

MIGUEL ANGEL NARVAEZ ARDILA

**INFLUÊNCIA DA NATUREZA E TOPOGRAFIA DA
SUPERFÍCIE NA MICRO-ABRASÃO E MICRO-
ABRASÃO-CORROSÃO**



Universidade Federal de Uberlândia
Faculdade de Engenharia Mecânica

2017

MIGUEL ANGEL NARVAEZ ARDILA

**INFLUÊNCIA DA NATUREZA E TOPOGRAFIA DA SUPERFÍCIE NA
MICRO-ABRASÃO E MICRO-ABRASÃO-CORROSÃO**

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 **DOCTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA**.

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação.

Orientador: Prof. Dr. José Daniel Biasoli de Mello.

UBERLÂNDIA

2017

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

A676i Ardila, Miguel Angel Narvaez, 1984-
2017 Influência da natureza e topografia da superfície na micro-abrasão e
micro-abrasão-corrosão / Miguel Angel Narvaez Ardila. - 2017.
143 f. : il.

Orientador: José Daniel Biasoli de Mello.
Tese (doutorado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa
de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.
Disponível em: <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.te.2018.24>
Inclui bibliografia.

1. Engenharia mecânica - Teses. 2. Topografia - Teses. 3. Corrosão
química - Teses. 4. Mecanismos de reações químicas - Teses. I. Mello,
José Daniel Biasoli de. II. Universidade Federal de Uberlândia.
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título.



ALUNO: Miguel Angel Narvaez Ardila

NÚMERO DE MATRÍCULA: 11313EMC019

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Materiais e Processos de Fabricação

LINHA DE PESQUISA: Tribologia e Materiais

PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA: NÍVEL DOUTORADO

TÍTULO DA TESE:

“Influência da Natureza e Topografia da Superfície na Micro-abrasão e Micro-abrasão-corrosão”

ORIENTADOR: Prof. Dr. José Daniel Biasoli de Mello

A Tese foi **APROVADA** em reunião pública, realizada no Auditório E - Bloco 5O, Campus Santa Mônica, em 06 de setembro de 2017, às 08:00 horas, com a seguinte Banca Examinadora:

NOME	ASSINATURA
Prof. Dr. José Daniel Biasoli de Mello	UFU
Prof. Dr. Márcio Bacci da Silva	UFU
Prof. Dr. Washington Martins da Silva Júnior	UFU
Prof. Dr. Cherlio Scandian	UFES
Prof. Dr. Luis Augusto Sousa Marques da Rocha	UNESP
Dr. Wilian da Silva Labiapari	Aperam

Uberlândia, 06 de setembro de 2017

“Você não pode tentar as coisas, você deve fazê-las”.

Ray Bradbury (1920 – 2012).

“Cada dia pode não ser bom, mas há algo de bom em cada dia”.

Autor desconhecido.

Dedicado a meus pais e irmã:
Reinaldo Narvaez Ariza,
Rosalba Ardila Adila
e
Angela Patricia Narvaez Adila

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao **Professor Dr. José Daniel Biasoli de Mello** pela ótima orientação no trabalho, pela motivação e empenho nos momentos decisivos do doutorado, especialmente pela ajuda recebida em momentos difíceis.

Aos meus pais, **Reinaldo e Rosalba**, que me animaram e apoiaram para continuar o caminho de pesquisa e conhecimento. E toda **minha família** que esteve me motivando e apoiando apesar da distancia.

Aos **Professores Dr. Washington Martins da Silva Jr e Dr. Marcelo Braga dos Santos** pela ajuda e diversas colaborações que vieram a enriquecer este trabalho.

Aos **Professores Dra. Henara Lillian e Dr. Alberto Arnaldo Raslan** por suas assessorias e conhecimentos que ajudaram fortalecer o trabalho.

Ao **Dr. Wilian da Silva Labiapari** pela sua contribuição e motivação ao trabalho, e principalmente pelos conselhos e apoio que tanto me serviram para minha formação pessoal, acadêmica e profissional.

Ao meu amigo, colega de laboratório e de república **Mario Martins de Oliveira Jr** pelas diversas colaborações ao trabalho e apoio em momentos de estresse.

À **Professora Regina Paula Garcia Santos** por acompanhar e contribuir na otimização do equipamento principal deste trabalho.

Aos meus colegas estudantes de pós-graduação no Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM): **Carlos Alberto Damião e Vinicius Carvalho Teles** pelas diversas colaborações. E demais estudantes e membros do Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM) que, direta e indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

Aos meus amigos no Brasil que me acolheram me abriram seus lares: **João Paulo, Letícia, Adauto, Divino** e especialmente **Pollyanna e Mariana** que revisaram gramaticalmente o texto.

Aos meus **amigos estrangeiros no Brasil** com os quais formamos uma família.

A **Adrielle e Matheus** por seu grande apoio nos meses de finalização do trabalho.

Ao programa **CNPq e CAPES** pelo apoio financeiro.

Ao programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, pela oportunidade de realizar esse curso.

ARDILA, M. A. N., **Influência da natureza e topografia da superfície na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão**, 2017. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Resumo

O trabalho tem como objetivo contribuir ao entendimento do efeito das características superficiais no desgaste abrasivo com e sem efeito corrosivo. Utilizou-se o equipamento de micro-abrasão-corrosão desenvolvido no Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM). Foi utilizado nos testes: amostras de aço inoxidável austenítico AISI 304, partículas abrasivas de sílica e velocidade de rotação de 150 rpm. Para a parte corrosiva foi usada solução eletrolítica com 1N de H_2SO_4 . Para a influência da topografia de superfície do corpo de prova o aço AISI 304 foi preparado em lixas de carbeto de silício de granulometria #80 e #4000, e com disposições de lixamento perpendicular e paralelo com respeito ao sentido de rotação da esfera. Esferas de zircônia (\varnothing 25,4 mm) foram usadas como contra-corpos. Para avaliar a influência da natureza e evolução topográfica da superfície do contra-corpo usaram-se cinco contra-corpos esféricos (\varnothing 25,4 mm): um cerâmico (nitreto de silício, Si_3N_4), um metálico (aço AISI 52100) e três polímeros termoplásticos (polipropileno, PP, poliacetal, POM, e poliamida 6,6, PA 6,6); para os testes de micro-abrasão-corrosão foram usados um cerâmico (Si_3N_4) e um polímero termoplástico (PP). Foi acompanhada a evolução topográfica ao longo dos testes nos contra-corpos por meio de interferometria e perfilometria. O deslizamento das partículas abrasivas foi predominante nas calotas geradas em todos os testes realizados. A topografia de superfície do corpo e contra-corpo mostrou ter relação com a taxa de desgaste na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão. Topografia de superfície com parâmetros de rugosidade maiores apresentam maiores taxas de desgaste, tendo maior sensibilidade na micro-abrasão-corrosão. Atribuiu-se que, com maiores valores dos parâmetros de rugosidade, consegue-se maior efetividade no arraste e participação de partículas abrasivas no contato.

Palavras chave: Micro-abrasão-corrosão, Coeficiente de atrito, Resistência ao desgaste, Topografia da superfície, Dinâmica de partículas abrasivas.

ARDILA, M. A. N., **Influence of nature and surface topography on micro-abrasion and micro-abrasion-corrosion**, 2017. PhD Thesis, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Abstract

The aim of this work is to contribute to the understanding of the effect of surface characteristics on abrasive wear with and without corrosive effect. The micro-abrasion-corrosion apparatus developed at the Tribology and Materials Laboratory (LTM) was used. The following tests were used: AISI 304 austenitic stainless steel test specimens (body), silica abrasive particles and rotational speed of 150 rpm. For the corrosive analysis, an 1N H₂SO₄ electrolytic solution was used. For the influence of the surface topography of the specimen, the AISI 304 steel was grinded using silicon carbide (SiC) (#80 and # 4000), and tested with perpendicular and parallel arrangements with respect to the direction of rotation of the sphere. Zirconia balls (Ø 25.4 mm) were used as counter bodies. In order to analyze the influence of the nature and topographic evolution of the counter-body surface, five spherical counter bodies (Ø 25.4 mm) were used in the micro-abrasion tests: one ceramic (silicon nitride, Si₃N₄), one metal (AISI steel 52100) and three thermoplastic polymers (polypropylene, PP, polyacetal, POM and polyamide 6.6, PA 6.6); For the micro-abrasion-corrosion tests one ceramic (silicon nitride) and one thermoplastic polymer (PP) were used. The topographic evolution of the counter bodies was monitored along the tests through interferometry and profilometry. The grooving of the abrasive particles was predominant in the wear scars generated in all tests performed. The surface topographies of the body and counter-body showed to have relation with the wear rate in the micro-abrasion and micro-abrasion-corrosion tests. Higher roughness parameters induced higher wear rates, and show greater sensitivity in micro-abrasion-corrosion. It was attributed that higher values of the roughness parameters achieved greater effectiveness in the drag and participation of abrasive particles in the contact.

Keywords: *Micro-abrasion-corrosion, Friction coefficient, Wear resistance, Surface topography, Dynamics of abrasive particles.*

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Curvas de fluência para poliestirenos (PS) baixo diversos esforços de tensão a 25 °C (SAUER; MARIN; HSIAO, 1949; ASKELAND; PHULÉ, 2008).	12
Figura 2.2. Representação da relação trigonométrica entre o modulo complexo E^* , de armazenamento E' e de perda E'' , com o ângulo δ (LORANDI, 2016).	14
Figura 2.3. Regiões de transição dos materiais poliméricos (CASSU; FELISBERTI, 2005; LORANDI, 2016).	15
Figura 2.4. Perfil efetivo de uma superfície, com os elementos que compõem a textura superficial (BHUSHAN; GUPTA, 1997).	16
Figura 2.5. Definição de inclinação média θ (GADELMAWLA et al., 2002).	18
Figura 2.6. Célula eletroquímica ou pilha galvânica (GENTIL, 2007).	20
Figura 2.7. Resposta da polarização de um sistema eletroquímico (REVIE; UHLIG, 2011).	21
Figura 2.8. Montagem para obtenção das curvas de polarização (ARDILA, 2013).	22
Figura 2.9. Curva de polarização anódica esquemática e idealizado para um metal passivo (REVIE; UHLIG, 2011).	24
Figura 2.10. Resumo esquemático das curvas de polarização para aços inoxidáveis em meio de 1N H_2SO_4 (BIEFER, 1970; TAYLOR; SCULLY, 1987).	24
Figura 2.11. (a) Esquema da distribuição das forças para o equipamento com esfera livre (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996); (b) Disposição dos componentes segundo o “lay out” do equipamento em funcionamento (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996; LORENZI; PEROTTONI; ZORZI, 2010).	27
Figura 2.12. Esquema ilustrativo da formação da calota no ensaio de micro-abrasão por esfera rotativa (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996).	27
Figura 2.13. Superfície de um corpo-de-prova de aço ferramenta apresentando um aspecto diferente no desgaste da superfície pela mudança da dinâmica das partículas abrasivas ao variar o material destas: (a) deslizamento de partículas de diamante; e (b) rolamento de partículas de sílica (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).	28
Figura 2.14. Micromecanismos de desgaste abrasivo. (a) microssulcamento; (b) microcorte; (c) microlascamento (GAHR, 1987); e (d) microidentação (DA SILVA, 2008; DA SILVA; COSTA; DE MELLO, 2011).	29

Figura 2.15. Desenho esquemático da adaptação do teste de micro-abrasão para realização de ensaios abrasão-corrosão (STACK; JAWAN; MATHEW, 2005).....	30
Figura 2.16. Desenho em detalhe da região de contato da adaptação do teste de micro-abrasão para realização de ensaios abrasão/corrosão (SUN; WHARTON; WOOD, 2009).	30
Figura 2.17. Desenho esquemático do equipamento de micro-abrasão-corrosão projetdo no LTM (SANTOS et al., 2015).	32
Figura 3.1. Fluxograma das etapas e principais decisões do procedimento experimental para a avaliação da topografia de superfície na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão.....	34
Figura 3.2. Esquema das modificações na aplicação de carga no equipamento de micro-abrasão-corrosão; (a) sistema antigo (b) sistema novo.....	35
Figura 3.3. Interferência da membrana isolante do meio corrosivo na leitura das forças pela célula de carga tri-axial do equipamento de micro-abrasão-corrosão.....	36
Figura 3.4. Posicionamento de um calço para a zeragem da célula de carga antes do início do ensaio, de forma que o distanciamento das superfícies (corpo e contra-corpo) seja sempre o mesmo e mínimo.....	37
Figura 3.5. Ruído na leitura das forças induzida pela energização do motor.	37
Figura 3.6. Bobina instalada para a filtragem do ruído na leitura das forças gerado por potencial residual do motor: (a) indicações da fabricação da bobina (FULTON, 1996); (b) bobina instalada.....	38
Figura 3.7. Leitura das forças adquiridas pela célula de carga após aplicar as correções.....	38
Figura 3.8. Vedação das amostras para ensaios corrosivos e abrasivo-corrosivos: (1) delimitação da área de exposição; (2) selagem com cera parafínica; (3) colação do tubo plástico que alimenta a solução abrasivo-corrosiva.	39
Figura 3.9. Fixação amostra no porta-amostras.....	40
Figura 3.10. Esquema de orientações relativas dos sulcos ao fluxo de partículas abrasivas: (a) perpendicular e (b) paralelo.....	43
Figura 3.11. Esquema de montagem para preparação da topografia das esferas para testes de influência da topografia da amostra (LABIAPARI, 2015).....	44
Figura 3.12. Descrição das partículas abrasivas de Sílica: (a) histograma da distribuição de tamanho da Sílica; (b) MEV dos grãos de sílica.	46
Figura 3.13. Metodologia de ensaio para usar a mesma trilha em cada intervalo de medição: (a) comparação de ensaio com várias trilhas e ensaio com única trilha; (b) esquema explicativo da metodologia de medição da trilha do contra-corpo.....	52

Figura 3.14. Diagrama de medição perfis da topografia para cada intervalo de medição.....	53
Figura 4.1. Taxa de desgaste ao longo do tempo para um aço ferramenta com diferente topografia superficial num ensaio micro-abrasivo com partículas abrasivas de: (a) Sílica; (b) Carbetto de Silício.....	56
Figura 4.2. Taxa de desgaste médio no regime permanente de um aço ferramenta com diferente topografia superficial (acabamento em lixa granulometria 80 e 4000) para solução abrasiva de 10% em peso de: (a) Sílica; (b) Carbetto de Silício.....	57
Figura 4.3. Evolução no tempo do coeficiente de desgaste abrasivo para um aço ferramenta com acabamento superficial em lixas de granulometria #80 e #4000, para diferentes concentrações de abrasivo: (a) 5% em peso; (b) 10% em peso; (c) 20% em peso.	58
Figura 4.4. Taxa de desgaste médio para as amostras de aço ferramenta com diferentes topografias de superfície (lixa #80 e #4000) e orientações relativas dos sulcos de lixamento da direção de arrastamento de partículas (perpendicular e paralelo).....	59
Figura 4.5. MEV das calotas formadas no desgaste micro-abrasivo para concentração de partículas: (a) 20% em peso, lixa 80, paralela; (b) 20% em peso, lixa 4000, paralela; (c) 5% em peso, lixa 80, paralela; (d) 5% em peso, lixa 4000, paralela; (e) 5% em peso, lixa 80, perpendicular; (f) diagrama explicativo do padrão das imagens. As setas brancas indicam riscos maiores, setas amarelas riscos menores.	60
Figura 4.6. Mapas 3D das calotas feitas por interferometria laser: (a) lixa 80 antes do ensaio de abrasão; (b) lixa 4000 antes do ensaio de abrasão; (c) lixa 80, com concentração 5%, paralela; (d) lixa 80, com concentração 5%, perpendicular; (e) lixa 80, com concentração 20%, paralela; (f) lixa 80, com concentração 20%, perpendicular; (g) lixa 4000, com concentração 5%, paralela; (h) lixa 4000, com concentração 20%, paralela.	61
Figura 4.7. Esquema que sugere o efeito da topografia de superfície da amostra sobre o arrastamento de partículas: (a) contra-corpo duro e amostra macia; (b) contra-corpo e amostra lisa de dureza similar; (c) contra-corpo e amostra rugosa de dureza similar.	63
Figura 4.8. Taxa de desgaste médio para as amostras AISI 304 com diferentes topografias de superfície (lixa #80 e #4000) e orientações relativas dos sulcos de lixamento com a direção de movimento das partículas abrasivas (perpendicular e paralelo), durante 30 min de teste contínuo.....	65
Figura 4.9. Coeficiente de atrito médio para os ensaios de micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão: (a) Evolução do coeficiente de atrito médio com o tempo; (b) valores do coeficiente de atrito médio.	66

Figura 4.10. Comportamento do aço inox 304 na micro-abrasão após o regime permanente ao mudar a o pH da solução da diluição das partículas abrasivas.	68
Figura 4.11. Análise EDS típica da marca de desgaste de aço inoxidável 304 submetido a ensaios de micro-abrasão-corrosão.....	69
Figura 4.12. Curvas de polarização para ensaios de corrosão (Corr) e abrasão-corrosão (Ab-C) para aço inoxidável AISI 304 com diferentes topografias de superfície (lixa #80 tons azuis e #4000 tons vermelhos) e orientações relativas dos sulcos de lixamento (perpendicular e paralelo).	71
Figura 4.13. Curvas de polarização típicas para um aço inoxidável 304 (com lixamento de granulometria #600, ao mudar os parâmetros de: pH, aeração, disposição e turbulência.	75
Figura 4.14. Microdureza [$HV_{0,05}$] na superfície do aço inoxidável AISI 304 dentro das calotas testadas (micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão) e sem testar para acabamento em lixa #80 e #4000: (a) média das microdurezas; (b) porcentagens absoluta da variação relativa da microdureza em amostra testada comparada com amostra sem testar.	77
Figura 4.15. Distribuição de tensão de cisalhamento abaixo do contato entre uma partícula abrasiva de Al_2O_3 da lixa e a superfície do aço AISI 304, para as granulometrias: (a) #4000; (b) #80.	80
Figura 4.16. Profundidade média (h) das calotas geradas na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão comparada com a profundidade de encruamento gerada pelo lixamento (linhas tracejadas).	80
Figura 4.17. Microscopia eletrônica de varredura do centro das calotas geradas na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão.	81
Figura 4.18. Largura e espaçamento médios dos sulcos: (a) espaçamento; (b) largura.	83
Figura 4.19. Análises típicas de composição química via EDX e perfilometria da superfície das calotas nos pontos de remoção intensa de material, geradas em testes: (a) micro-abrasivos; (b) micro-abrasivo-corrosivos.	84
Figura 4.20. Microscopia eletrônica de varredura típica da região de entrada do abrasivo, correspondente à parte superior das calotas: (a) lixa #80 micro-abrasão; (b) lixa #4000 micro-abrasão; (c) lixa #80 orientação paralela micro-abrasão-corrosão; (d) lixa #4000 orientação paralela micro-abrasão-corrosão.	85
Figura 4.21. Análise EDX típica da parte superior da calota do aço 304 gerada por micro-abrasão.....	86
Figura 4.22. Evolução típica da calota de desgaste e a tribocamada gerada nos testes de micro-abrasão do aço 304: (a) 12 min; (b) 18 min; (c) 21 min; (d) 27 min.	87

Figura 4.23. Gráfico resumo dos testes micro-abrasivos e micro-abrasivo-corrosivos realizados em aço 304 com diferente topografia.....	88
Figura 5.1. Evolução no tempo da taxa de desgaste abrasivo (k) para um aço inoxidável AISI 304 com diferentes contra-corpos (PP, POM, PA 6,6 e Si_3N_4) e partículas abrasivas de SiO_2 concentração 10% em peso em água destilada.....	90
Figura 5.2. Média da taxa de desgaste (k) do aço inoxidável AISI 304 no regime permanente para diferentes contra-corpos (PP, POM, PA 6,6 e Si_3N_4).....	90
Figura 5.3. Média da rugosidade dos contra-corpos (PP, POM, PA 6,6 e Si_3N_4) antes e depois de 30 min de teste micro-abrasivo em amostras de aço AISI 304 e partículas abrasivas de sílica em concentração de 10% em peso. (a) R_a ; e (b) S_q	91
Figura 5.4. Taxa de desgaste (k) do aço inoxidável AISI 304, no teste micro-abrasivo, com 10% em peso de concentração de partículas abrasivas de SiO_2 para testes com diferentes tipos de contra-corpos. (a) comportamento do k nos intervalos de tempo; (b) k média total.	92
Figura 5.5 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das calotas geradas do teste micro-abrasivo num aço inoxidável AISI 304 usando contra-corpos de: (a) Si_3N_4 ; (b) AISI 52100; (c) POM; (d) PP; (e) PA 6,6.....	93
Figura 5.6. Largura média e espaçamento dos sulcos apresentados nas calotas geradas no aço AISI 304 com diferentes tipos de contra-corpo.	94
Figura 5.7. Força normal média lida pela célula de carga nos testes micro-abrasivos para os diferentes tipos de contra-corpos usados.....	95
Figura 5.8. Microscopia de varredura por elétrons retroespalhados e análise de composição via EDS das calotas feitas no aço AISI 304 testadas com contra-corpos: (a) aço AISI 52100; (b) nitreto de silício; (c) poliacetal (POM).....	97
Figura 5.9. Coeficiente de atrito para testes micro-abrasivos em aço inox AISI 304 com diferentes tipos de contra-corpo: (a) ao longo do tempo de ensaio; (b) Média para cada intervalo, 15min; (c) média total após atingir o regime permanente (18 min).	98
Figura 5.10. Mapa de desgaste micro abrasivo para o aço inox AISI 304, relacionando o coeficiente de atrito com a taxa de desgaste e a largura dos sulcos do deslizamento de partículas, para testes feitos com difrentes tipos de contra-corpo.....	100
Figura 5.11. Severidade de contato no aço inoxidável AISI 304 com diferentes tipos de contra-corpo.	100
Figura 5.12. Análise EDS nas trilhas de arraste de abrasivo dos contra-corpos gerados após dos 90 min de testes micro-abrasivos: (a) PA 6,6; (b) PP; (c) POM.	102
Figura 5.13. Resultados do teste DMA nos contra-corpos poliméricos. (a) PA 6,6; (b) PP; (c) POM.	104

Figura 5.14. (a) modelo da zona de contato entre a esfera, a amostra e o material abrasivo (ADACHI; HUTCHINGS, 2003); (b) geometria do modelo.	105
Figura 5.15. Estimativa da quantidade de partículas na interface para teste micro-abrasivo de AISI 304, com 10% em peso de partículas de SiO ₂ e diferentes tipos de contra-corpo.	107
Figura 5.16. Taxa de desgaste média para contra-corpos de PA 6,6 e aço AISI 52100 com diferentes concentrações de partículas abrasivas.	108
Figura 5.17. Microscopias ótica das calotas geradas do teste micro-abrasivo num aço inoxidável AISI 304 usando contra-corpos e porcentagem de partículas abrasivas de: (a) PA 6,6 e 5% de partículas abrasivas; (b) AISI 52100 e 60% de partículas abrasivas.	109
Figura 5.18. Coeficiente de atrito médio para contra-corpos de PA 6,6 e aço AISI 52100 com diferentes concentrações de partículas abrasivas. 5 e 10% para contra-corpo de PA 6,6; 60,40 e 10% para contra-corpo de aço AISI 52100: (a) ao longo do tempo de ensaio; (b) valor médio.	110
Figura 5.19. Interferometria laser 3D dos contra-corpos no início dos testes, após 30 min de teste e ao final dos testes (90 min).	111
Figura 5.20. Rugosidade R _q e S _q dos contra-corpos para os testes micro-abrasivos no aço inox AISI 304: (a) R _q média ao longo do tempo; (b) R _q média antes e depois do teste; (c) S _q média ao longo do tempo; (d) S _q média antes e depois do teste.	113
Figura 5.21. Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos contra-corpos antes e depois dos testes micro-abrasivos. Setas vermelhas para indicar presença de sulcos. (a) PP; (b) POM; (c) PP 6,6; (d) Nitreto; (e) 52100.	115
Figura 5.22. Relação da taxa de desgaste do aço inox AISI 304 com o parâmetro R _q dos contra-corpos durante os testes micro-abrasivo.	117
Figura 5.23. Relação da taxa de desgaste do aço inox AISI 304 com o parâmetro λ_q dos contra-corpos durante os testes micro-abrasivos.	117
Figura 5.24. Mudança média da topografia da superfície dos contra-corpos ao fazer testes micro-abrasivo-corrosivos em aço inoxidável AISI 304 com 10% de partículas abrasivas em meio de 1N de H ₂ SO ₄ . (a) R _q ; e (b) λ_q	120
Figura 5.25. Microscopia eletrônica de varredura típica da trilha de arraste de abrasivos dos contra-corpos usados nos testes micro-abrasivo-corrosivos, antes e depois destes: (a) PP; (b) Nitreto de silício.	121
Figura 5.26. Análise EDS típicas nas trilhas de arraste de abrasivo dos contra-corpos de PP gerados após 90 min de testes micro-abrasivos-corrosivos.	122

- Figura 5.27. (a) Comparação morfológica das partículas abrasivas de sílica com as partículas apresentadas na superfície do contra-corpos poliméricos de PP; (b) análise EDS típica das partículas na superfície dos contra-corpos..... 123
- Figura 5.28. Evolução da taxa média de desgaste (k) do aço inoxidável AISI 304 em testes micro-abrasivo-corrosivos de acordo ao tempo de uso de diferentes contra-corpos. 123
- Figura 5.29 - Microscopias eletrônica de varredura (MEV) das calotas geradas do teste micro-abrasivo num aço inoxidável AISI 304 usando contra-corpos de: (a) PP; (b) Si_3N_4 . . 124
- Figura 5.30. Curvas de polarização típicas para ensaios de abrasão-corrosão para aço inoxidável AISI 304 ao longo do tempo de uso de diferentes contra-corpos (PP e Si_3N_4). . 126
- Figura 5.31 - Média da densidade de corrente de passivação a 0,5 V para os ensaios de abrasão-corrosão de acordo ao tempo de uso de diferentes contra-corpos 127
- Figura 5.32 - Coeficiente de atrito para os ensaios de abrasão-corrosão de acordo ao tempo de uso de diferentes contra-corpos 127
- Figura 5.33 - Relação da taxa de desgaste do aço inox AISI 304 com a topográfica da superfície dos contra-corpos durante os testes micro-abrasivo-corrosivos. (a) R_q ; (b) λ_q ... 128

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Composição química do aço inoxidável austenítico AISI 304.....	42
Tabela 3.2 - Propriedades características dos polímeros termoplásticos (WYPYCH, 2016a; b; c).....	45
Tabela 4.1 - Parâmetros de rugosidade que caracterizam as calotas para as lixas 80 e 4000 em ensaios com concentrações de Sílica de 5 e 20% em peso.	62
Tabela 4.2 - Parâmetros relevantes das curvas de polarização potenciodinâmicas durante 30min de testes corrosivos (Corr) e micro-abrasivo-corrosivos (Ab-C) em solução 1 N de H ₂ SO ₄ , para o aço inoxidável AISI 304, com acabamento em lixas de granulometria #80 e #4000.....	72
Tabela 5.1 - Associação do coeficiente de desgaste (k) e a largura e o espaçamento dos sulcos das marcas de desgaste com a relação de dureza do corpo (H_c) e contra-corpo (H_e).	96

LISTA DE SÍMBOLOS

$\dot{\theta}$ - inclinação média dos picos
% - porcentagem
 Δq - inclinação quadrática média dos picos
°C - graus Celcius
1N - um normal
2D - dois dimensões
3D - três dimensões
A - Amperes
Ab-C – abrasão-corrosão
 A_c - área da superfície da calota
 A_p - área da partícula abrasiva
CA - Coeficiente de Atrito
C-C - contra-corpo
CCC - Cubico de Corpo Centrado
CFC - Cubico de Face Centrada
cm - centímetro
Corr – Corrosão
DMA - Análise Dinâmico-Mecânica (*Dynamic Mechanical Analysis*)
 D_p - diâmetro médio das partículas abrasivas
E – Potencial elétrico
 E' - módulo de armazenamento
 E'' - módulo de perda
 E_{corr} - Potencial de corrosão
 E_{cri} - potencial de quebra, crítico ou de pite
EDS - Espectroscopia de Energia Dispersiva
 E_p - potencial de passivação
f - frequência
GPa - Gigapascais

h - hora
 h_c - a profundidade da calota
 H_a – dureza do abrasivo
 H_c – dureza do corpo
 H_e - dureza do contra-corpo
HR - dureza Rockwell
HV - dureza Vickers
 i_{cpp} - valor crítico de primeira passivação
 i_p - densidade de corrente passiva
 i_{pass} - densidade de corrente mínima de passivação
J - Joule
 k - taxa de desgaste
kg - quilograma
LTM – Laboratório de Tribologia e Materiais
m - metro
mA - miliamperes
MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura
min - minuto
ml - mililitro
mm - milímetro
Mpa - Megapascals
N - Newton
nm - nanômetro
 N_p - quantidade de partículas abrasivas
Pa - Pascals
PA - Poliamida
PA 6,6 - Poliamida 6,6
pH – potencial Hidrogênio
POM - Poliacetal
PP - Polipropileno
PS - poliestireno
PTFE - politetrafluoretileno
PVC - cloreto de polivinila
Ra - Rugosidade média
 R_e - raio da esfera
rpm - revoluções por minuto

R_q - Rugosidade quadrática média

S_q - rugosidade superficial quadrática média

T - temperatura

tan δ - o fator de perda ou capacidade e amortecimento

TCC - Tetragonal de Corpo Centrado

v - fração volumétrica de partículas abrasivas

V - Volts

W - Watt

θ - inclinação entre dois pontos consecutivos do perfil de rugosidade

λ_q - Comprimento de onda quadrático médio

μm – micrometro

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	7
2.1 Materiais de engenharia de interesse no presente trabalho	7
2.1.1 Aços inoxidáveis	7
2.1.2 Polímeros	9
2.2 Topografia de superfície e caracterização superficial	15
2.2.1 Características da topografia de superfícies	15
2.2.2 Parâmetros de rugosidade de interesse	17
2.3 Corrosão eletroquímica e curvas de polarização	19
2.3.1 Passivação	23
2.3.2 Curvas de polarização anódica para aços inoxidáveis	24
2.4 Micro-abrasão	25
2.4.1 Equipamento de micro-abrasão por esfera rotativa	26
2.4.2 Dinâmica das partículas abrasiva e micro-mecanismos de desgaste abrasivo	27
2.5 Equipamentos de micro-abrasão-corrosão	29
2.5.1 Equipamento de micro-abrasão-corrosão desenvolvido no LTM	31
3. MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	33
3.1 Introdução	33
3.2 Equipamentos e análises	33
3.2.1 Equipamentos (micro-abrasivos e abrasivo-corrosivos)	33
3.2.2 Equipamentos de análises	40
3.3 Materiais e preparação superficial	41

3.3.1 Amostra (corpo de prova)	41
3.3.2 Contra-corpo.....	43
3.4 Partículas abrasivas	46
3.5 Parâmetros e metodologia dos ensaios tribocorrosivos	47
3.5.1 Ensaios micro-abrasivos para avaliar o efeito da topografia superficial da amostra	47
3.5.2 Ensaios micro-abrasivo-corrosivos para avaliar o efeito da topografia superficial da amostra	48
3.5.3 Ensaios micro-abrasivos para avaliar o efeito da natureza e mudança da topografia superficial do contra-corpo.....	51
3.5.4 Ensaios micro-abrasivo-corrosivos para evidenciar o efeito da natureza e mudança da topografia superficial do contra-corpo	53
4. INFLUÊNCIA DA TOPOGRAFIA DE SUPERFÍCIE DO CORPO DE PROVA NA MICRO-ABRASÃO E MICRO-ABRASÃO-CORROSÃO.....	55
4.1 Influência da topografia de superfície do corpo (amostra) na micro-abrasão	55
4.1.1 Pré-testes	55
4.1.2 Influência da concentração das partículas abrasivas	58
4.1.3 Conclusões parciais e resumo	64
4.2 Influência da topografia de superfície do corpo (amostra) na micro-abrasão-corrosão	64
4.2.1 Resultados e discussão	64
4.2.2 Conclusões parciais e resumo	87
5. INFLUÊNCIA DA NATUREZA E EVOLUÇÃO TOPOGRÁFICA DA SUPERFÍCIE DO CONTRA-CORPO NA MICRO-ABRASÃO E MICRO-ABRASÃO-CORROSÃO	89
5.1 Influência da natureza e evolução topográfica da superfície do contra-corpo na micro-abrasão.....	89
5.1.1 Pré-testes	89
5.1.2 Resultados e discussão	90
5.1.3 Conclusões parciais e resumo	118
5.2 Influência da natureza do contra-corpo na micro-abrasão-corrosão	119

5.2.1	Modificações da topografia dos contra-corpos após os testes	119
5.2.2	Influência do contra-corpo na taxa de desgaste (k)	122
5.2.3	Considerações e conclusões preliminares	129
6.	CONCLUSÕES	130
7.	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	132
8.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	133

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

Os fenômenos de abrasão e corrosão vêm adquirindo grande importância em setores onde o contato entre duas superfícies em movimento relativo, e ambiente reativo quimicamente são os principais fatores de falha. Com isso, tem-se desenvolvido várias metodologias e ensaios para conhecer os mecanismos que originam os fenômenos de abrasão e corrosão isoladamente. Entre eles, pode-se citar a micro-abrasão por esfera rotativa e as técnicas eletroquímicas, que têm dado um grande aporte para o entendimento da abrasão e da corrosão respectivamente.

