expondo menos a amostra a este meio mais agressivo.

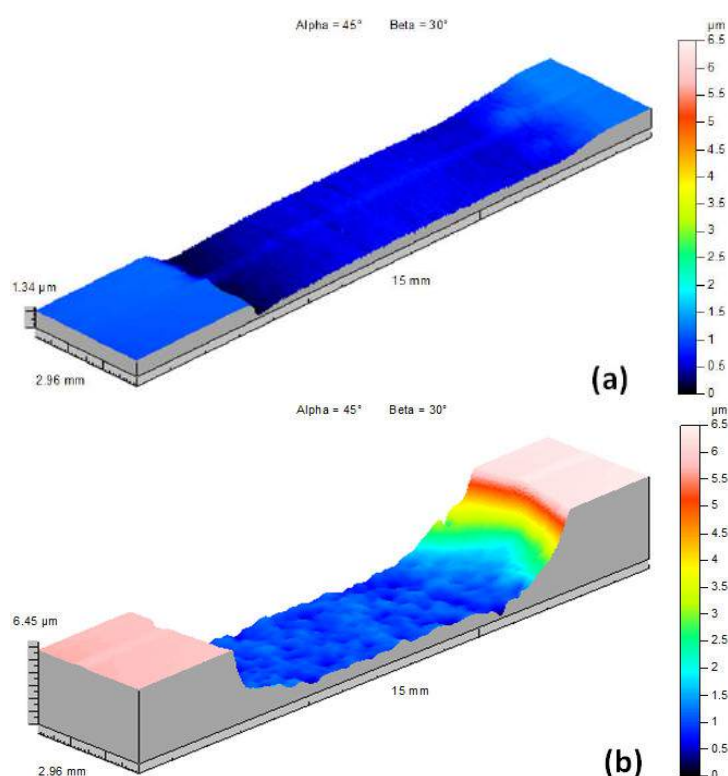


Figura 5.21 – Análise da superfície do aço carbono (A36) através de analisador de topografia de superfície. (a) Ensaio em meio agitado, (b) baseado na norma ASTM G5-94 (2004).

Os parâmetros extraídos das curvas de polarização estão dispostos na Tabela 5.5 e na Figura 5.22, exceto para o aço A36 que não se passiva neste meio, o que reduz a objetividade em se discutir tais parâmetros. Assim como citado para o meio agitado, no aço 18Cr8Ni o parâmetro mais expressivo a ser discutido é a densidade de corrente de passivação I_p . Neste caso também seu comportamento é passivo durante quase todo ensaio, Figura 5.18, não ficando bem definido o potencial de passivação (E_p).

Tabela 5.5 - Valores médios para I_p , I_c e E_p .

Material	$I_p (x10^{-3})$ [mA/cm ²]	E_p [mV]
18Cr8Ni (Ardila, 2013)	$0,82 \pm 0,06$	
11CrTi (Ardila, 2013)	$1,77 \pm 0,05$	$-292 \pm 4,2$
11Cr (Ardila, 2013)	$1,34 \pm 0,01$	$-325,3 \pm 5,7$
16Cr (Ardila, 2013)	$1,01 \pm 0,01$	$-407,3 \pm 2,6$
16CrNb (Ardila, 2013)	$1,16 \pm 0,05$	$-394,3 \pm 2,5$
17CrTiNb	$0,90 \pm 0,05$	$-451,6 \pm 5,9$
A36	-	-

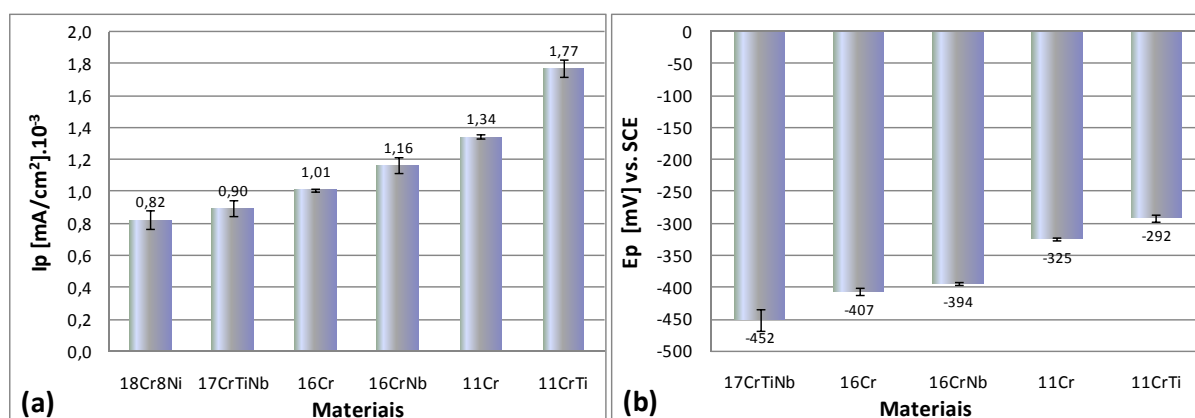


Figura 5.22 - Resultados de (a) I_p , (b) E_p para os aços 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb, 18Cr8Ni e 17CrTiNb.

A densidade de corrente de passivação (I_p), Figura 5.22a, segue uma hierarquia de nobreza sendo menor quanto maior o teor de Cr. Em relação ao potencial de passivação E_p , percebe-se que a passivação ocorre em potenciais mais baixos quanto maior o teor de Cr, Figura 5.22b.

Entre os aços inoxidáveis distinguem-se três grupos, seguindo a tendência de maior resistência à corrosão para um maior teor de Cr. No primeiro estão os aços 11Cr e 11CrTi de teor de Cromo mais baixo (11%) e menor resistência à corrosão. As superfícies após o ensaio foram avaliadas via MEV por Ardila (2013), Figura 5.23. Não há uma distinção clara entre os aços 11Cr e 11CrTi, havendo um ataque generalizado com alguns pontos preferências de corrosão.

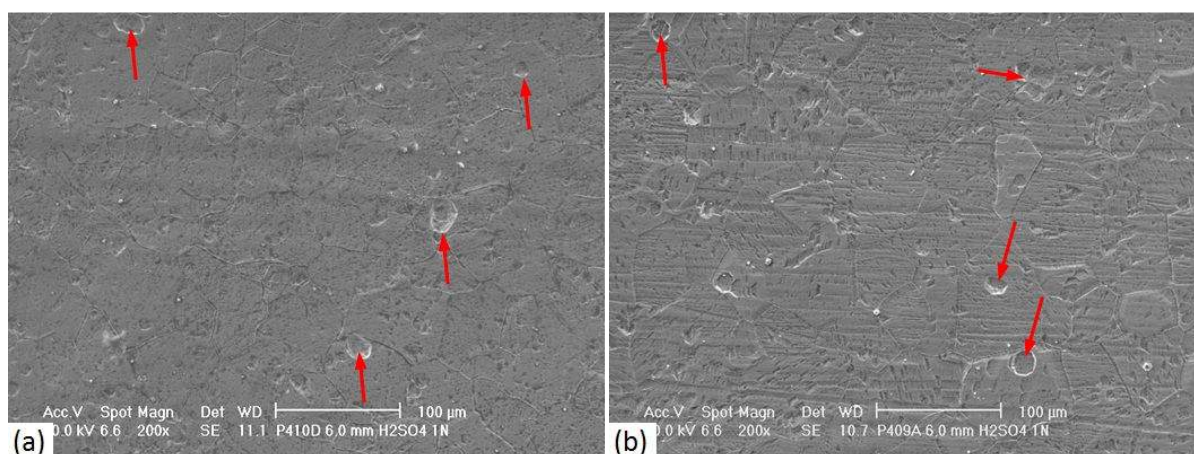


Figura 5.23 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em 1N H₂SO₄. (a) 11Cr, (b) 11CrTi (Ardila, 2013).

No segundo grupo estão os aços com 16% Cr, 16Cr e 16CrNb, com teor de Cr e resistência à corrosão intermediária. Embora o aço 16Cr tenha os resultados eletroquímicos na mesma ordem de grandeza do 16CrNb, sua superfície é mais atacada, principalmente nos contornos de grãos, Figura 5.24a. Este tipo de ataque é característico de materiais sensitizados, fenômeno que é suprimido pela estabilização com Nb no aço 16CrNb, que sofre um ataque mais generalizado e aparentemente mais suave, Figura 5.24b.

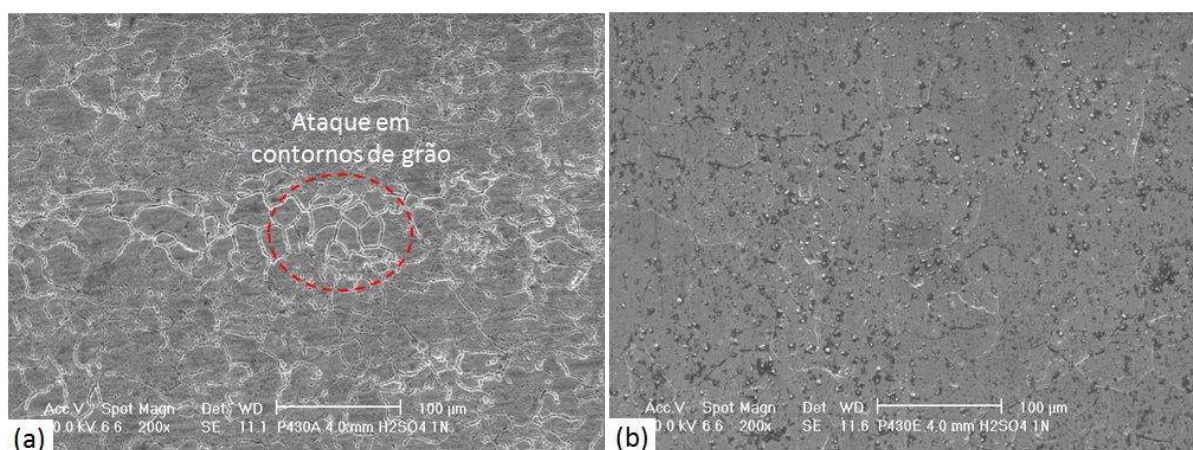


Figura 5.24 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em 1N H₂SO₄. (a) 16Cr, (b) 16CrNb (Ardila, 2013).

No terceiro grupo estão os aços de mais alto teor de Cr (17,5 e 18%) e maior resistência à corrosão. Em avaliação superficial via MEV, Figura 5.25, no aço 18Cr8Ni fica mais pronunciado o ataque nos contornos de grãos. O aço 17CrTiNb, que também é estabilizado, aparenta ser menos atacado entre os materiais, com alguns pontos de corrosão preferenciais.

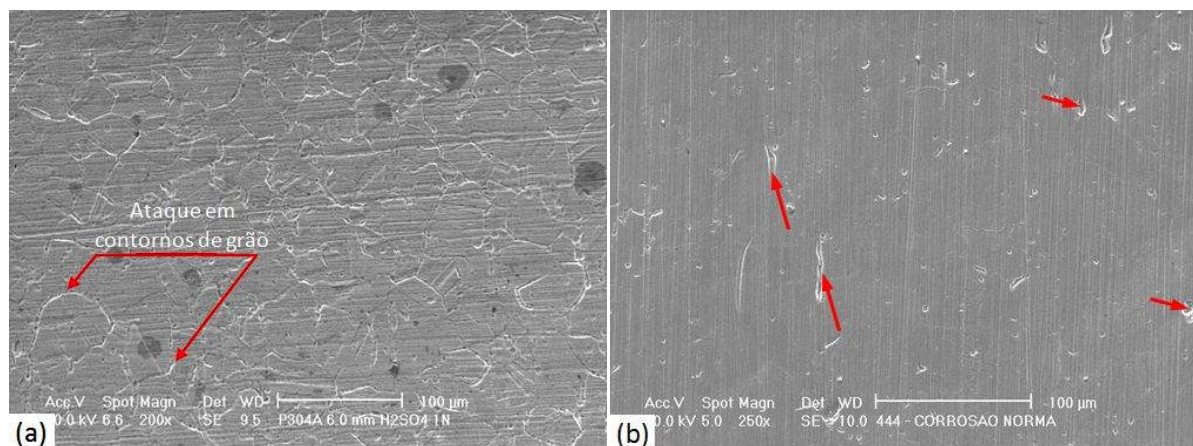


Figura 5.25 – Análise via MEV após ensaio de corrosão via polarização anódica em 1N H₂SO₄. (a) 18Cr8Ni (Ardila, 2013) e (b) 17CrTiNb.

Conclusões Parciais

Na condição sem agitação há a maior resistência à corrosão dos aços em função do teor de Cr, mas a distinção entre eles é mais discreta do que no sistema sob agitação.

No caso dos aços inoxidáveis não estabilizados e com maior teor de carbono, 16Cr e 18Cr8Ni, há o efeito da sensitização, com ataque pronunciado nos contornos de grão. Nos outros aços inoxidáveis predomina o ataque generalizado, sendo o 17CrTiNb o menos afetado.

O aço A36 também sofre ataque generalizado, formando uma camada de produto de corrosão, possivelmente sulfato de ferro, responsável pelo pico de redução da densidade de corrente em torno de 600 mV. Mesmo com o pico de redução da densidade de corrente, esta permanece mais alta do que para todos os aços inoxidáveis de forma que esta camada não é mais eficiente do que a camada passiva dos aços inoxidáveis neste meio.

5.5.3 - Ensaios de Corrosão em Meio Agitado para Diferentes Texturas Cristalográficas dos Aços 16Cr e 16CrNb

No sentido de se avaliar a influência da textura cristalográfica quanto à resistência à corrosão no meio agitado, utilizou-se as amostras dos aços 16Cr e 16CrNb desbastadas para 3,6 e 2,0 mm. Além dessas, os resultados para as amostras de 4,0 mm de espessura sem desbaste, do item 4.3.5.1, foram utilizadas nesta etapa para efeito de comparação, estando os resultados mostrados na Figura 5.26.

Conforme pode ser observado, para todas as espessuras, e nos dois materiais, ocorre o patamar pseudo-passivo seguido do pico de repassivação. Em todas as amostras este pico de repassivação não ocorre no mesmo potencial de passivação E_p , enfatizando a flutuação deste parâmetro para tais materiais. Contudo, os ensaios são bem estáveis, com um mínimo de três ensaios por material e as curvas diferindo-se umas das outras praticamente no valor do potencial de passivação E_p . Os resultados estão apresentados na Tabela 5.6, e organizados de forma comparativa na Figura 5.27.