O ensaio micro-abrasivo descreve o processo abrasivo e é comumente associado a um tipo específico de ensaio tribológico, o ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa ("Ball Cratering Abrasion Test"), que tem se tornado comum ao meio acadêmico. O princípio de funcionamento deste ensaio é o de pressionar uma esfera rotativa, geralmente de aço, de raio R , contra a superfície de uma amostra na presença de uma suspensão de partículas abrasivas finas, por exemplo, carbeto de silício (SiC) ou dióxido de silício (SiO_2) (SCHIFFMANN; BETHKE; KRISTEN, 2005).

Progressos significativos foram feitos no estudo dos mecanismos de micro-abrasão de materiais. Foram propostos dois comportamentos dinâmicos das partículas abrasivas na micro-abrasão que identificam se o desgaste ocorre por um mecanismo de deslizamento de partículas ou de micro identações (rolamento de partículas). Dependendo do tribosistema pode-se apresentar um regime misto que apresenta as duas situações. Esta dinâmica é principalmente afetada pelas condições do teste, algumas condições relevantes são: a relação de dureza em corpo e contra-corpo, a dureza e geometria das partículas abrasivas, a carga normal do sistema e distância deslizada (COZZA; TANAKA; SOUZA, 2009; 2011). Mapas de micro-abrasão foram construídos mostrando a variação do regime de desgaste, como uma função da carga aplicada e a distância de deslizamento (TREZONA; ALLSOPP;

HUTCHINGS, 1999; STACK; MATHEW, 2003; COZZA et al., 2007; COZZA; TANAKA; SOUZA, 2011).

Por outra parte, o método mais recorrente das técnicas eletroquímicas (avaliação da corrosão) é o ensaio de polarização o qual descreve uma curva característica para cada material. O ensaio pode ser conduzido com potenciais de eletrodo controlados, medindo-se, neste caso, os valores de corrente em função do potencial aplicado (GENTIL, 2007). A partir da representação gráfica, várias informações podem ser obtidas como, por exemplo, o potencial de pite, também conhecido como potencial de ruptura da passividade e a corrente crítica do material para aquele meio, além de outras variáveis (potencial e densidade de corrente de segunda passivação, potencial de Taffel, etc.) (REVIE; UHLIG, 2011).

Na indústria estes fenômenos abrasão e corrosão acontecem simultaneamente. Alguns exemplos de ocorrências têm-se bombas, válvulas em processos, dutos de óleo-gás na indústria marinha e implantes cirúrgicos metálicos repondo partes ósseas do corpo humano (WOOD et al., 2010). Com os avanços no entendimento da abrasão e corrosão, tratados independentemente, surgiu o interesse e a necessidade de estudar as interações da micro-abrasão em condições aquosas, principalmente quando o ambiente é corrosivo. Existem muitos processos de micro-abrasão onde a presença de meios corrosivos pode modificar o desgaste da superfície.

Para a exploração, estudo e entendimento da ação conjunta da abrasão e corrosão, equipamentos de micro-abrasão têm sido adaptados para realizar conjuntamente os ensaios combinados com corrosão (STACK; JAWAN; MATHEW, 2005; SUN; WHARTON; WOOD, 2009). Vários estudos têm medido abrasão-corrosão para biomateriais e diversos revestimentos (WOOD et al., 2010). No Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM) da Universidade Federal de Uberlândia (UFU) desenvolveu-se um equipamento que se diferencia dos anteriormente mencionados pela leitura da força normal e de atrito em tempo real (SANTOS et al., 2015).

Se a superfície é corroída, as propriedades mecânicas da superfície podem ser modificadas como resultado dos efeitos da corrosão (STACK; JAWAN; MATHEW, 2005). Na situação de abrasão-corrosão a deformação plástica na superfície do corpo não só influencia a falha mecânica pelo desgaste, mas também leva à exposição do metal tornando-o altamente reativo e, portanto, acelerando a corrosão (LANDOLT et al., 2004). Esta ação contínua (desgaste) pode ter uma maior influência em materiais com capacidade de repassivação, que em consequência desta característica possuem maior resistência à corrosão, devido à contínua remoção da camada passiva pelo efeito da abrasão (THAKARE et al., 2008). Contudo, sob tensão ou desgaste esta camada pode ser quebrada ou removida.

Neste contexto pode-se pensar que as características da superfície (topografia e natureza do material), do par corpo e contra-corpo, podem influenciar o início e o crescimento de uma calota no ensaio micro-abrasivo, como parte da influência na dinâmica das partículas abrasivas (rolamento e deslizamento). E da mesma forma para um ensaio de abrasão-corrosão pela contínua formação de camada passiva ou oxidativa na superfície do corpo de prova que pode fazer variar constantemente suas características topográficas.

A natureza das superfícies foi relacionada, na literatura, com a relação de dureza entre o corpo e o contra-corpo, e esta pode afetar diretamente a dinâmica das partículas abrasivas e consequentemente a taxa de desgaste (FANG; ZHOU; LI, 1991; AXÉN; JACOBSON; HOGMARK, 1994; GATES, 1998; TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999; ADACHI; HUTCHINGS, 2003; COZZA; TANAKA; SOUZA, 2009; 2011). A severidade de contato é influenciada pela relação de dureza entre as superfícies; mapas de desgaste relacionando a severidade de contato mostraram a relação com a dinâmica das partículas abrasivas (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999; TREZONA; HUTCHINGS, 1999; ADACHI; HUTCHINGS, 2003).

Estudos anteriores mostraram que a contra-corpos mais rugosos levam a uma maior taxa de desgaste do corpo na micro-abrasão (ALLSOPP; TREZONA; HUTCHINGS, 1998; COSTA et al., 2015; KRELLING et al., 2017). Allsop; Trezona; Hutchings (1998) estudando corpos de aço ao carbono temperado e alumínio comercialmente puro, em testes micro-abrasivo de esfera fixa com partículas abrasivas de carbetto de silício e contra-corpo de aço de rolamentos martensíticos, observaram que usando um contra-corpo novo as taxas de desgaste foram significativamente maiores na segunda e terceira baterias de teste do que na primeira. Costa et al. evidenciaram que ao aumentar a rugosidade média R_a de contra-corpos de zircônia a taxa de desgaste aumentava, para testes de micro-abrasão feitos em aço inoxidável AISI 304 e partículas abrasivas de sílica com 10% de concentração em peso. A variação da topografia da esfera induziu mudanças nos micro-mecanismos de desgaste. Os autores atribuíram este comportamento à capacidade de arrastamento e entrada de partículas abrasivas na zona de contato de maneira similar ao postulado por Allsop; Trezona; Hutchings (1998).

Desta forma, realizaram-se alguns pré-testes de micro-abrasão para conferir a validade destes entendimentos. Realizaram-se ensaios de micro-abrasão no equipamento de esfera livre (Calowear®) instalado no Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM). Os corpos de prova testados foram de aço ferramenta (M13) com superfícies preparadas em lixas de carbetto de silício de granulometria 80 e 4000, com o propósito de variar a rugosidade das amostras. A disposição do ensaio foi tal que o sentido de rotação da esfera (de aço) fora perpendicular ou paralelo ao sentido de lixamento, com velocidade de rotação

de 150 rpm. Os ensaios foram realizados com dois tipos de abrasivos (Sílica e Carbetto de Silício) numa porcentagem de 10% de peso diluído em água. Os resultados mostraram que para os testes feitos com sílica existiu uma influência na taxa de desgaste. Os ensaios para o abrasivo de Carbetto de Silício não apresentaram diferença significativa ao variar-se a rugosidade (granulometria da lixa).

Decidiu-se então variar a porcentagem de partículas abrasivas de sílica (5, 10 e 15%) tentando observar modificações no comportamento. O efeito da topografia dos espécimes foi muito pequeno (variações menores que 15%). No entanto, o uso de amostras mais rugosas sob altas concentrações de partículas abrasivas (20%) mudou os mecanismos de desgaste abrasivo de misto para sulcamento e a taxa de desgaste foi reduzida.

Com isto, o presente trabalho tem como objetivo contribuir ao entendimento do efeito das características superficiais no desgaste abrasivo com e sem efeito corrosivo. Especial ênfase será dada à dinâmica das partículas abrasivas na interface na abrasão e na abrasão-corrosão.

Para tal, utilizou-se o equipamento de micro-abrasão-corrosão desenvolvido no Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM) (SANTOS et al., 2015), o qual levou modificações no seu desenho para garantir que a força aplicada, no par amostra-esfera, seja predominantemente horizontal, X, ou seja, a existência de uma só componente de força normal pela aplicação do peso morto. Com estas modificações, logrou-se obter uma maior sensibilidade na leitura das forças atuantes, e com isto a necessidade da elaboração de metodologias para uma nova calibração. Com a aplicação destas modificações e consequente calibração o ruído máximo lido pela célula de carga foi diminuído uma ordem de grandeza: para a força normal, de 0,9 N passou a ser 0,08N, e, para força de atrito, de 0,01N passou para 0,009N.

No presente estudo utilizou-se: amostras de teste (corpo) de aço inoxidável austenítico AISI 304, partículas abrasivas de sílica e velocidade de rotação de 150 rpm. Para os ensaios corrosivos foi usada solução eletrolítica com 1N de H_2SO_4 .

O estudo foi separado em dois grupos de análises:

1. Influência da topografia de superfície do corpo de prova na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão.
2. Influência da natureza e evolução topográfica da superfície do contra-corpo na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão.

Para a influência da topografia de superfície do corpo de prova o aço AISI 304 foi preparado, também, em lixas de carbetto de silício de granulometria #80 e #4000, e com disposições de lixamento perpendicular e paralelo com respeito ao sentido de rotação da esfera. Neles foram realizados testes micro-abrasivos e micro-abrasivo-corrosivos com 20%

de partículas abrasivas e contra-corpo de zircônia (esferas de Ø 25,4 mm) com R_a médio entre 0,20 a 0,26 μm para cada teste. Os valores médios de taxa de desgaste, coeficiente de atrito e larguras de sulcos do deslizamento de partículas foram maiores nos testes micro-abrasivos que os valores apresentados em testes micro-abrasivos-corrosivos. Esta diferença foi atribuída principalmente ao filme de FeSO_4 gerado nas superfícies dos ensaios micro-abrasivo-corrosivos e a sua constante regeneração durante os testes. Foi evidenciado que para micro-abrasão existe uma ligeira influência na taxa de desgaste e coeficiente de atrito quando foi variado o lixamento prévio da superfície de grosso para fino (granulometria #80 e #4000); enquanto que para os testes micro-abrasivo-corrosivos a orientação dos sulcos gerados pelo lixamento mostrou ter uma forte influência na taxa de desgaste, coeficiente de atrito e larguras de sulcos, apresentando valores menores para sulcos com orientação perpendicular.

Para avaliar a influência da natureza e evolução topográfica da superfície do contra-corpo usaram-se cinco contra-corpos esféricos (Ø 25,4 mm) nos testes de micro-abrasão sendo eles: um cerâmico (Si_3N_4), um metálico (52100) e três poliméricos termoplásticos (PP, POM e PA 6,6); para os testes de micro-abrasão-corrosão foram usados um cerâmico (nitreto de silício) e um polímero termoplástico (PP). Nos contra-corpos foi acompanhada a evolução topográfica ao longo dos testes por meio de interferometria e perfilometria. Para os testes, o corpo de prova (aço 304) foi preparado mediante lixamento de granulometria #600, e foi usada uma concentração de partículas abrasivas de 10%. Os testes mostraram a predominância de deslizamento de partículas abrasivas e que existem modificações superficiais nos contra-corpos com o decorrer dos testes. Evidenciou-se que existe uma mudança nos valores médios da taxa de desgaste e coeficiente de atrito quando se mudou a natureza do contra-corpo, obtendo maior taxa de desgaste para testes feitos com contra-corpos poliméricos. Estas mudanças possuem como parâmetro predominante a relação de dureza entre o corpo e contra-corpo (H_c/H_e), esta relação tem influência na quantidade de partículas que participam no contato. Por último, obteve-se uma relação linear aproximada entre a topografia da superfície (parâmetros R_q e λ_q) do contra-corpo e a taxa de desgaste do teste micro-abrasivo e micro-abrasivo-corrosivo. Atribuiu-se que maiores valores dos parâmetros de R_q e λ_q conseguem maior efetividade de transporte de partículas abrasivas no contato.

No Capítulo II é apresentada uma revisão bibliográfica tratando do aço inoxidável austenítico, os materiais poliméricos termoplásticos e sua característica viscoelástica, características da topografia da superfície, das técnicas utilizadas para estudar o efeito da micro-abrasão e corrosão eletroquímica, o equipamento que combina as técnicas abrasivas e corrosivas.

No Capítulo III é descrito o procedimento experimental e os recursos laboratoriais utilizados.

No Capítulo IV são apresentados os resultados do estudo da influência da topografia de superfície do corpo de prova na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão.

No Capítulo V são apresentados os resultados do estudo da influência da natureza e evolução topográfica da superfície do contra-corpo na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão.

No Capítulo VI estão as principais conclusões do estudo.

Por ultimo, no Capítulo VII algumas propostas de trabalhos futuros decorrentes das análises e conclusões do presente trabalho.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Materiais de engenharia de interesse no presente trabalho

2.1.1 Aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são ligas à base de ferro com conteúdo mínimo de cromo de 11% em peso (DAVIS; COMMITTEE, 1994), formando uma película de óxido de proteção (Cr_2O_3) autorregenerativa, chamada de camada passiva, razão pela qual este grupo de aços possui na resistência à corrosão sua principal característica (LEFFLER, 1996).

A bibliografia concorda que há cinco grupos básicos de aços inoxidáveis, quatro deles devem sua classificação a sua microestrutura e o quinto se baseia no tratamento térmico final a que é submetido. Além, cada um deles possui um arranjo cristalino específico, sendo:

- i. ferríticos (estrutura cristalina CCC);
- ii. austeníticos (estrutura cristalina CFC);
- iii. duplex, com microestrutura composta, ferrítica-austenítica;
- iv. martensíticos (estrutura cristalina TCC);
- v. endurecíveis por precipitação.

Os aços inoxidáveis são, geralmente, selecionados por sua resistência à corrosão, mas são, ao mesmo tempo, materiais de construção. Propriedades mecânicas, como resistência em baixas e altas temperaturas, ductilidade e tenacidade, são também importantes. A densidade dos aços inoxidáveis fica em torno de $8,0 \text{ g/cm}^3$, e é próxima dos aços ao carbono e aproximadamente três vezes maior que a densidade de ligas de alumínio ($2,7 \text{ g/cm}^3$). Comparados, o aço carbono possui um alto módulo de elasticidade (200 MPa), que é quase duas vezes o apresentado em ligas de Cu (115 MPa) e quase três vezes do apresentado em ligas de alumínio (70 MPa) (DAVIS; COMMITTEE, 1994).

A resistência à corrosão melhora com adições de níquel e molibdênio. As adições dos elementos de liga em concentrações significativas produzem expressivas alterações nas propriedades do aço, evidenciado em suas influências no diagrama de fases ferro-carbono (CALLISTER, 2002).

Segundo a influência da estrutura cristalina, os elementos de liga podem ser classificados em dois grandes grupos: gamagênicos (estabilizadores da fase austenítica) e alfafênicos (estabilizadores da fase ferrítica) (SCHAEFFLER, 1974). Elementos como o alumínio, o vanádio, o silício, o molibdênio e o tungstênio, comportam-se como o cromo, são considerados alfafênicos, que promovem a formação de ferrita. Por outro lado, o níquel, o cobre, o manganês, o carbono, o nitrogênio e o cobalto são considerados gamagênicos e promovem a formação de austenita.

O carbono e o nitrogênio são particularmente poderosos formadores de austenita, este último é incorporado em certos tipos do aço inoxidável com esse propósito específico. Elementos como o titânio e nióbio possuem um efeito adicional de promoção da ferrita, além disto, são fortes formadores de carbonetos e nitretos, e podem, por conseguinte, eliminar os efeitos de formação de austenita do carbono e nitrogênio (LLEWELLYN; HUDD, 1998).

2.1.1.1 Aços inoxidáveis austeníticos

Uma grande melhoria em muitas propriedades mecânicas é conseguida com a introdução de níquel como elemento de liga. Consegue-se uma mudança na estrutura, transformando ligas ferríticas em ligas austeníticas (estrutura de alta resistência e tenacidade), por isso os aços inoxidáveis austeníticos têm níquel maior que 7% em peso.

Os aços inoxidáveis austeníticos são conhecidos pela sua excelente resistência à corrosão em muitos meios agressivos e não podem ser endurecidos por tratamento térmico. Possui excelente ductilidade, capacidade de conformação e tenacidade, mesmo em temperaturas criogênicas, e ainda podem ser endurecidos por trabalho a frio. Não são ferromagnéticos, mas depois de conformados, dobrados, embutidos, etc., podem, às vezes, tornarem-se magnéticos em função da modificação da estrutura. Sob a ação de deformação a frio, os aços austeníticos sofrem um endurecimento (os limites de resistência e de escoamento aumentam) e a ductilidade cai, ou seja, quanto maior a deformação plástica, maior será o esforço para produzir uma nova deformação, fenômeno denominado encruamento ou endurecimento por deformação. Os aços austeníticos apresentam uma capacidade de encruamento maior que os ferríticos.

Outros elementos, como molibdênio, titânio e nióbio, são adicionados para melhorar a resistência à corrosão e minimizar a corrosão intergranular por estabilização dos carbonetos presentes (sensitização).

Por suas propriedades, estes aços são utilizados em uma ampla gama de aplicações, tais como: indústria aeronáutica, química, naval, arquitetural, alimentação, caldeiraria, fabricação de tubos, etc.

2.1.2 Polímeros

Polímero significa, literalmente, “muitas partes”. Neste sentido, pode-se considerar como um material polimérico sólido aquele que contém varias partes ou unidades enlaçadas quimicamente e que estão unidas entre si para formar um sólido (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Um polímero é uma substância macromolecular constituída por unidades estruturais repetitivas, unidas entre si por ligações covalentes. Em alguns casos, as ligações conduzem a cadeias lineares, com ou sem ramificações, e noutros, a cadeias ligadas entre si formando estruturas tridimensionais.

2.1.2.1 Classificação dos polímeros

De forma geral, os polímeros podem ser divididos em quatro categorias (ASKELAND; PHULÉ, 2008; MORAES et al., 2010; CRAWFORD, 2013):

- polímeros naturais: polímeros que podem ser extraídos diretamente da natureza, materiais como a celulose e as proteínas;
- termoplásticos: são polímeros sintéticos que ao serem aquecidos é provocado o enfraquecimento das forças intermoleculares, tornando-os flexíveis. Quando resfriado, o material volta ser rígido. Esse ciclo de aquecimento e resfriamento pode ser repetido indefinidamente, sendo essa a maior de suas vantagens. A maioria dos polímeros termoplásticos está constituída por longas cadeias moleculares principais de átomos de carbono, enlaçadas entre si. Algumas vezes, também são enlaçados átomos de nitrogênio, oxigênio ou enxofre em forma covalente com a cadeia molecular principal. Nos termoplásticos, as largas cadeias moleculares estão ligadas entre si por enlaces secundários. Exemplos: o polipropileno (PP), cloreto de polivinila (PVC), poliestireno (PS), poliamida (PA), poliacetal (POM), entre outros;
- termofixos ou termorrígidos: por seu processo de fabricação e moldagem, estes polímeros sintéticos não podem ser amolecidos e moldados novamente. Quando aquecidos, esses materiais degradam-se. A maior parte dos polímeros termofixos está composta por uma rede de átomos de carbono enlaçados de forma covalente para formar um sólido rígido. Algumas vezes, enlaçam-se, também, em forma covalente átomos de nitrogênio, oxigênio, enxofre ou outros para formar uma estrutura reticular termofixa. Exemplos: formaldeídos, resinas epóxicas e alguns poliésteres;

- elastômeros: são polímeros que possuem propriedades elásticas que permitem duplicar ou triplicar o seu comprimento, recuperando o seu tamanho quando se interrompe a tensão. Exemplos de aplicação: pneus (borracha).

2.1.2.2 *Propriedades principais dos polímeros termoplásticos e termofixos*

Apesar de existir uma grande variedade de polímeros, é possível delinear as propriedades de acordo com a literatura (BLACKADDER, 1975; CHALLA, 1993; ASKELAND; PHULÉ, 2008; CRAWFORD, 2013) que, em termos gerais, são:

- A densidade dos polímeros é baixa quando comparada com os metais, possuindo valores típicos compreendidos entre os 900 e 1450 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, para polímeros no estado natural. O politetrafluoretileno (PTFE), mais conhecido como Teflon®, é o polímero mais denso, com uma densidade de 2200 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Os polímeros são normalmente misturados com cargas e reforços, podendo, nestes casos, a densidade subir até 3000 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$.
- A estabilidade dimensional dos plásticos depende de dois fatores principais: a variação de temperatura e a absorção de líquidos. Alguns polímeros como as poliamidas (PA), podem absorver líquidos e, portanto, aumentar de volume, podendo este aumento de volume atingir 1% em volume. A absorção de líquidos é acompanhada de mudanças nas propriedades físicas dos materiais.
- A degradação química dos plásticos é diferente da dos metais na medida em que, ao contrário destes, não é essencialmente de natureza eletroquímica, isto é, não envolve o fluxo de corrente eléctrica. O ataque químico aos plásticos faz-se por inchamento, dissolução e, sobretudo, quebra de ligação química (por hidrólise, oxidação, etc.) ou por combinação de quaisquer destes efeitos. De forma geral, soluções de sais inorgânicos, soluções alcalinas e ácidas fracas não afetam significativamente os polímeros.
- Os plásticos são maus condutores térmicos e podem ser excelentes “isoladores” eléctricos. À temperatura de 20 °C, a condutividade térmica típica dos materiais não carregados é perto de 0 – 0,30 $\text{W m}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, podendo atingir valores ainda mais baixos (0,03 $\text{W m}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) para materiais celulares. A condutividade térmica dos metais, por exemplo, é cerca de três ordens de grandeza superior à dos plásticos (por exemplo, o alumínio apresenta uma condutividade térmica de 220 $\text{W m}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$). Daí se utilizarem amplamente em revestimentos de fios eléctricos e equipamentos de proteção.
- O comportamento mecânico dos plásticos, quando sujeitos à deformação por aplicação de tensões, é designado por viscoelástico. Tal comportamento é devido às propriedades dos plásticos, que combinam características elásticas, típicas dos

metais, com características viscosas, típicas dos fluidos. De uma forma geral, as propriedades mecânicas dos plásticos são fortemente dependentes da temperatura, o que não se verifica nos metais, que são praticamente insensíveis a pequenas variações de temperatura (da ordem das dezenas).

2.1.2.3 Viscoelasticidade em termoplásticos e DMA “Dynamic Mechanical Analysis”

A temperatura à qual a deformação plástica tem lugar de um material polimérico é um fator determinante. Em temperaturas abaixo das temperaturas de transição vítrea para termoplásticos, a taxa de fluência é relativamente baixa devido à mobilidade restrita da cadeia molecular. Acima das suas temperaturas de transição vítrea, os termoplásticos são deformados mais facilmente por uma combinação de deformação elástica e plástica e é conhecido como comportamento viscoelástico. Acima da temperatura de transição vítrea, as cadeias moleculares deslizam uma sobre outra mais facilmente, e, por conseguinte, este tipo de deformação é conhecido normalmente como fluxo viscoso (ASKELAND; PHULÉ, 2008; CRAWFORD, 2013).

Um material viscoso ideal obedece à lei de Newton, que estabelece que a tensão e a taxa de cisalhamento estão relacionadas através de uma característica intrínseca que é a viscosidade (DAWKINS, 1986; TURI, 2012). Materiais poliméricos apresentam comportamento mecânico intermediário ao elástico e ao viscoso, sendo denominados viscoelásticos. A contribuição elástica e viscosa para o comportamento mecânico do polímero depende da temperatura e da escala de tempo do experimento (CASSU; FELISBERTI, 2005).

O comportamento viscoelástico de materiais poliméricos pode ser compreendido mais facilmente a partir de ensaios mecânicos. Resultados típicos de ensaios de fluência se relacionam a testes realizados sob cisalhamento, sendo que efeitos similares são observados em ensaios no modo de tração. Quando uma tensão constante de cisalhamento é aplicada à uma amostra viscoelástica observa-se que a deformação é dependente do tempo (Fig. 2.1). Se a deformação a um determinado tempo, após a aplicação da tensão, é mostrada em um gráfico como função da tensão, observa-se que deformação aumenta linear e proporcionalmente à tensão aplicada (Fig 2.1). Para um tempo maior, após a aplicação da tensão, a deformação também aumentará linearmente com a tensão (CASSU; FELISBERTI, 2005; ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Materiais poliméricos exibem viscoelasticidade linear em ensaios de fluência quando se aplicam tensões que produzem deformações verdadeiras abaixo de 0,005 (MCCRUM; BUCKLEY; BUCKNALL, 1997; CASSU; FELISBERTI, 2005).

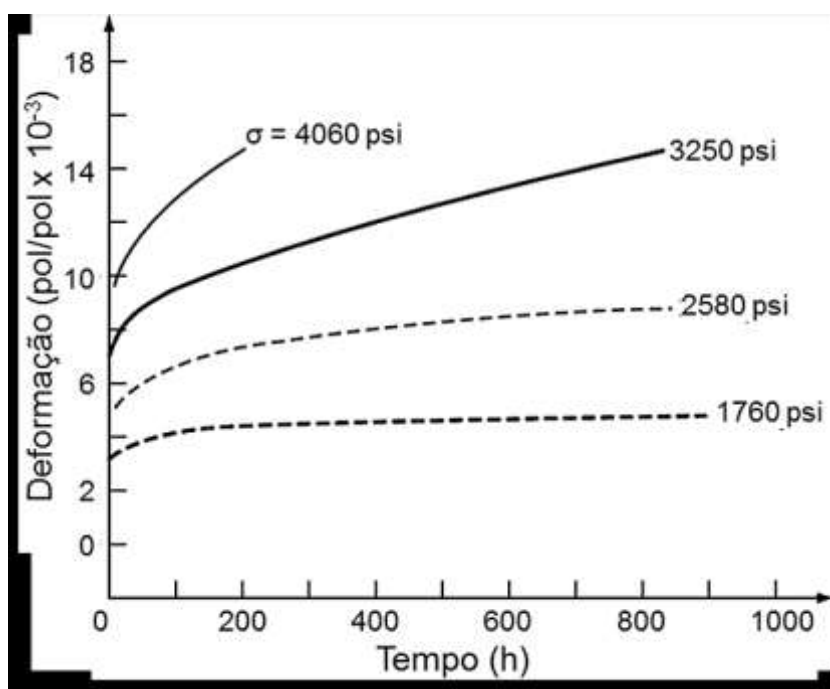


Figura 2.1. Curvas de fluência para poliestirenos (PS) baixo diversos esforços de tensão a 25 °C (SAUER; MARIN; HSIAO, 1949; ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Para observar as diferenças viscoelásticas dos contra-corpos poliméricos a técnica de DMA (Dynamic Mechanical Analysis) é comumente usada. A análise dinâmico-mecânica (DMA), também conhecida por análise termodinâmico-mecânica (DMTA), é uma técnica que estuda propriedades de materiais em função da temperatura, do tempo, da frequência, de uma deformação, e/ou a combinação destes parâmetros (MENARD, 2008). A análise dinâmico-mecânica consiste, de modo geral, em se aplicar uma tensão ou deformação mecânica oscilatória, normalmente senoidal, de baixa amplitude a um sólido ou líquido viscoso, medindo-se a deformação sofrida por este ou a tensão resultante, respectivamente, sob variação de frequência ou de temperatura (CASSU; FELISBERTI, 2005; MENARD, 2008; LORANDI, 2016).

O equipamento utilizado para a análise de DMA constitui em um forno com controle de temperatura, o qual dispõe de cabeçotes móveis e removíveis que podem ser trocados para diferentes tipos de ensaio, dependendo da amostra a ser analisada. A amostra é colocada em uma câmara com temperatura controlada por nitrogênio líquido para resfriamento, e resistências para aquecimento. O calor é transferido via condução do ar dentro da câmara. A temperatura do ar é medida por um termopar próximo a amostra, enquanto a frequência de oscilação é aplicada (CASSU; FELISBERTI, 2005; MENARD, 2008; LORANDI, 2016).

Com a técnica da análise dinâmico mecânico (DMA), é possível determinar as propriedades viscoelásticas (termomecânicas) de materiais de forma eficiente (CASSU; FELISBERTI, 2005). Entre as principais estão os parâmetros viscoelásticos, relacionados ao desempenho do material, como o módulo de armazenamento (E'), o módulo de perda (E'') e o fator de perda ou capacidade e amortecimento ($\tan \delta$). Além disso, também é possível verificar transições de relaxação primárias, secundárias e terciárias, como a transição vítrea, e outros movimentos segmentais (CASSU; FELISBERTI, 2005; DENG; HOU; YE, 2007; MENARD, 2008; LORANDI, 2016).

De acordo com a norma ASTM D4092 (**Standard Terminology for Plastics: Dynamic Mechanical Properties**, 2013) a definição dos principais parâmetros são:

- módulo de armazenamento (E'): é a parte real do módulo complexo, e é calculado para a determinação da quantidade de energia armazenada e retida durante o ciclo da aplicação da carga.
- módulo de perda (E''): é a parte imaginária do módulo complexo e refere-se à energia dissipada durante o ciclo.
- módulo complexo (E^*): é a razão da tensão sobre a deformação, onde cada módulo é um vetor, podendo ser representado por um número complexo. A relação entre o módulo complexo e seus componentes é dada por uma razão trigonométrica (Fig. 2.2).
- fator de perda, capacidade de amortecimento ou $\tan \delta$: é a razão entre o módulo de perda pelo módulo de armazenamento, $\tan \delta = E''/E'$. Onde δ é o ângulo de defasagem entre a tensão aplicada e a deformação resultante.
- *damping* ou amortecimento: é a perda de energia resultante de uma carga ou deslocamento oscilatório de um material, dissipada na forma de calor, ou seja, mostra o quão bom um material pode ser em absorver energia.
- transição vítrea e temperatura de transição vítrea: a transição vítrea é a transição que um material amorfo ou semicristalino sofre ao sair de sua condição viscosa (elástica) para uma condição vítrea (rígida e dura) ou vice versa. A transição vítrea não é uma mudança de fase, e sim uma transição de segunda ordem, onde ocorrem diversas alterações em algumas propriedades características (coeficiente de expansão térmica e calor específico, por exemplo). Já a temperatura de transição vítrea é a temperatura (ou faixa de temperatura) média em que ocorre essa transição.

A $\tan \delta$ descreve capacidade de amortecimento do material polimérico (CASSU; FELISBERTI, 2005; MENARD, 2008; LORANDI, 2016). Sólidos que possuem apenas a componente elástica, como metais e cerâmicos, apresentam $\tan \delta$ igual a zero (CASSU; FELISBERTI, 2005).

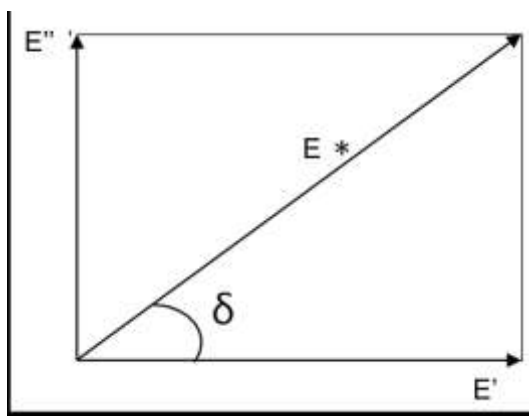


Figura 2.2. Representação da relação trigonométrica entre o módulo complexo E^* , de armazenamento E' e de perda E'' , com o ângulo δ (LORANDI, 2016).

Em experimentos dinâmico-mecânicos conduzidos isotermicamente, quando a frequência é variada, as cadeias poliméricas irão absorver energia em faixas de frequência características. A absorção de energia só ocorrerá quando a escala de tempo do experimento, ditada pela frequência, for igual ao tempo necessário para que o material sofra uma determinada relaxação, denominado tempo de relaxação. As relaxações normalmente estão associadas a mudanças conformacionais de grupos ou segmentos da cadeia polimérica, resultantes de rotações em torno das ligações químicas. O tempo de relaxação é uma medida da mobilidade das cadeias e depende da estrutura molecular e da temperatura. A temperatura influencia a mobilidade da cadeia polimérica e, conseqüentemente, o tempo relacionado à sua relaxação. A dependência dos módulos de armazenamento e de perda com a frequência e com a temperatura é esquematizada na Fig. 2.3 (CASSU; FELISBERTI, 2005; LORANDI, 2016).

De acordo com Turi (2012) e Lorandi (2016) o efeito da variação da frequência e da temperatura (Fig. 2.3) sobre o comportamento dinâmico-mecânico de materiais poliméricos pode ser resumido da seguinte forma:

- 1) a baixas temperaturas ou altas frequências o polímero comporta-se como um material vítreo e, portanto, rígido, devido aos altos tempos de relaxação comparativamente à escala de tempo do experimento. Sob estas condições o módulo de armazenamento é alto e o de perda é baixo;
- 2) a altas temperaturas ou baixas frequências, os movimentos internos respondem à tensão aplicada. Dessa forma, tanto o módulo de armazenamento como o de perda são baixos, correspondendo ao comportamento viscoso;
- 3) quando a frequência do experimento é comparável à frequência dos movimentos internos do material na temperatura na qual é feita a medida, o módulo de armazenamento diminui com o aumento da temperatura ou com a diminuição da

frequência, e o módulo de perda exibe um máximo, correspondendo ao comportamento viscoelástico.

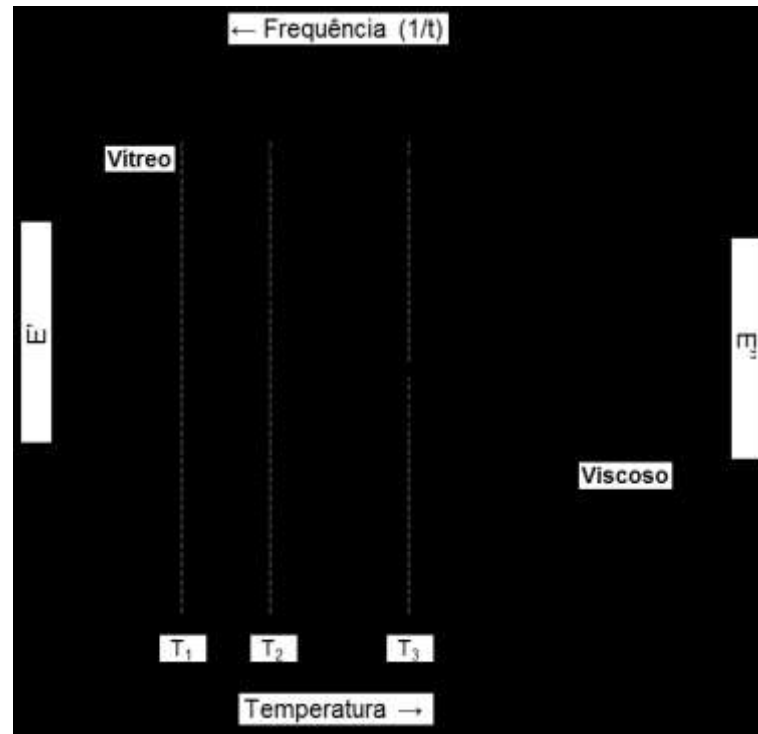


Figura 2.3. Regiões de transição dos materiais poliméricos (CASSU; FELISBERTI, 2005; LORANDI, 2016).

2.2 Topografia de superfície e caracterização superficial

A superfície pode ser descrita por dois tópicos:

- Topografia e estrutura: será explorada na seguinte seção.
- Propriedades físicas, químicas e mecânicas: estão relacionadas com o material e o meio no que esta interagindo.

2.2.1 Características da topografia de superfícies

A superfície de um material usado para uma tarefa específica depende do processo de conformação, usinagem, moldagem, etc. Quando um material é analisado na escala dos microns (μm) ou nano (nm), é possível observar irregularidades da sua superfície. Estas irregularidades não são perceptíveis pelo olho humano e comumente são chamadas de asperezas, por exemplo, a superfície de um metal que tem sido polido para obter certo

acabamento, quando analisada sua superfície pelas técnicas adequadas esta apresentaria irregularidades superficiais (BHUSHAN e GUPTA, 1976; HUTCHINGS, 1992).

O significado de topografia refere-se ao modo como pode ser representado como uma superfície no espaço. As características geométricas da textura da superfície de um material estão fortemente ligadas ao processo pelo qual foi obtido e, em geral, o perfil topográfico de um material está formado por três componentes que são: rugosidade, ondulação e erro de forma (BHUSHAN; GUPTA, 1997). Na Fig 2.4 é apresentado um desenho que explica estes componentes.

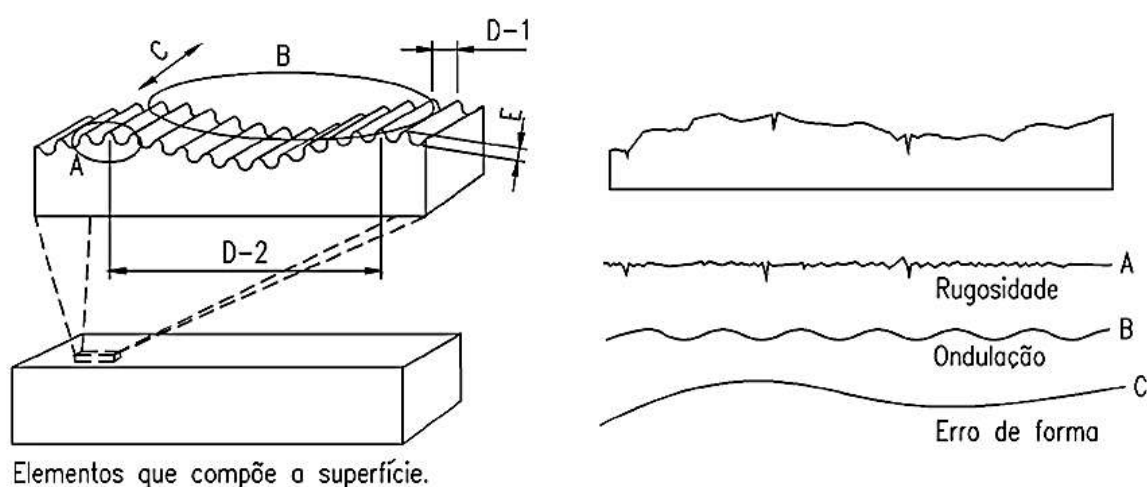


Figura 2.4. Perfil efetivo de uma superfície, com os elementos que compõem a textura superficial (BHUSHAN; GUPTA, 1997).

A rugosidade é descrita por vales e picos de amplitude variável e espaçamento superior que às dimensões moleculares. A ondulação consiste em irregularidades da superfície de espaçamento superior à rugosidade, enquanto o erro de forma é um desvio grande da forma nominal da peça. Convencionalmente, quando a topografia de uma superfície é medida quantitativamente analisa-se somente a rugosidade e utilizam-se filtros mecânicos, eléctricos ou digitais para eliminar a ondulação e o erro de forma. A diferença entre rugosidade, ondulação e erro de forma está baseada no comprimento de onda da superfície ou a distância entre picos (STOUT e BLUNT, 1995).

Destacam-se dois métodos para adquirir perfis topográficos da superfície: o apalpamento e a reflexão ótica (DA SILVA, 2008). O método de apalpamento é usualmente utilizado para a medição de perfis lineares, mas há dispositivos que usam esse método para descrever pequenas áreas (ALCALÁ; BARONE; ANGLADA, 2000). Um dos métodos de reflexão ótica mais utilizado para a medição da topografia é a interferometria laser. Nesse método, um sensor laser descreve a topografia sem o contato com a superfície.

2.2.2 Parâmetros de rugosidade de interesse

As quantificações do perfil de rugosidade são definidas nos parâmetros de rugosidade (DA SILVA, 2008). Os parâmetros de rugosidade podem ser calculados em formas bidimensionais (2D) ou tridimensionais (3D). A análise de perfil 2D tem sido amplamente utilizada em ciência e engenharia há mais de meio século (GADELMAWLA et al., 2002). Nos últimos anos, houve uma maior necessidade de análise de superfície em 3D. Os parâmetros são definidos em comparação com o plano médio da superfície, calculado através do nivelamento usando método de mínimos quadrados aplicados à superfície medida (DONG; SULLIVAN; STOUT, 1994).

A norma ISO 4287 (ISO, 1997) define os parâmetros de rugosidade bidimensionais. Para o estudo destacam-se os seguintes parâmetros: Rugosidade quadrática média (R_q / S_q) e comprimento de onda quadrático médio (λ_q).

2.2.2.1 Rugosidade quadrática média (R_q / S_q)

Este parâmetro representa o desvio padrão da distribuição das alturas da superfície. As Eq 3.1 e 3.2 mostram a definição matemática e numérica do parâmetro R_q (ISO, 1997; GADELMAWLA et al., 2002):

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l \{y(x)\}^2 dx} \quad (3.1)$$

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2} \quad (3.2)$$

Send y_i é a altura do perfil no ponto i .

Análogo ao R_q , a rugosidade superficial quadrática média (S_q) é o valor das alturas em relação ao plano médio da superfície. As Eq. 3.3 e 3.4 definem o S_q para uma superfície contínua e (DONG; SULLIVAN; STOUT, 1994; STOUT, 2000).

$$S_q = \sqrt{\frac{1}{l_x l_y} \int_0^{l_y} \int_0^{l_x} \{y(x,y)\}^2 dx dy} \quad (3.3)$$

$$S_q = \sqrt{\frac{1}{NM} \sum_{x=0}^{N-1} \sum_{y=0}^{M-1} z_{x,y}^2}$$

(3.4)

A distância relativa entre a superfície e o plano médio em uma determinada posição (x, y) é descrita por z; N é a quantidade de pontos de cada perfil; e M a quantidade de perfis que compõem a superfície.

2.2.2.2 Comprimento de onda quadrático médio (λ_q)

O comprimento de onda quadrático médio (λ_q), é um parâmetro bidimensional híbrido, que leva em consideração espaçamento em y (R_q) e a inclinação quadrática média (Δq), ou seja, espaçamentos em x e y. As definições de λ_q e Δq são apresentadas nas Eq. 3.5 e Eq. 3.6 respectivamente (ISO, 1997; GADELMAWLA et al., 2002).

$$\lambda_q = 2\pi \frac{R_q}{\Delta q} \quad (3.5)$$

$$\Delta q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L (\theta(x) - \dot{\theta})^2 dx}, \quad \dot{\theta} = \frac{1}{L} \int_0^L \theta(x) dx \quad (3.6)$$

Sendo θ a inclinação entre dois pontos consecutivos do perfil e $\dot{\theta}$ é a inclinação média. A Fig. 2.5 mostra a definição do método de cálculo do da inclinação média de um perfil de rugosidade.

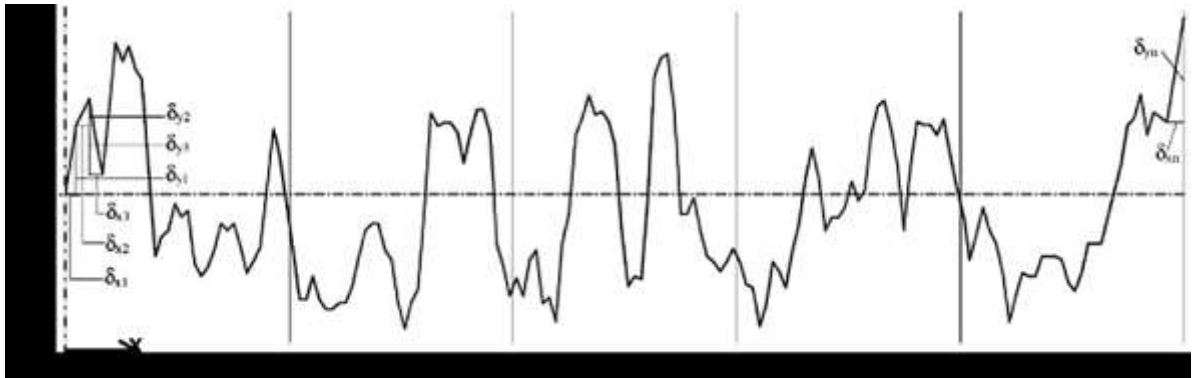


Figura 2.5. Definição de inclinação média θ (GADELMAWLA et al., 2002)

Como é mostrado na Fig. 2.5 a cada dois pontos consecutivos, calcula-se a distância relativa em x e y, representados por δ_x e δ_y respectivamente. Os parâmetros inclinação quadrática média Δq e a inclinação média $\dot{\theta}$ são definidos, numericamente, de acordo com as Eq. 3.7 e 3.8.

$$\Delta q = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{\delta_{y_i}}{\delta_{x_i}} - \dot{\theta} \right)^2} \quad (3.7)$$

$$\dot{\theta} = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{y_i - y_{i-1}}{x_i - x_{i-1}} \right) \quad (3.8)$$

2.3 Corrosão eletroquímica e curvas de polarização

Como conceito aceito 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).

A corrosão de metais em ambientes aquosos é quase sempre de natureza eletroquímica. Ela acontece quando duas ou mais reações eletroquímicas ocorrem numa superfície do metal. Como resultado, alguns dos elementos de metal ou de liga mudam de um estado metálico para um estado não metálico. Os produtos de corrosão podem ser espécies dissolvidas ou produtos sólidos da corrosão, em ambos os casos, a energia do sistema é reduzida quando o metal é convertido em uma forma de energia mais baixa. Ferrugem do aço é o melhor exemplo conhecido de conversão de um metal (ferro) num produto de corrosão não metálico (ferrugem). As reações eletroquímicas ocorrem uniformemente ou não sobre a superfície do metal (eletrodo) (ARDILA, 2013).

A corrosão eletroquímica acontece quando uma célula eletroquímica é formada. Na Fig. 2.6 pode-se observar a esquematização de uma célula eletroquímica ou pilha galvânica. Seus componentes essenciais são enunciados a seguir (GENTIL, 2007):

a) *Ânodo*: Parte de uma superfície do metal onde se realiza a reação de oxidação (processo de corrosão). Neste processo, há uma perda ou liberação de elétrons, devido à passagem do metal para sua forma iônica.

b) *Cátodo*: Parcela da superfície do metal, onde é realizada a reação de redução, no qual os elétrons produzidos no ânodo são combinados com certos íons no eletrólito. Neste processo, há um ganho de elétrons. No cátodo, o circuito elétrico é fechado por meio de um condutor externo.

c) *Eletrólito*: Toda substância que em um determinado solvente dissocia ou ioniza, originando íons que apresentam um determinado número de transporte.

d) *Diferença de potencial*: É o trabalho por unidade de carga que a força eletrostática realiza sobre uma carga que é transportada de um ponto até outro (do ânodo até o cátodo).

e) *Condutor metálico*: Cabo que conecta eletricamente os eletrodos (conduzindo os elétrons do ânodo para o cátodo).

Pode-se dizer que a cinética na corrosão estuda a taxa na qual ocorre esse processo, ou seja, quanto de um metal por unidade de tempo está se dissolvendo em um determinado ambiente. Em eletroquímica, o fluxo de elétrons gerados nas reações de dissolução (oxidação), que é igual ao fluxo de elétrons consumidos na reação de redução, é chamado de densidade de corrente de troca de elétrons i_0 , que é uma característica de um metal em equilíbrio (GENTIL, 2007). Quanto maior i_0 , maior a facilidade de transferir carga e vice-versa. A magnitude da i_0 depende de considerações cinéticas, como temperatura, concentração iônica, agitação, etc. Portanto, como as taxas de oxidação e redução são iguais em magnitude, mas de sinal contrário, não haverá um fluxo de elétrons para fora do sistema e, portanto, é impossível medir i_0 mediante um equipamento. Em equilíbrio, a corrente anódica i_a é igual à corrente catódica i_c ($i_0 = i_a = i_c$).

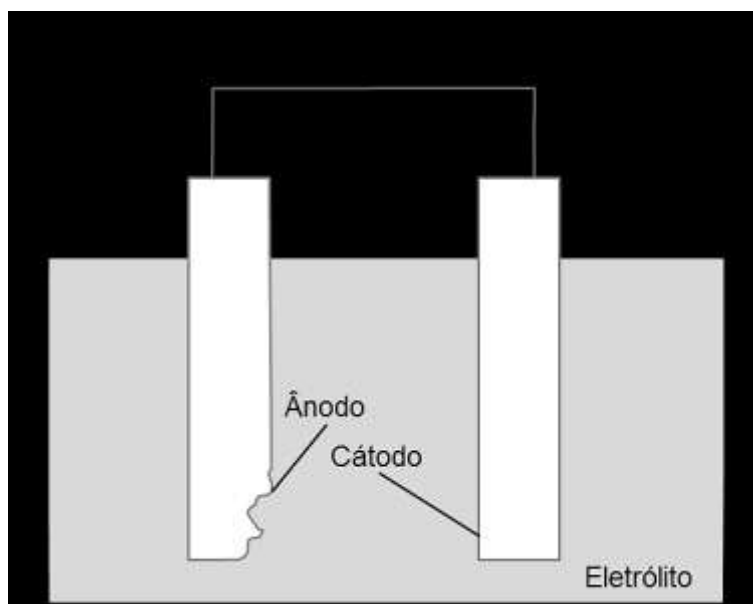


Figura 2.6. Célula eletroquímica ou pilha galvânica (GENTIL, 2007).

Qualquer desvio da condição de equilíbrio altera o potencial do eletrodo e, instantaneamente, modificam as magnitudes das velocidades anódica e catódica, produzindo um fluxo líquido de elétrons (FONTANA, 1986).

Quando a peça de metal (MA) é conectada com outra peça de um metal diferente (MC), através de uma fonte de potencial, e submersa na solução com íons do metal MA, será possível estabelecer uma diferença de energia ΔE entre as placas para que exista um fluxo de elétrons entre esses metais. Na sequência, são modificadas as condições de equilíbrio iniciais nas interfaces dos dois metais. A peça de metal MA tende a se dissolver

porque atua como o ânodo, passando à solução em forma de íons e, portanto, existirá um fluxo de elétrons gerados que viajam na direção do metal MC, agindo como catodo, através das conexões elétricas.

O fluxo de elétrons leva ao desvio dos potenciais de equilíbrio, de cada uma das fases, do seu valor inicial. Isto é conhecido pelo termo polarização, ou seja, o deslocamento do potencial de equilíbrio para outro valor por um fluxo de elétrons (REVIE; UHLIG, 2011).

Na Fig. 2.7 é apresentada a resposta de polarização de um sistema quando o potencial mensurado E sai do equilíbrio. Sendo E_{eq} é o potencial no equilíbrio e η é o sobrepotencial, e os prefixos “a” e “c” são anódico e catódico respectivamente. Um metal pode ser polarizado por concentração, por ativação, ou por resistência (ôhmica) (WOLYNEC, 2003; GENTIL, 2007).

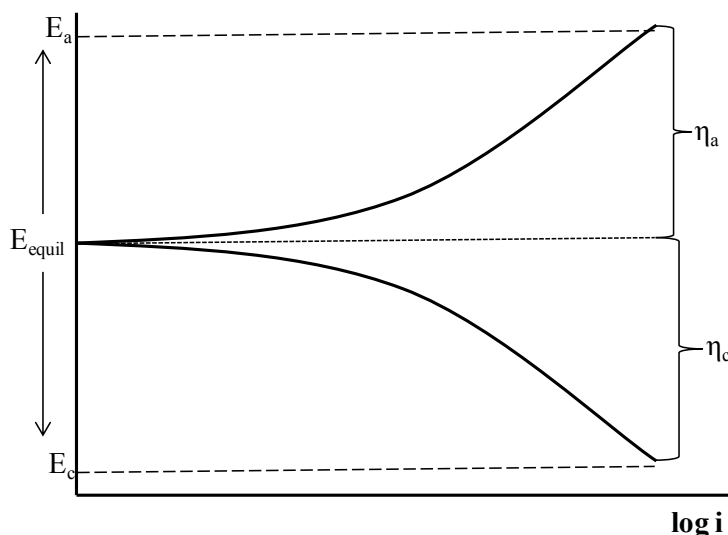


Figura 2.7. Resposta da polarização de um sistema eletroquímico (REVIE; UHLIG, 2011).

A curva de polarização é a representação gráfica de um método de estudo de corrosão eletroquímica onde se realiza uma eletrólise, utilizando como eletrodo e eletrólito, respectivamente, o metal e o meio que se deseja estudar (Fig. 2.7). O ensaio pode ser conduzido com potenciais de eletrodo controlados, medindo-se, neste caso, os valores de corrente em função do potencial aplicado, $i = f(E)$, ou então, a corrente de eletrólise controlada, obtendo-se os valores de potencial em função da corrente, $E = f(i)$. Apenas o primeiro caso será tratado neste trabalho, já que, procura-se conhecer o comportamento dos aços com a evolução do tempo de forma constante e não escalonada, ou seja, procura-se uma análise do comportamento de toda a região de polarização do aço e não só alguns potenciais específicos. Desta forma, as curvas obtidas em potencial controlado podem ser de dois tipos: potenciodinâmica e potencioestática (GENTIL, 2007).

As curvas potenciodinâmicas são aquelas que têm variação contínua do potencial de eletrodo em função do tempo t ; a medição de $i = f(t)$ produz $i = f(E)$ uma vez que se conhece $E = f(t)$. Já as curvas potencioestáticas, têm variação descontínua do potencial no eletrodo, modificando-o gradualmente, ponto a ponto por patamares de potencial, e medindo-se a corrente correspondente para cada patamar após sua estabilização do sistema ou após um tempo determinado (GENTIL, 2007).

A montagem para realização das curvas de polarização é apresentada na Fig. 2.8. Seus principais componentes são um potenciostato, ligado aos eletrodos da célula eletroquímica, um sistema de aquisição de dados e um sistema de processamento de dados ("software"). O potencial entre a amostra ou eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência, associado à corrente circundante pelo eletrodo auxiliar, definirão as características de corrosão das amostras (eletrodo de trabalho) (ARDILA, 2013).

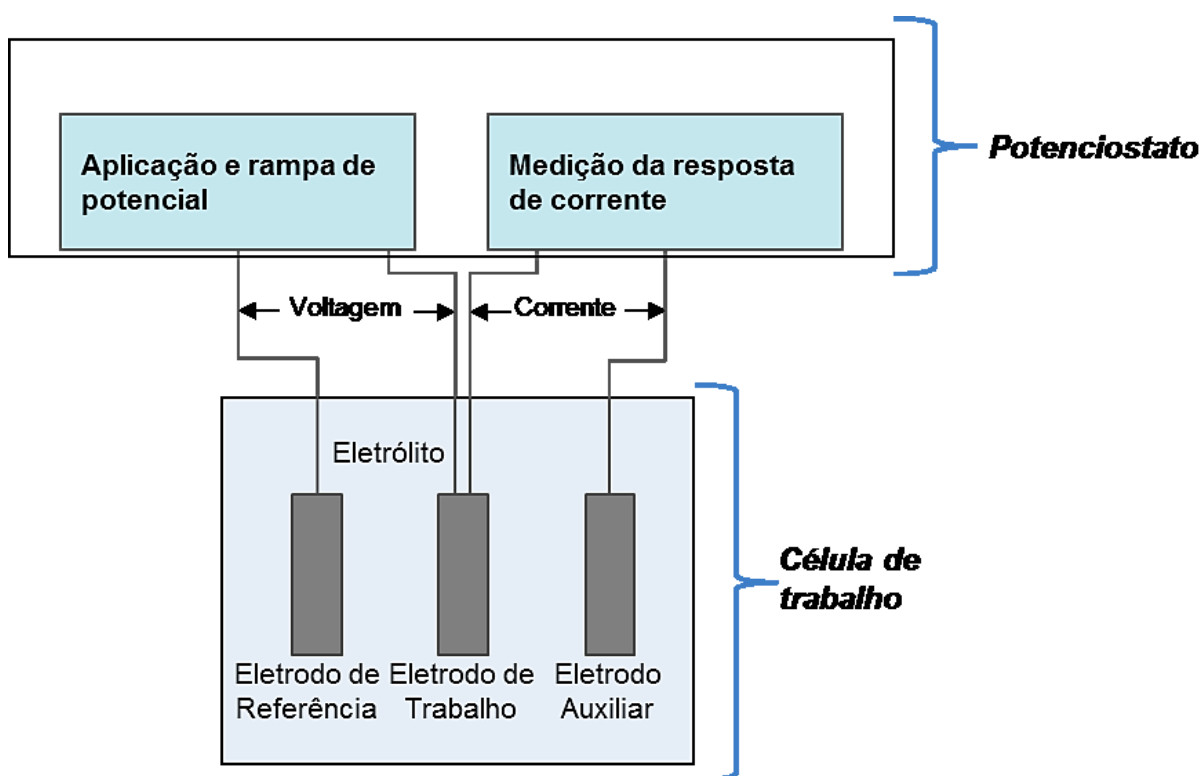


Figura 2.8. Montagem para obtenção das curvas de polarização (ARDILA, 2013).

Os elementos característicos da montagem (ARDILA, 2013) são:

- a) Eletrodo de referência: Seu potencial é constante e conhecido, permitindo conhecer o potencial que existe no processo estudado.
- b) Eletrodo de trabalho: Este é o objeto de estudo, ou seja, é o eletrodo para ser analisado.

- c) Eletrodo auxiliar: É não polarizável e inerte. Fica unido ao eletrodo de trabalho, geralmente como catodo. Normalmente, é de platina ou grafite.
- d) Potenciostato: É responsável por fornecer uma voltagem através de uma rampa de potencial entre o eletrodo de referência e eletrodo de trabalho. Por outro lado, também é responsável por medir a corrente entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência.

2.3.1 Passivação

A modificação do potencial de um eletrodo no sentido de melhorar a atividade (mais catódico ou mais nobre), devido à formação de uma película de produto de corrosão, é denominada de passivação (GENTIL, 1982).

Admite-se que a passivação seja causada por um filme muito fino de óxido na superfície metálica ou por um estado triboquímico da superfície, que impede o contato entre o metal e o meio corrosivo.

As curvas de polarização anódicas são importantes auxiliares para o estudo e identificação de sistemas metal/meio passiváveis. A passividade de um metal pode ser destruída por substâncias redutoras, polarização catódica e íons halogênicos. Em alguns casos, o filme passivo formado pode ser facilmente destruído por um leve impacto (ARDILA, 2013).

Um metal torna-se passivo quando o seu potencial aumenta de uma direção positiva ou anódica para um potencial em que a densidade de corrente i (taxa de dissolução anódica) diminui (em muitos casos, em ordem de magnitude) para um valor menor do que a observada em um potencial menos anódico. Esta redução ocorre mesmo que o potencial E para a dissolução anódica seja levado a um valor mais elevado, devido à formação da camada passiva. Na Fig. 2.9 apresenta-se a curva potenciodinâmica que descreve a passividade (ARDILA, 2013).

Segundo a Fig. 2.9, três diferentes regiões de potencial são identificadas: a ativa, a passiva, e a transpassiva. Quando a densidade de corrente atinge a valor crítico de primeira passivação (i_{cpp}), no potencial de passivação (E_p), o potencial permanece constante, enquanto a densidade de corrente sofre uma acentuada queda até atingir a densidade de corrente passiva (i_p) ou densidade de corrente mínima (i_{pass}). Quando a passividade é quebrada num potencial chamado de potencial de quebra, crítico ou de pite (E_{cri}). Sendo a região transpassiva, a região no qual o com o aumento do potencial a densidade de corrente aumenta após a quebra da passividade, levando à degradação do material (REVIE; UHLIG, 2011).

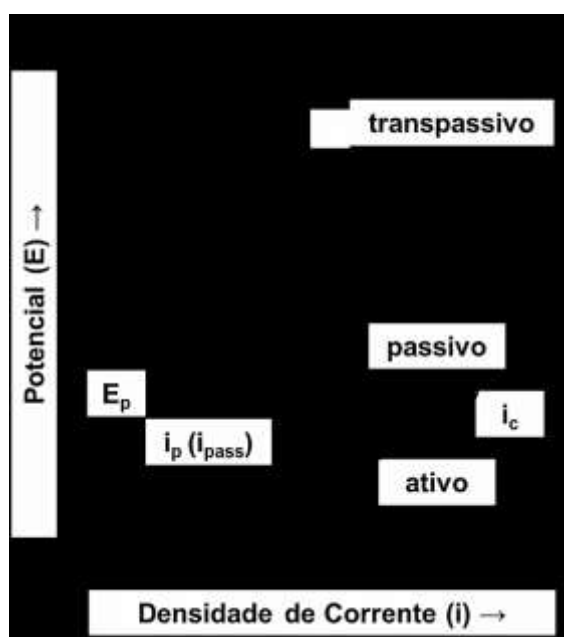


Figura 2.9. Curva de polarização anódica esquemática e idealizado para um metal passivo (REVIE; UHLIG, 2011).

2.3.2 Curvas de polarização anódica para aços inoxidáveis

O comportamento dos aços inoxidáveis através de uma curva de polarização anódica é apresentado na Fig. 2.10, de acordo com Bieffer (1970) e Tylor e Scully (1987). Da curva de polarização pode-se extrair informação característica para cada aço inoxidável e serve para se ter uma ideia de sua resistência à corrosão em determinado meio.



Figura 2.10. Resumo esquemático das curvas de polarização para aços inoxidáveis em meio de 1N H₂SO₄ (BIEFER, 1970; TAYLOR; SCULLY, 1987).

Os parâmetros mais relevantes que conseguem-se extrair são:

- O potencial de corrosão (E_{corr}), que 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.
- O potencial e densidade de corrente crítica da primeira passivação (E_{cpp} e i_{cpp}), sendo o potencial e a corrente nos quais o aço inicia seu processo de passivação. Quanto mais alto, mais difícil é o processo de passivação, ou seja, menor resistência à corrosão.
- A corrente mínima (i_{pass}), que é a mínima corrente alcançada pelo processo de passivação, quanto menor for esta corrente, melhor capacidade de passivação terá o aço.
- O potencial de quebra ou potencial de pite (E_{cri}), que 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.
- O potencial e densidade de corrente da segunda passivação (E_{csp} e i_{csp}), que são o potencial e a corrente correspondentes a uma nova e pequena passivação que, na sequência, leva a um processo de evolução de oxigênio.

A diferença (ΔE) entre o potencial da primeira passivação (E_{cpp}) e o potencial da segunda passivação (E_{csp}) pode-se entender como a região que o aço possui um comportamento passivo, de maneira que, na maior diferença (ΔE) a resistência a corrosão será maior. Assim, entenda-se que os potenciais de primeira e segunda passivação atuam de forma antagônica, onde de maneira ideal se deseja uma menor potencial de primeira passivação e um maior potencial de segunda passivação para que o ΔE seja o máximo possível.

2.4 Micro-abrasão

O desgaste abrasivo promove a perda de matéria devido ao movimento relativo entre duas superfícies, decorrente da ação entre elas de “asperidades” duras, ou partículas abrasivas livres, ou partículas abrasivas engastadas em uma das superfícies. Essas partículas duras podem ser provenientes de fragmentos oriundos do processo de desgaste ou contaminação acidental por uma fonte externa ao tribosistema (GAHR, 1987).

Na literatura observam-se os termos “desgaste abrasivo” de “desgaste micro-abrasivo” tratados de forma similar, mas há varias maneiras possíveis de diferenciar eles. Pode-se comparar pela taxa de desgaste (k), enquanto que no “desgaste micro-abrasivo” a k varia entre 1×10^{-6} e $2,5 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ (KATTAMIS et al., 1994; TREZONA; ALLSOPP;

HUTCHINGS, 1999; SHIPWAY; HOWELL, 2005), no “desgaste abrasivo” observam-se valores de k até com três ordens de grandeza maiores, variando entre 1×10^{-2} e $1,2 \times 10^{-1} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ (HUTCHINGS, 1992; COZZA, 2006).