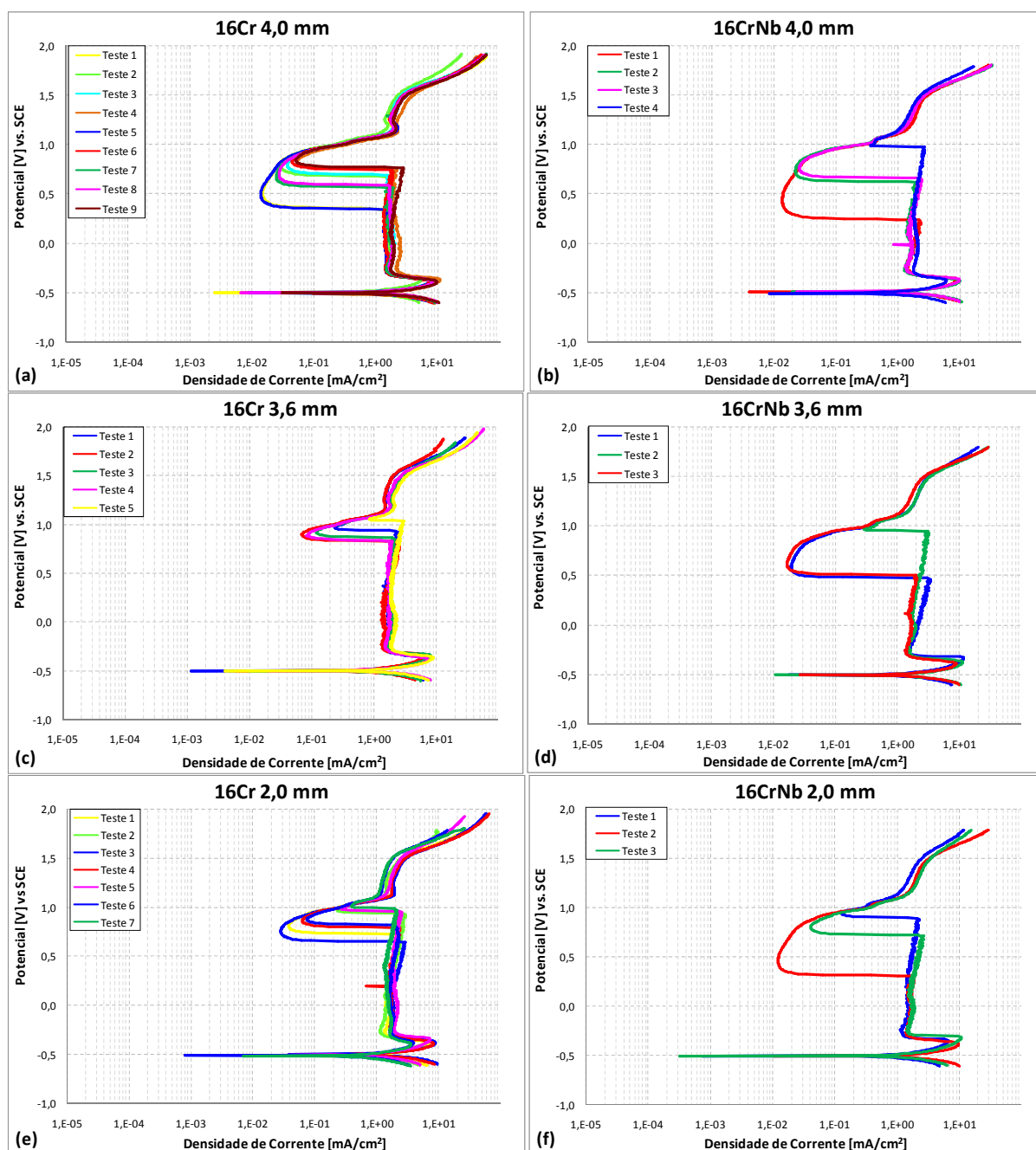
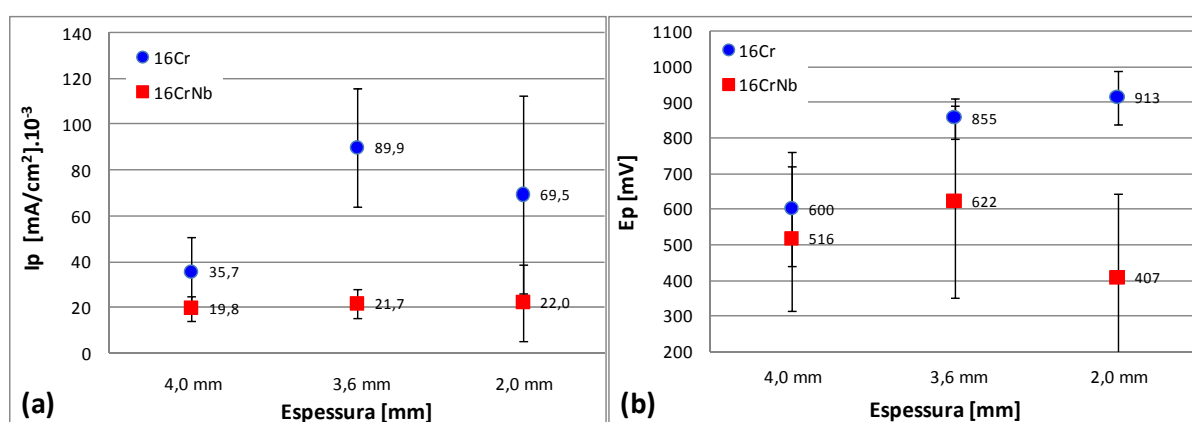


Figura 5.26 – Curvas de polarização potenciodinâmicas em 1N H_2SO_4 , ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, em amostras retiradas ao longo da espessura: (a) 16Cr 4,0 mm, (b) 16CrNb 4,0 mm, (c) 16Cr 3,6 mm (d) 16CrNb 3,6 mm, (e) 16Cr 2,0 mm, (f) 16CrNb 2,0 mm.

Tabela 5.6 - Valores médios para I_p , E_p , I_p^* e E_p^* .

Material	$I_p (x10^{-3})$ [mA/cm ²]	E_p [mV]	$I_p^* (x10^{-3})$ [mA/cm ²]	E_p^* [mV]
16Cr 4,0 mm	$36,7 \pm 15,1$	600 ± 159	1545 ± 107	-384 ± 11
16Cr 3,6 mm	$89,9 \pm 25,9$	855 ± 56	1623 ± 152	-363 ± 19
16Cr 2,0 mm	$69,5 \pm 43,2$	913 ± 75	1655 ± 64	-387 ± 8
16CrNb 4,0 mm	$19,8 \pm 5,3$	516 ± 203	1300 ± 76	-376 ± 5
16CrNb 3,6 mm	$18,0 \pm 1,4$	622 ± 270	1420 ± 66	-384 ± 7
16CrNb 2,0 mm	$22,0 \pm 16,5$	407 ± 236	1417 ± 32	-374 ± 22

Figura 5.27 - Influência da posição de amostragem nos parâmetros (a) I_p , (b) E_p para os aços 16Cr e 16CrNb.

Sendo que cada posição (4,0, 3,6 e 2,0 mm) representa textura cristalográfica diferenciada, conforme análise via EBSD (Figura 5.8), para o aço 16CrNb não há uma distinção entre elas em relação à resistência à corrosão. Observa-se este comportamento tanto na avaliação da densidade de corrente de passivação (I_p), sendo bastante estável, quanto no potencial de passivação (E_p), que apresenta uma grande variabilidade. Após análise de variância foi confirmado estatisticamente que diferença entre os dados, tanto para I_p quanto para E_p , não é significativa.

Este comportamento, devidamente confirmado por análise de variância, se repete para o aço 16Cr nas posições 3,6 e 2,0 mm, excetuando-se a amostra na posição de 4,0 mm, com menor densidade de corrente de passivação (I_p) e de potencial de passivação (E_p). O desempenho superior pode estar associado ao processo industrial de recozimento do aço 16Cr, onde se forma uma camada superficial descarbonetada. No interior do material já não há este processo de descarbonetação, havendo suprimento de carbono suficiente para que ocorra a sensitização, e que pode ser percebido pelos ataques nos contornos de grãos, Figura 5.28a. No aço 16CrNb,

o Nb tem a função de formar carbonetos o que reduz a disponibilidade de carbono para a formação dos carbonetos de Cr. Com isto, toda a espessura fica menos sujeita a este tipo de ataque, Figura 5.28b.

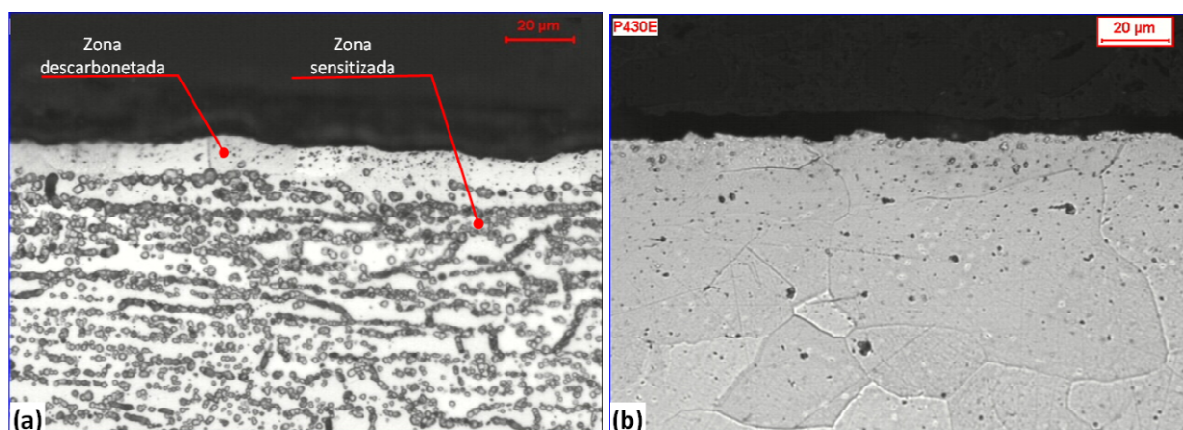


Figura 5.28 – Estrutura próxima à superfície da amostra após ataque oxálico. (a) 16Cr e (b) 16CrNb.

A fim de se avaliar os carbonetos formados nos dois aços, foram executadas análises via MEV-EDS nos carbonetos do aço 16Cr e 16CrNb, Figura 5.29.

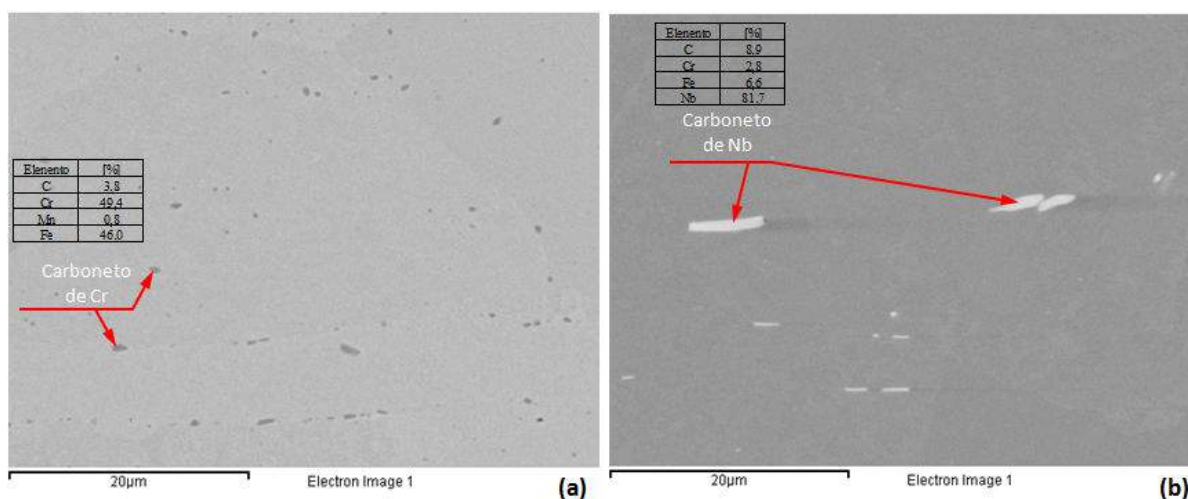


Figura 5.29 – Análise via MEV-EDS. (a) Carbonetos de Cromo no aço 16Cr. (b) Carbonetos de Nióbio no aço 16CrNb.

No aço 16Cr o Carbono disponível combina com o Cromo sob a forma de carbonetos, Figura 5.29a, o que reduz o teor de Cr da matriz. No aço 16CrNb, o Carbono disponível combina com o Nióbio em vez do Cromo, Figura 5.29b, reduzindo o percentual de carbono disponível na matriz, e praticamente todo o Cr fica em solução sólida. Pode-se confirmar este

comportamento através de análises localizadas de teor de Cr, via MEV-EDS, evidenciando o maior teor de Cr na matriz do aço 16CrNb, diferentemente da análise convencional que abrange a matriz e os precipitados de forma mais global, Figura 5.30, e praticamente não há diferença.

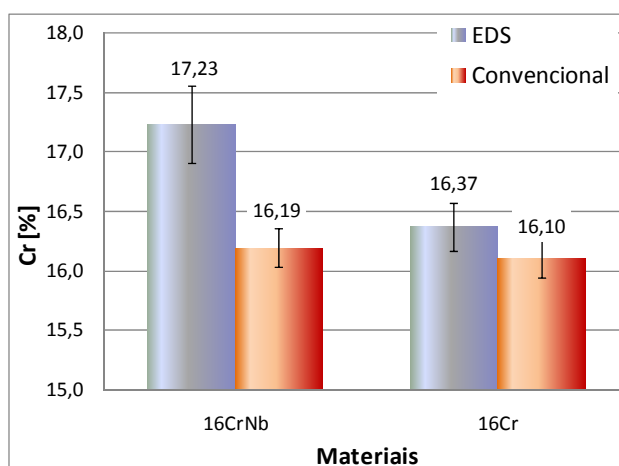


Figura 5.30 - Resultados análise do teor de Cr nas amostras de 16Cr e 16CrNb via MEV-EDS e análise convencional via espectrometria de fluorescência de raios x.

De uma forma geral o aço 16CrNb apresenta uma densidade de corrente de passivação I_p mais baixa e também se passiva em menor potencial (E_p) do que o aço 16Cr neste ambiente agitado, Figura 5.27, evidenciando a maior resistência à corrosão neste meio.

Em seguida, foram avaliados os dados de I_p^* e E_p^* extraídos das curvas de polarização no patamar pseudo-passivo, Figura 5.31.

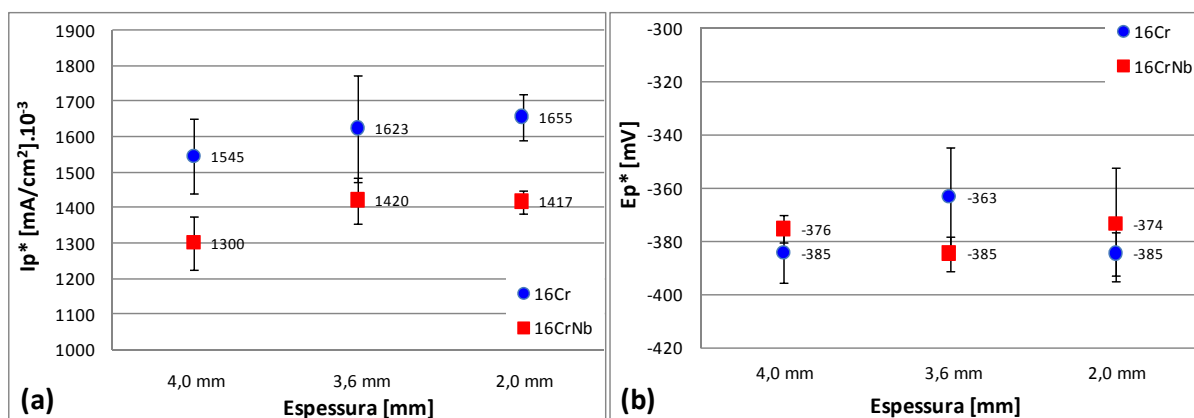


Figura 5.31 - Resultados de (a) I_p^* e (b) E_p^* para as diferentes espessuras do aço 16Cr e 16CrNb extraídos da curva de polarização.

Percebe-se, neste patamar pseudo-passivo, que para todas as posições das amostras a densidade de corrente de passivação (I_p^*) é menor para aço 16CrNb, Figura 5.31a, e o potencial de passivação (E_p^*) é constante para todos os aços e posições, Figura 5.31b. Embora a passivação ocorra no mesmo potencial, o aço 16CrNb tem densidade de corrente mais baixa nesse patamar pseudo-passivo, ou seja, também é superior ao 16Cr nessa região. Estes dados foram confirmados estatisticamente por análise de variância.

Para avaliação da superfície após ensaio, as amostras foram submetidas a análise superficial via MEV, Figura 5.32.

No aço 16Cr, a tendência é para um ataque generalizado na posição de 4,0 mm (Figura 5.32a) e nos contornos de grãos nas posições 3,6 e 2,0 mm, mais internas (Figura 5.32c e Figura 5.32e). Este ataque nos contornos de grão sendo mais pronunciado no centro está associado ao efeito de sensitização (Figura 5.28a) que ocorre nessa região. No aço 16CrNb há um ataque mais suave e localizado em pontos específicos, mas sem distinção entre as posições (4,0, 3,6 e 2,0 mm).

Suportados por estes dados, não se percebe claramente uma correlação entre textura cristalográfica e resistência à corrosão. A maior distinção está entre os materiais, 16Cr e 16CrNb, sendo este segundo o mais resistente ao sistema em estudo.

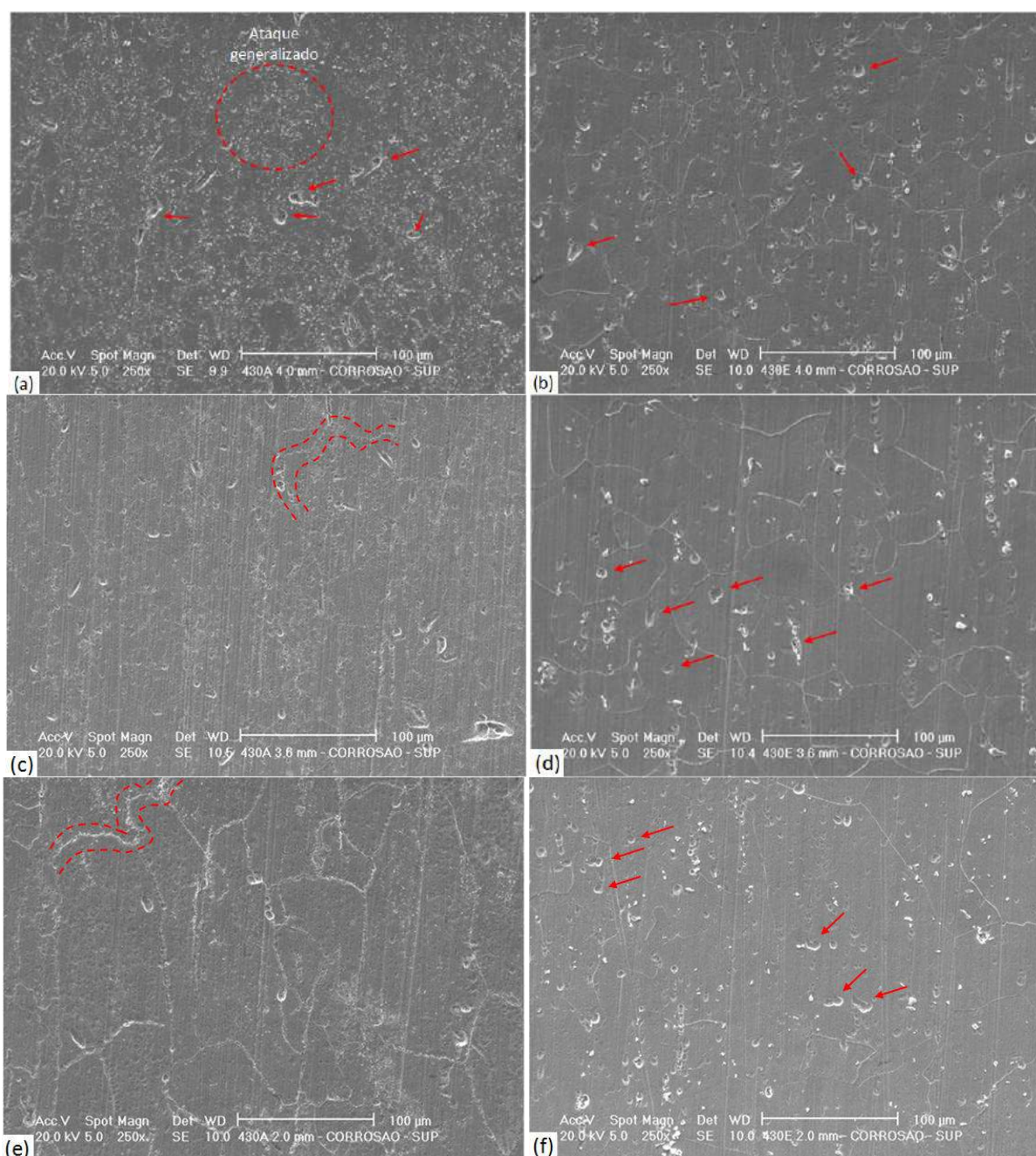


Figura 5.32 - Análise via MEV após ensaio de corrosão ambiente aerado, vazão de 1,70 ml/s e 1 mV/s, em amostras retiradas ao longo da espessura: (a) 16Cr 4,0 mm, (b) 16CrNb 4,0 mm, (c) 16Cr 3,6 mm (d) 16CrNb 3,6 mm, (e) 16Cr 2,0 mm, (f) 16CrNb 2,0 mm.

Conclusões Parciais

Neste ambiente aerado e agitado não há uma correlação entre textura cristalográfica e resistência à corrosão para os aços 16Cr e 16CrNb.

O aço 16CrNb é ligeiramente superior ao 16Cr, comportamento atribuído ao teor de Cromo livre na matriz. Embora o teor seja praticamente o mesmo, no aço 16Cr há menos Cromo livre

na matriz, sendo que o Carbono do aço combina com o Cromo e o retira de solução sólida. Já no aço 16CrNb, o carbono combina com o Nióbio e não retira o Cromo de solução sólida na matriz.

5.6 - ENSAIOS DE MICRO-ABRASÃO

5.6.1 - Caracterização do Abrasivo (SiO_2) e Condicionamento da Esfera (Contra-corpo)

Após os ajustes finais no equipamento, iniciaram os procedimentos para os ensaios de desgaste. Primeiramente foi medida a distribuição granulométrica do dióxido de silício (SiO_2) a ser utilizado como abrasivo, Figura 5.33.

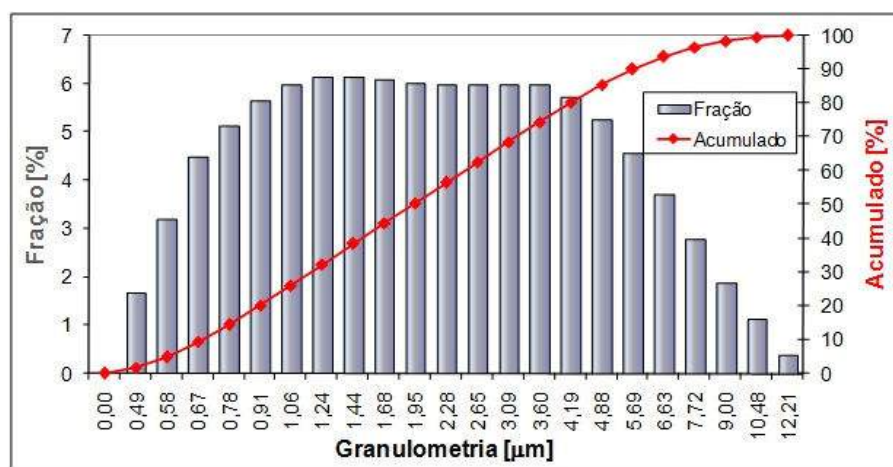


Figura 5.33 - Distribuição granulométrica de SiO_2 analisada por granulometria a laser.

A análise da avaliação via granulômetro a laser permitiu identificar que o diâmetro médio do particulado é de $3,4 \pm 0,2 \mu\text{m}$, e que 85% deste particulado tem o diâmetro entre 1 e $10 \mu\text{m}$. Além disso os 15% da fração maior tem na média $6,7 \mu\text{m}$. A avaliação morfológica foi efetuada via MEV, Figura 5.34.

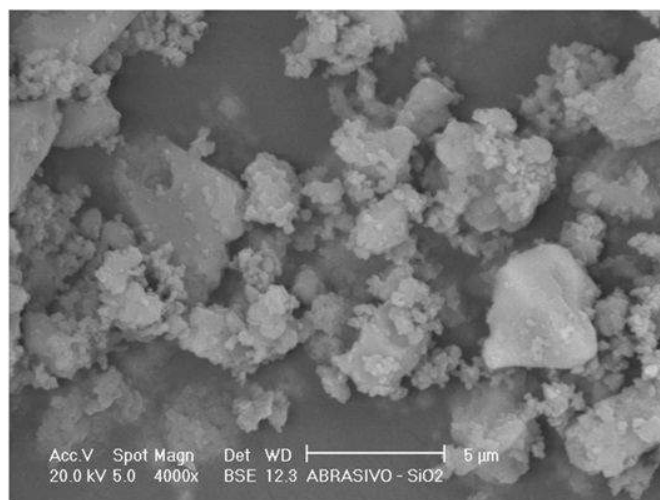


Figura 5.34 - Morfologia do abrasivo (SiO_2) analisada via MEV.

Trata-se de um abrasivo cujas partículas maiores não tem ângulos muito agudos.

A esfera de zircônia utilizada como contra-corpo foi preparada com rugosidade média Ra entre 0,32 e 0,38 μm , após avaliação de sua influência no mecanismo de desgaste, detalhado no item 4.3.6.5.

5.6.2 - Ensaios de Micro-Abrasão

Após os ajustes no equipamento e na metodologia, foram executados os ensaios de micro-abrasão. As calotas de desgaste geradas foram avaliadas via analisador de topografia de superfície de forma a avaliar o perfil da calota gerada para atestar seu formato esférico, estando exemplificada para dois materiais na Figura 5.35.

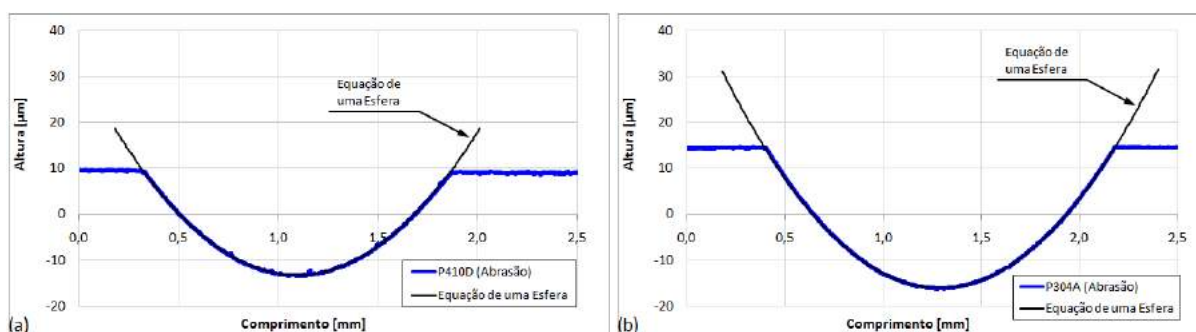


Figura 5.35 – Perfis transversais das calotas de desgaste avaliadas por analisador de topografia de superfície: (a) 11Cr, (b) 18Cr8Ni.

A calota formada tem um perfil esférico, o que possibilita a utilização do modelo de Rutherford e Hutchings (1996) para o cálculo do coeficiente de desgaste k . Validado o caráter esférico das calotas, foram executados os ensaios, com um mínimo de três ensaios por material, Figura 5.36.

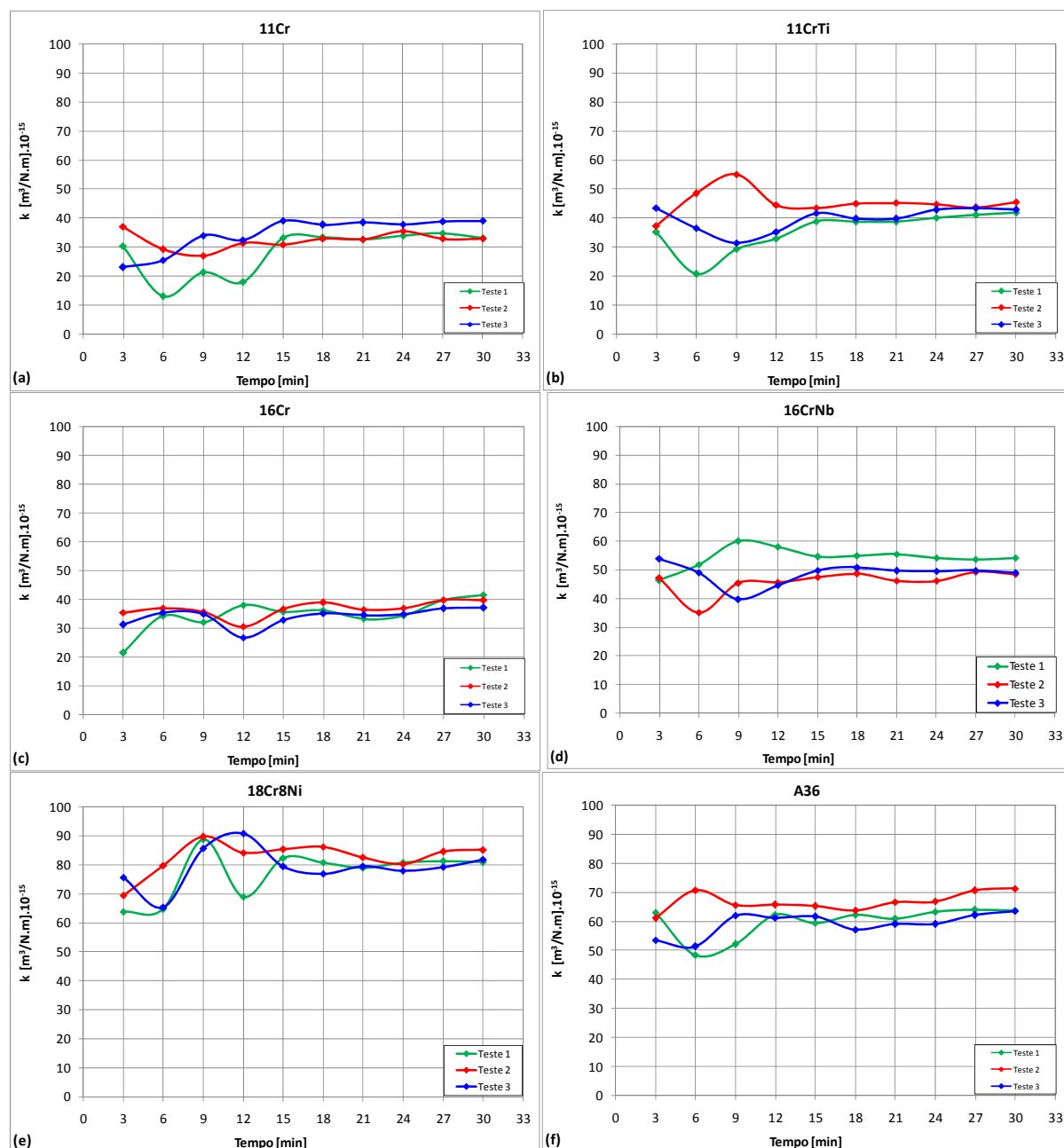


Figura 5.36 – Ensaio de desgaste micro-abrasivos em água destilada com 10% SiO_2 em peso, esfera de zircônia $\phi = 25,4$ mm e rugosidade entre 0,32 e 0,38 Ra, 150 RPM, 1,42 N de força normal, realizados para os materiais (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr 4,0 mm, (d) 16CrNb 4,0 mm, (e) 18Cr8Ni, (f) A36.