Outra forma de diferenciar é pelo tamanho médio das partículas abrasivas no “desgaste micro-abrasivo” ocorre com participação de partículas abrasivas com tamanho médio na ordem de micrometro. Por exemplo, partículas abrasivas com tamanho médio entre 3 e 6 μm , aproximadamente, são comumente utilizadas em ensaios de desgaste micro-abrasivos por esfera rotativa (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999; ADACHI; HUTCHINGS, 2005; COZZA et al., 2007). Já o “desgaste abrasivo” é gerado por partículas abrasivas relativamente maiores, entre 50 e 250 μm (HUTCHINGS, 1992).

2.4.1 Equipamento de micro-abrasão por esfera rotativa

O ensaio micro-abrasivo é comumente associado a um tipo específico de ensaio tribológico, o ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa (“Ball Cratering Abrasion Test”), que tem se tornado comum ao meio acadêmico.

Segundo a literatura existem duas configurações de equipamentos para este tipo de ensaio, nos quais existe uma diferença operacional pequena, mas a diferença entre os resultados pode ser significativa. Essas duas configurações diferem na forma de movimentar a esfera, sendo uma por esfera livre (ou móvel) e outra por esfera fixa. No primeiro caso a esfera se apoia em um eixo e a força aplicada é essencialmente o peso da esfera. No segundo, a esfera é presa entre dois eixos rotativos coaxiais e a amostra é forçada contra a esfera por uma alavanca.

O princípio de funcionamento deste ensaio é o de pressionar uma esfera rotativa, geralmente de aço, de raio R , contra a superfície de uma amostra na presença de uma suspensão de partículas abrasivas finas, por exemplo, carbeto de silício (SiC) ou sílica (SiO_2) (SCHIFFMANN; BETHKE; KRISTEN, 2005).

A configuração do equipamento é caracterizada pelo controle da força normal aplicada sobre a amostra (Fig. 2.11-a) e da rotação do motor que move a esfera e o fluxo de abrasivo liberado sobre a amostra durante o ensaio. No esquema da Fig. 2.11-b pode ser vista a disposição de cada componente para a configuração esfera rotativa livre.

A geometria da impressão de desgaste formada sobre a amostra é a reprodução negativa da forma geométrica do contra-corpo esférico e apresenta um raio “ b ” (Fig. 2.12). 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. Neste contexto, onde k é a taxa de desgaste, a resistência ao desgaste abrasivo é definida por k^{-1} expressa em $[(\text{N.m})\text{m}^{-3}]$, limitando sua utilização a situações onde o volume de desgaste é

diretamente proporcional à carga aplicada e à distância percorrida (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997; TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).

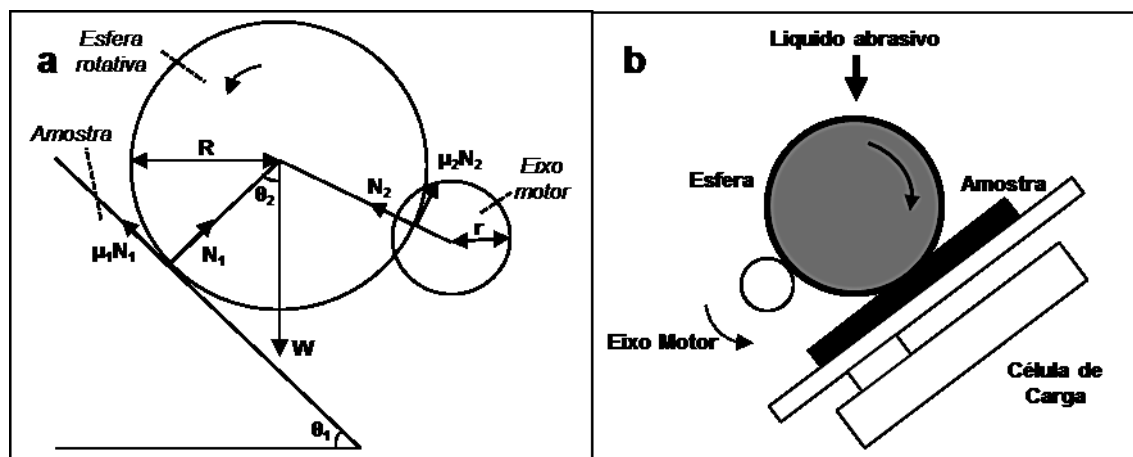


Figura 2.11. (a) Esquema da distribuição das forças para o equipamento com esfera livre (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996); (b) Disposição dos componentes segundo o “lay out” do equipamento em funcionamento (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996; LORENZI; PEROTTONI; ZORZI, 2010).

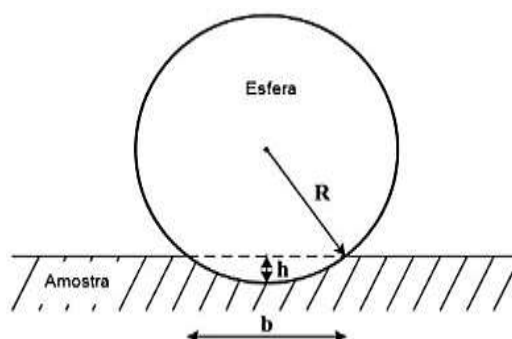


Figura 2.12. Esquema ilustrativo da formação da calota no ensaio de micro-abrasão por esfera rotativa (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996).

2.4.2 Dinâmica das partículas abrasiva e micro-mecanismos de desgaste abrasivo

Tradicionalmente, o contato entre as partículas abrasivas e a superfície que sofre desgaste tem sido classificado em dois modos: desgaste abrasivo a dois-corpos e desgaste abrasivo a três-corpos (BURWELL, 1957; HUTCHINGS, 1992). Desgaste a dois corpos ocorre quando existem asperidades duras, ou partículas abrasivas rigidamente fixadas no contra-corpo, que geram sulcos/riscos sobre a superfície da amostra durante o movimento. No desgaste a três corpos as partículas abrasivas estão livres, o que permite o rolamento e/ou deslizamento destas entre a amostra e o contra-corpo que, conseqüentemente, gastam

apenas parte do tempo atuando sobre a superfície (RABINOWICZ; DUNN; RUSSELL, 1961; HUTCHINGS, 1992).

A classificação dois e três corpos não foi a mais adequada para determinar os fenômenos do processo abrasivo, já que em algumas situações as características da abrasão não se enquadravam nas características desta classificação. Rutherford e Hutchings (1996) mostraram que no desgaste abrasivo a três corpos ocorre uma rotação de partículas atuantes, resultando em indentações espalhadas sobre a superfície de desgaste. Riscos/sulcos são associados ao encrustamento das partículas no contra-corpo, que deslizam sobre a amostra. Em um trabalho seguinte, Trezona; Allsopp e Hutchings, (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999) propuseram uma nova classificação para o desgaste abrasivo em função dinâmica de partícula atuante. O processo de desgaste abrasivo no qual as partículas são fixadas no contra-corpo e deslizam sobre a amostra é descrito como “desgaste abrasivo por sulcamento ou deslizamento de partículas” (“grooving abrasive wear”), e o processo em que é possível o rolamento das partículas entre as superfícies é descrito como “desgaste abrasivo por rolamento” (“rolling abrasive wear”). O aspecto superficial gerado pelo desgaste abrasivo por rolamento e deslizamento de partículas abrasivas é apresentado na Fig. 2.13.

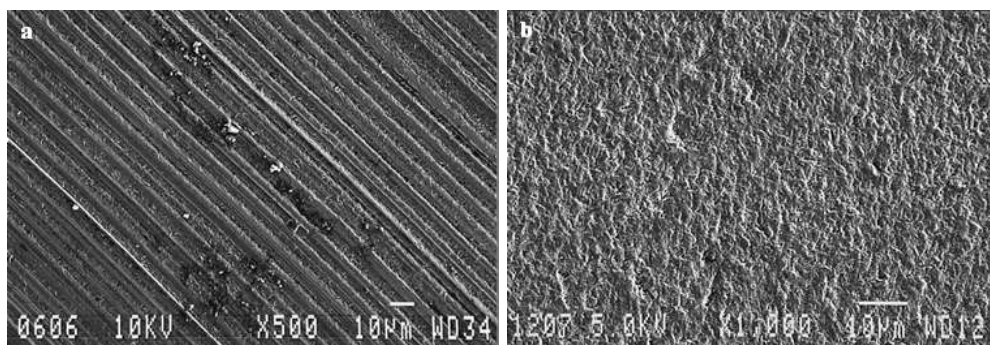


Figura 2.13. Superfície de um corpo-de-prova de aço ferramenta apresentando um aspecto diferente no desgaste da superfície pela mudança da dinâmica das partículas abrasivas ao variar o material destas: (a) deslizamento de partículas de diamante; e (b) rolamento de partículas de sílica (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).

O desgaste abrasivo por deslizamento de partículas é o processo no qual a mesma região da partícula abrasiva, ou aspereza, permanece em contato com a superfície desgastada ao longo do processo, neste tipo de desgaste as superfícies são caracterizadas por sulcos paralelos à direção de deslizamento da partícula (Fig. 2.13-a). Em contraste, o desgaste abrasivo por rolamento é o processo caracterizado pelo fato de que a região da partícula abrasiva em contato com a superfície de desgaste é continuamente mudada. As

superfícies de desgaste produzidas por esse processo são caracterizadas por serem altamente deformadas, com a presença de indentações múltiplas, e com pouco ou nenhum padrão de orientação ou direção (Fig. 2.13-b).

A interação entre a superfície de trabalho e a partícula abrasiva promove o surgimento de micro-mecanismos da abrasão (GAHR, 1987). A literatura define os mecanismos de desgaste associados ao deslizamento da partícula abrasiva sobre a superfície, sendo: microsulcamento, microcorte, microtrincamento e microidentação. Estes são apresentados na Fig. 2.14.

No microsulcamento existe deformações plásticas sem perda de matéria, gerando um sulco com conseqüente formação de acúmulos frontais e laterais da matéria movimentada (Fig. 2.14-a). No microcorte há a formação de microcavacos sem deformação plástica lateral, com conseqüente geração de um risco (Fig. 2.14-b). O microtrincamento é dado pela 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, sendo um mecanismo ligado aos materiais frágeis (Fig. 2.14-c) (GAHR, 1987). A microidentação se dá quando uma partícula abrasiva encosta na superfície com uma determinada carga sem deslizar, gerando deformação plástica localizada (Fig. 2.14-d), a repetição de indentações sobre a superfície recebe o nome de indentação múltipla (DA SILVA, 2008; DA SILVA; COSTA; DE MELLO, 2011).

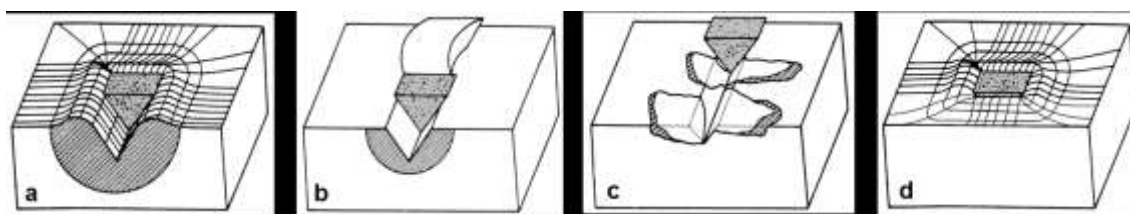


Figura 2.14. Micromecanismos de desgaste abrasivo. (a) microsulcamento; (b) microcorte; (c) microlascamento (GAHR, 1987); e (d) microidentação (DA SILVA, 2008; DA SILVA; COSTA; DE MELLO, 2011).

2.5 Equipamentos de micro-abrasão-corrosão

Para a exploração, estudo e entendimento da ação conjunta da abrasão e corrosão, equipamentos de micro-abrasão têm sido adaptados para realizar conjuntamente os ensaios combinados com corrosão, conforme Fig. 2.15 (STACK; JAWAN; MATHEW, 2005). O princípio é instalar uma célula eletroquímica para a aplicação de diferença de potencial a uns equipamentos de testes micro-abrasivos de esfera fixa.

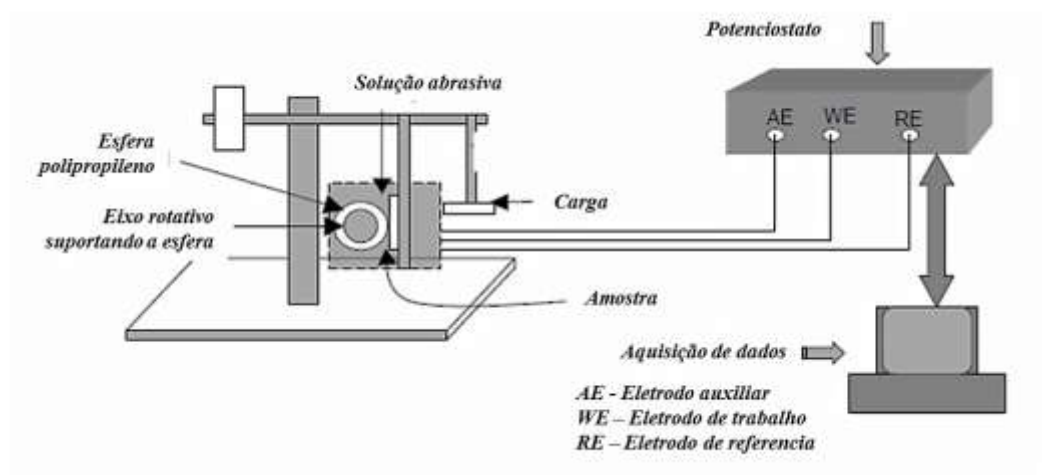


Figura 2.15. Desenho esquemático da adaptação do teste de micro-abrasão para realização de ensaios abrasão-corrosão (STACK; JAWAN; MATHEW, 2005).

Vários estudos têm medido abrasão-corrosão para biomateriais e diversos revestimentos (WOOD et al., 2010). Uma visão detalhada da região do contato entre a amostra e a esfera para este tipo de equipamento pode ser observada na Fig. 2.16 (SUN; WHARTON; WOOD, 2009).

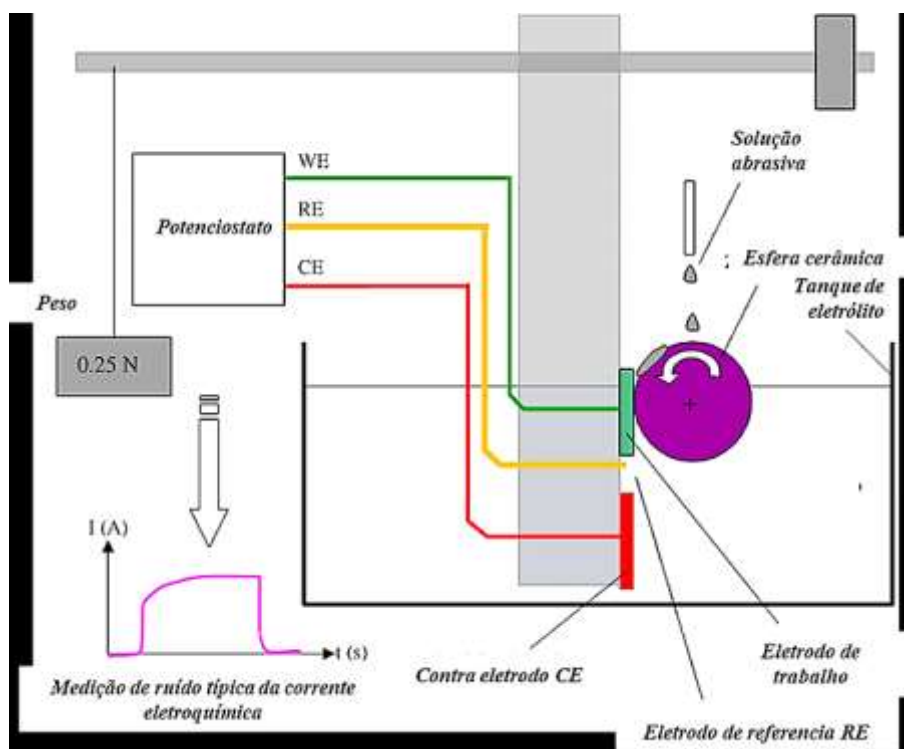


Figura 2.16. Desenho em detalhe da região de contato da adaptação do teste de micro-abrasão para realização de ensaios abrasão/corrosão (SUN; WHARTON; WOOD, 2009).

O princípio é o mesmo da Fig. 2.15, mas neste caso há uma alimentação de eletrólito por gotejamento na região do contato. Além, existe um detalhamento da disposição dos eletrodos na célula eletroquímica. Quando existe um encostamento da esfera com a amostra (WE) existe um ruído na leitura da corrente, que mostra uma ativação da superfície.

2.5.1 Equipamento de micro-abrasão-corrosão desenvolvido no LTM

Para pesquisar os efeitos conjuntos da micro-abrasão e corrosão no Laboratório de Tribologia e Materiais foi projetado equipamento híbrido que combinou uma célula eletroquímica e potenciostato com um testador de micro-abrasão de esfera fixa (SANTOS et al., 2015); Uma visão esquemática do equipamento é mostrada na Fig. 2.17. Este equipamento pode ser dividido em quatro partes:

- a preparação da lama abrasiva: que é composta por um misturador eletromagnético que garante a homogeneidade da solução e uma bomba peristáltica para sustentar um fluxo controlado de lama durante o teste.
- sistema de aquisição de imagens: uma câmera digital garante a medição da calota de desgaste, esta cicatriz é analisada e medida por um software de processamento de imagens.
- medidas de movimento e carga: a carga é aplicada usando um peso morto. A força é transmitida do seu ponto de aplicação para a amostra por um sistema de braço de alavanca. Uma célula de carga tridimensional foi instalada após o braço de alavanca. Esta célula permite acompanhar a força normal e de atrito ao longo do teste, sendo este fato é uma função diferencial com os demais equipamentos reportados na literatura.
- célula eletroquímica: uma cuba acrílica para a retenção de líquido foi instalada para abrigar a esfera rotativa e o porta-amostra. Uma face da cuba em membrana flexível de látex, protegendo a célula de carga no lado externo, mas permitindo a leitura da carga aplicada. Nas paredes da cuba onde passam os eixos foram instalados retentores evitando o transbordo de solução corrosiva.

A membrana flexível apresenta uma interferência mecânica negligenciável na transmissão de carga, assegurando a estanqueidade e isolamento da célula eletroquímica. A velocidade rotativa da esfera é assegurada por um motor DC controlado usando uma metodologia de circuito fechado, onde o sinal de feedback de velocidade é fornecido por um codificador.

Para a realização dos ensaios com a célula eletroquímica foi necessário o desenvolvimento de uma preparação específica para as amostras. Após as etapas de lixamento e limpeza com ultrassom da amostra, 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 restante da superfície foi recoberta com cera parafínica a 150 °C (LABIAPARI, 2015).

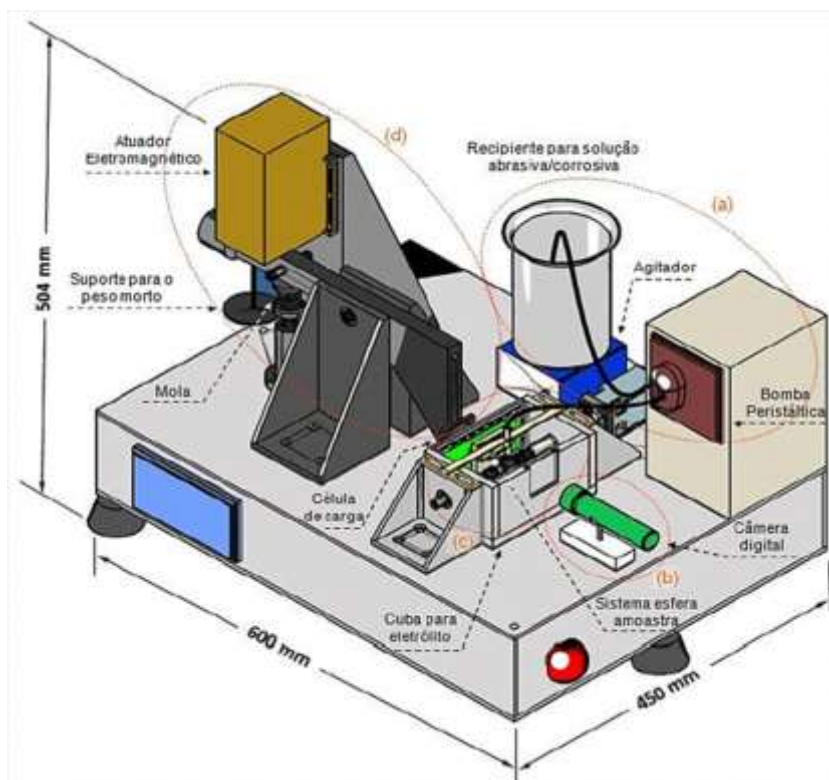


Figura 2.17. Desenho esquemático do equipamento de micro-abrasão-corrosão projetado no LTM (SANTOS et al., 2015).

CAPÍTULO III

MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 Introdução

Para um melhor entendimento do procedimento experimental do presente trabalho apresenta-se um fluxograma das atividades desenvolvidas e principais parâmetros do procedimento experimental (Fig. 3.1). Da mesma forma, no final apresenta-se uma metodologia com o descrito no capítulo.

3.2 Equipamentos e análises

3.2.1 Equipamentos (micro-abrasivos e abrasivo-corrosivos)

Para o presente trabalho usaram-se dois equipamentos para avaliar a influência da topografia de superfície do corpo e do contra-corpo na resistência ao desgaste e à corrosão. Os dois equipamentos são micro-abrasômetros sendo um de esfera livre e o outro de esfera fixa.

O equipamento de esfera livre utilizado foi o “Calowear[®]”, comumente utilizado para avaliar o desgaste micro-abrasivo. Nele foram feitos os testes que avaliam a influência da topografia de superfície da amostra na micro-abrasão.

Os demais testes foram feitos em equipamento de micro-abrasão-corrosão desenvolvido no Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM-UFU) designado micro-abrasão-corrosão e descrito na Revisão Bibliográfica (Capítulo II, 2.5.1).

O equipamento de micro-abrasão-corrosão teve modificações no sistema de aplicação de carga, como é indicado na Fig. 3.2.

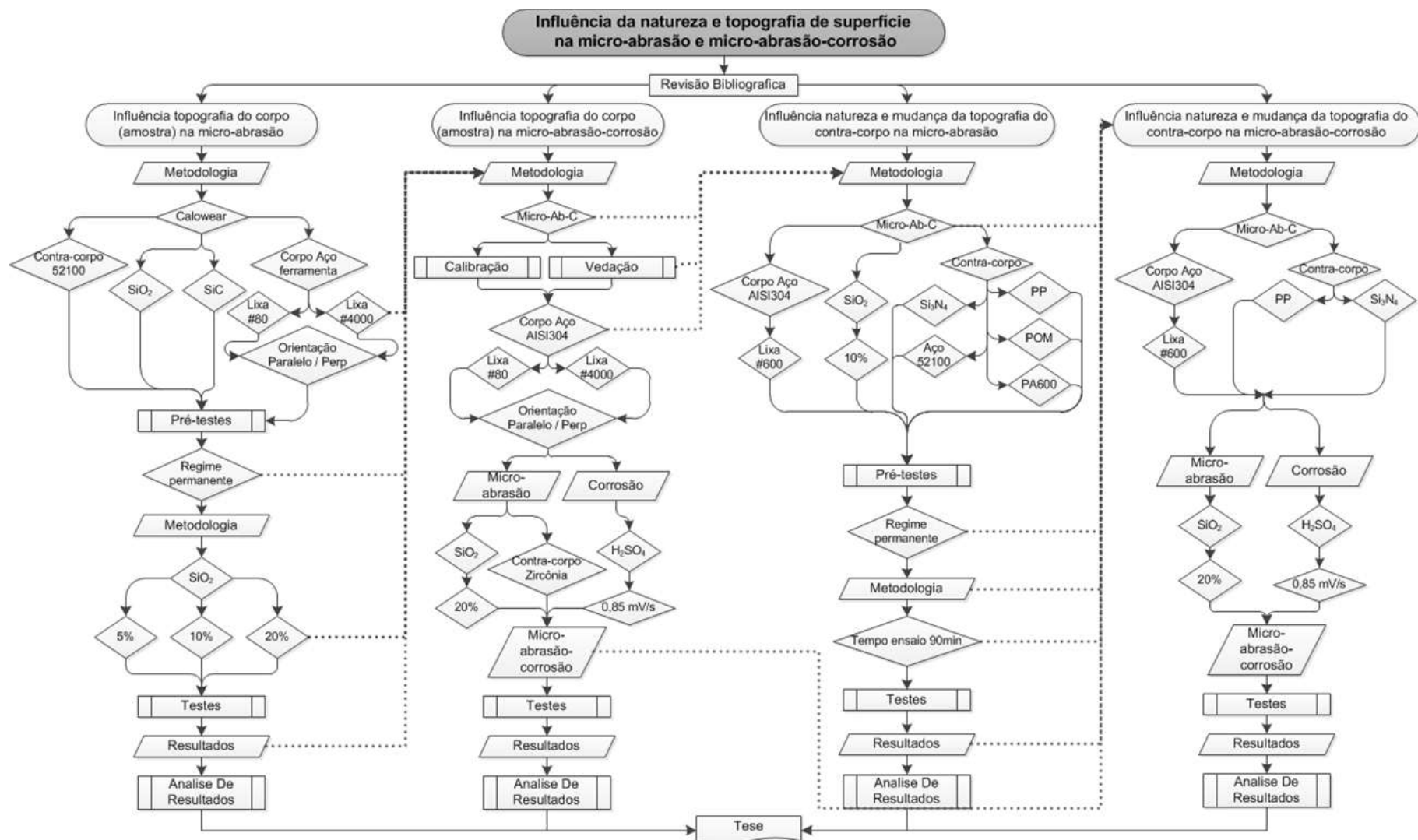


Figura 3.1. Fluxograma das etapas e principais decisões do procedimento experimental para a avaliação da topografia de superfície na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão.

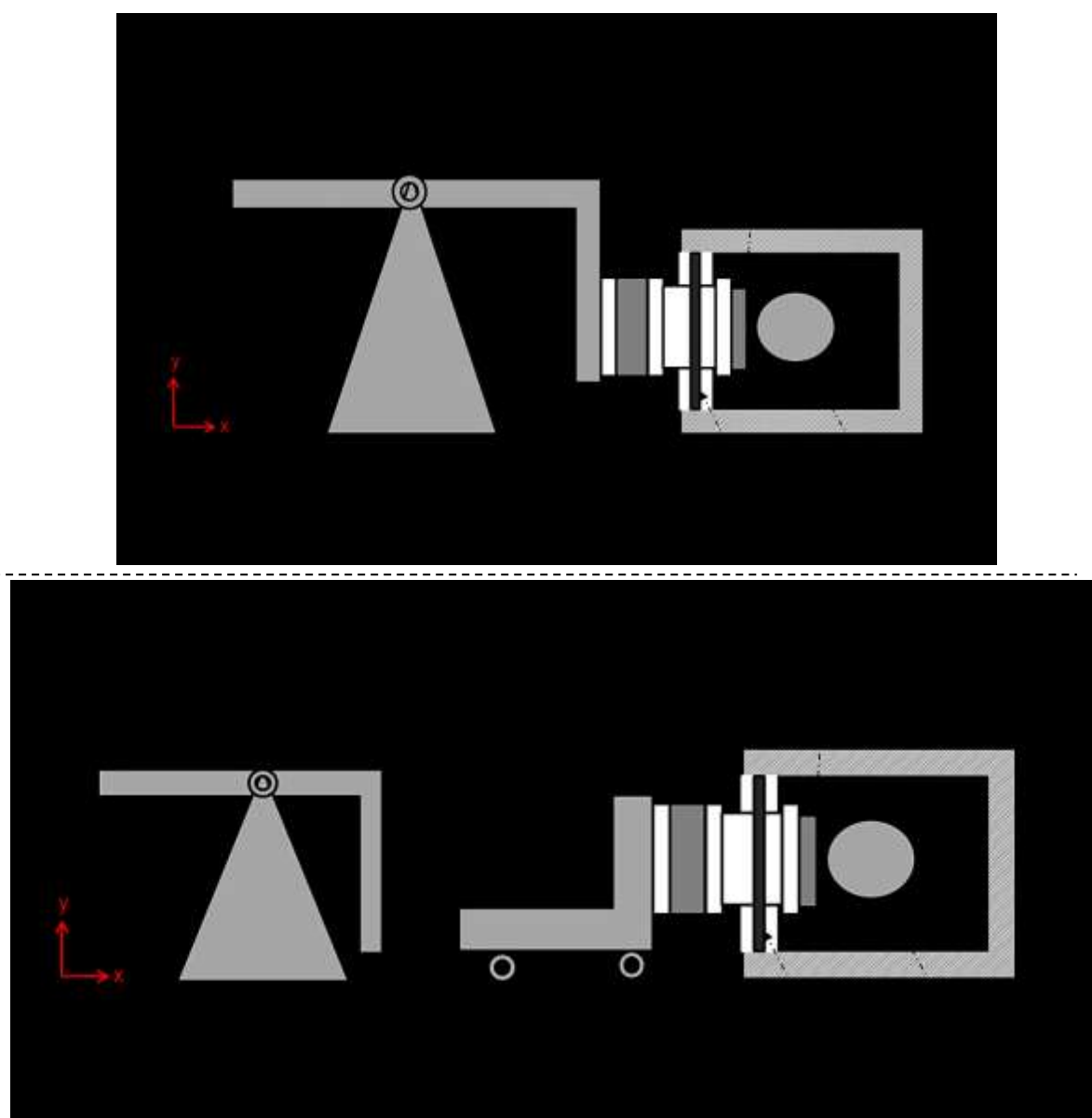


Figura 3.2. Esquema das modificações na aplicação de carga no equipamento de micro-abrasão-corrosão; (a) sistema antigo (b) sistema novo.

Estas modificações foram desenvolvidas para garantir que a força, no par amostra-esfera, seja predominantemente horizontal, X, ou seja, a existência de uma só componente de força normal pela aplicação do peso morto. No sistema antigo, a célula de carga estava ligada diretamente ao sistema de alavanca, e isto implicava que a força aplicada pelo peso morto no par amostra-esfera tivesse duas componentes: uma de força normal (horizontal X) e outra tangencial (força de atrito, vertical Y). A carga aplicada pelo sistema de alavanca ao sistema do carro transmissor da carga é 1,22 vezes maior que a carga induzida pelo peso morto. Com estas modificações, logrou-se obter uma maior sensibilidade na leitura das forças atuantes, e com isto a necessidade de uma nova calibração.

3.2.1.1 Calibração das forças no equipamento de micro-abrasão-corrosão

Ao adaptar-se o novo sistema de aplicação de carga visualizaram-se duas principais interferências na leitura da carga: a) o movimento da membrana isolante do meio corrosivo, e b) o ruído no sinal da leitura da carga, induzido pelo motor.

Na Fig. 3.3, apresenta-se a influência do movimento da membrana que isola a célula de carga tri-axial na leitura da carga. Observa-se que as forças lidas são estabelecidas como zero no lapso de tempo (1). Após, cria-se uma movimentação da membrana isolante, a qual gera uma força lida pela célula de carga (lapso de tempo 2). Após esta movimentação, tenta-se voltar à membrana na posição inicial, mas um resíduo de carga fica na leitura das forças quando esta volta na posição inicial; este resíduo gera uma carga adicional no sistema de leitura de forças no momento de execução do teste, ou seja, as forças não são nulas no momento de iniciar o teste (lapso de tempo 3).

Este resíduo de carga causado pela movimentação da membrana isolante pode ser originada pela:

- a) movimentação do carrinho que transmite a força normal que pode chegar até o encostamento da amostra na esfera;
- b) remoção da tampa da célula eletroquímica que produz um deslocamento da membrana isolante.

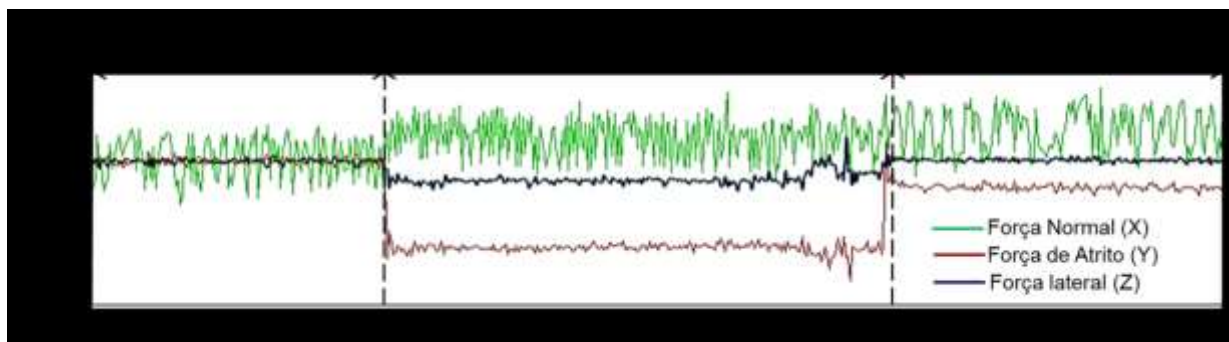


Figura 3.3. Interferência da membrana isolante do meio corrosivo na leitura das forças pela célula de carga tri-axial do equipamento de micro-abrasão-corrosão.

Procurando solucionar este problema da força residual produzida pela membrana isolante, usou-se o posicionamento de um calço para estabelecer o zero das forças lidas pela célula de carga, este calço garante que o zero seja estabelecido sempre na mesma distância da face do corpo (amostra) com o contra-corpo (Fig. 3.4). Além disto, optou-se que este distanciamento seja mínimo de tal forma que as superfícies do corpo e do contra-corpo não entrem em contato antes do teste, isto garante que a movimentação da membrana seja quase nula e, por conseguinte, não sejam geradas forças residuais. Da mesma forma,

sempre que amostra for encostada na esfera, sem ser para realizar o teste, deve se estabelecer uma nova zeragem para evitar o acúmulo de forças residuais.

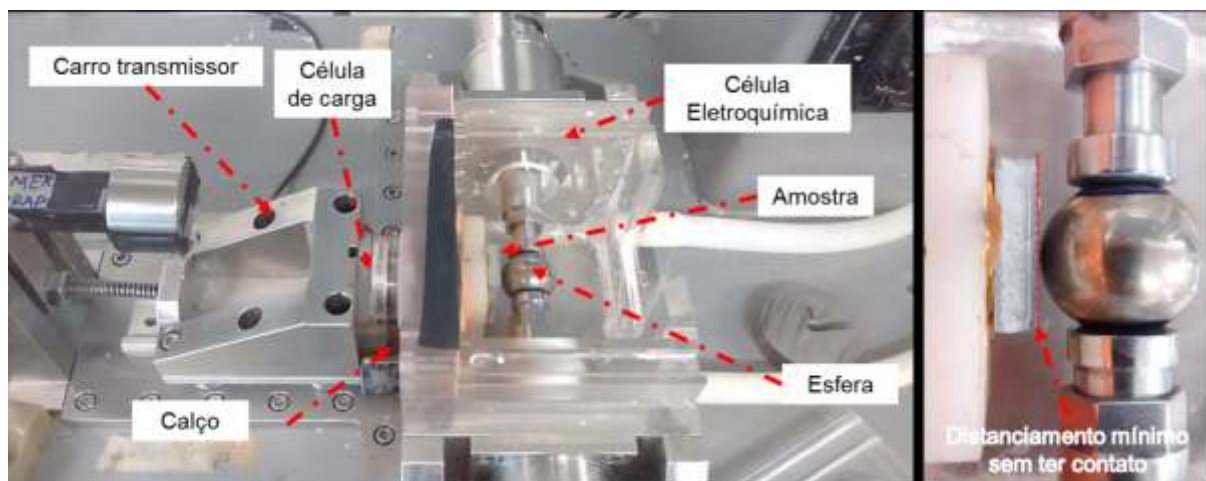


Figura 3.4. Posicionamento de um calço para a zeragem da célula de carga antes do início do ensaio, de forma que o distanciamento das superfícies (corpo e contra-corpo) seja sempre o mesmo e mínimo.

A energização do motor induzia um ruído na leitura das forças principalmente na componente da força normal. Este ruído implicava que a leitura das forças mudasse aproximadamente uma ordem de grandeza. O ruído era gerado por um resíduo de potencial elétrico do motor elétrico no sistema elétrico (fiação), este resíduo de potencial chegava ao sistema de aquisição de dados da célula de carga, o qual gerava o ruído na leitura das forças, como é observado na Fig. 3.5.

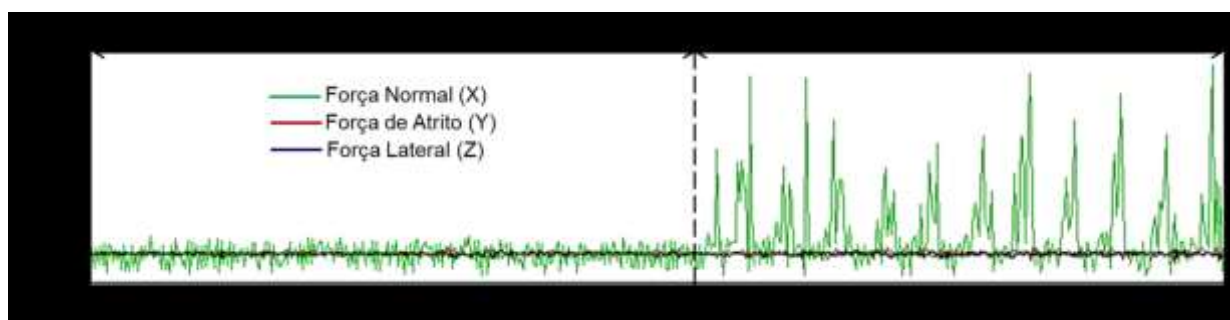


Figura 3.5. Ruído na leitura das forças induzida pela energização do motor.

Adaptou-se uma bobina, de três entradas e saídas, no cabo de ligação entre o motor e o controlador (Fig. 3.6). Esta solução foi encontrada em algumas anotações técnicas dos fabricantes do motor (FULTON, 1996).

A Fig. 3.7 mostra o sinal da célula de carga após as correções. Com a aplicação destas correções, o ruído máximo lido pela célula de carga foi diminuído uma ordem de grandeza: para a força normal, de 0.9 N passou a ser 0.08N, e, para força de atrito, de 0.01N passou para 0.009N.

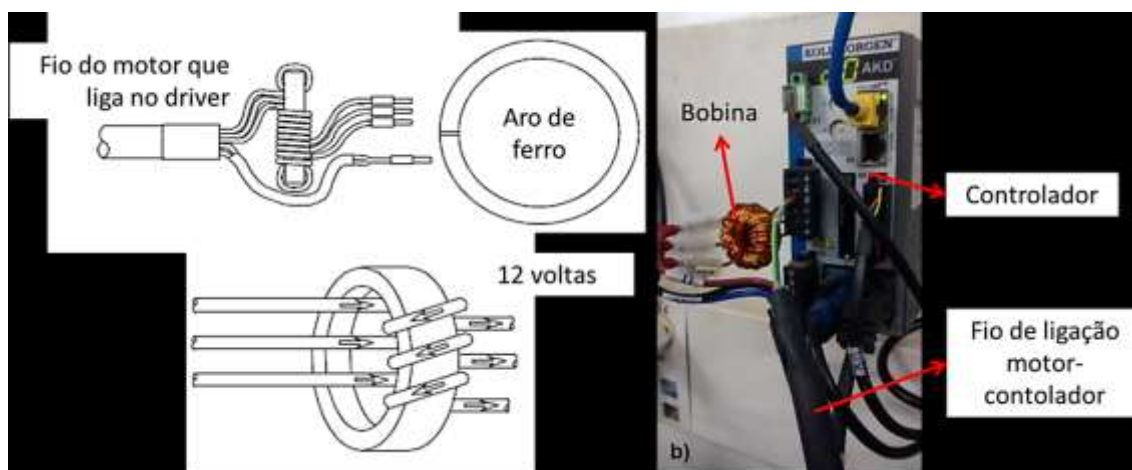


Figura 3.6. Bobina instalada para a filtragem do ruído na leitura das forças gerado por potencial residual do motor: (a) indicações da fabricação da bobina (FULTON, 1996); (b) bobina instalada.

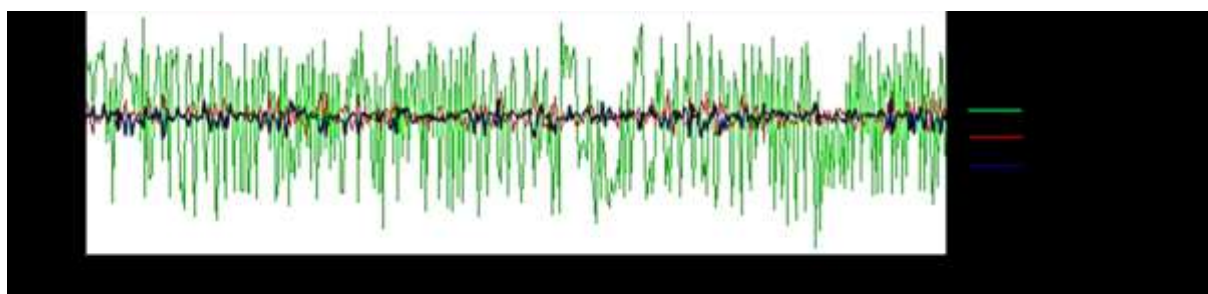


Figura 3.7. Leitura das forças adquiridas pela célula de carga após aplicar as correções.

3.2.1.2 Vedação, colagem e montagem da amostra no equipamento micro-abrasão-corrosão

No Capítulo II (Revisão bibliográfica) explicou-se o princípio de funcionamento para os ensaios micro-abrasivo, micro-abrasivo-corrosivos e de corrosão eletroquímica no equipamento de micro-abrasão-corrosão.

Neles exige-se uma vedação da amostra e com ela uma colagem no porta-amstras. A vedação da amostra é importante para que a corrosão eletroquímica atue numa área superficial específica da amostra. A vedação das amostras foi realizada de acordo com a metodologia elaborada por Labiapari (2015) para os testes de micro-abrasão-corrosão.

Algumas otimizações na vedação e colagem da amostra foram feitas para diminuir a influência de parâmetros externos na leitura das forças e uma melhor eficiência eletroquímica.

A vedação da amostra tem três componentes: esmalte sintético transparente a base de nitrocelulose, fio de aço e cera parafínica. Na Fig. 3.8 apresentam-se as imagens da metodologia de vedação das amostras. Esta vedação consiste em:

- 1) com esmalte delimita-se a superfície exposta e isola-se a superfície que não será exposta à corrosão eletroquímica. A área definida para todos os testes é de 2 cm^2 ($0,8 \times 2,5 \text{ cm}$), a distância relativa da área para a borda inferior da amostra foi sempre $0,5 \text{ cm}$ para garantir que sempre a mesma área das amostras estivesse submersa (o conteúdo inicial do meio eletrolítico na célula também foi controlado, 180 ml). Um fio de aço é colado na amostra com o fim de estabelecer a condução elétrica amostra-potenciostato, tinta prata é aplicada para melhorar o contato. O fio é colado na parte lateral da amostra para não interferir na planicidade da colagem da amostra com o porta-amostras, na metodologia anterior, Labiapari (2015), ele era colado atrás da amostra;
- 2) a selagem com cera parafínica é feita para vedar as bordas e a superfície posterior da amostra do ataque corrosivo eletroquímico;
- 3) cola-se um tubo de plástico rígido com uma inclinação com respeito à superfície de trabalho da amostra, isto para garantir que a solução eletrolítica ou solução abrasivo-corrosiva cubra a amostra de forma uniforme.

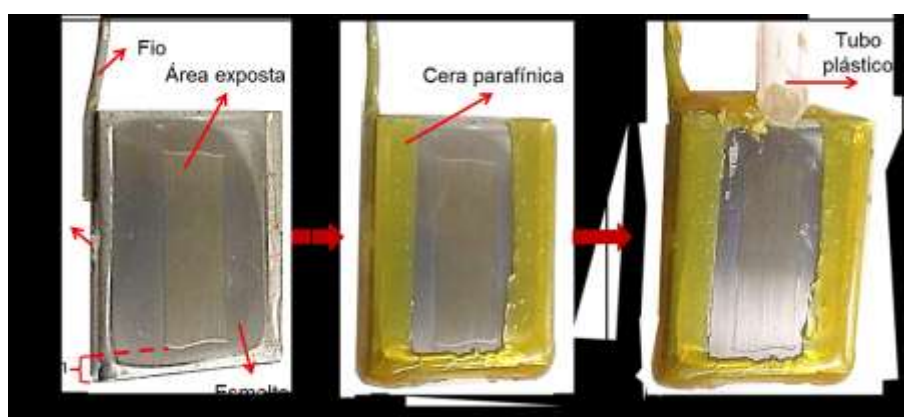


Figura 3.8. Vedação das amostras para ensaios corrosivos e abrasivo-corrosivos: (1) delimitação da área de exposição; (2) selagem com cera parafínica; (3) colação do tubo plástico que alimenta a solução abrasivo-corrosiva.

Para a selagem da parte posterior controlou-se que a quantidade de cera (aproximadamente $2,5 \text{ ml}$) fosse usada garantindo uma espessura de selagem

aproximadamente igual para todos os ensaios. Para abrasão não se vedou as amostras, mas foi usada a mesma quantidade de cera (2,5 ml) na parte posterior da amostra para uniformização da colagem no porta-amostras.

Para fixar a amostra no porta-amostras, a mesma foi aquecida e colada no porta-amostras com pressão uniforme garantindo, assim, uma boa planicidade entre a célula de carga e a amostra. A Fig. 3.9 apresenta a montagem no porta-amostras para amostras para micro-abrasão-corrosão, corrosão e micro-abrasão. Objetivando eliminar as variações de leitura da força pela eventual geração de momentos, causados pela posição relativa da amostra procurou-se garantir que a formação da calota ocorresse na mesma posição em todos os ensaios. Para tal, foi demarcado, no porta-amostra, uma linha horizontal onde a amostra deveria ser posicionada.

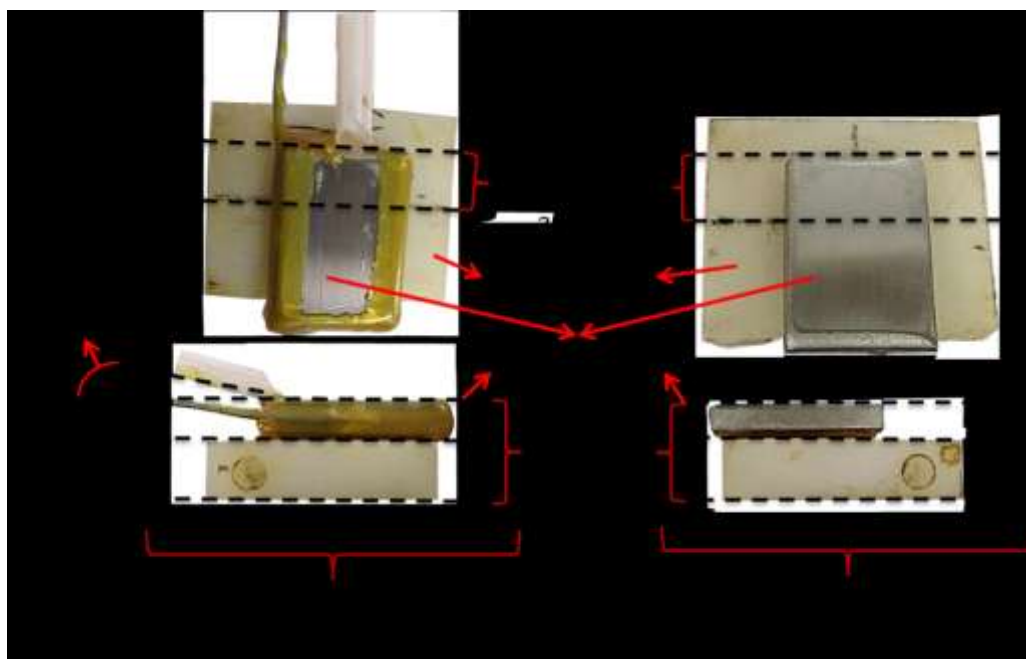


Figura 3.9. Fixação amostra no porta-amostras.

3.2.2 Equipamentos de análises

Para a análise dos resultados usaram-se várias técnicas: avaliação da topografia 2D e 3D, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia por dispersão de energia de raios X (EDS).

Para a avaliação topográfica usou-se dois equipamentos:

- Interferômetro laser 3D *UBM Microfocus Expert IV*[®], a taxa de medição no equipamento foi de 300 pontos/s usando o modo de medição contínua;
- Perfilômetro *Taylor Hobson Talysurf Intra2*[®], a velocidade de medição do equipamento foi de 0,5 mm/s de forma contínua.

Para a análise dos dados gerados pelos dois equipamentos usou-se o “software” *Mountains Map Universal*® versão 3.0.11.

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi desenvolvida nos equipamentos da marca ZEISS modelos *Leo 940A*® e *Evo MA10*®. Duas configurações foram utilizadas para imagens feitas com elétrons secundários: tensão 20 KV e uma corrente de 120 pA para os corpos e esferas de aço; e tensão 15 KV e uma corrente de 200 pA para as esferas não metálicas. No caso de imagens feitas com elétrons retroespalhados usou-se uma potência de feixe de 25 a 30 KV e uma corrente de 350 pA.

A espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foi feita no equipamento marca TESCAN modelo *Vega3*. A potência do feixe utilizada foi de 10 KV.

3.3 Materiais e preparação superficial

3.3.1 Amostra (corpo de prova)

Para o estudo da influência da topografia superficial do corpo (amostra) na micro-abrasão usou-se em primeira instância aço ferramenta com dureza de $8,25 \pm 0,28$ GPa, medida utilizando um penetrador Vickers sob uma carga aplicada de 49 N durante 30 s.

Analizou-se que para os testes de micro-abrasão-corrosão a pouca resistência à corrosão que possui o aço ferramenta, que poderia afetar negativamente os resultados, optou-se por escolher outro material para as análises, esse material foi o aço inoxidável austenítico AISI 304. O aço AISI 304 é amplamente referenciado em estudos eletroquímicos que incluem polarização anódica (ELAYAPERUMAL; DE; BALACHANDRA, 1972; MAZZA et al., 1979; SEO et al., 1986; HERMAS; OGURA; ADACHI, 1995; BELFROUH et al., 1996; BARBUCCI; CERISOLA; CABOT, 2002; SONG, 2005; LEE et al., 2009; FINŠGAR; MILOŠEV, 2010; XU; WU; HAN, 2011), e está presente em estudos feitos a tribo corrosão e abrasão-corrosão (FERRER et al., 2000; BREGLIOZZI et al., 2003; BATENI et al., 2006; DE FRUTOS et al., 2010; IVERSEN; LEFFLER, 2010; SUN; RANA, 2011; WOOD; THAKARE, 2013; SUN; BAILEY, 2014). Desta forma, este aço, vem sendo utilizado como material de referência nas pesquisas de abrasão-corrosão e corrosão do Laboratório de Tribologia e Materiais – LTM – (ARDILA, 2013; LABIAPARI, 2015; SANTOS et al., 2015), onde foi desenvolvida a pesquisa do presente trabalho.

A composição química do aço AISI 304 é apresentada na Tab. 3.1. Para a detecção dos elementos C e S utilizou-se a técnica de absorção de infravermelho (*Leco, CS444*®), o elemento N foi determinado pela técnica de termocondutividade (*Leco, TC436*®) e, os demais elementos químicos pela técnica de espectrometria de fluorescência de raios X

(*ThermoARL, 9900®*). Sua dureza é de $1,91 \pm 0,05$ GPa (9 ± 1 HRC convertido para HV de 192 ± 4), utilizando a norma ABNT NBR ISO 6508-1(ABNT, 2008) no durômetro *INSTRON WOLPERT, Testor 930®*.

Tabela 3.1 - Composição química do aço inoxidável austenítico AISI 304.

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Nb	Co	V	Cu	N
%	0.055	1.15	0.42	0.025	0.0009	18.28	8.01	0.063	0.005	0.114	0.045	0.085	0.042

3.3.1.1 Preparação da superfície das amostras e dimensões

A dimensão das amostras de aço ferramenta foi de 20 x 25 mm e espessura aproximada de 12 mm. Enquanto que as amostras de AISI 304 tiveram dimensão de 30 x 35 mm com espessura inicial de 6 mm, além disso, controlou-se para que após a preparação da superfície (lixamento) a espessura não fosse menor de 5,75 mm, isto para eliminar alguma influência da espessura nos ensaios.

Para o estudo da topografia da superfície na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão usaram-se dois tipos de topografia de superfície para as amostras de acordo com o lixamento da superfície, usando-se acabamento em lixas de diferente granulometria (ABNT, 1990): granulometrias 80 e 4000 respectivamente. No caso das amostras com acabamento em lixa com granulometria 4000, foi usada uma sequência de lixamento com lixas de granulometria 80, 220, 320, 600, 1200, 2000 antes de chegar ao acabamento em 4000. A rugosidade média da superfície (S_a) das amostras de aço ferramenta foi de $0,414 \mu\text{m}$ na lixa 80 e $0,025 \mu\text{m}$ na lixa 4000, medidas por interferometria laser 3D (*UBM Microfocus Expert IV®*).

Para avaliar-se o efeito da orientação relativa entre os sulcos das amostras (feitos pelo lixamento) e a direção de arrastamento de partículas durante o teste (rotação da esfera), usou-se duas orientações relativas dos sulcos: paralelo ao fluxo de partículas abrasivas, Fig. 3.10-a, e perpendicular ao fluxo de partículas abrasivas, Fig. 3.10-b.

Para avaliar a influência da topografia da superfície do contra-corpo usou-se amostras (corpo) com acabamento em lixa de granulometria 600, qualidade superficial adotada como padrão nos ensaios anteriores da linha de corrosão e abrasão-corrosão no LTM (ARDILA, 2013; LABIAPARI, 2015; SANTOS et al., 2015), este acabamento padrão busca eliminar a influência da topografia do corpo nesta parte das análises. A rugosidade média da superfície (S_a) de $0,254 \mu\text{m}$ (realizada por interferometria laser 3D, *UBM Microfocus Expert IV®*). Para chegar ao acabamento com lixa de granulometria 600 as amostras passaram antes por lixamento nas lixas 80, 220 e 320. Adicionalmente, o acabamento na lixa 600 foi planejado

para que a direção dos sulcos do lixamento seja paralela ao sentido de rotação da esfera e arraste de abrasivo como é indicado na Fig. 3.10-b.

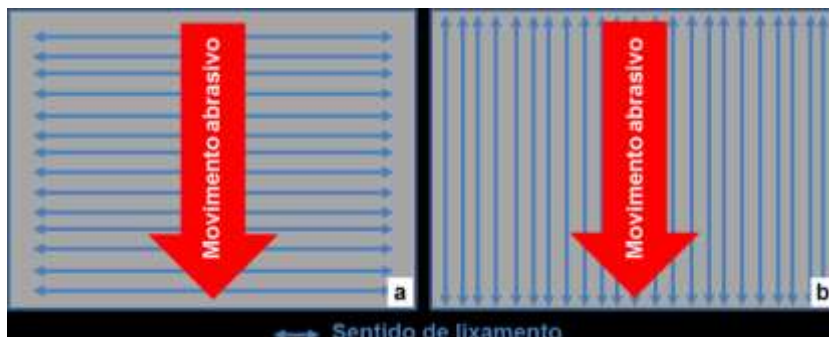


Figura 3.10. Esquema de orientações relativas dos sulcos ao fluxo de partículas abrasivas: (a) perpendicular e (b) paralelo.

Após a preparação superficial as amostras foram lavadas e levadas ao ultrassom submersas em acetona por 5 min. Todas as amostras de AISI 304 foram preparadas de 8 a 14 horas antes da realização do ensaio, para a estabilização da camada passiva, inclusive para testes de micro-abrasão.

3.3.2 *Contra-corpo*

No equipamento de micro-abrasão-corrosão foram usadas vários tipos de esferas, enquanto para o Calowear® foi usado como contra-corpo uma esfera comumente utilizada em ensaios de micro-abrasão, ou seja, um aço AISI 52100. Todas as esferas possuíam 25,4 mm de diâmetro e foram adquiridas na Só Esferas Brasil.

3.3.2.1 *Testes da influência da topografia da superfície da amostra na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão*

Para os ensaios de micro-abrasão feitos no equipamento de esfera livre (Calowear®) que estudaram a influência da topografia da superfície da amostra na micro-abrasão, foi usado como contra-corpo uma esfera de aço AISI 52100 para rolamentos, este material é comumente referenciado como contra-corpo em estudos de micro-abrasão (ALLSOPP; TREZONA; HUTCHINGS, 1998; SHIPWAY, 1999; SHIPWAY; HODGE, 2000; ADACHI; HUTCHINGS, 2003; COZZA et al., 2007; SILVA et al., 2011; ÇALIŞKAN, 2014). A dureza aproximada é de $8,45 \pm 0,35$ GPa e a rugosidade média superficial (S_a) de $0,83 \mu\text{m}$ (realizada por interferometria laser, *UBM Microfocus Expert IV*®).

Esferas de Zircônia com alta Alumina foram usadas para a parte do estudo que se refere à micro-abrasão-corrosão. Esta esfera foi selecionada por ter sido usada em estudos

anteriores no equipamento (LABIAPARI, 2015; SANTOS et al., 2015). A rugosidade média (R_a) controlada entre $0,20 \mu\text{m} < R_a < 0,26 \mu\text{m}$, medições feitas no perfilômetro *Taylor Hobson Talysurf Intra2*.

A preparação controlada das esferas foi feita por meio de: uma lixa nova de granulometria 220 de SiC montada numa politriz por 20 minutos, na qual foi acoplada uma chapa de aço com $400 \times 150 \times 1 \text{ mm}$, com um orifício de aproximadamente 100 mm de diâmetro em uma das extremidades e no qual foi instalado um cone polimérico de 100 mm de diâmetro dentro do qual a esfera desenvolve um movimento rotativo sobre a lixa d'água (LABIAPARI, 2015), o esquema da montagem é apresentado na Fig. 3.11. O tempo de preparação foi de 20 minutos, permitindo o controle da rugosidade média (R_a) entre os parâmetros estabelecidos de 0,20 a $0,26 \mu\text{m}$. A preparação controlada das esferas busca eliminar a influência da topografia da superfície da esfera nos resultados. Com esta preparação controlada da rugosidade das esferas pensou-se em garantir o arraste de abrasivo de melhor forma. Allsopp; Trezona e Hutchings (1998) concluíram que contra-corpos mais rugosos melhoram o arraste de abrasivo para a interface do contra-corpo e a amostra, em particular para esferas com altas durezas como os aços temperados.

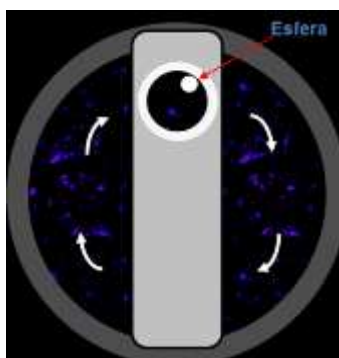


Figura 3.11. Esquema de montagem para preparação da topografia das esferas para testes de influência da topografia da amostra (LABIAPARI, 2015).

3.3.2.2 Testes da influência da natureza e mudança da topografia da superfície do contra-corpo na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão

Os materiais da esfera foram selecionados com o objetivo de elaborar um mapa de influência da natureza do contra-corpo e sua mudança de topografia de superfície com respeito à resistência ao desgaste. Partindo deste princípio foram selecionadas esferas das três famílias de materiais mais importantes: metais, cerâmicos e polímeros.

Para os ensaios de micro-abrasão usaram-se cinco tipos de esferas (contra-corpos), um cerâmico, um metal e três polímeros termoplásticos. Para os ensaios de micro-abrasão-

corrosão foram escolhidos: o mesmo material cerâmico e um polímero termoplástico com comportamento oposto nos ensaios de micro-abrasão.

Como metal foi selecionado o aço AISI 52100, comumente referenciado em testes de micro-abrasão como descrito na seção anterior.

Para verificar se os resultados apresentados quando se utilizou esfera de zircônia (COSTA et al., 2015; LABIAPARI, 2015; SANTOS et al., 2015) são característicos de materiais cerâmicos, selecionou-se outro material cerâmico o nitreto de silício (Si_3N_4) que é majoritariamente referenciado em estudos tribológicos como revestimento feito por deposições químicas em fase vapor (CVD) e deposição física em base vapor (PVD). Este material foi recentemente referenciado como contra-corpo em estudos de tribo corrosão ou desgaste em meios agressivos (XIA; LI, 2008; HUANG et al., 2016; WANG, Y. et al., 2016; WANG, Z. et al., 2016). Possui uma dureza Vickers de 14.71 GPa (WANG, Z. et al., 2016).

Observou-se que existe uma grande variedade de polímeros termoplásticos em formato de esferas, com isto, decidiu-se usar três diferentes tipos: polipropileno - PP, poliacetal – POM, poliamida 6.6 – PA66. O polipropileno já foi referenciado como contra-corpo em alguns estudos de micro-abrasão (ADACHI; HUTCHINGS, 2003; 2005; STACK; JAWAN; MATHEW, 2005). Para os outros dois polímeros não se acharam referencias de serem usados como contra-corpos na micro-abrasão. Na Tab. 3.2 apresentam-se algumas propriedades destes polímeros.

Tabela 3.2 - Propriedades características dos polímeros termoplásticos (WYPYCH, 2016a; b; c).

	POM	PA-6,6	PP
Cristalinidade [%]	48-85	43 (39)	3,2-60
Rede	Hexagonal	Pseudo Hexagonal	Monoclínico
Densidade a 20 °C [g/cm³]	1,35-1,53	1,05-1,14	0,84-0,91
Modulo elástico [Mpa]	3000	3000-3600 (1200-1800)	1700-2900
Tensão de escoamento [Mpa]	43-74	82-95 (55-60)	31-35,2
Temp. Transição vítrea [°C]	(-60 a -90)	56-70	(-9 a -51)
Impacto Charpy 23 °C, sem entalhe [kJ/m²]	70-280	Não quebra	1600
Impacto Charpy 23 °C, com entalhe [kJ/m²]	22-230	4,9-6 (12-20)	18-69
Dureza Rockwell R	117-120	115	102-103

Todas as esferas testadas não sofreram nenhum tipo de preparação superficial, ou seja, foram testadas com a rugosidade superficial inicial fornecida pelo fabricante.

3.4 Partículas abrasivas

O abrasivo usado para o presente trabalho foi a Sílica (SiO_2) fabricada pela *Sigma Aldrich*. O tamanho médio das partículas abrasivas ($2,5 \mu\text{m}$) foi medido por meio de granulometria laser (*Malvern Instruments - Mastersizer[®]*). Na Fig. 3.12 apresenta-se o histograma da distribuição granulométrica da Sílica e uma visualização dos grãos abrasivos via MEV, nesta observa-se que a Sílica tem grãos preferivelmente arredondados. O valor indicado pelo fabricante de micro dureza das partículas foi de 8,1 GP (826 HV), este valor está na faixa dos registrados na literatura: 740 HV (FERNANDES et al., 2012), 750-1260 HV (HUTCHINGS; SHIPWAY, 1992), 956 HV (WIROJANUPATUMP; SHIPWAY, 2000), 1220 HV (STACHOWIAK; STACHOWIAK, 2001).

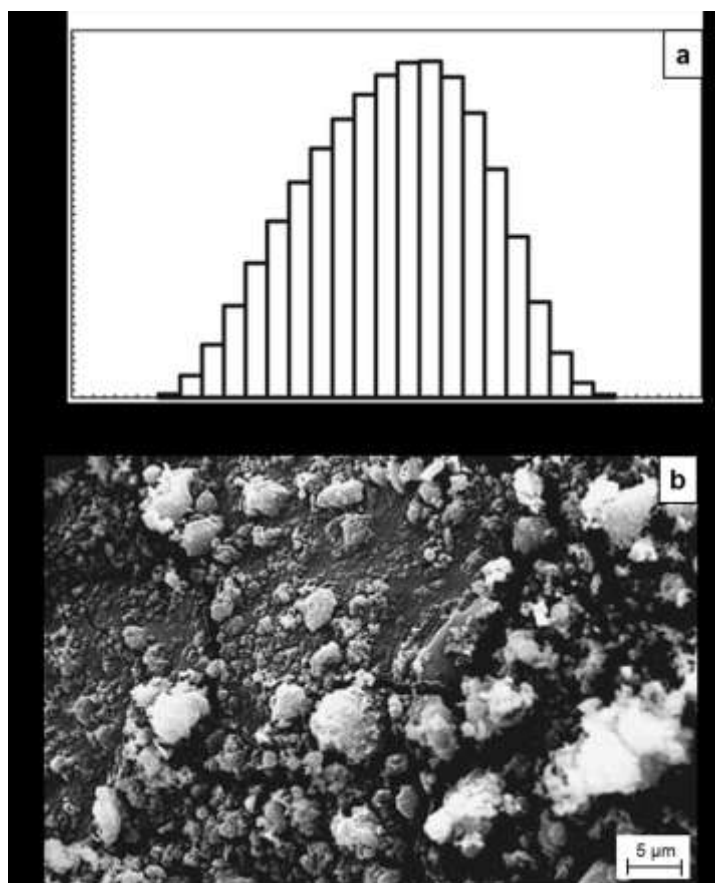


Figura 3.12. Descrição das partículas abrasivas de Sílica: (a) histograma da distribuição de tamanho da Sílica; (b) MEV dos grãos de sílica.