Observa-se uma instabilidade inicial dos ensaios evidenciado pela flutuação do coeficiente de desgaste k , que é minimizada com o decorrer dos ensaios. Aos 15 minutos de ensaio todos os materiais já se encontram em regime permanente de desgaste, Figura 5.36. Considerando-se os pontos após a estabilização, o coeficiente de desgaste k foi calculado como a média de 18 pontos, permitindo a hierarquização dos materiais, Figura 5.37.

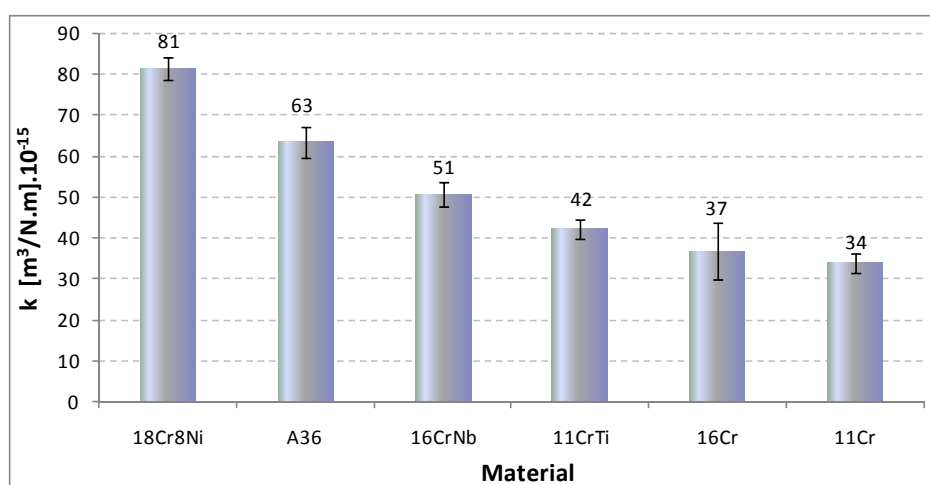


Figura 5.37 – Coeficiente de desgaste k .

O aço 18Cr8Ni teve o pior desempenho e os melhores resultados são para os aços ferríticos sem estabilização, 16Cr e 11Cr. O pior resultado do aço 18Cr8Ni em relação ao 11Cr já foi evidenciado por Labiapari et al. (2013) em ensaios de micro-abrasão em tribossistema similar, também utilizando 10% em peso de SiO_2 disperso em água destilada, como abrasivo. O objetivo era o estudo de materiais destinados ao setor bioenergético. Em outra abordagem, Labiapari et al./2 (2013) estudaram o desgaste que o material sofre durante o processo de laminação a frio pelo contato com o cilindro de trabalho. Também neste sistema o aço 18Cr8Ni apresentou um pior desempenho comparativamente aos aços 16CrNb e 11CrTi.

Com o recurso de se medir as forças normal e de atrito, F_n e F_a , atuantes no sistema durante todo o ensaio, Figura 5.38, torna-se possível o cálculo do coeficiente de atrito, o que pode auxiliar na análise.

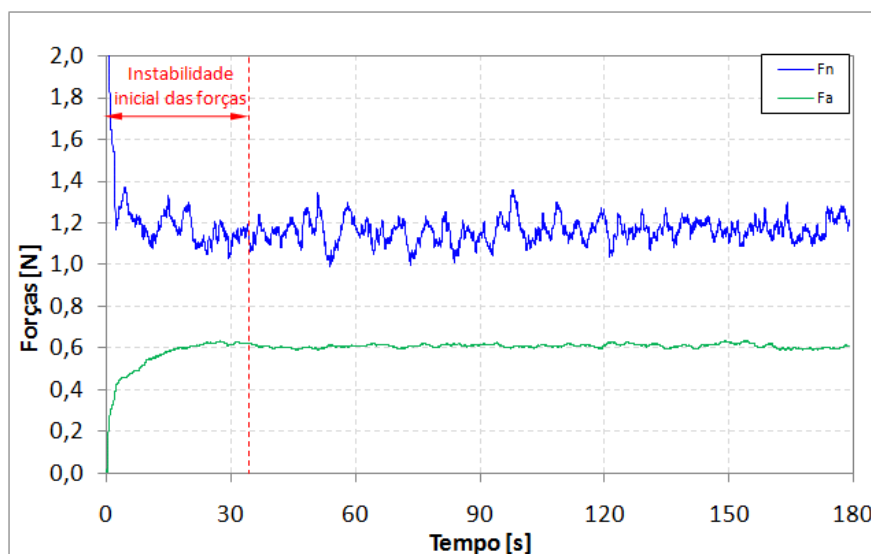


Figura 5.38 – Evolução das forças normal e de atrito durante o ensaio de micro-abrasão para o aço 18Cr8Ni.

O cálculo do coeficiente de atrito foi efetuado tomando-se a média das forças no intervalo dos trinta segundos finais de ensaio, desprezando-se a parte inicial onde há uma maior instabilidade, Figura 5.38. Com este procedimento pode ser visto a evolução do coeficiente de atrito para cada intervalo de três minutos em todos os materiais, Figura 5.39, cuja interrupção do ensaio é necessária para a medida da calota e cálculo do coeficiente de desgaste k , mostrado na Figura 5.36.

Como na Figura 5.36 o coeficiente de desgaste k estabiliza-se após o 15º minuto de ensaio. O coeficiente de atrito para os materiais foi calculado como média de seis pontos (do 15º ao 30º minuto dos dados da Figura 5.39) para cada ensaio, num total de três ensaios por condição, sendo apresentados na Figura 5.40.

Conforme pode ser visto não há uma distinção entre os valores de coeficiente de atrito em função dos diferentes materiais testados. Este comportamento é confirmado por análise de variância, indicando que a diferença entre os dados não é significativa. Dessa forma não há um nível de energia gasta na superfície sob a forma de atrito que justifique uma diferença entre os materiais. Em seguida, os resultados de coeficiente de desgaste foram comparados com as propriedades mecânicas e tamanho de grão, Figura 5.41.

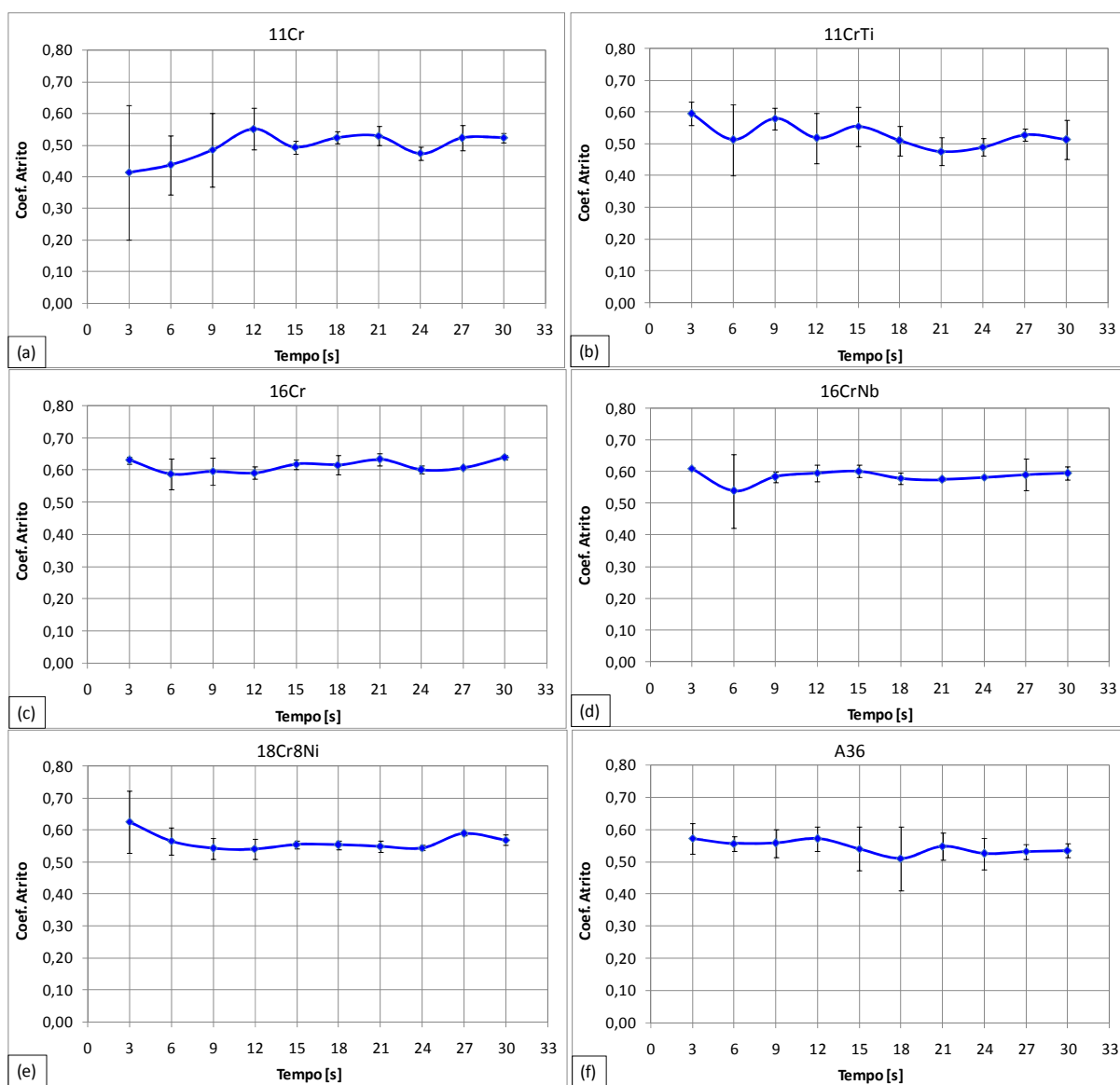


Figura 5.39 – Coeficiente atrito no ensaio de micro-abrasão: (a) 11Cr, (b) 11CrTi, (c) 16Cr, (d) 16CrNb, (e) 18Cr8Ni, (f) A36.

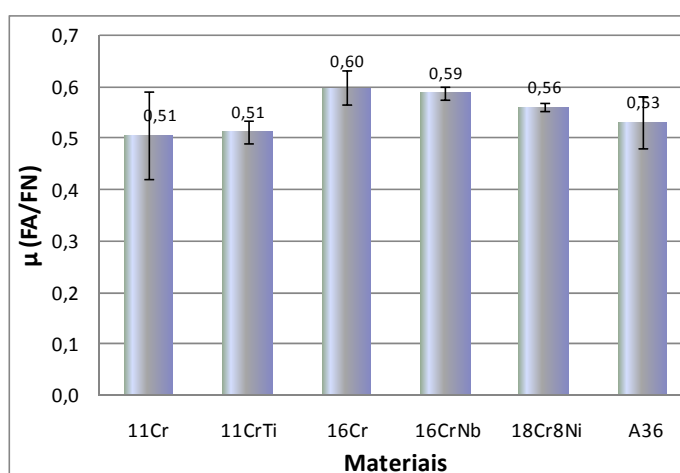


Figura 5.40 – Coeficiente atrito no ensaio de micro-abrasão.

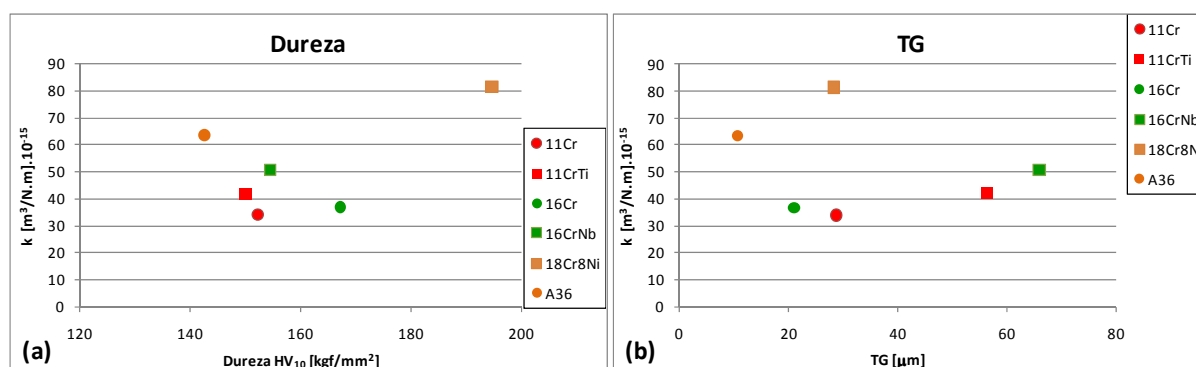


Figura 5.41 – Coeficiente de desgaste k em função da (a) dureza e do (b) tamanho de grão.

Não há uma correlação considerando-se diretamente a dureza (Figura 5.41a) e o tamanho de grão (Figura 5.41b) para estes materiais. A maior resistência ao desgaste para maior dureza é reportado por Zum Gahr (1987), considerando-se aços recozidos de estrutura CCC, sendo a mesma estrutura dos aços 11Cr, 11CrTi, 16Cr, 16CrNb e o A36. Este último é o de menor dureza e de menor resistência ao desgaste entre eles. Excetua-se o 18Cr8Ni, que por ser CFC não se enquadra neste postulado de Zum Gahr (1987).

Na metodologia adotada por Mendes (2007) os materiais foram separados por grupos semelhantes para análise, por possuírem a possibilidade de sofrer as mesmas modificações estruturais ou de características físico-química. Nesse aspecto os aços 11Cr e 16Cr, sem estabilização, são mais duros e tem maior resistência ao desgaste do que os aços 11CrTi e 16CrNb, seus semelhantes estabilizados.

Xu et al. (2013) ainda citam a tendência secundária de maior coeficiente de desgaste para maior tamanho de grão. Mostrando ser realmente secundária, o aço A36 é o de menor tamanho de grão e um dos piores em resistência ao desgaste. Para o aço 18Cr8Ni outros mecanismos como transformação de fase e baixa energia de falha de empilhamento devem estar associados, pois é o material mais duro e tem o maior coeficiente de desgaste k . Para melhor entendimento foram executadas análises via MEV das calotas de desgaste, Figura 5.42.