Partículas abrasivas de Carbetto de Silício foram usadas em pré-testes com o objetivo de definir uma metodologia para avaliar a influência da topografia da superfície na micro-abrasão. Para estas partículas não foi medido o tamanho médio das partículas, mas de

acordo com o fornecedor (*Logitech*) o tamanho médio das partículas é de 5,8 μm (1000 “*ANSI Grit Size*”) e sua forma em blocos e bordas afiadas. O valor de dureza das partículas é de 26.5 GPa (2600 HV) de acordo com o fabricante, este valor está próximo da faixa de dureza registrada na literatura: 2100-2600 HV (HUTCHINGS; SHIPWAY, 1992), 2200 HV (LAFON-PLACETTE et al., 2015), 2350 HV (STACHOWIAK; STACHOWIAK, 2001).

3.5 Parâmetros e metodologia dos ensaios tribocorrosivos

Descrito a forma de seleção e preparação dos equipamentos e materiais usados nos ensaios tribocorrosivos, neste tópico são descritos e detalhados os principais parâmetros e metodologia usada para a execução destes.

Para o estudo da corrosão foi utilizado um potenciostato *BioLogic SP150*, e o *software* de aquisição de dados *EC-LAB® V11.01*, fornecido pelo fabricante.

Para a leitura e aquisição das forças aplicadas nos ensaios foram usadas células de carga, sendo:

- para o Calowear® uma célula unidimensional do fabricante *HBM* modelo *Z8*, faixa de trabalho 0,1 a 5 N;
- para a micro-abrasão-corrosão uma célula tridimensional do fabricante *ATI Industrial Automation* modelo *Nano43®*, faixa de trabalho 0,1 a 53 N. A aquisição dos dados da célula foi por meio de um sistema de controle do fabricante *National Instruments* e gerenciado por um *software* desenvolvido no LTM-UFU com interface no “*software*” *LabView*.

A taxa de desgaste (k) foi determinada com a medição do diâmetro da marca de desgaste (calta) para cada intervalo de acordo com o procedimento descrito na seção 2.41.

3.5.1 Ensaios micro-abrasivos para avaliar o efeito da topografia superficial da amostra

Para pesquisar o efeito da topografia da superfície do corpo (amostra) na micro-abrasão realizaram-se testes utilizando o equipamento de esfera livre (Calowear®).

Pré-testes foram realizados para comprovar se a hipótese levantada tinha relevância e definir parâmetros do abrasivo e concentração. Para isto dois tipos de abrasivos foram usados, Sílica (SiO_2) e Carbetto de Silício (SiC), e a porcentagem de diluição de estes abrasivos em água destilada foi de 10% de peso.

Após os testes foi definida a metodologia dos ensaios, cujos parâmetros foram:

- esfera de aço AISI 52100 foi usada como contra-corpo, $\varnothing = 25,4 \text{ mm}$, $S_a = 0,83 \mu\text{m}$, $HV = 8.45 \pm 0.35 \text{ GPa}$;

- amostras (corpo) de aço de ferramenta, 20 x 25 x 12 mm;
- dois tipos de topografia de superfície para as amostras, lixa de granulometria 80 ($S_a = 0.414 \mu\text{m}$) e lixa de granulometria 4000 ($S_a = 0.025 \mu\text{m}$) em duas orientações relativas dos sulcos com relação à direção do arraste de abrasivo, paralela e perpendicular;
- a velocidade de rotação de 150 rpm constante sendo controlada pela velocidade de rotação do eixo (293 rpm);
- a combinação de ângulo de inclinação da amostra e peso do contra-corpo induz uma carga normal de aproximadamente $0,133 \pm 0,03 \text{ N}$, monitorada por uma célula de carga;
- lama abrasiva de partículas abrasivas de Sílica diluídas em água destilada em porcentagens de 5%, 10% e 20% em peso, numa vazão de 0,9 ml/min;
- o gotejamento de lama abrasiva é na esfera de forma que ela arraste as partículas abrasivas para o contato;
- os testes de micro-abrasão foram feitos em intervalos de 1 min até atingir os 15 min e o coeficiente de desgaste (k) ter entrado no regime permanente;
- coeficientes de desgaste (k), para a micro-abrasão, foram calculados por meio da medição das calotas geradas em cada intervalo (1 min);
- o regime permanente foi considerado quando a variação relativa dos cinco últimos pontos do coeficiente de desgaste (k) é menor que 5%.

Após os testes, para avaliar as superfícies das calotas produzidas pelo desgaste abrasivo utilizaram-se as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV, ZEISS Leo 940A[®]), e interferometria laser 3D (UBM Microfocus Expert IV[®]). Para a análise dos perfis topográficos das superfícies das amostras foi utilizado um filtro de forma de polinômio grau 2 e filtro gaussiano para a ondulação de cut-off de 0,08 mm. Análises de variância de fator único (Anova), $\alpha = 0,05$, foram executadas para a comparação dos resultados.

3.5.2 Ensaios micro-abrasivo-corrosivos para avaliar o efeito da topografia superficial da amostra

3.5.2.1 Metodologia geral do ensaio micro-abrasivo-corrosivo e definição de parâmetros

Os ensaios micro-abrasivo-corrosivos foram feitos sem intervalos para medição da calota, que só foi medida no final do ensaio e desta forma poder avaliar o comportamento eletroquímico de forma potenciodinâmica (curva de polarização anódica). Com base nessa premissa estabeleceu-se que o tempo de teste fosse de 30 min, tempos mais longos poderiam mudar de forma considerável a topografia de superfície do contra-corpo, e desta forma afetar o resultado do ensaio. Adicionalmente, tempos mais curtos precisariam de uma taxa de aumento potencial elétrico maior o que poderia provocar perda de resolução na

elaboração da curva de polarização. Como isto a taxa de aumento de potencial foi fixada em 0,85 mV/s.

O meio eletrolítico foi uma solução 1N de H_2SO_4 em água destilada, este meio eletrolítico apresenta maior facilidade de estabilização do potencial em circuito aberto (OCP) na célula eletroquímica (LABIAPARI, 2015). Com este meio eletrolítico produziu-se a lama abrasiva constituída de 20% em peso de Sílica misturada no meio eletrolítico mencionado. A porcentagem de Sílica foi selecionada de acordo com os resultados observados na micro-abrasão, nos quais foi observado que para maior porcentagem de abrasivo (20%) existe uma maior sensibilidade da taxa de desgaste (k) em relação à topografia da superfície da amostra.

A metodologia definida para os ensaios de micro-abrasão-corrosão teve como referência trabalhos anteriores desenvolvidos no equipamento (COSTA et al., 2015; LABIAPARI, 2015; SANTOS et al., 2015), explicada no Capítulo II. De forma geral a metodologia do ensaio pode ser resumida como:

- 1) preparação superficial da amostra (8 a 14 horas antes do ensaio);
- 2) vedação das amostras e colagem no porta-amostras;
- 3) montagem no equipamento, umidificar com solução eletrolítica a superfície da amostra (garantir a ponte eletrolítica);
- 4) zeragem das forças;
- 5) acionar o bombeamento de lama abrasivo-eletrolítica sobre a amostra, de forma que seja criada uma ponte eletrolítica;
- 6) estabelecer o contato amostra / esfera e estabilização do potencial de circuito aberto (OCP) por 15 min;
- 7) inicialização no mesmo instante do motor e a polarização potenciodinâmica (Desta forma se acompanha o crescimento da calota com a evolução da curva de polarização potenciodinâmica anódica);
- 8) ensaio micro-abrasivo-corrosivo por 30 min;
- 9) finalização da micro-abrasão, no mesmo instante que finaliza o ensaio de polarização;
- 10) limpeza da amostra (ultrassom por 5 min, submersa em acetona).

3.5.2.2 Parâmetros gerais do teste

Os parâmetros gerais do teste foram:

- esfera de zircônia com alta alumina usada como contra-corpo, $0,20 \mu\text{m} < \text{Ra} < 0,26 \mu\text{m}$;
- corpos (amostras) de aço inoxidável austenítico AISI 304, 30 x 35 x 6 mm;

- dois tipos de topografia de superfície para as amostras, lixa de granulometria 80 e lixa de granulometria 4000 em duas orientações relativas dos sulcos com relação à direção do arraste de abrasivo, paralela e perpendicular;
- a velocidade de rotação de 150 rpm constante;
- o peso morto aplicado no braço de alavanca foi de 0.144 kg, que produz uma força normal de saída de 1,85 N (1,22 vezes o peso) como foi indicado na seção 3.2.1;
- coeficiente de desgaste (k), para a micro-abrasão, foi calculado por meio da medição da calota gerada;
- elaboração da curva de polarização potenciodinâmica anódica;
- lama abrasiva-corrosiva de 20% em peso de SiO_2 em solução de 1N de H_2SO_4 + água destilada. Vazão de 1,7 ml/min;
- tempo de ensaio 30 min contínuo;
- taxa de aumento de potencial 0,85 mV/min.

3.5.2.3 Ensaios comparativos de corrosão e micro-abrasão

Para comparar os resultados fizeram-se testes independentes de micro-abrasão e corrosão usando os mesmos parâmetros dos ensaios micro-abrasivo-corrosivos.

Portanto, os ensaios de polarização potenciodinâmica anódica foram parcialmente submersos, em 180 ml de 1N de H_2SO_4 em água destilada, sendo este meio recirculado por bombeamento para a superfície da amostra com a mesma vazão (1,7 ml/min).

Para os ensaios de abrasão usou-se lama abrasiva de 20% SiO_2 em peso em água destilada, sendo o ensaio sem intervalos até atingir os 30 min, quando foi medida a calota e calculado o coeficiente de desgaste (k). Objetivando impor as mesmas condições atuantes nos ensaios de micro-abrasão-corrosão, as amostras foram parcialmente submersas em água destilada associada ao bombeamento da lama na interface contra-corpo/interface amostra.

3.5.2.4 Análises e avaliação de resultados

Após os testes, para avaliar as superfícies das calotas produzidas pelo desgaste abrasivo-corrosivo utilizaram-se as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV, ZEISS Evo MA10[®]), espectroscopia de energia dispersiva (EDS, TESCAN Vega3) e perfilometria (Taylor Hobson Talysurf Intra2). Para a análise dos perfis topográficos das superfícies das amostras foi utilizado um filtro de forma de polinômio grau 2 e filtro gaussiano para a ondulação de cut-off de 0,08 mm. Análises de variância de fator único (Anova) foram feitas para a comparação dos resultados.

3.5.3 *Ensaio micro-abrasivos para avaliar o efeito da natureza e mudança da topografia superficial do contra-corpo*

Para pesquisar o efeito da topografia da superfície do contra-corpo na micro-abrasão, realizaram-se testes utilizando um equipamento de esfera fixa (equipamento de micro-abrasão-corrosão) e que foi calibrado, como mostra a seção 3.2. Os parâmetros destes ensaios foram:

- contra-corpo de aço AISI 52100, nitreto de silício (Si_3N_4) e polímeros termoplásticos: polipropileno (PP), poliamida 6,6 (PA6,6) e poliacetal (POM);
- corpos (amostras) de aço inoxidável austenítico AISI 304, 30 x 35 x 6 mm, acabamento na lixa de granulometria 600, $S_a=0,254 \mu\text{m}$;
- velocidade de rotação constante: 150 rpm;
- o peso morto aplicado no braço de alavanca foi de 0.144 kg, que produz uma força normal de saída de 1,85 N (1,22 vezes o peso) como foi indicado na seção 3.2.1;
- lama abrasiva de partículas abrasivas de Sílica diluídas (10% em peso) em água destilada em uma vazão de 1,7 ml/min.

3.5.3.1 *Tempo de ensaio e medição da calota*

Inicialmente determinou-se o tempo necessário para o estabelecimento do regime permanente para cada uma das situações tribológicas impostas. Foram realizados ensaios de 30 min de duração com interrupção em intervalos de 3 min, em cada um deles fazia-se medição da calota e levantamento do valor do coeficiente k . O regime permanente foi considerado quando a variação relativa dos cinco últimos valores do coeficiente de desgaste (k) é menor que 5%. Da mesma forma durante este tempo foi acompanhada a topografia de superfície do contra-corpo em cada intervalo de medição.

Estabelecido o tempo de entrada em regime permanente, 18 min aproximadamente, para todas as esferas (apresentado na seção 5.1 do Capítulo V), optou-se por fazer 90 min de ensaio em intervalos de 15 min, igualmente fez-se levantamento do coeficiente k em cada intervalo e o acompanhamento da topografia de superfície do contra-corpo.

3.5.3.2 *Acompanhamento da topografia da superfície do contra-corpo*

Para fazer o acompanhamento da modificação da topografia da superfície no contra-corpo utilizou-se o interferômetro laser 3D *UBM Microfocus Expert IV®*. Foi garantido que, no ensaio, a esfera atuasse sempre pela mesma trilha de movimentação do abrasivo (e desgaste) durante a totalidade do ensaio (90 min), isto com o objetivo de obter uma modificação topográfica mais significativa e localizada (se é que esta modificação existe), como indica a Fig. 3.13-a. Para isto, usaram-se marcas de referência na esfera, com o

objetivo de que a mesma fosse fixada sempre na mesma posição e, dessa forma, garantisse que o arraste do abrasivo fosse aproximadamente na mesma trilha, como explica a Fig. 3.13-b.

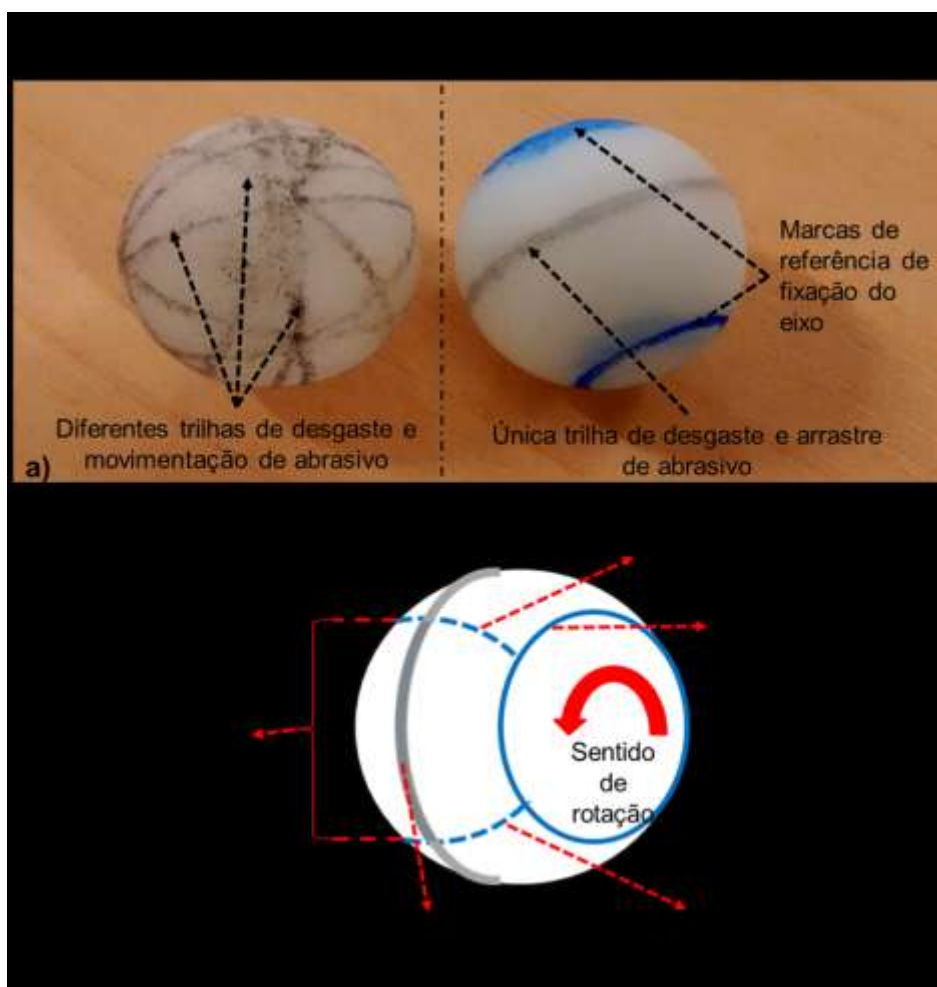


Figura 3.13. Metodologia de ensaio para usar a mesma trilha em cada intervalo de medição: (a) comparação de ensaio com várias trilhas e ensaio com única trilha; (b) esquema explicativo da metodologia de medição da trilha do contra-corpo.

Para caracterizar a modificação da topografia superficial das esferas, usou-se interferometria laser em cada intervalo de medição, e a medição foi sempre na mesma seção da trilha (1/4 da circunferência), como apresenta a Fig. 3.13-b. Em cada intervalo de medição fez-se cinco perfis da superfície de 3 mm de comprimento sob a trilha de arraste de abrasivo, e destas medições descartavam-se o maior e o menor valor dos parâmetros de rugosidade. Além dos perfis, fez-se uma medição 3D numa área de 1 mm x 1 mm na trilha de arraste de abrasivo para cada intervalo de medição. A Fig. 3.14 apresenta o esquema da medição dos perfis 2D e a área 3D para cada intervalo de medição.

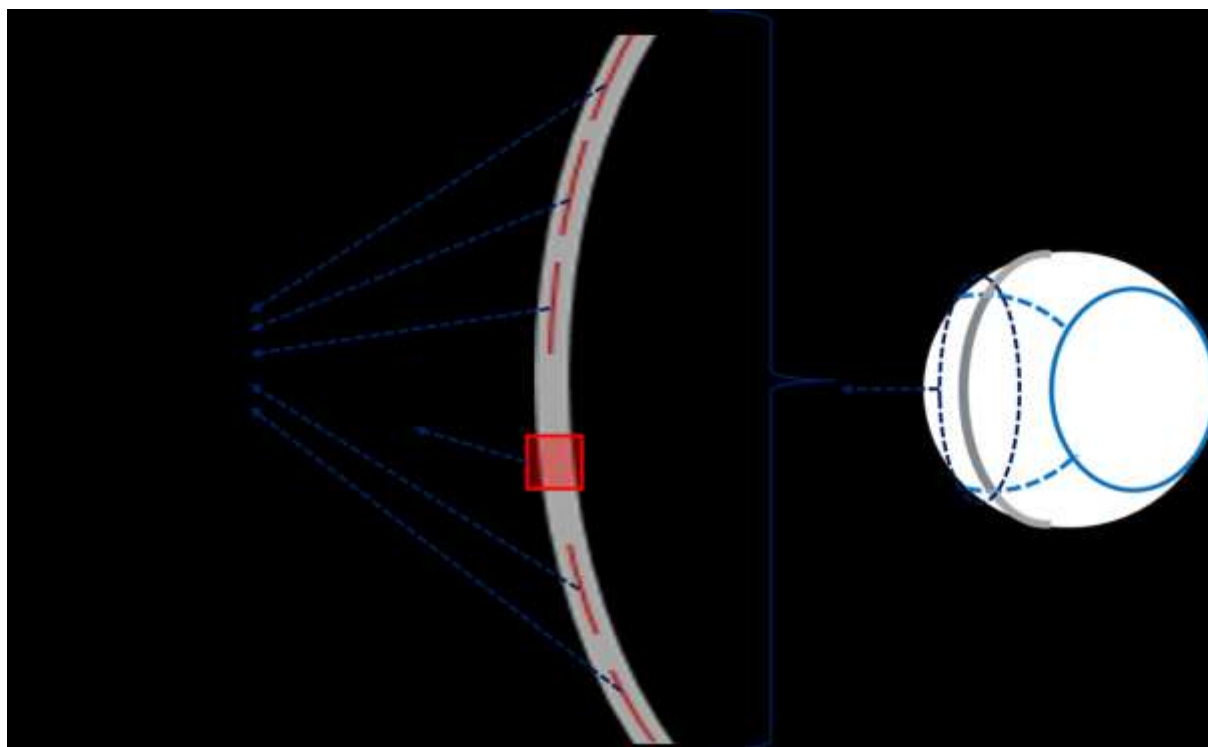


Figura 3.14. Diagrama de medição perfis da topografia para cada intervalo de medição.

3.5.3.3 Análises e avaliação de resultados

Após os testes, para avaliar as superfícies das calotas e os contra-corpos produzidas pelo desgaste abrasivo-corrosivo utilizaram-se as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV, *ZEISS Evo MA10[®]*), espectroscopia de energia dispersiva (EDS, *TESCAN Vega3*) e interferometria laser 3D (*UBM Microfocus Expert IV[®]*). Para a análise dos perfis topográficos das superfícies dos contra-corpos foi utilizado um filtro de forma de esférico (polinômio grau 3) grau 2 e filtro gaussiano para a ondulação de cut-off de 0,025 mm. Análises de variância de fator único (Anova) foram feitas para a comparação dos resultados.

3.5.4 Ensaios micro-abrasivo-corrosivos para evidenciar o efeito da natureza e mudança da topografia superficial do contra-corpo

Em cada amostra realizou-se ensaios de micro-abrasão-corrosão com um tempo de ensaio de 30 min e seguiu-se a mesma metodologia geral que os ensaios da seção 3.4.2. Três ensaios em diferentes amostras foram feitos para cada contra-corpo, tentando garantir que os três ensaios fossem na mesma trilha de arraste de abrasivo como foi explicado na seção 3.4.3.2. O acompanhamento das mudanças na topografia da superfície dos contra-corpos foi acompanhado com os perfis 2D explicado na mesma seção. Estes perfis foram feitos no perfilômetro *Taylor Hobson Talysurf Intra2*. Para a análise dos perfis topográficos das superfícies dos contra-corpos foi utilizado um filtro de forma de esférico (polinômio grau

3) grau 2 e filtro gaussiano para a ondulação de cut-off de 0,025 mm. A concentração de abrasivo foi de 10% e ensaios de corrosão e micro-abrasão foram feitos com os mesmo parâmetros dos ensaios para fins de comparação.

Os parâmetros gerais do teste foram:

- esferas de nitreto de silício (Si_3N_4) e polímero termoplástico de polipropileno (PP). O acabamento superficial inicial das esferas foi proveniente da fábrica, ou seja, não foi feita uma preparação superficial prévia nas esferas;
- corpos (amostras) de aço inoxidável austenítico AISI 304, 30 x 35 x 6 mm. Acabamento na lixa granulometria 600, $S_a=0,254 \mu\text{m}$;
- velocidade de rotação de 150 rpm constante;
- o peso morto aplicado no braço de alavanca foi de 0.144 kg, que produz uma força normal de saída de 1,85 N (1,22 vezes o peso) como foi indicado na seção 3.2.1;
- coeficiente de desgaste (k), para a micro-abrasão, foi calculado por meio da medição da calota gerada;
- elaboração da curva de polarização potenciodinâmica anódica;
- lama abrasiva-corrosiva de 10% em peso de SiO_2 em solução de 1N de H_2SO_4 + água destilada. Vazão de 1,7 ml/min;
- tempo de ensaio 30 min contínuo;
- taxa de aumento de potencial 0,85 mV/min.

CAPÍTULO IV

INFLUÊNCIA DA TOPOGRAFIA DE SUPERFÍCIE DO CORPO DE PROVA NA MICRO-ABRASÃO E MICRO-ABRASÃO-CORROSÃO

4.1 Influência da topografia de superfície do corpo (amostra) na micro-abrasão

4.1.1 Pré-testes

A evolução do coeficiente de desgaste (k) ao longo do tempo dos pré-testes é apresentada na Fig. 4.1.

Inicialmente, observa-se que as taxas de desgaste (k) para os pré-testes usando SiC como partículas abrasivas são mais de duas vezes maiores que as taxas de desgaste usando partículas de SiO_2 . A literatura clássica afirma que partículas com dureza menor do que a do material causa muito menos desgaste do que partículas mais duras (GAHR, 1987; HUTCHINGS, 1992; STACHOWIAK, 2006; STACHOWIAK; BATCHELOR, 2013). A taxa de desgaste é relacionada com a razão de dureza do abrasivo H_a e a dureza da superfície H_s (H_a/H_s), sendo que, quanto maior esta relação maior severidade na abrasão (HUTCHINGS, 1992). Esta relação está fundamentada na teoria de contato de Hertz, capacidade e quantidade de indentação de uma partícula que interage com uma superfície, está condicionada à relação entre as durezas da partícula e do material (HUTCHINGS, 1992; RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996; ADACHI; HUTCHINGS, 2003). Desta forma a relação H_a/H_s é 3,12 para os ensaios feitos com partículas de SiC e 0,98 para partículas de SiO_2 . O volume de material removido, representado pelo diâmetro das calotas de desgaste micro-abrasivo, mostra que a dureza do abrasivo é o principal fator na influência da natureza das partículas abrasivas na micro-abrasão, mas não é o único fator que contribui no desgaste, o tamanho e forma (angularidade) das partículas também contribuem nesta influência (SILVA et al., 2011). Como foi indicado no Capítulo III o tamanho das partículas é similar, enquanto que a angularidade (nominal) das partículas de Carbetto de Silício é maior, ajudando a corroborar os resultados apresentados.

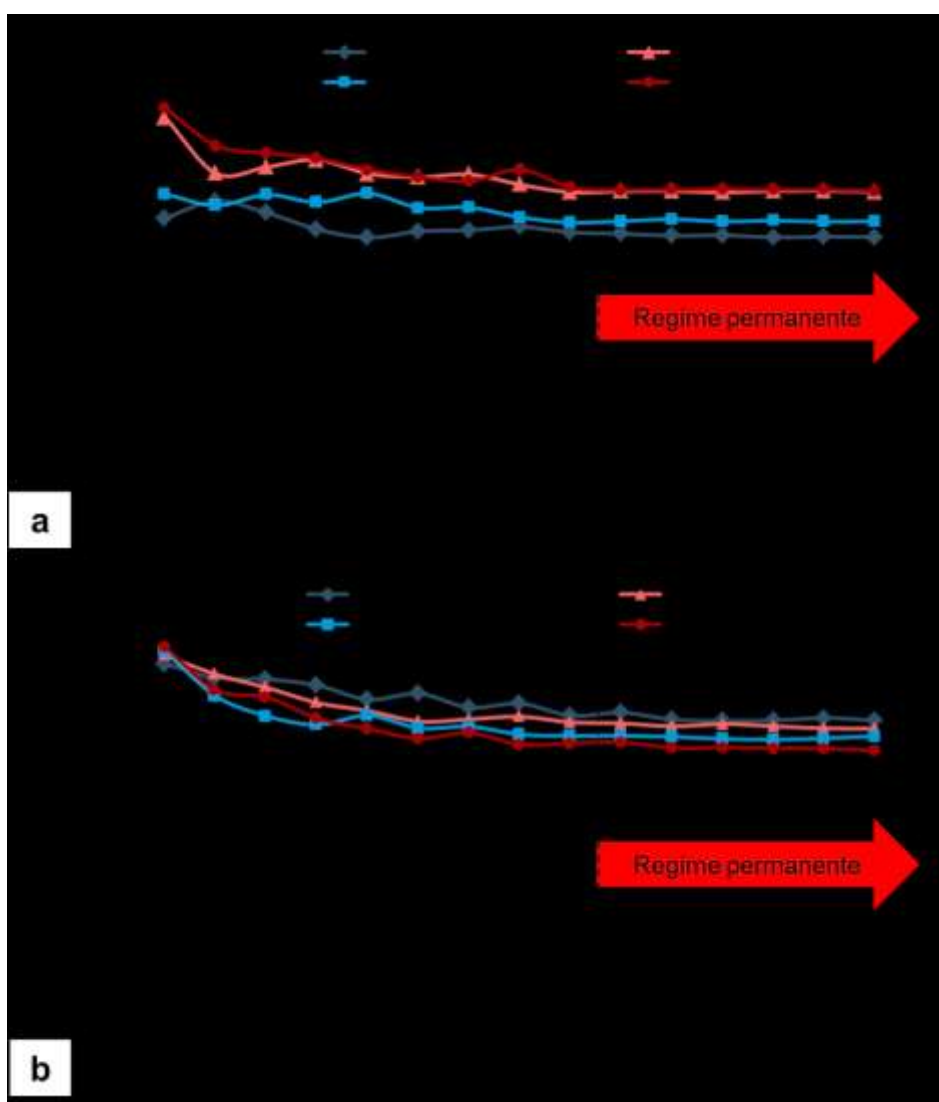


Figura 4.1. Taxa de desgaste ao longo do tempo para um aço ferramenta com diferente topografia superficial num ensaio micro-abrasivo com partículas abrasivas de: (a) Sílica; (b) Carbeto de Silício.

Na Fig. 4.1, observou-se que o desgaste atinge o regime permanente após os 9 min usando os dois tipos de partículas abrasivas (sílica e carbeto de silício). Uma diferença entre acabamento superficial foi percebida para testes usando partículas de sílica, obtendo-se valores menores da taxa de desgaste para lixamentos feitos com granulometria #80 e maiores para #4000. Para os testes com partículas abrasivas de carbeto de silício não se detectaram diferenças entre as topografias.

Para melhorar o entendimento calculou-se a média da taxa de desgaste (k) após o regime permanente dos pré-testes e é apresentada na Fig. 4.2. A média foi calculada com 18 pontos (3 testes com seis pontos cada). Ao se fazer análise estatística da variância, Anova (BOX; HUNTER; HUNTER, 2005), dos resultados obteve-se que os resultados

possuem diferença entre eles, exceto a mudança de orientação perpendicular para paralela na lixa granulometria 4000 em SiO_2 .

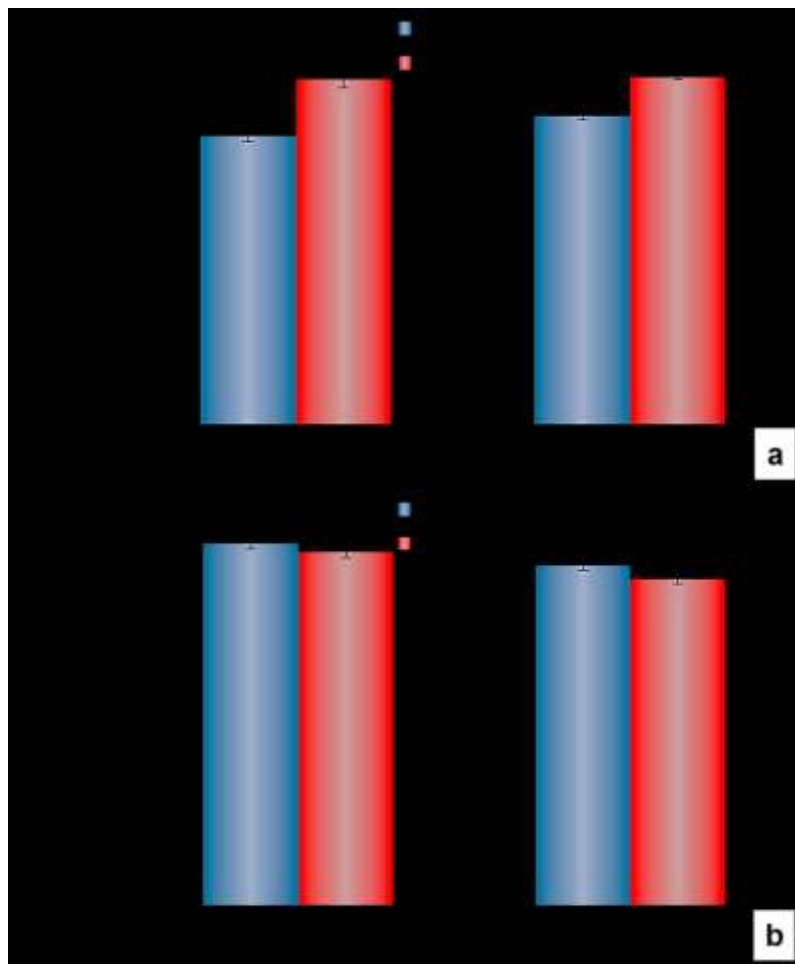


Figura 4.2. Taxa de desgaste médio no regime permanente de um aço ferramenta com diferente topografia superficial (acabamento em lixa granulometria 80 e 4000) para solução abrasiva de 10% em peso de: (a) Sílica; (b) Carbetto de Silício.