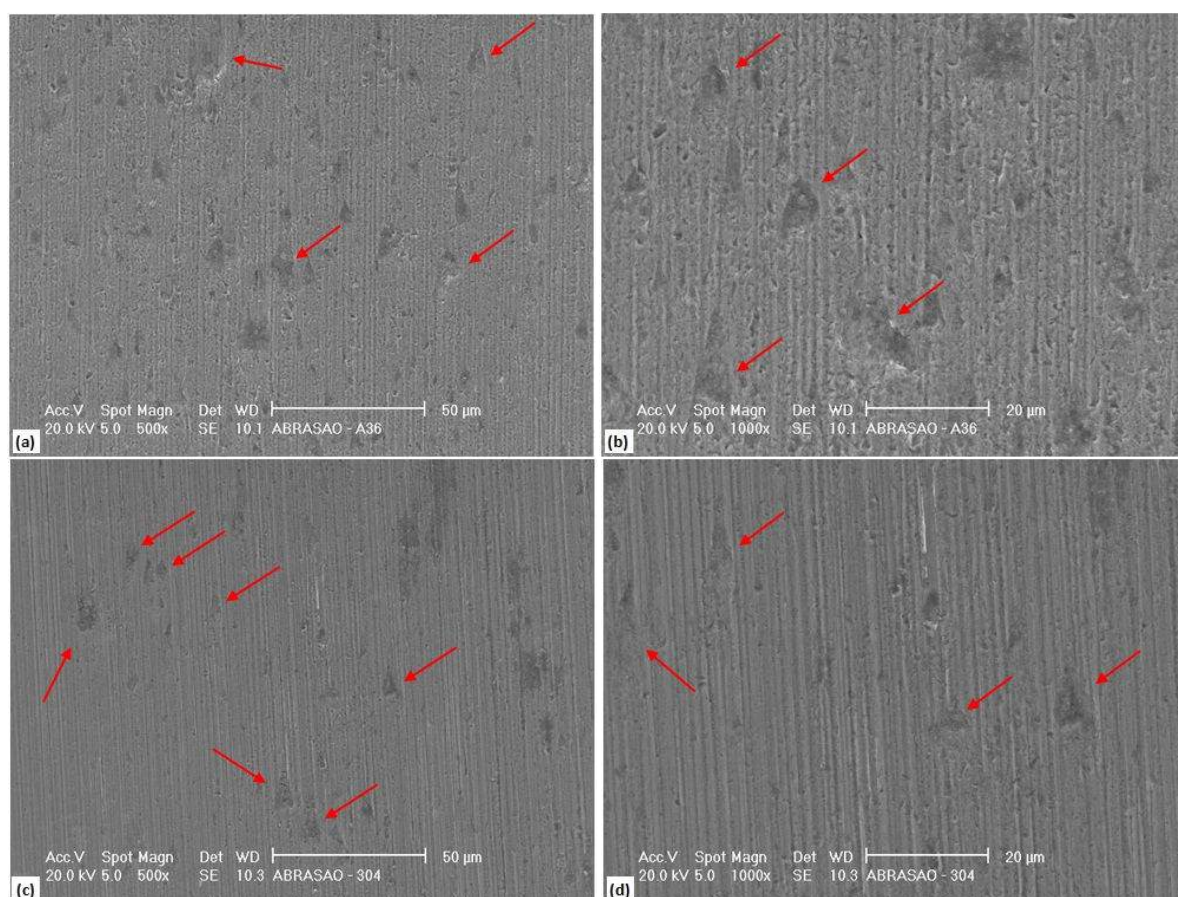


Figura 5.42 – Análise via MEV da superfície após ensaio de desgaste: (a) (b) A36 e (c) (d) 18Cr8Ni.

Para estes dois materiais percebe-se a predominância do mecanismo de deslizamento de partículas. Há também indícios de arrancamento de material da superfície, removendo fragmentos maiores destes que são os dois materiais a apresentarem os maiores coeficientes de desgaste k . Este mesmo fenômeno foi observado nas amostras dos aços 16CrNb e 11CrTi, Figura 5.43.

Além das pistas de desgaste evidenciando o evento abrasivo na superfície das amostras, observa-se também o possível fenômeno de arrancamento de material. Para confirmação do arrancamento ou não de fragmentos da superfície, avaliação via analisador de topografia de superfície foi executada em amostras dos aços 16CrNb e 18Cr8Ni, Figura 5.44.

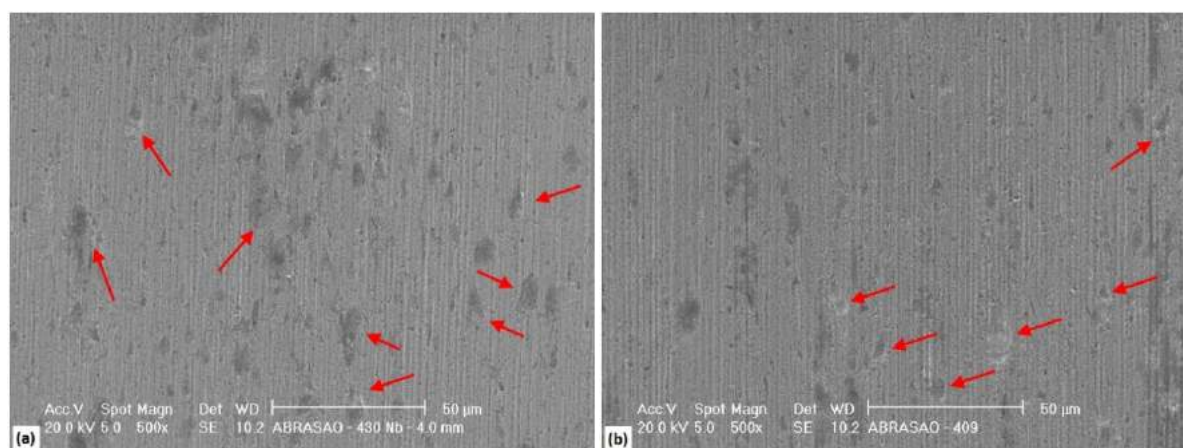


Figura 5.43 – Análise via MEV da superfície após ensaio de desgaste: (a) 16CrNb e (b) 11CrTi.

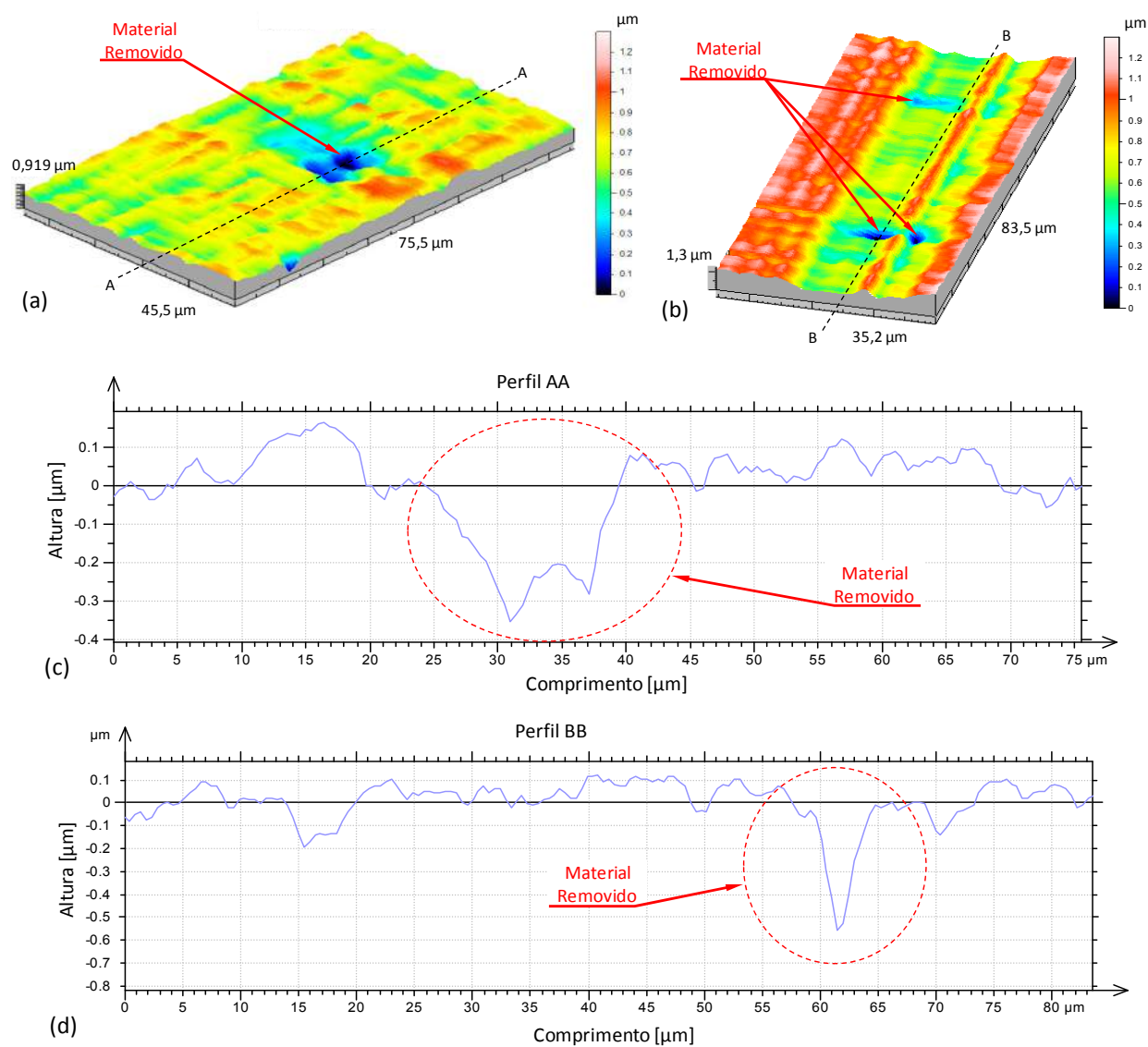


Figura 5.44 – Avaliação via analisador de topografia da superfície após ensaio de desgaste: Topografia (a) 16CrNb e (b) 18Cr8Ni. Perfil (c) 16CrNb e (d) 18Cr8Ni.

Observam-se os sulcos mais profundos devido à abrasão, tanto no aço 18Cr8Ni quanto no aço 16CrNb, além dos eventos localizados confirmando a remoção de material. Pelas topografias (Figura 5.44a e Figura 5.44b) podem ser observadas as regiões de onde o material foi removido e pelos perfis (Figura 5.44c e Figura 5.44d) a profundidade destes eventos.

Por último, os materiais de melhor desempenho, 16Cr e 11Cr, também foram submetidos a análise via MEV, Figura 5.45.

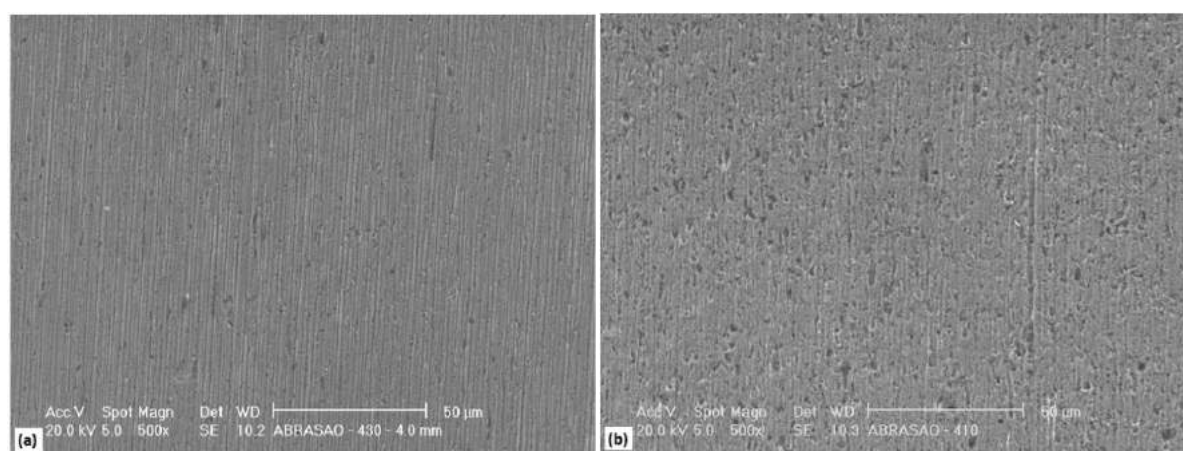


Figura 5.45 – Análise via MEV da superfície após ensaio de desgaste: (a) 16Cr e (b) 11Cr.

Por serem os materiais de maior resistência ao desgaste, os eventos localizados de arrancamento de material são menos evidenciados.

Dois materiais dos que apresentaram o fenômeno de destacamento superficial, um ferrítico (16CrNb) e um austenítico (18Cr8Ni) foram submetidos a 20% de deformação por laminação a frio, objetivando entender a influência da deformação a frio neste fenômeno. Para isto foi utilizado um laminador piloto de laboratório, com cilindros de trabalho de $\phi = 254$ mm, e velocidade periférica dos cilindros de 13 m/min. Em seguida foram realizados ensaios de dureza nas amostras deformadas, Tabela 5.7.

Tabela 5.7 - Resultados de dureza HV_{10} antes e após 20% de deformação a frio.

Aço	Sem deformação	20% deformado a frio
16CrNb	154 ± 1	209 ± 3
18Cr8Ni	195 ± 3	326 ± 2

Houve um endurecimento das amostras devido ao trabalho a frio, e o aço 18Cr8Ni que era o mais duro, continuou sendo o mais duro após esta etapa. Posteriormente as amostras foram submetidas a ensaios por micro-abrasão, Figura 5.46.

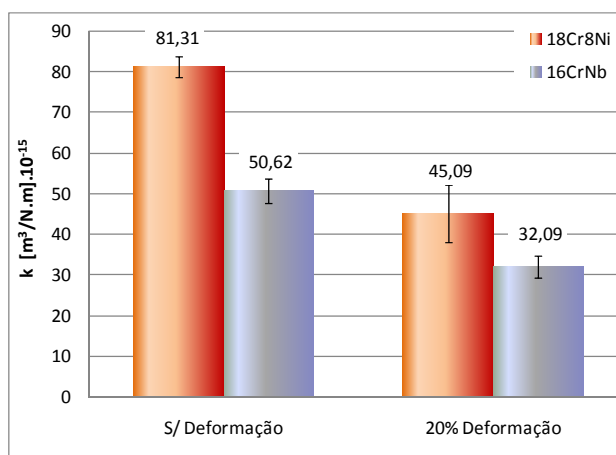


Figura 5.46 – Coeficiente de desgaste k para os aços 18Cr8Ni e 16CrNb antes e após 20% de deformação por laminação a frio.

Conforme pode ser verificado o aço 16CrNb era mais macio e mais resistente ao desgaste do que o aço 18Cr8Ni. Houve aumento da dureza e redução do coeficiente de desgaste k para os dois materiais após a laminação a frio, mas o aço 18Cr8Ni manteve a maior dureza e menor resistência ao desgaste em relação ao aço 16CrNb. As calotas de desgaste foram submetidas a avaliação superficial via MEV, Figura 5.47.

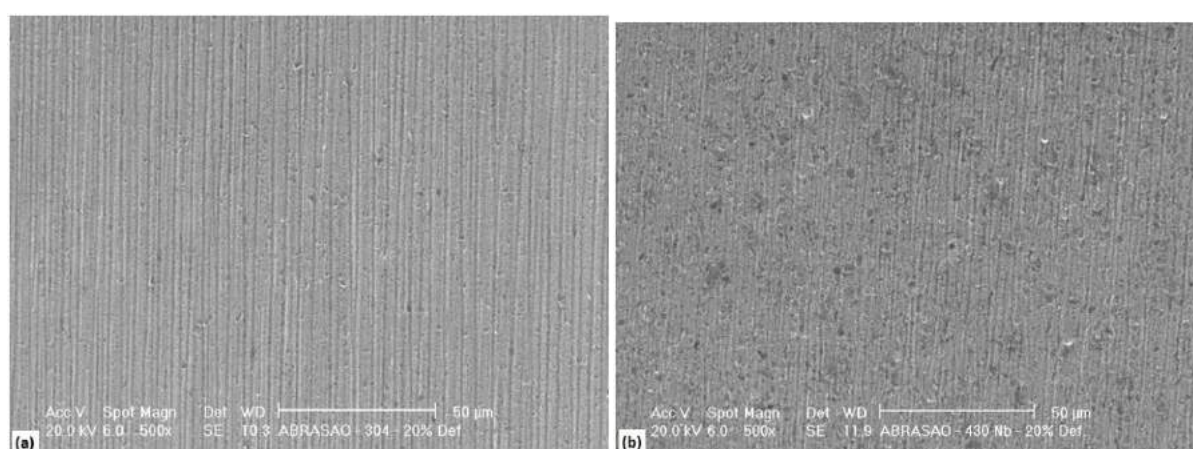


Figura 5.47 – Análise via MEV, após ensaio de desgaste, da superfície das amostras submetidas a 20% de deformação a frio: (b) 18Cr8Ni e (a) 16CrNb.

Nota-se as pistas de desgaste evidenciando o deslizamento de partícula. Também é observado que o arrancamento de material na superfície foi minimizado. O aumento da resistência ao desgaste pode ser justificada em parte pela redução do fenômeno de arrancamento para os dois materiais.

Um maior endurecimento abaixo da calota de desgaste poderia justificar a melhor performance do aço 16CrNb em relação ao 18Cr8Ni. Neste sentido foram executadas medidas de microdureza ($HV_{0,05}$) abaixo da calota de desgaste nos materiais, com e sem deformação a frio prévia, Figura 5.48.

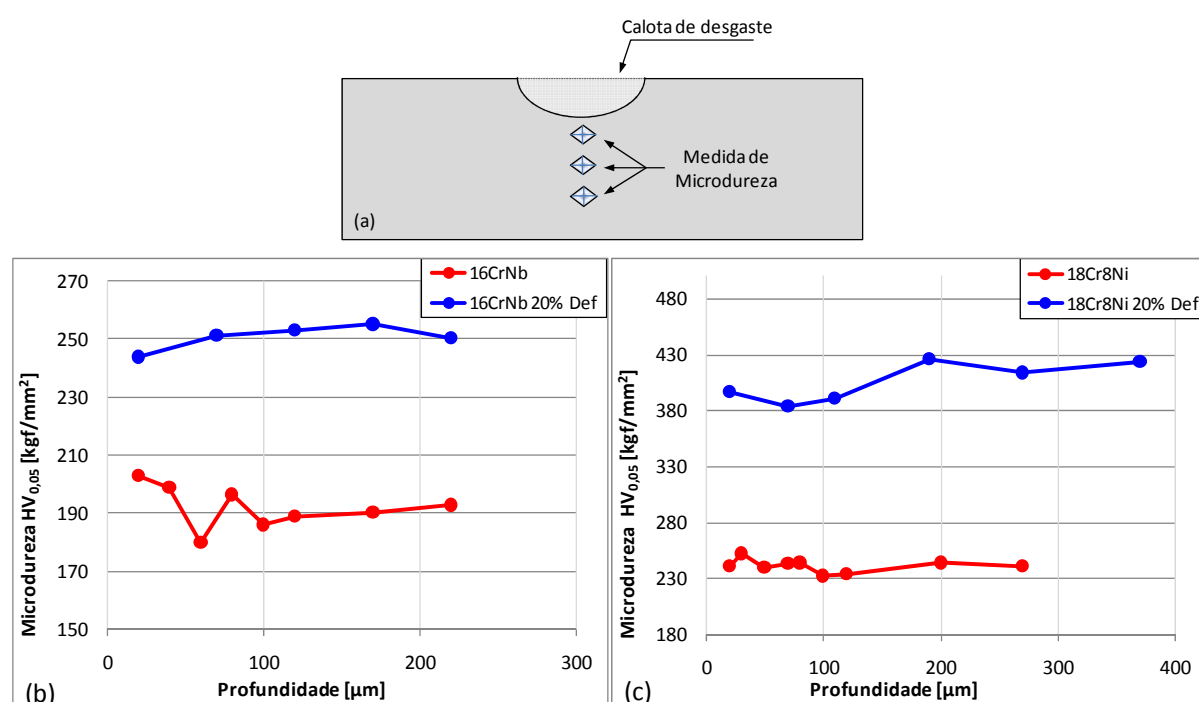


Figura 5.48 – (a) Esquema do mapeamento das medidas de microdureza Vickers nas amostras com e sem 20% de deformação a frio: (b) 16CrNb (c) 18Cr8Ni.

Para os dois materiais testados, com e sem os 20% de deformação antes do ensaio, não há uma mudança no perfil de dureza devido a um possível encruamento abaixo da calota formada. Também foram realizadas medidas de microdureza na superfície das amostras, dentro e fora da calota de desgaste, Figura 5.49.

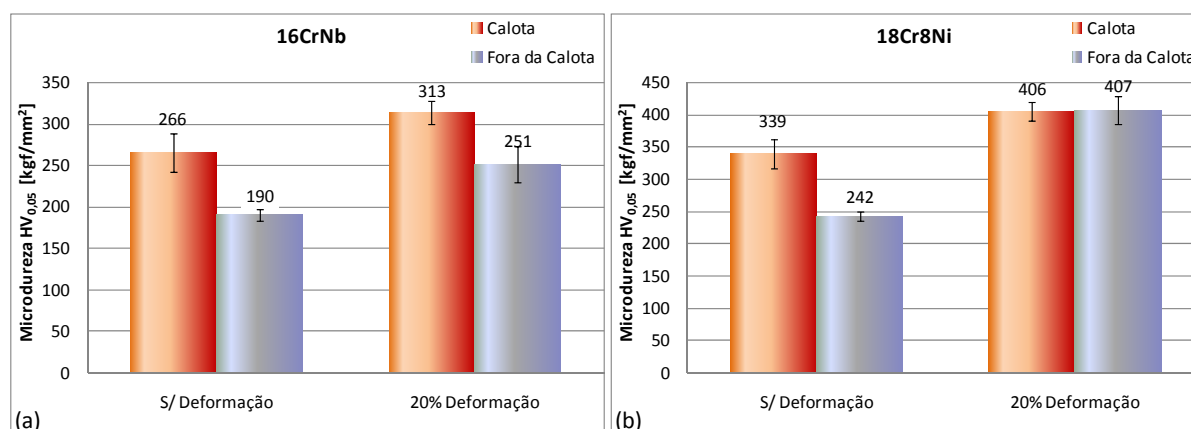


Figura 5.49 – Medidas de microdureza $HV_{0,05}$ na superfície das amostras com e sem deformação prévia, dentro e fora da calota. (a) 16CrNb e (b) 18Cr8Ni.

Para as amostras sem deformação a frio prévia, tanto para o aço 16CrNb quanto para o 18Cr8Ni, fica notório um aumento de dureza dentro da calota de desgaste em relação à superfície fora da calota. Após a deformação a frio, somente o aço 16CrNb tem aumento de dureza dentro da calota. O aço 18Cr8Ni após a deformação a frio tem praticamente a mesma dureza dentro e fora da calota de desgaste. Em todas as condições o aço 18Cr8Ni é mais duro do que o aço 16CrNb, de forma que estes dados não justificam o melhor desempenho do aço 16CrNb em relação ao 18Cr8Ni em desgaste abrasivo, assunto este a ser tratado em trabalhos futuros.

Embora existam na literatura várias citações evidenciando a pouca, ou nenhuma, eficiência da deformação a frio prévia no efeito da resistência ao desgaste (AMBRISH et al., 1981; KHRUSCHOV, 1957; KHRUSCHOV, 1974, ZUM GAHR, 1987), os resultados apresentados na Figura 5.46 mostram uma exceção. Toppo et al. (2009) estudando desgaste por deslizamento pino sobre disco evidenciaram uma flutuação da resistência ao desgaste de alguns aços com diferentes teores de carbono previamente deformados. Foi utilizado pino de aço carbono temperado, velocidade de 0,5 m/s e tensão de contato entre 0,4 e 5,6 MPa. Observou-se em alguns dos materiais testados que a taxa de desgaste aumenta inicialmente, mas cai em seguida, com o aumento da pré-deformação. Segundo Toppo et al. (2009) há um nível ótimo de deformação para que haja um efeito positivo na resistência ao desgaste, e este nível varia em função tipo de aço e estrutura. Em desgaste abrasivo, Yan et al. (2007) utilizaram dois tipos de abrasivos com dureza distintas, 500 HV (sílica $\phi = 250-400 \mu\text{m}$) e

1800 HV (lixa $\phi = 100\text{-}120\text{ }\mu\text{m}$), e concluíram que para abrasivos mais macios há a influência da deformação a frio prévia em aumentar a resistência ao desgaste.

Allen et al. (1982) executaram ensaios de desgaste em aços inoxidáveis ferríticos (AISI 430 e 3CR12, que são similares aos 16Cr e 11Cr) e austeníticos (AISI 304, similar ao 18Cr8Ni, e AISI 316), além de um aço baixo carbono. Utilizando um equipamento pino sobre lixa, carga de 20 N, Al_2O_3 $\phi = 300\text{ }\mu\text{m}$ encontraram um melhor desempenho para os aços austeníticos AISI 316 e AISI 304. No caso da Figura 5.37, utilizou-se um abrasivo mais macio e menor (SiO_2 $\phi = 3,4\text{ }\mu\text{m}$) e carga mais baixa (1,42 N) o que tornou o sistema menos severo e levou a uma inversão de resultados, com o pior desempenho para o aço 18Cr8Ni. Isto evidencia a influência do tribossistema sobre a resistência ao desgaste. De acordo com Zum Gahr (1987), em geral, estruturas austeníticas resultam em melhor resistência ao desgaste se submetidas a trabalho a frio suficiente para que ocorra sua transformação em martensita durante a abrasão. Esta severidade está mais associada ao ensaio pino sobre lixa do que ao ensaio de micro-abrasão utilizado para gerar os dados da Figura 5.37. Este efeito foi observado por Majid et al. (2010) utilizando amostras de aço carbono-manganês metaestável, sob a forma de pinos $\phi = 10\text{ mm}$, em ensaios pino sobre disco de rebolo abrasivo de Al_2O_3 “grit 46” e cargas variando entre 30 e 90 N. O melhor desempenho ao desgaste foi alcançado para maiores cargas, que promoveram suficiente endurecimento do material por deformação. Segundo ANGUS (1979), nesses materiais uma parcela da energia mecânica é absorvida pela transformação martensítica, mas, caso não haja suficiente deformação a frio a capacidade de resistência ao desgaste é limitada.

Sendo o ensaio de micro-abrasão considerado menos severo, pela intensidade das tensões aplicadas, este processo poderia não ser severo o suficiente para promover um aumento de dureza necessária à melhoria da resistência ao desgaste.

Visando comparar as tensões atuantes nas amostras durante o ensaio de abrasão e de laminação a frio, foram executados os cálculos considerando as duas condições. Inicialmente utilizou-se os dados ao final do ensaio de desgaste abrasivo para amostras do aço 18Cr8Ni, sendo:

$A_{se} = 1,77\text{ mm}$, área real do segmento esférico da calota de desgaste, Figura 5.50a;

$\phi = 6,7\text{ }\mu\text{m}$, diâmetro médio abrasivo de SiO_2 , considerando os 15% das partículas maiores, vista a influência to tamanho do abrasivo reportado por Santana (1994);

$A_{ut} = 1,60$ mm, área útil ocupada pelos abrasivos dentro da calota de desgaste, considerando o abrasivo esférico, com todas as partículas de mesma dimensão ($\phi = 6,7$ μm) e uma distribuição hexagonal na área real do segmento esférico da calota, Figura 5.50b;

$$N_{Abr} = \frac{A_{ut}}{\text{Área unitária coberta por um abrasivo}} = 4,5 \times 10^4, \text{ número de abrasivos na calota};$$

$F_n = 1,42$ N, força normal aplicada;

$F_{n_{Abr}} = 3,13 \times 10^{-5}$ N, força normal aplicada em um único abrasivo assumindo-se uma distribuição de carga uniforme.

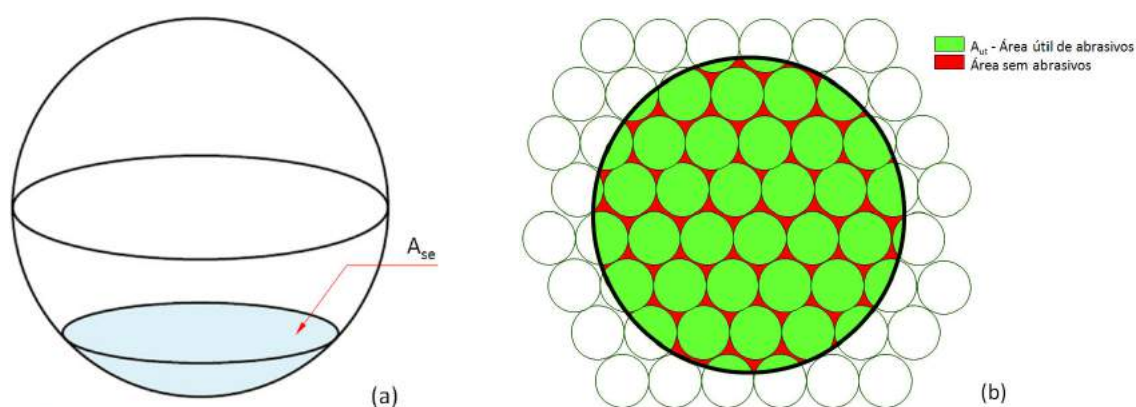


Figura 5.50 – Esquema representando: (a) A_{se} – área do segmento esférico da calota de desgaste. (b) A_{ut} – área ocupada coberta pelos abrasivos dentro do segmento esférico.