Nos testes feitos com partículas abrasivas de sílica, o coeficiente k teve um aumento quando se mudou das amostras de acabamento em lixa de granulometria 80 para lixa de granulometria 4000, sendo este aumento de 17% e 11% para orientações perpendicular e paralela respectivamente. Nos testes feitos com carbetto de silício a mudança do acabamento da amostra, de lixa de granulometria 80 para 4000, apresentou uma variação entre os 2 e 4% do coeficiente k .

O sentido relativo do lixamento em relação ao movimento das partículas abrasivas apresentou uma menor influência sendo de 6% (lixa granulometria 80) e nenhuma (lixa granulometria 4000) para ensaios feitos com sílica, e de 6 e 8% para ensaios feitos com partículas de carbetto de silício.

Isto indicou uma ligeira influência da topografia inicial da amostra no coeficiente k . Para ampliar o estudo sobre esta influência decidiu-se fazer testes com diferentes concentrações de partículas abrasivas, sendo estas de sílica, já que este abrasivo induziu maior sensibilidade do coeficiente k com a mudança do acabamento superficial da amostra.

4.1.2 Influência da concentração das partículas abrasivas

Os resultados do coeficiente de desgaste (k) ao longo do tempo de ensaio para as três porcentagens (5, 10 e 20% em peso) de abrasivo nas duas orientações relativas são apresentados na Fig. 4.3. Observa-se que o regime permanente foi atingido após 10 min de ensaio para todos os casos.

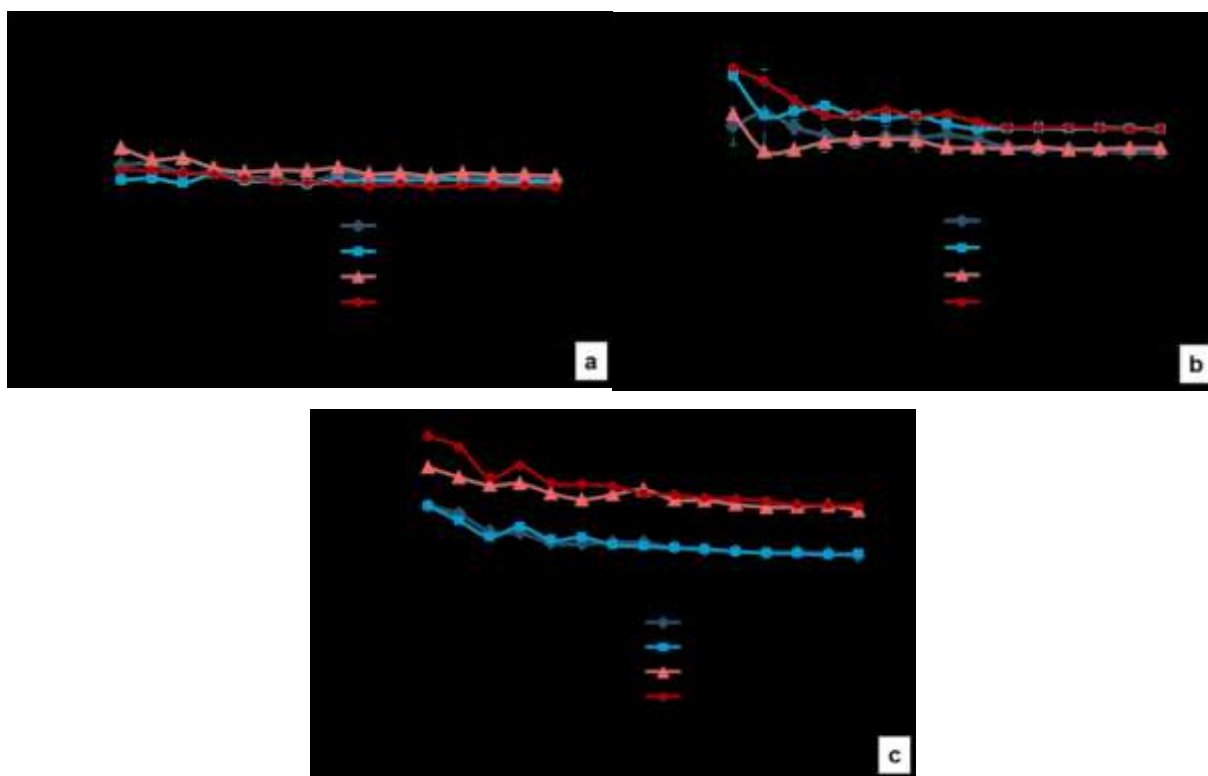


Figura 4.3. Evolução no tempo do coeficiente de desgaste abrasivo para um aço ferramenta com acabamento superficial em lixas de granulometria #80 e #4000, para diferentes concentrações de abrasivo: (a) 5% em peso; (b) 10% em peso; (c) 20% em peso.

Na Fig. 4.4, apresenta-se a média dos resultados da taxa de desgaste após atingir o regime permanente (últimos cinco pontos) para cada curva apresentada na Fig. 4.3. Os resultados mostram que a variação da orientação relativa dos sulcos de lixamento não tem influência significativa. Da mesma forma, quando a concentração de abrasivo é de 5%, não se encontrou diferença significativa na variação das topografias superficiais (variação menor

que 5%). Quando a concentração de abrasivo aumentou para 10% em peso, uma redução na taxa de desgaste (k) (em torno de 12%) foi observada em amostras lixadas em grana 80 quando comparadas com os espécimes lixados em grana 4000, coincidindo com as variações apresentadas nos pré-testes. Para a concentração de abrasivo mais elevada (20% em peso), para amostras com lixamento 80 das amostras, o k é aproximadamente 23% mais baixo do que para amostras com lixamento 4000.

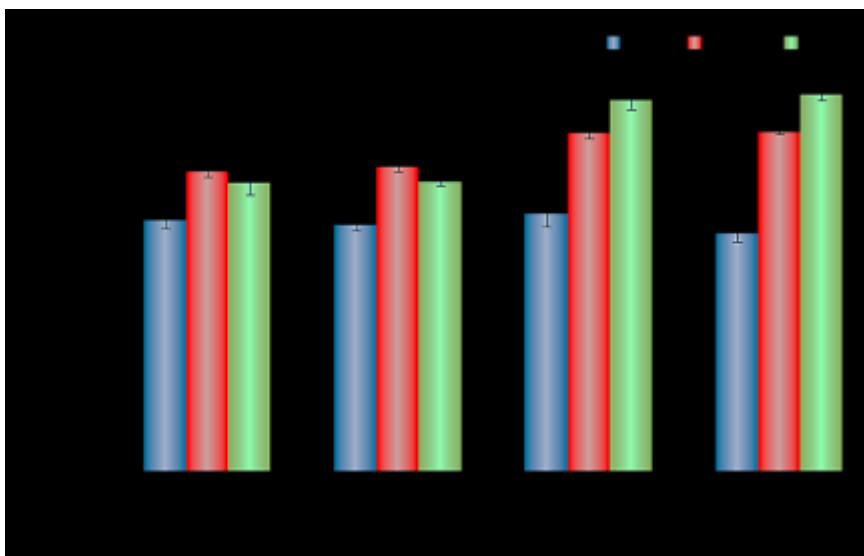


Figura 4.4. Taxa de desgaste médio para as amostras de aço ferramenta com diferentes topografias de superfície (lixa #80 e #4000) e orientações relativas dos sulcos de lixamento da direção de arrastamento de partículas (perpendicular e paralelo).

Na Fig. 4.5, observa-se a análise das calotas via MEV para identificar o efeito da topografia da superfície dos espécimes nos micro-mecanismos de desgaste, onde as setas brancas apresentam riscos maiores e mais profundos e setas amarelas riscos menores e menos profundos. A primeira característica comum em todas as imagens é o fato que uma nova topografia da superfície foi gerada nas amostras devido ao desgaste, sem correlação evidente com a topografia original da superfície, seja para orientação paralela (Fig. 4.5-a e d) ou para orientação perpendicular (Fig. 4.5-e). Para a concentração mais elevada de 20% em peso, foi observada uma alteração no mecanismo de desgaste, que varia de um mecanismo misto (deslizamento no centro da calota e rolamento nas fronteiras da calota, Fig. 4.5-b) para deslizamento puro (Fig. 4.5-a). Outra característica interessante é que, aparentemente, o espaçamento entre os sulcos formados na amostra parece ser mais acentuado, quando se compara com a topografia original mais rugosa (lixa 80). Quando a concentração do abrasivo diminui, não houve alteração no mecanismo (Fig. 4.5-c a Fig. 4.5-e). No entanto, a diferença do espaçamento das ranhuras permanece.

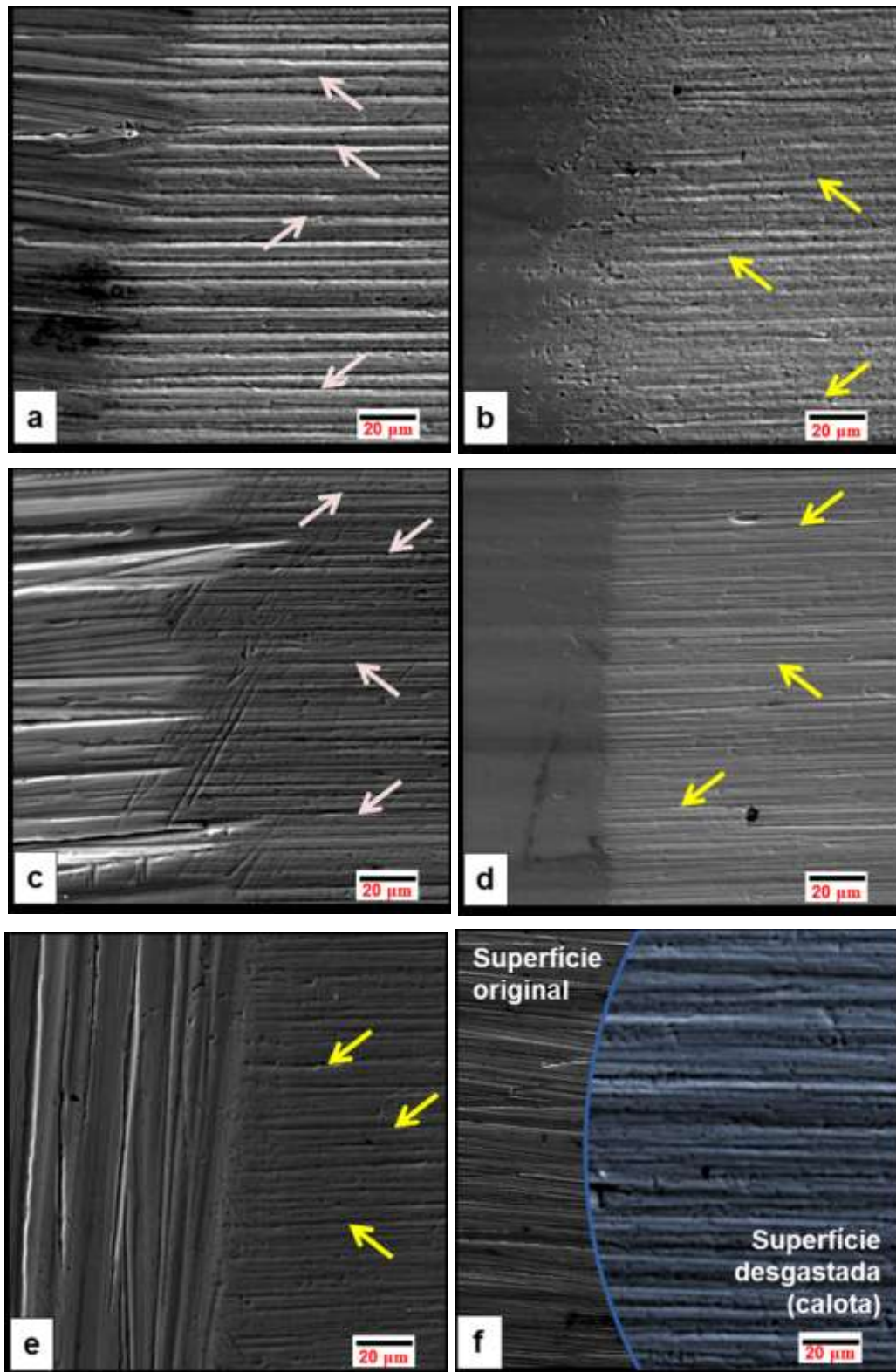


Figura 4.5. MEV das calotas formadas no desgaste micro-abrasivo para concentração de partículas: (a) 20% em peso, lixa 80, paralela; (b) 20% em peso, lixa 4000, paralela; (c) 5% em peso, lixa 80, paralela; (d) 5% em peso, lixa 4000, paralela; (e) 5% em peso, lixa 80, perpendicular; (f) diagrama explicativo do padrão das imagens. As setas brancas indicam sulcos maiores, setas amarelas riscos menores.

Com base na interferometria laser 3D elaborou-se uma quantificação da topografia da superfície nas calotas geradas do processo de desgaste, que confirmou as tendências qualitativas fornecidas pelo MEV.

Alguns exemplos destas interferometrias nas calotas são apresentados na Fig. 4.6, nelas foi filtrada a forma com polinômio grau 3 e a ondulação usando cut-off de 0,25 mm.

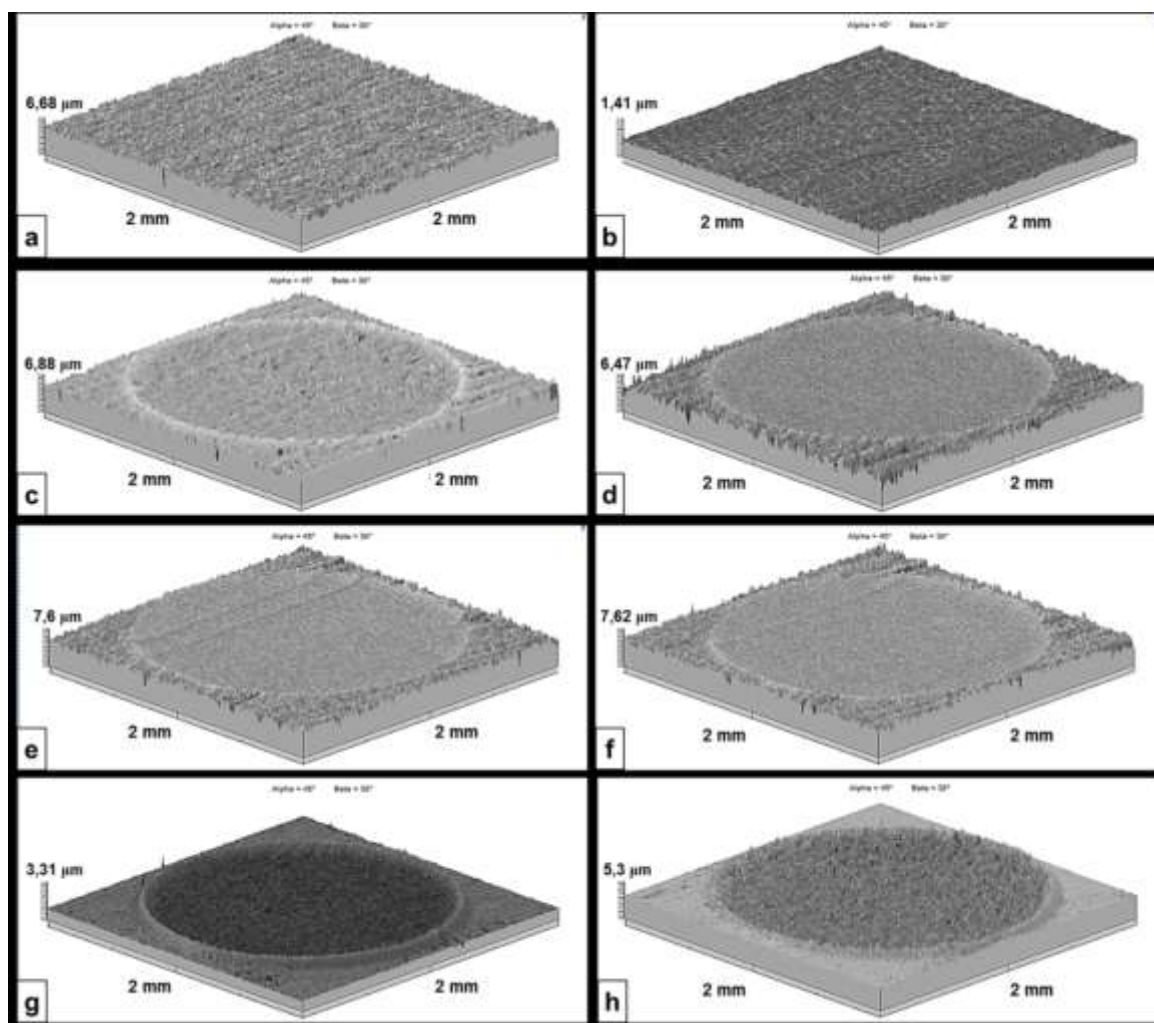


Figura 4.6. Mapas 3D das calotas feitas por interferometria laser: (a) lixa 80 antes do ensaio de abrasão; (b) lixa 4000 antes do ensaio de abrasão; (c) lixa 80, com concentração 5%, paralela; (d) lixa 80, com concentração 5%, perpendicular; (e) lixa 80, com concentração 20%, paralela; (f) lixa 80, com concentração 20%, perpendicular; (g) lixa 4000, com concentração 5%, paralela; (h) lixa 4000, com concentração 20%, paralela.

Para quantificar a topografia da superfície no interior das calotas, selecionaram-se alguns parâmetros de quantificação da topografia superficial: S_q , um parâmetro de amplitude; S_{Sk} , um parâmetro de distribuição de altura; e S_{dq} , a inclinação média das irregularidades. Estes valores são apresentados na Tab. 4.1.

Este quadro mostra que, quando as amostras eram mais rugosas (lixa 80), os valores da S_{Sk} são negativos, enquanto que, para os espécimes menos rugosos (lixa 4000), o S_{Sk} é positivo. Isso indica que a topografia das crateras nas amostras da lixa 80 é do tipo vale-planalto, mas do tipo planalto-pico nos espécimes da lixa 4000 (DONG; SULLIVAN; STOUT, 1994). Além disso, com o aumento da rugosidade dos espécimes, a altura média e a inclinação média das irregularidades nas calotas aumentam. Estes valores confirmam a hipótese de que menos sulcos são produzidos para a amostra mais rugosa, deixando uma topografia composta de regiões alternadas relativamente suaves e sulcos profundos.

Tabela 4.1 - Parâmetros de rugosidade que caracterizam as calotas para as lixas 80 e 4000 em ensaios com concentrações de Sílica de 5 e 20% em peso.

Parâmetros	5% Sílica		20% Sílica	
	#80	#4000	#80	#4000
S_q (μm)	0.37	0.193	0.835	0.478
S_{Sk}	-1.07	0.382	-0.211	0.305
S_{dq}	0.462	0.271	0.826	0.401

Resumindo: quando a topografia superficial do corpo foi variada, o efeito sobre os mecanismos de desgaste e k é pouco pronunciado ou mesmo desprezível. Isso não foi surpreendente, uma vez que a severidade da abrasão tende a produzir topografias completamente novas no espécime, como confirmado pela observação das crateras (Fig. 4.5 e Fig. 4.6). No entanto, em alguns casos, apesar desse fato, um pequeno efeito da topografia superficial do espécime não foi desprezível. Este foi o caso particularmente para a concentração de partículas abrasivas mais elevadas (20%).

Observou-se que aumento da rugosidade da superfície dos espécimes diminuiu as taxas de desgaste (k). No sistema investigado, as durezas da esfera e do espécime foram muito semelhantes, o que dificultaria o arrastamento das partículas, uma vez que os coeficientes de atrito entre a esfera e o abrasivo e entre o espécime e o abrasivo serão muito semelhantes (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996). Isto é particularmente relevante para partículas abrasivas mais redondas, o que é o caso do presente trabalho.

A análise por microscopia eletrônica de varredura das calotas mostrou que a quantidade de sulcos é menor para amostras mais rugosas (Fig. 4.5-a) do que para os espécimes menos rugosos (Fig. 4.5-b e Fig. 4.5-d). Propõe-se então que, embora uma nova topografia de superfície seja gerada durante a abrasão, a rugosidade superficial original dos espécimes influencia a quantidade de partículas abrasivas que entram no contato. Quando o espécime é mais rugoso, as partículas se incorporarão mais facilmente na amostra e poderão permanecer estacionárias fora do contato (Fig. 4.5-d), ao contrário de um espécime

menos rugoso (Fig. 4.5-c). Como é mostrado com as setas brancas e amarelas, sendo brancas para os riscos maiores e amarelas para riscos menores.

Quando a concentração de partículas abrasivas é pequena (5%), o número de partículas abrasivas que participam do contato provavelmente é reduzido, como normalmente referenciado ou relatado na literatura (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999; ADACHI; HUTCHINGS, 2003), pelo qual, o deslizamento de partículas abrasivas prevaleceu independentemente da rugosidade da superfície do espécime.

Para durezas similares do corpo e contra-corpo (razão próxima de 1), esperava-se que ocorressem indentações produzidas pelo rolamento das partículas abrasivas (ADACHI; HUTCHINGS, 2003), mas a maioria dos testes mostraram sulcos por deslizamento das partículas abrasivas. Isto sugere que, quando se utilizam partículas abrasivas mais macias, combinadas com uma pequena diferença no coeficiente de atrito entre a esfera e o abrasivo, e entre a amostra e o abrasivo, o arrastamento de partículas torna-se difícil. Os resultados para maior concentração abrasiva indicam que provavelmente a utilização de amostras mais lisas pode ajudar o deslizamento de partículas, como é proposto no modelo indicado na Fig. 4.7.

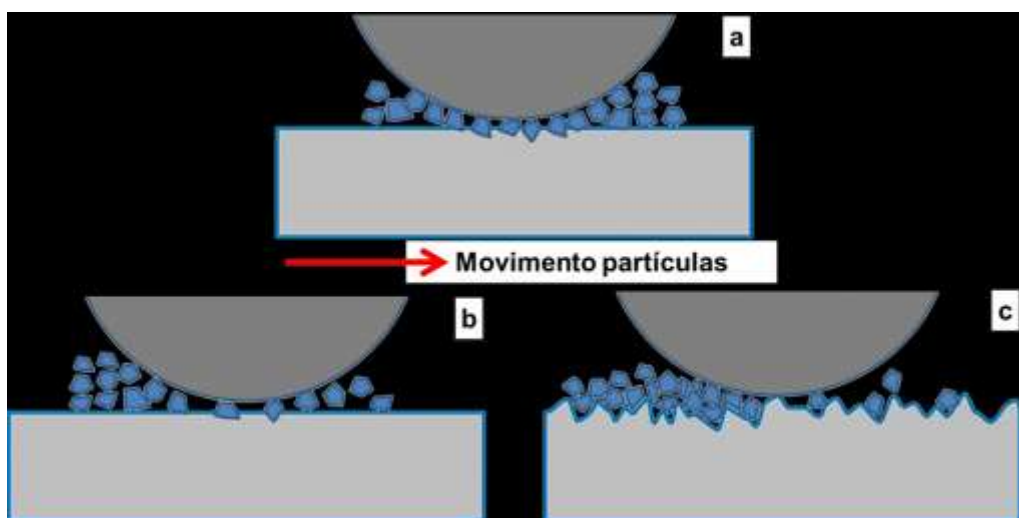


Figura 4.7. Esquema que sugere o efeito da topografia de superfície da amostra sobre o arrastamento de partículas: (a) contra-corpo duro e amostra macia; (b) contra-corpo e amostra lisa de dureza similar; (c) contra-corpo e amostra rugosa de dureza similar.

Outro aspecto importante a considerar é a possibilidade de fragmentação das partículas abrasivas, que deve ser particularmente relevante para o abrasivo relativamente macio, mas quebradiço, $K_{1c} < 1 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (BOZZI; DE MELLO, 1999), utilizado neste trabalho. Se ocorrer fragmentação de partículas, é provável que o número de partículas com o contato aumente, o que também poderia ser responsável pelos fenômenos observados. A

granulometria a laser foi utilizada para medir a distribuição de tamanho das partículas abrasivas. Houve uma tendência para os espécimes mais lisos induzir mais fragmentação das partículas. No entanto, os resultados para a distribuição do tamanho de partícula para diferentes ensaios em condições semelhantes não eram muito repetitivos. O efeito da rugosidade das amostras na fragmentação das partículas precisa ser investigado mais a fundo.

4.1.3 Conclusões parciais e resumo

Para a micro-abrasão de esferas e amostras com dureza similar usando SiO_2 em uma configuração de esfera livre, o efeito da topografia dos espécimes é muito pequeno (variações menores que 15%). No entanto, o uso de amostras mais rugosas sob altas concentrações de partículas abrasivas (20%) mudou os mecanismos de desgaste abrasivo de misto (deslizamento e rolamento) para rolamento de partículas e a taxa de desgaste (k) foi reduzida (23%). Acredita-se que os espécimes mais rugosos tornam o arrastamento de partículas mais difícil quando ficam acomodadas nos vales da topografia da superfície. Além, não foi evidenciada influência da rugosidade da amostra nos ensaios feitos com partículas abrasivas de SiC .

4.2 Influência da topografia de superfície do corpo (amostra) na micro-abrasão-corrosão

4.2.1 Resultados e discussão

4.2.1.1 Taxa de desgaste e Coeficiente de atrito

Partindo dos resultados da seção 4.1 analisa-se a influência da topografia de superfície da amostra na micro-abrasão conjunta com corrosão.

A média dos resultados do coeficiente de desgaste (k) para amostras de aço inoxidável 304, após 30 minutos de teste contínuo de micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão para amostras com acabamento de lixa de granulometrias #80 e #4000, são apresentados na Fig. 4.8. Como primeira observação destes resultados é o fato da taxa de desgaste (k) ser maior na micro-abrasão do que na micro-abrasão-corrosão, sendo entre 45 e 48% maior nas amostras com orientação relativa dos sulcos perpendicular e, entre 24 e 32% para orientações paralelas, ou seja, existe uma sinergia negativa da taxa de desgaste. Esta sinergia negativa para a abrasão-corrosão já foi reportada na literatura (BATENI et al., 2005; SINNETT-JONES; WHARTON; WOOD, 2005; PERRET et al., 2010; LABIAPARI, 2015; SANTOS et al., 2015; LABIAPARI et al., 2017).

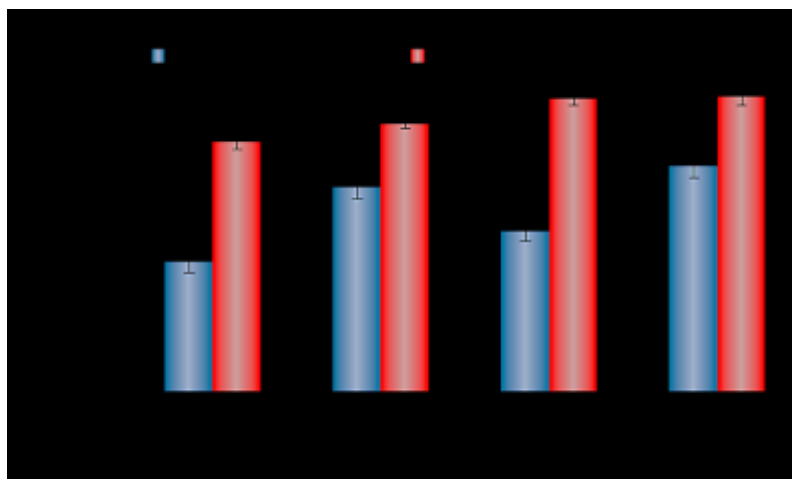


Figura 4.8. Taxa de desgaste médio para as amostras AISI 304 com diferentes topografias de superfície (lixa #80 e #4000) e orientações relativas dos sulcos de lixamento com a direção de movimento das partículas abrasivas (perpendicular e paralelo), durante 30 min de teste contínuo.

Outro fato relevante é que os resultados para micro-abrasão mantiveram o mesmo comportamento, independente de ter-se mudado o par tribológico (o contra-corpo mudou de aço para zircônia; o corpo de aço ferramenta para aço inoxidável AISI 304; e a disposição do contra-corpo no teste de esfera livre para esfera fixa). Desta forma os resultados da seção anterior (4.1.2) foram reiterados, sendo que ao diminuir a rugosidade das amostras, de acabamento em lixa de granulometria #80 para #4000, o coeficiente k aumenta (entre 10 e 14%), enquanto que a mudança da orientação relativa dos sulcos não apresenta uma variação significativa (entre 1 e 6%).

O comportamento do coeficiente k mudou na micro-abrasão-corrosão sendo que a orientação relativa dos sulcos de lixamento apresentou maior relevância que a mudança de acabamento superficial das amostras. Ao mudar a orientação relativa dos sulcos de lixamento com respeito a direção de movimento das partículas abrasivas, de perpendicular para paralelo, na micro-abrasão-corrosão, a taxa de desgaste aumentou 36 e 20% para acabamento em lixa de granulometria #80 e #4000 respectivamente. Além disto, se observou que a mudança de rugosidade manteve sua influência relativa na taxa de desgaste para orientações perpendiculares (18% aumento) e a influência para orientações paralelas não possui variância estatística significativa (3%).

Na Fig. 4.9-a apresentam-se as curvas de evolução do coeficiente de atrito médio nos 30 minutos de teste. A curva foi calculada fazendo a média das forças de atrito e normal em cada ponto de aquisição.

Na Fig. 4.9-b apresenta-se os valores médios de coeficiente de atrito após o regime permanente ser estabelecido (a partir de 18 min).

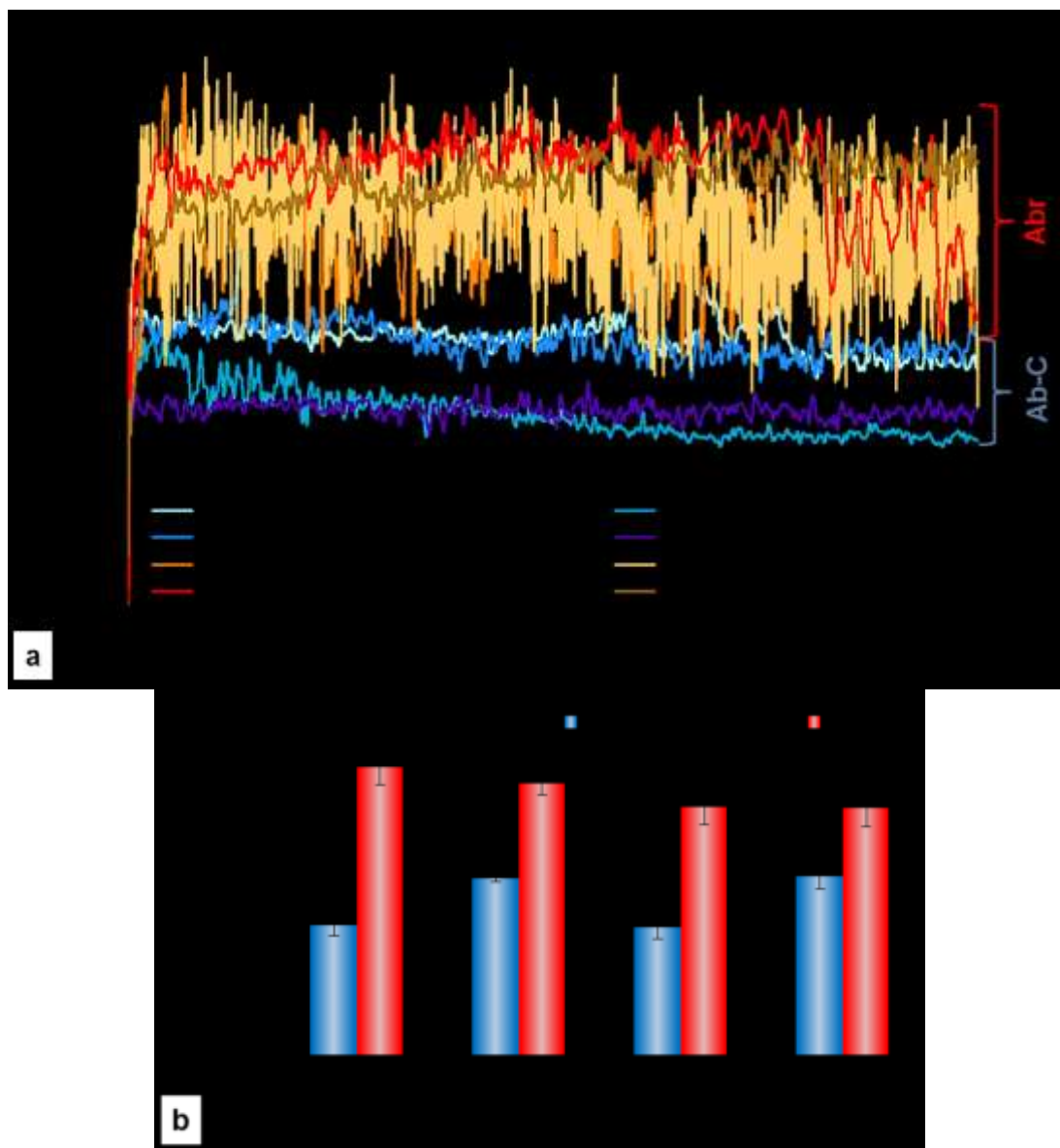


Figura 4.9. Coeficiente de atrito médio para os ensaios de micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão: (a) Evolução do coeficiente de atrito médio com o tempo; (b) valores do coeficiente de atrito médio.