Para o cálculo da tensão máxima devido ao contato do abrasivo com a amostra utilizou-se a teoria de Hertz (JOHNSON, 2003). Sendo o raio do abrasivo 6,7 μm pode-se afirmar que o raio da calota de desgaste com 12,7 mm é muito maior, e que a calota se comporta como uma superfície plana, de raio infinito. Considerando-se a largura de contato $2a$ (sendo a o raio da área circular de contato entre o abrasivo e a chapa) ser da ordem de nanômetro e o raio da calota ser da ordem de milímetro, a suposição do contato de esfera sobre plano (raio da calota infinito) nos cálculos de tensão conforme teoria de Hertz pode ser considerada aceita. As informações dos materiais estão listadas na Tabela 5.8:

Tabela 5.8 – Dados dos materiais utilizados.

F_{nAbr}	$1,90 \times 10^{-5} \text{ N}$	
$E (\text{SiO}_2)$	71 GPa	Módulo de elasticidade
$E (18\text{Cr}8\text{Ni})$	210 GPa	Módulo de elasticidade
$\nu (\text{SiO}_2)$	0,17	Coefficiente de Poison
$\nu (18\text{Cr}8\text{Ni})$	0,33	Coefficiente de Poison
R_1	∞	Raio da calota infinito, conforme descrito anteriormente
R_2	3,35 μm	Raio do abrasivo

A tensão máxima de cisalhamento τ_1 é descrita pela Eq. 5.1:

$$\tau_1 = \frac{p_0}{a} \{z - z^2(a^2 + z^2)^{-1/2}\} \quad \text{Eq. 5.1}$$

Onde:

$p_0 = \frac{3(F_{nAbr})}{2\pi a^2}$, a pressão máxima de contato entre a chapa e o abrasivo.

$a = \left(\frac{3(F_{nAbr})R_e}{4E^*} \right)^{1/3}$, sendo a o raio da área circular de contato entre o abrasivo e a chapa, e z é a posição na espessura da chapa.

$\frac{1}{R_e} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}$, raio de contato equivalente, levando-se em consideração que o raio da calota é assumindo ser infinito.

$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2}$, módulo elástico equivalente no contato.

Tem-se que a tensão de cisalhamento máxima é $\tau_1 = 357 \text{ MPa}$, para $z = 87 \text{ nm}$, conforme Figura 5.51.

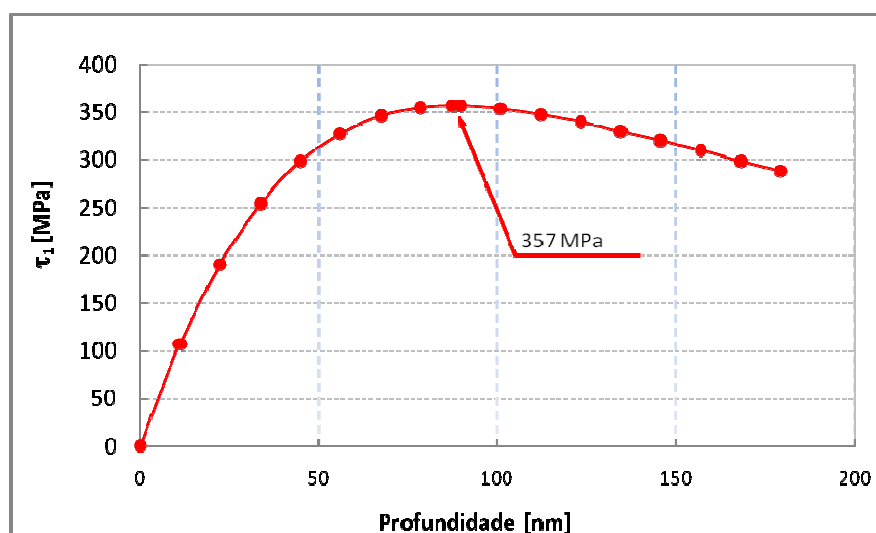


Figura 5.51 - Perfil da tensão de cisalhamento ao longo da espessura devido ao contato entre a partícula de abrasivo e a chapa.

A tensão máxima de cisalhamento τ_1 e a profundidade z que ocorrem nos ensaios de Allen et al. (1982) e Majid et al. (2010) foram também calculadas e listadas na Tabela 5.9, em comparação aos dados de micro-abrasão do presente trabalho.

Tabela 5.9 – Tensão máxima de cisalhamento τ_1 e profundidade z .

Abrasivo	ϕ [μm]	F_n [N]	τ_1 [MPa]	z [μm]	Referência
Al_2O_3	300	20	505	2,1	Allen et al. (1982) (Pino sobre lixa)
Al_2O_3 (Grit 46)	356	30	535	2,6	Majid et al. (2010) (Pino sobre disco abrasivo)
Al_2O_3 (Grit 46)	356	90	771	3,8	Majid et al. (2010) (Pino sobre disco abrasivo)
SiO_2	3,35	1,42	357	$8,7 \times 10^{-2}$	Micro-abrasão do presente trabalho

Observa-se que na micro-abrasão a tensão máxima de cisalhamento τ_1 é menor do que nos ensaios pino sobre lixa de Allen et al. (1982) e pino sobre disco de Majid et al. (2010). Evidencia-se ainda a ocorrência desta tensão a uma profundidade menor (87 nm), o que juntamente com a tensão mostra ser um ensaio menos severo.

De forma comparativa, efetuou-se o cálculo da tensão aplicada durante o processo de laminação para produzir as amostras pré-deformadas que foram submetidas ao ensaio de

desgaste. Durante o processo de laminação a chapa é submetida ao estado plano de deformação, ou seja, há deformação no plano da espessura vs. comprimento da chapa, sendo: (e_1) Deformação aumentando o comprimento, (e_2) sem deformação plástica da largura da chapa e (e_3) deformação reduzindo a espessura. As tensões atuantes são de compressão pelo cilindro de laminação (σ_3), de restrição da largura (σ_2) e neste caso não há tração (σ_1) no sentido do comprimento da chapa, Figura 5.52.

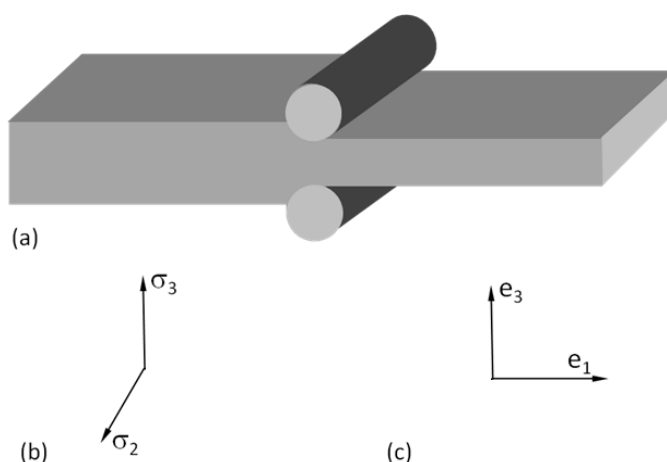


Figura 5.52 – (a) Esquema de uma chapa submetida à laminação. (b) Esquema de tensões (c) e deformações atuantes no sistema.

Não havendo tração, $\sigma_1 = 0$. Como há a restrição da deformação nas duas extremidades da largura da chapa devido à tensão de compressão, $\sigma_2 = 0,5\sigma_3$. Estes dados podem ser analisados pelo critério de von Mises, Eq. 5.2, para determinar a tensão efetiva de deformação σ_0 , o que permite comparar sistemas sob ação de diferentes tensões (DIETER, 1986).

$$\sigma_0 = \frac{1}{\sqrt{2}} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2]^{0,5} \quad \text{Eq. 5.2}$$

Utilizando-se as condições do estado de tensões, σ_1 , σ_2 e σ_3 , que se aplica à laminação sem tração, tem-se (Eq. 5.3):

$$\sigma_0 = \frac{1}{\sqrt{2}} [(0 + 0,5\sigma_3)^2 + (0 - \sigma_3)^2 + (0,5\sigma_3 - \sigma_3)^2]^{0,5}$$

$$\sigma_0 = 0,87 \sigma_3 \text{ ou } \sigma_3 = 1,15 \sigma_0$$

Eq. 5.3

Assim, a tensão necessária para causar a deformação durante a laminação é aproximadamente 15% maior do que a necessária para promover a deformação por compressão ou tração pura.

A tensão necessária para promover 20% deformação por tração pura no aço 18Cr8Ni é aproximadamente 580 MPa, Figura 5.53, obtida conforme procedimento descrito no item 4.2.3.

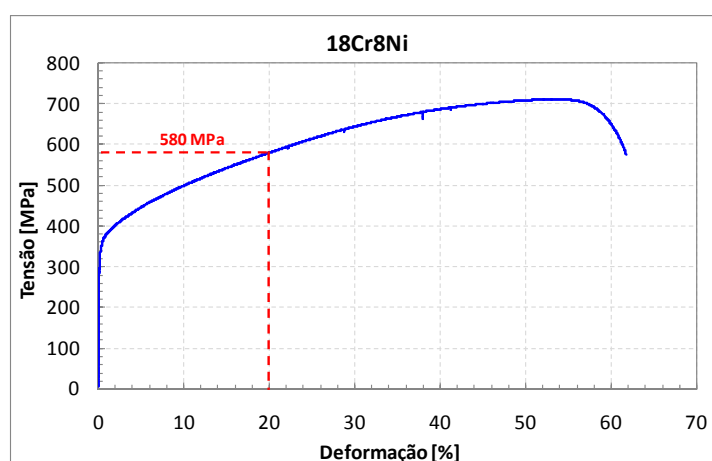


Figura 5.53 – Curva Tensão vs. Deformação para o aço 18Cr8Ni.

Aplicando-se este valor à Eq. 5.3 tem-se que a tensão efetiva para obter 20% de deformação por laminação a frio é igual a 667 MPa. Sendo a tensão de cisalhamento τ_0 dada pela Eq. 5.4, tem-se:

$$\tau_0 = \frac{\sigma_0}{2} = 334 \text{ MPa}$$

Eq. 5.4

A tensão de cisalhamento máxima (357 MPa) na abrasão é maior do que a tensão máxima de cisalhamento no processo de laminação (334 MPa). Embora seja maior, esta ocorre muito próximo à superfície, a 87 nm, em que a fração transformada em martensita pode ser removida pelo processo abrasivo. O processo de laminação é responsável pela redução de

20% da espessura, de 6,0 para 4,8 mm, o que promove uma maior formação de martensita induzida por deformação na amostra. Para avaliar esta formação de martensita induzida por deformação, foram executadas análises de difração de raios x. Utilizou-se o equipamento do fabricante Philips, modelo X'Pert PRO MPD, na configuração para análise de fases com um tubo de cobre que trabalha com comprimento de onda $\lambda = 1,542 \text{ \AA}$ e ângulo de varredura 2θ entre 10 e 120° , Figura 5.54.

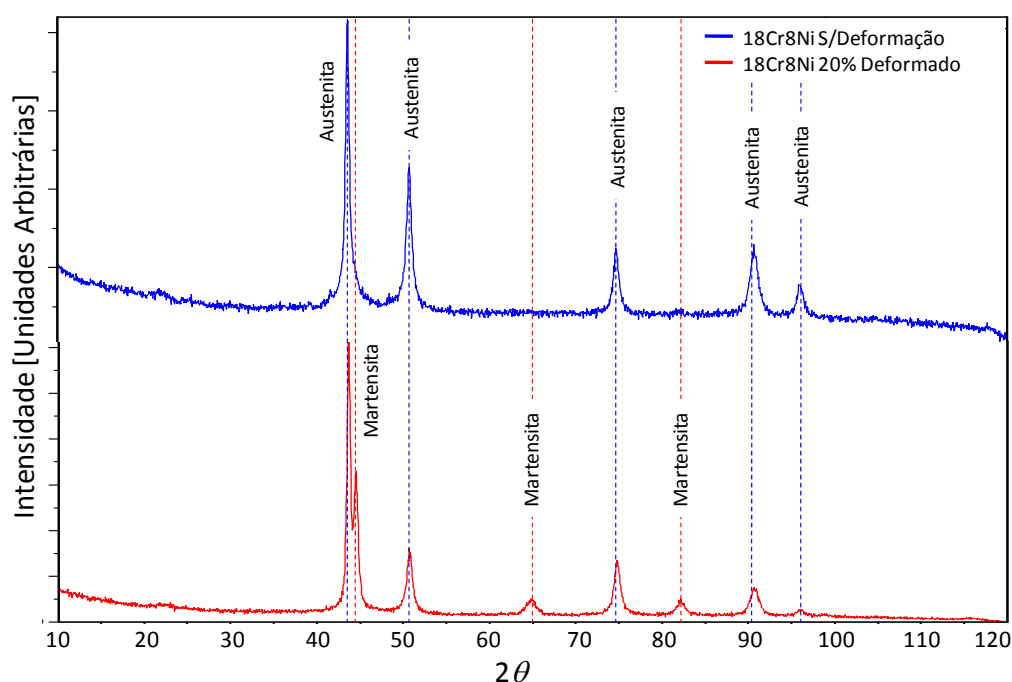


Figura 5.54 – Espectros de difração de raios x das amostras de 18Cr8Ni.

Conforme observado, o aço 18Cr8Ni antes de ser deformado apresenta somente os picos característicos da austenita. Após a 20% de deformação por laminação a frio o mesmo apresenta os picos característicos da martensita gerada por deformação mecânica. A avaliação da estrutura metalográfica das regiões abaixo e fora da calota para os materiais com e sem deformação foram executadas após polimento eletrolítico de ataque com solução Behara (125 ml H₂O, 25 ml HCl, 3 g bifluoreto de amônia e 0,2 g metabissulfito de potássio), Figura 5.55.

Em relação ao aço 18Cr8Ni sem prévia deformação não se percebe a formação de martensita induzida por deformação abaixo da calota em função do desgaste, Figura 5.55a, ficando a estrutura similar à região fora da calota, Figura 5.55b. Isto mostra que a deformação não foi o suficiente para ativar este fenômeno apenas pelo evento de desgaste.

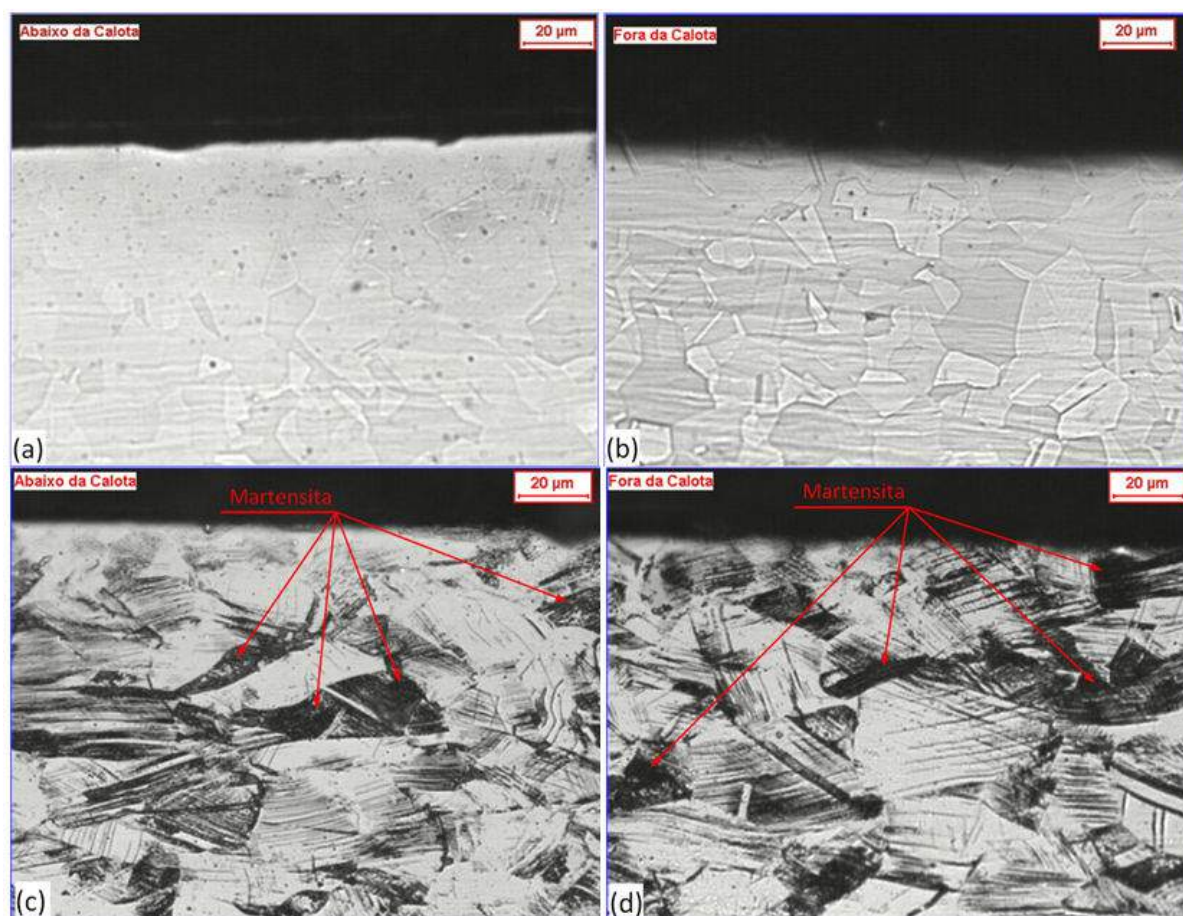


Figura 5.55 – Estrutura do aço 18Cr8Ni. (a) Abaixo da calota de desgaste e (b) fora da calota de desgaste para amostras sem deformação. (c) Abaixo da calota de desgaste e (d) fora da calota de desgaste para amostras com 20% deformação.

Após 20% deformação por laminação a frio há a formação de martensita conforme evidenciado pela difração de raios x. Mas em relação às regiões abaixo da calota (Figura 5.55c) e fora da calota (Figura 5.55d) também não há mudanças na estrutura do material previamente deformado. A martensita gerada por deformação, fases mais escuras (ASM, 1985; GONZALEZ, 2003), são distribuídas tanto na região abaixo da calota quanto fora da região da calota de desgaste. Em seguida, medidas de microdureza também foram efetuadas para as amostras com e sem deformação, Figura 5.56.

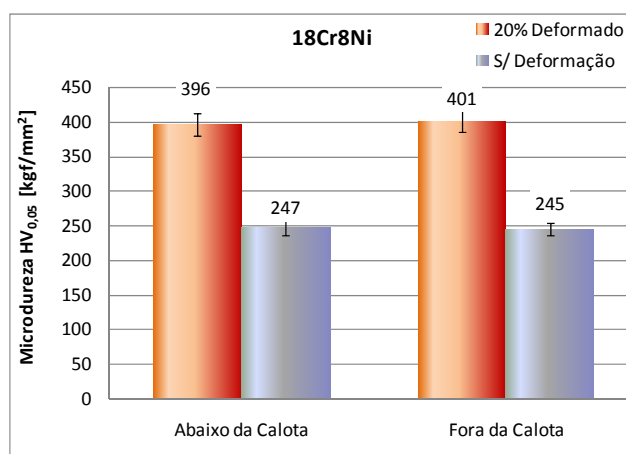


Figura 5.56 – Microdureza HV_{0,05} próxima à superfície abaixo da calota e fora da região da calota para as condições com e sem 20% deformação.

Nas medias da microdureza executadas nas regiões abaixo e fora da calota não se percebe diferença entre as duas regiões, tanto para o material sem deformação quanto para o deformado, sendo confirmada estatisticamente após análise de variância. Tal fato constitui em um indicativo de que não houve endurecimento abaixo da calota pelo processo abrasivo.

O processo de deformação pela ação do desgaste abrasivo não promove a formação de martensita com tanta intensidade quanto no processo de laminação a frio. A martensita formada após 20% de deformação levou ao aumento de dureza do aço 18Cr8Ni, o que resultou em aumento da resistência ao desgaste no aço 18Cr8Ni.

Conclusões Parciais

Com a medida das forças normal e de atrito é possível se ter uma orientação sobre a fração de energia gasta sob a forma de atrito na superfície de contato.

O aço A36 tem a menor dureza e também a menor resistência ao desgaste entre os materiais ferríticos. Entre todos os materiais, o mais duro e também o de pior resistência ao desgaste é o aço 18Cr8Ni, sendo um comportamento que pode estar associado a fatores metalúrgicos, por ser o único de estrutura austenítica.

Quando separados por grupos de composição química, os aços não estabilizados são os mais duros e tem melhor desempenho do que os aços estabilizados ao Ti e Nb. Há um compromisso secundário de maior resistência ao desgaste para um menor tamanho de grão.

Os aços 16CrNb e 18Cr8Ni após a deformação de 20% por laminação a frio melhoram o desempenho em desgaste, mas o 16CrNb continuou mais macio e mais resistente ao desgaste do que o aço 18Cr8Ni. Avaliando-se o perfil de tensões para o aço 18Cr8Ni constatou-se que durante a abrasão a tensão máxima é maior do que na laminação. Por outro lado, ocorre muito próximo à superfície, de forma que não produz um endurecimento tão expressivo como durante a laminação a frio, o que justifica o aumento da resistência ao desgaste com a pré-deformação.

5.6.3 - Ensaio de Micro-Abrasão para Diferentes Texturas Cristalográficas dos Aços 16Cr e 16CrNb

Objetivando a avaliação da influência da textura cristalográfica na resistência ao desgaste abrasivo, utilizou-se as amostras dos aços 16Cr e 16CrNb desbastadas para 3,6 e 2,0 mm. Além dessas, os resultados para as amostras de 4,0 mm de espessura sem desbaste do item 4.3.6.3 foram utilizadas nesta etapa para efeito de comparação, estando os resultados de coeficiente de desgaste k apresentados na Figura 5.57.

Há uma instabilidade inicial dos ensaios sendo observada na flutuação dos valores de coeficiente de desgaste k . Esta flutuação é minimizada progressivamente no decorrer dos ensaios de forma que aos 15 minutos, todos os materiais já se encontram em regime permanente de desgaste. Com três ensaios em cada condição e considerando-se os pontos após a estabilização do coeficiente de desgaste k , média de 18 pontos, os valores foram organizados na Figura 5.58 para as diferentes posições de amostragem.

A evolução do coeficiente de desgaste k para o aço 16Cr apresenta um mínimo na posição de 3,6 mm e máximo na posição central, 2,0 mm. O desempenho varia segundo a fração percentual da textura cristalográfica de Goss $\{011\} \langle 100 \rangle$, sendo 2,2% (4,0 mm), 15,4% (3,6mm) e 1,2% (2,0 mm), Figura 5.8. Embora seja uma textura mais correlacionada à facilidade de magnetização (AHMAD et al. , 2009; DAFÉ, 2010), os estudos de Hutchinson (1984) mostraram que os planos $\{110\}$ são os que mais acumulam energia de deformação. Rodrigues (2013) encontrou uma tendência de maior limite de escoamento e maior limite de resistência para a maior intensidade dessa textura, o que pode estar relacionado à maior resistência ao desgaste.

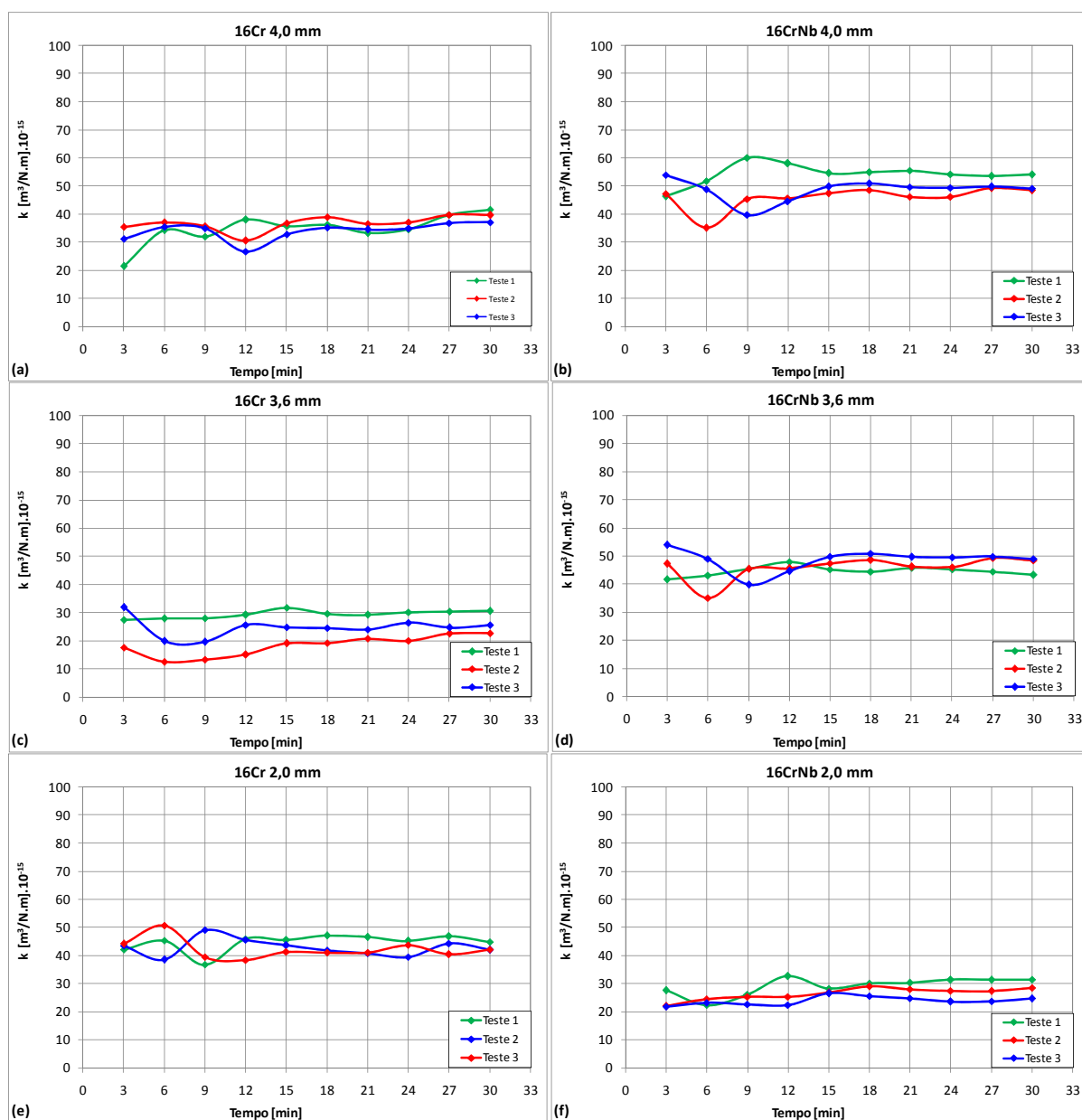


Figura 5.57 – Coeficiente de desgaste k para amostras retiradas em diferentes posições da espessura: (a) 16Cr 4,0 mm, (b) 16CrNb 4,0 mm, (c) 16Cr 3,6 mm (d) 16CrNb 3,6 mm, (e) 16Cr 2,0 mm, (f) 16CrNb 2,0 mm.

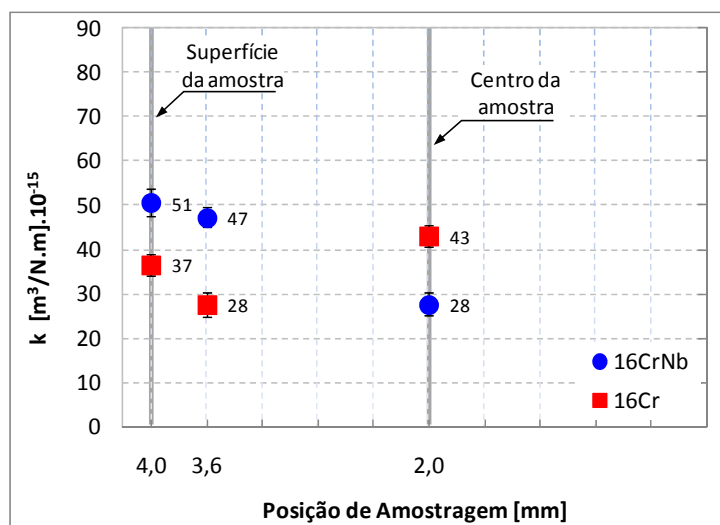


Figura 5.58 – Coeficiente de desgaste k para as diferentes posições de amostragem para os aços 16CrNb e 16Cr.

No aço 16CrNb o coeficiente de desgaste k na posição de 4,0 mm é maior em relação à de 3,6 mm, associando-se à fração percentual da textura cristalográfica de Goss, sendo 2,7% (4,0 mm) e 6,4% (3,6mm), Figura 5.9. Para essas posições trata-se do mesmo comportamento apresentado para o aço 16Cr, maior textura de Goss para a maior resistência ao desgaste. Na posição central (2,0 mm) a intensidade da textura Goss também é mínima (0,4%), mas ao contrário do que ocorre no aço 16Cr, trata-se da posição de maior resistência ao desgaste para o 16CrNb. Na tentativa de entender este comportamento diferenciado no caso do aço 16CrNb, o coeficiente de atrito mensurado durante os ensaios foi analisado, Figura 5.59.

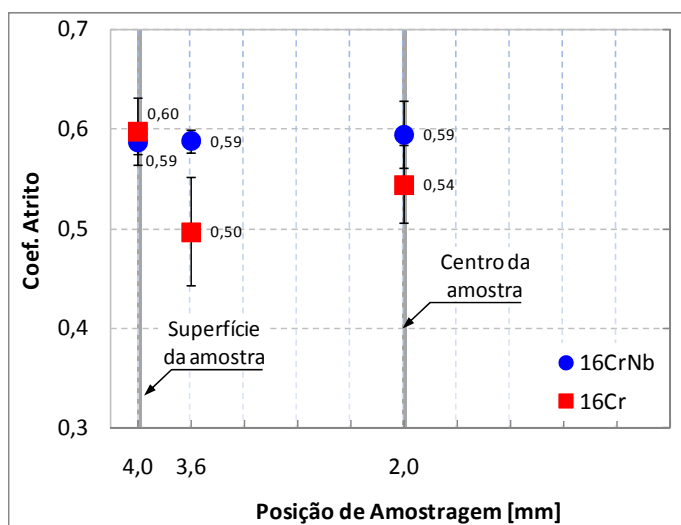


Figura 5.59 – Coeficiente atrito no ensaio de micro-abrasão para diferentes amostras dos aços 16Cr e 16CrNb.