De forma geral, o coeficiente de atrito é maior para a micro-abrasão do que para a micro-abrasão-corrosão, de 43 a 50% para granulometria #80 e de 20 a 28% para a granulometria #4000, coincidindo com estudos anteriores (LABIAPARI, 2015; SANTOS et al., 2015). Da mesma forma o coeficiente de atrito apresentou maior instabilidade (maiores oscilações durante o tempo) na micro-abrasão do que na micro-abrasão-corrosão. Estes

valores de coeficiente de atrito (0,25-0,29) para testes micro-abrasivos com sílica já foram relatados na literatura para ensaios micro-abrasivos (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996; KUSANO; HUTCHINGS, 2005).

Ainda que a variação do coeficiente de atrito na micro-abrasão apresente uma significância estatística mínima (menor a 3%), comparando-se a Fig. 4.9–b com a Fig. 4.8, observa-se que o coeficiente de atrito apresenta uma tendência de comportamento inversa à taxa de desgaste (k) para a micro-abrasão.

Para a micro-abrasão-corrosão o coeficiente de atrito acompanha a mesma tendência de comportamento que a taxa de desgaste, obtendo aumentos no coeficiente entre 24 e 29% quando a orientação dos sulcos mudou de perpendicular para paralelo. Para orientações relativas perpendiculares o coeficiente de atrito é 49 e 55% maior na micro-abrasão do que na micro-abrasão-corrosão, enquanto que para orientações relativas paralelas esta variação foi entre 28 e 35%. De acordo com a análise de variância, Anova (BOX; HUNTER; HUNTER, 2005), estes resultados são distintos entre eles.

Estas variações entre micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão podem ser explicadas pela capacidade de passivação e repassivação. Wu e Celis (2004) demonstraram que com soluções de pH mais alto, o aço inoxidável pode passivar mais rapidamente do que em soluções com pH mais baixos, e este pH mais elevado corresponde a um coeficiente de atrito mais elevado. Labiapari (2015) mostrou que pH mais elevado induz um maior coeficiente de atrito e mais elevada taxa de desgaste, durante o teste com Sílica em soluções com pH = 7,0 para a água e pH = 0,3 para a solução 1N H_2SO_4 . Os testes abrasivos reportados por Labiapari (2015) foram executados em condições semelhantes às utilizadas no presente trabalho (partículas abrasivas de Sílica, mesmo equipamento de esfera fixa, velocidade de 150 rpm, cargas normais similares, contra-corpo de zircônia e corpo de aço inoxidável AISI 304).

Labiapari et al. (2017) verificaram a resposta cinética dos efeitos da corrosão sobre o coeficiente de atrito, realizando duas sequências de teste micro-abrasivo-corrosivo. A primeira sequência de ensaio começou com a utilização de uma suspensão de partículas abrasivas de sílica em água, a qual foi mudada (no decorrer do teste) para uma suspensão de partículas abrasivas de sílica em solução 1N H_2SO_4 . Na segunda, o ensaio de abrasão-corrosão começou com a utilização uma suspensão de abrasivo em solução de 1N H_2SO_4 , que foi mudada (no decorrer do teste) para uma suspensão de partículas abrasivas em água. Labiapari et al. (2017) observaram que quando o 1N H_2SO_4 foi adicionado na distribuição das partículas, o filme de $FeSO_4$ pareceu se formar muito mais rapidamente que novos filmes de Cr_2O_3 e F_2O_3 , assim, reduzindo o coeficiente de atrito. Quando a abrasão

remove a película, e esta não é restaurada na ausência de H_2SO_4 , faz com que o atrito aumente.

Para observar a influência do pH na micro-abrasão realizamos testes micro-abrasivos no aço inoxidável 304 mudando o pH da solução de diluição das partículas abrasivas após o material atingir o regime permanente de desgaste (18 min). Foram utilizados como parâmetros: contra-corpo uma esfera de zircônia (inerte ao pH diferente usado); 10% em peso de partículas de sílica diluídas em: água (pH 7), água com 3,6% de NaCl (pH 5), água com 0,05N de H_2SO_4 (pH 4,5) e água com 1N de H_2SO_4 (pH 3). Os demais parâmetros utilizados são idênticos aos usados para ensaios de micro-abrasão reportados nesta seção. O resultado é apresentado na Fig. 4.10.

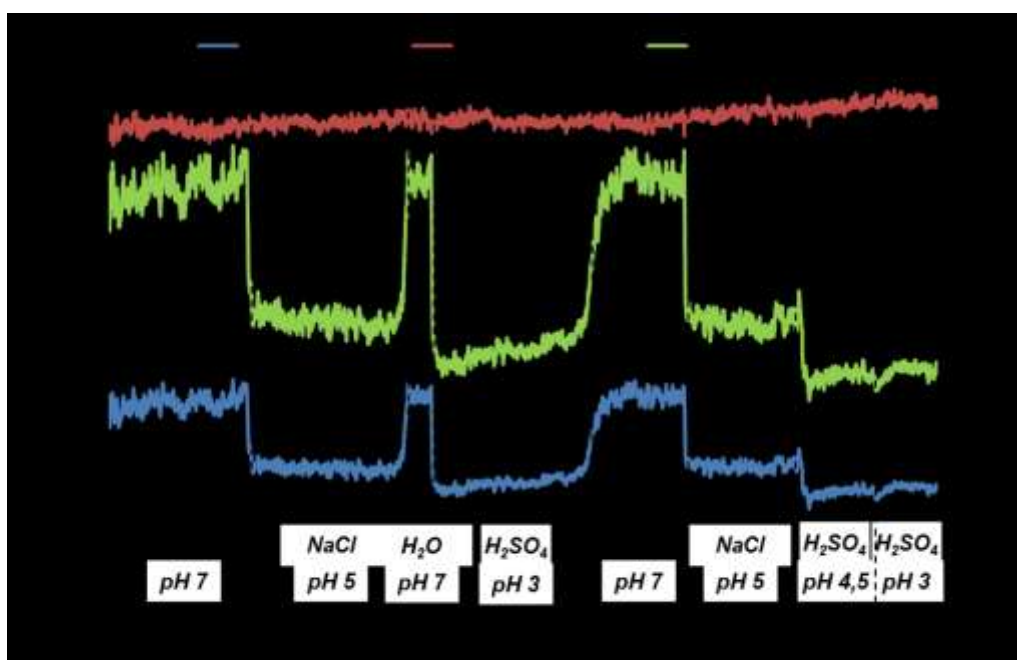


Figura 4.10. Comportamento do aço inox 304 na micro-abrasão após o regime permanente ao mudar a o pH da solução da diluição das partículas abrasivas.

Observa-se que quando existe mudança do pH, devido à mudança de composição química da solução, aparece uma forte influência na força de atrito enquanto a força normal permanece constante (1,7 N), consequentemente o coeficiente de atrito é influenciado pela mudança do pH. Quando o pH diminui (de pH 0,7 até pH 0,3) a força de atrito também diminui (de 0,73N - 0,51 N - 0,46 N) e, consequentemente, o coeficiente de atrito (0,44 – 0,31 – 0,27). A força e o coeficiente de atrito tem um valor específico para todos os pH, independentemente da sequência de mudança das soluções. A esfera é inerte para as diferentes soluções usadas. Mas quando é mudado o pH de 4,5 a 3 com o mesmo tipo de componentes químicos na solução o efeito da mudança de no pH não foi observado, o

coeficiente de atrito diminui em maior proporção para soluções à base de H_2SO_4 independentemente do pH. Pode-se pensar que o tipo de tribo filme formado na superfície influencia tanto a força de atrito entre as partículas e a superfície do corpo de aço inoxidável quanto a força de atrito gerada pela interação entre as partículas, sendo de FeCl_2 para solução de 3,6% de NaCl (SINGH et al., 2015; WANG et al., 2015; JAVADIAN et al., 2017; USMAN; UMOREN; GASEM, 2017) e FeSO_4 para soluções de H_2SO_4 (FLORIANOVICH; SOKOLOVA; KOLOTYRKIN, 1967; BALA, 1984).

Na Fig. 4.10 mostrou-se que a solução contendo ácido sulfúrico gera um menor coeficiente de atrito. A literatura descreve que a formação de FeSO_4 em sistemas tribocorrosivos contendo ácido sulfúrico é o principal fator responsável pela redução do coeficiente de atrito (KOLESNICHENKO; TRUSHKO, 1970; MIYOSHI, 1990). A presença de enxofre foi identificada nas superfícies testadas na micro-abrasão-corrosão ao fazer análise por espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS), cujo espectro típico é apresentado na Fig. 4.11. Sabe-se que o ferro na presença de uma solução eletrolítica com H_2SO_4 , leva à formação de FeSO_4 na superfície metálica pela a dissolução química de ferro (FLORIANOVICH; SOKOLOVA; KOLOTYRKIN, 1967; BALA, 1984).

A presença de enxofre na superfície junto com Fe e O pode ser um indicativo da formação de filmes de FeSO_4 nas superfícies muito embora esta camada seja nanométrica e a técnica EDS não seja suficientemente sensível para concluir de maneira definitiva a presença desta camada. A espessura de filmes FeSO_4 formados em superfícies de ferro na presença de H_2SO_4 foi medida por Mischler et al. (1993) via microscopia Auger sendo em torno de 3 nm.

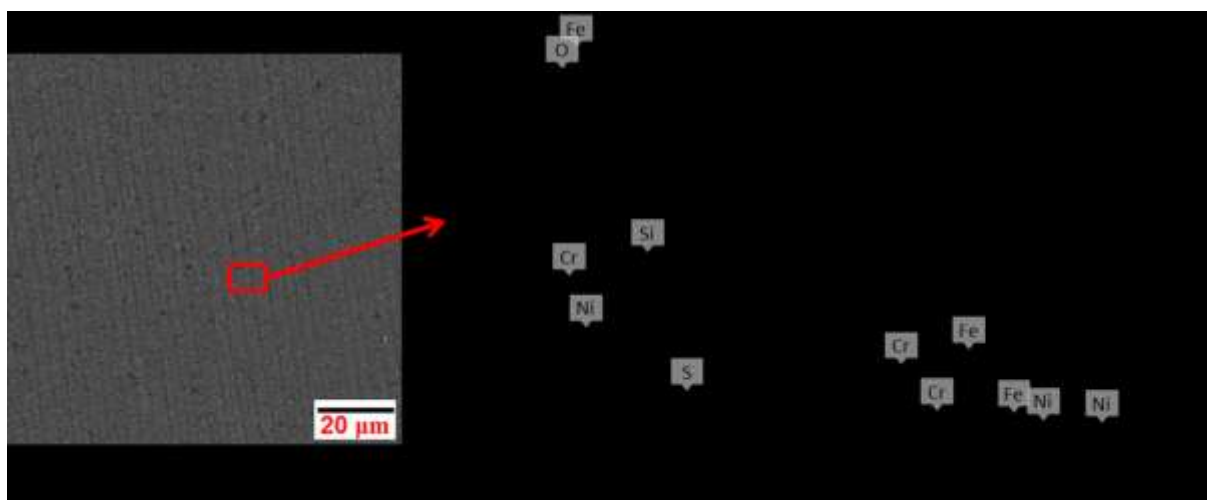


Figura 4.11. Análise EDS típica da marca de desgaste de aço inoxidável 304 submetido a ensaios de micro-abrasão-corrosão.

Labiapari et al. (2017) tentaram mostrar a existência do filme de FeSO_4 , expondo uma amostra de aço inoxidável 410D a um meio 1N de H_2SO_4 durante uma hora e em seguida submetendo-o a análise de FTIR (*Fourier transform infrared spectroscopy*). Após análise de FTIR constatou-se no espectro a presença de picos de umidade, H_2O , e principalmente, a confirmação da formação de FeSO_4 como produto de corrosão. Mas os autores relataram que a técnica não possui a suficiente sensibilidade para detectar de forma adequada os filmes de FeSO_4 nas marcas de desgaste produzidas na micro-abrasão-corrosão.

Com isto, supõe-se que as modificações oriundas dos processos mecano-eletroquímicos produzidas no processo tribo-químico influenciam favoravelmente o comportamento do material pela formação de filmes oriundos do processo eletroquímico na superfície (Fe_2SO_4), evidenciado de forma nas amostras com orientação relativa dos sulcos perpendicular. Portanto, pode-se concluir que quando o aço inoxidável passa a passivar ou repassivar mais facilmente, a superfície passiva pode induzir menores coeficientes de atrito. Para observar mais detalhes do aspecto da passivação é necessário avaliar-se o comportamento eletroquímico, objeto da próxima seção.

4.2.1.2 Curvas de polarização potenciodinâmica

Com o objetivo de aprofundar o entendimento dos resultados apresentados pela taxa de desgaste e coeficiente de atrito (Fig. 4.8 e Fig. 4.9) foram realizados estudos de polarização potenciodinâmicas. Na Fig. 4.12 comparam-se as curvas representativas de polarização potenciodinâmicas durante 30 min de testes corrosivos e micro-abrasivo-corrosivo em solução 1 Normal de H_2SO_4 .

Observa-se um comportamento passivo para todas as configurações, o qual possui um comportamento similar para os dois tipos de acabamento (lixa granulometria #80 e #4000) e as duas orientações relativas. Este comportamento passivo mostra que existe uma cinética contínua da passivação no aço inoxidável AISI 304, o que leva a pensar que a mesma influencia as variações da taxa de desgaste (k) e do coeficiente de atrito entre micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão, como foi indicado na seção anterior, além de coincidir com o relatado por Bateni et al (2005), Sinnott-Jones; Wharton e Wood (2005) e Bello; Wood e Wharton (2007).

Uma evidência desta constante remoção e geração da camada passiva é a flutuação (ruído) observada na densidade de corrente, nos ensaios micro-abrasivo-corrosivos quando comparados com ensaios corrosivos. A flutuação na corrente deve-se à repassivação espontânea dentro da calota de desgaste e posterior despassivação devido à ação de partículas abrasivas (WOOD et al., 2010). Mischler et al. (1998) relataram um comportamento (ruído) semelhante durante o desgaste em deslizamento alternativo de

metais passivos (aço inoxidável 316), e afirmaram que a variação abrupta (ruído) da corrente anódica medida corresponde à taxa de remoção de metal eletroquímico na marca de desgaste. Thakare et al. (2008) propuseram um modelo do mecanismo de ruptura da camada passiva e repassivação subsequente que foi apresentado no Capítulo II.

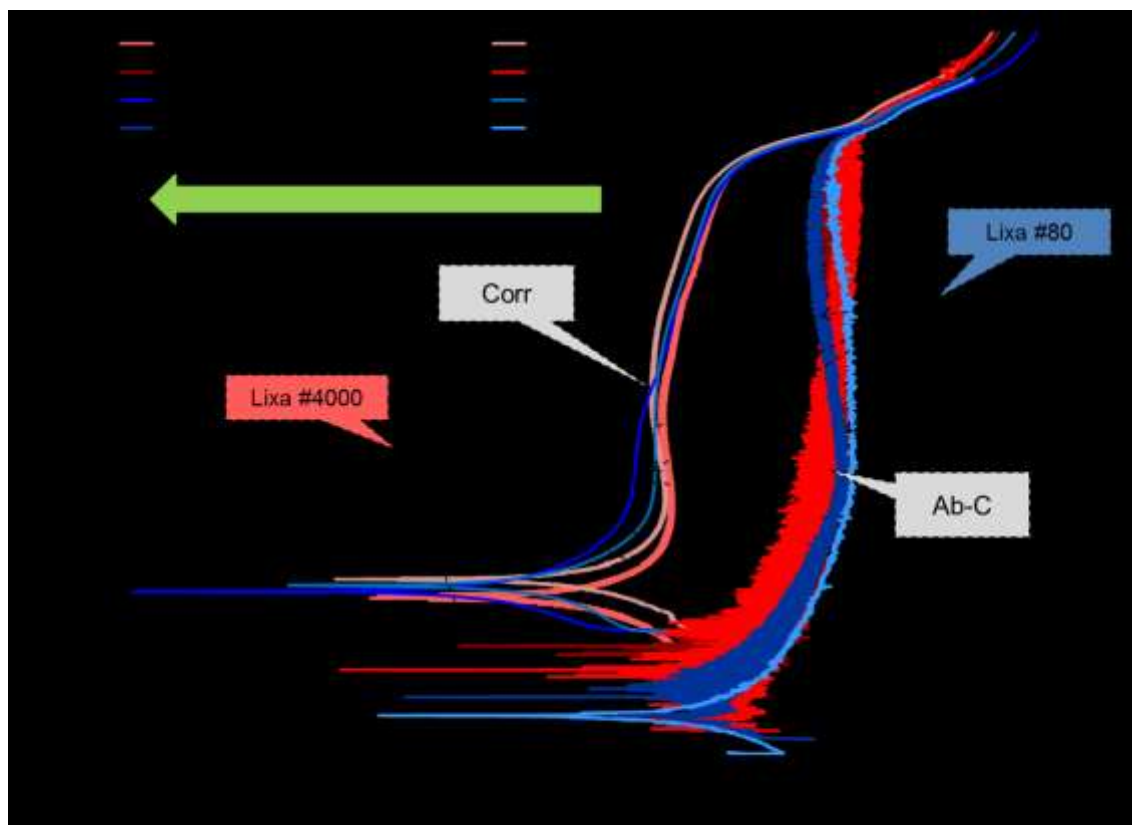


Figura 4.12. Curvas de polarização para ensaios de corrosão (Corr) e abrasão-corrosão (Ab-C) para aço inoxidável AISI 304 com diferentes topografias de superfície (lixa #80 tons azuis e #4000 tons vermelhos) e orientações relativas dos sulcos de lixamento (perpendicular e paralelo).

Para conseguir comparar de forma mais efetiva os resultados das curvas de polarização (Fig. 4.12) apresenta-se na Tab. 4.2 as médias dos principais dados comparativos destas curvas: potencial de corrosão (E_{corr}), densidade de corrente de passivação (i_{pass}) e potencial de quebra ou pite (E_{pite}).

Observa-se que existe uma variação de duas ordens de grandeza na densidade de corrente de passivação (i_{pass}), quando de corrosão passou-se para abrasão-corrosão, ou seja, o aço AISI 304 é mais suscetível à corrosão na abrasão-corrosão (menor i_{pass} maior resistência à corrosão). Esta variação de duas ordens de grandeza pode ser explicada pela

interação da constante remoção e geração da camada passiva com o aumento da tensão de contato (força normal e deformação plástica na superfície) do AISI 304 na abrasão-corrosão.

Tabela 4.2 - Parâmetros relevantes das curvas de polarização potenciodinâmicas durante 30min de testes corrosivos (Corr) e micro-abrasivo-corrosivos (Ab-C) em solução 1 N de H₂SO₄, para o aço inoxidável AISI 304, com acabamento em lixas de granulometria #80 e #4000.

		L#80		L#4000	
		Perpendicular	Paralelo	Perpendicular	Paralelo
E_{corr} [V]	Ab-C	-0,291 ± 0,019	-0,241 ± 0,021	-0,248 ± 0,025	-0,252 ± 0,034
	Corr	-0,075 ± 0,023	-0,075 ± 0,028	-0,039 ± 0,036	-0,020 ± 0,011
I_{pass} [mA/cm²]	Ab-C	0,098 ± 0,014	0,111 ± 0,019	0,071 ± 0,041	0,135 ± 0,009
	Corr	0,007 ± 0,001	0,008 ± 0,001	0,006 ± 0,000	0,006 ± 0,001
E_{pite} [V]	Ab-C	0,943 ± 0,010	0,941 ± 0,009	0,949 ± 0,007	0,950 ± 0,006
	Corr	0,923 ± 0,005	0,895 ± 0,001	0,928 ± 0,002	0,909 ± 0,008

A influência da aplicação e/ou aumento da força normal e deformação plástica na superfície de um corpo em estado de passivação está bem reportado na literatura (WANG et al., 1993; GUTMAN; SOLOVIOFF; ELIEZER, 1996; SADIQ; BLACK; STACK, 2014; SANTOS et al., 2015).

Wang et al. (1993) estudaram a influência da frequência de variação da força normal na corrosão de aços inoxidáveis ferríticos (26% Cr -1% Mo), em soluções de 1 M H₂SO₄ e 0,6 M NaCl. As amostras de aço foram submetidas à fadiga por meio de uma máquina “Shenck” servo-hidráulica à temperatura ambiente aplicando uma carga de 40 KN em frequências de 0,1 e 0,5 Hz. Neste teste foi imposto um sistema potencioestático usando um eletrodo de prata suturado como referência e uma área exposta de 3x7 mm². Os autores observaram que a densidade de corrente aumentou com a ruptura do filme passivo devido à deformação plástica e caiu novamente após a regeneração do filme na superfície virgem exposta ao meio corrosivo. Vale ressaltar que a principal diferença entre baixas e altas frequências é o tempo de repassivação da superfície do metal exposto, isto é, se a destruição da película passiva for mais rápida do que a sua formação e crescimento.

Gutman; Solovioff e Eliezer (1996) observaram um aumento da densidade de corrente com a tensão para aços inoxidáveis 316L, mediante a instalação de uma célula eletroquímica com um eletrodo de referência de prata numa máquina de testes de tração, com o objetivo de fazer tração e polarização (taxa de aumento de potencial 1,6 mV/s e faixa de varredura de - 400-1600 mV) conjuntas. Da mesma forma Gutman; Solovioff e Eliezer

(1996) demonstraram que isso ocorre tanto em estados passivos como transpassivos, independentemente da natureza do filme passivo na superfície. Santos et al. (2015) em ensaios micro-abrasivos-corrosivos num aço AISI 304, usando partículas abrasivas de sílica em meio de 1N de H_2SO_4 e esfera de zircônia, mostraram a influência da força de contato na corrente de passivação, na polarização e no coeficiente de atrito. Santos et al. (2015) observaram que quando a força foi diminuída (de 1,5 N para 0,5 N) a corrente de passivação e coeficiente de atrito diminuíram. Os autores atribuíram os resultados à efetividade de remoção e regeneração da camada passiva, sendo uma remoção mais efetiva para cargas de contato maiores.

Sadiq; Black e Stack (2014) desenvolveram mapas de abrasão-corrosão para a liga ASTM F1537 fazendo testes num equipamento de micro-abrasão de esfera-fixa de polietileno de ultra-alto peso molecular com uma célula eletroquímica adaptada num meio de solução fisiológica (0.9% NaCl e 10% soro fetal de vitela FCS). Variando a força aplicada os autores observaram que para um potencial na faixa de 200 mV a corrente é o dobro quando a força muda de 2 N para 3 N. Este fenômeno está associado à capacidade do processo de abrasão em remover a camada passiva mais rapidamente do que é formada, expondo assim grandes áreas de superfície de metal fresco ao meio corrosivo.

Esta “susceptibilidade” à corrosão pela constante remoção do material na abrasão-corrosão, também é percebida ao observar o potencial de corrosão (E_{corr}) o qual é uma ordem de grandeza maior, o potencial de corrosão cai quando o material apresenta uma superfície mais “ativa”, como indicado na literatura.

Quando é observado o efeito da rugosidade (mudança de granulometria da lixa), de acordo com a Tab. 4.2, observa-se uma tendência de incrementar os valores da curva de polarização (E_{corr} e i_{pass}) com o aumento da rugosidade (maior granulometria da lixa) para os testes corrosivos, ou seja, nos testes corrosivos o aumento da rugosidade diminui a resistência à corrosão. Da mesma forma observa-se que o potencial de quebra da camada passiva ou pite (E_{pite}) é similar na corrosão e na abrasão-corrosão, isto possivelmente corresponde a uma maior influência dos elementos de ligas do aço para este parâmetro, sendo o mesmo aço trabalhado em todos os testes. Para os testes abrasivo-corrosivos esta tendência foi influenciada pelas orientações relativas do lixamento para a densidade de corrente de passivação (i_{pass}). Mas, de acordo a análise de variância, Anova (BOX; HUNTER; HUNTER, 2005), estas tendências entre lixamento não possuem grande significância estatística.

Ao comparar a tendência apresentada, nos testes abrasivo-corrosivos, com os resultados de taxa de desgaste (Fig. 4.8), observa-se que quanto maior a corrente de passivação (i_{pass}) maior é a taxa de desgaste (k), sendo apresentadas as maiores medições

em orientações relativas paralelas. Isto mostra que o processo de remoção da camada passiva é mais efetivo em amostras de orientações paralelas, desta forma gera menor resistência à corrosão indicada pela maior corrente e maior desgaste. Esta afirmação pode ser corroborada também quando se observa o coeficiente de atrito (Fig. 4.9) na micro-abrasão-corrosão, sendo maior em amostras com orientações paralelas, o que indica que a camada de F_2SO_4 é removida de forma mais efetiva.

Teoricamente superfícies mais rugosas possuem maior área real de ação corrosiva que superfícies menos rugosas. Ao observar a literatura, esta indica que, em ensaios corrosivos, existe uma relação direta entre a rugosidade (acabamento superficial) e a geração inicial de pites (pite metaestável) e seu crescimento na corrosão eletroquímica em aço inoxidável (PISTORIUS; BURSTEIN, 1992; BURSTEIN; PISTORIUS, 1995; SASAKI; BURSTEIN, 1996; HONG; NAGUMO, 1997; QIAO et al., 2009; ZATKALÍKOVÁ; LIPTÁKOVÁ, 2011).

Superfícies com picos e vales mais profundos e menos abertos possuem uma maior probabilidade de gerar um pite em fase de crescimento (metaestável), do que uma superfície rasa e mais aberta (PISTORIUS; BURSTEIN, 1992). A taxa de geração de um pite em aço inoxidável é controlada por difusão de cátions metálicos em meio eletrolítico de cloreto; para o crescimento de pite metaestável é necessário manter a difusão controlada na ponta do pite: localizações com maior profundidade na superfície (maior rugosidade) protegem este de repassar e desaparecer, em locais mais abertos e lisos, os pites metastáveis tem maior probabilidade de ser repassivados.

Sasaki e Burstein (1996), estudando um aço inoxidável 304 em meio 0,6M de NaCl, demonstraram que para superfícies acabadas por lixamento em papel de carbetto de silício, o potencial de formação de pites cai linearmente com o aumento do número da granulometria da lixa, o que implica uma relação linear entre granulometria de lixa e potencial de pite. Hong e Nagumo (1997) apresentaram que o potencial do surgimento de pite metaestável (E_m) tem uma relação linear direta com a granulometria da lixa usada para o acabamento da amostra, em que, ao diminuir a granulometria da lixa o potencial de iniciação de pite (E_m) aumenta, ou seja, gera maior resistência ao surgimento de pites, sendo usado para o estudo um aço inoxidável 301 em meio 0,5M de NaCl.

Quando são comparados os resultados de polarização para os diferentes tipos de lixamento com o apresentado na literatura, estes discrepam, sendo que as grandes diferenças entre lixamento não foram observadas como indica a literatura, embora a tendência de maior suscetibilidade à corrosão com menor granulometria de lixamento foi observada numa escala menor. Acredita-se que esta discrepância entre os resultados se deve às condições do teste. Os ensaios descritos na literatura foram feitos em ambientes

controlados, sendo: desaerados, totalmente submersos e sem agitação ou fluxo do meio eletrolítico na superfície (turbulência), presença de cloretos; enquanto os ensaios do presente trabalho foram realizados: aerados, parcialmente submersos, e turbulentos (fluxo de eletrólito de 1,7 ml/min), sem presença de cloretos, pH maior e também vibrações mecânicas no caso da micro-abrasão-corrosão. A Fig. 4.13 mostra a influência do pH, da aeração, da disposição e da turbulência nas curvas de polarização no aço inoxidável AISI 304 com um lixamento final em lixa de granulometria #600 (intermediário entre as granulometrias #80 e #4000). As curvas foram realizadas com taxa de aumento de potencial de 0,85 mV/min em meio eletrolítico de 1N de H_2SO_4 e em meio de 3,56% NaCl.

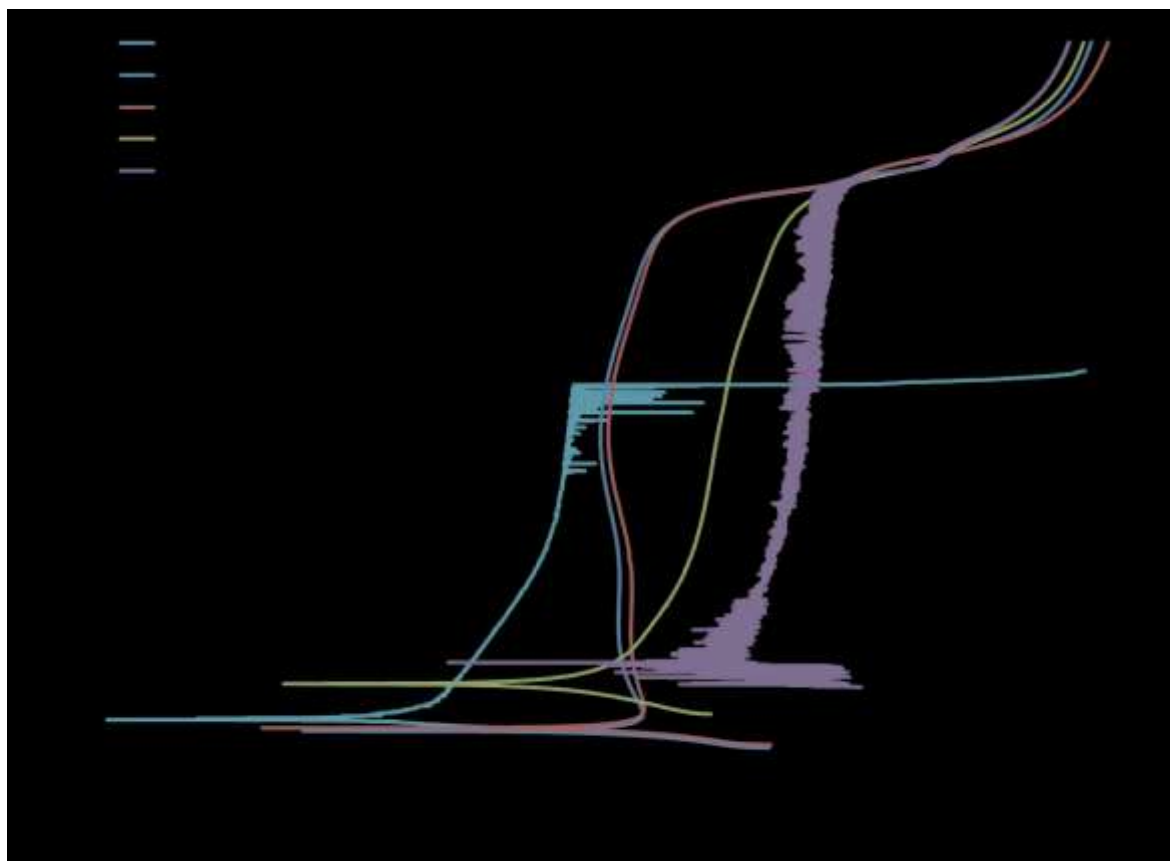


Figura 4.13. Curvas de polarização típicas para um aço inoxidável 304 (com lixamento de granulometria #600, ao mudar os parâmetros de: pH, aeração, disposição e turbulência.

Observa-se que o pH, o conteúdo de oxigênio (aerado ou desaerado) a turbulência (fluxo na superfície) e a metodologia do teste influenciam diretamente a densidade de corrente e o potencial de corrosão (E_{corr}). Ao diminuir o pH do meio eletrolítico de 5 para 3 a densidade de corrente aumentou, ou seja, maior susceptibilidade à corrosão. O mesmo aconteceu quando o teste foi aerado e turbulento (parcialmente submerso e fluxo eletrolítico na superfície). Além disto, quando se aumenta a turbulência a instabilidade (ruído) aumenta.

A literatura clássica mostra que as curvas de polarização (baseadas na teoria de Pourbaix) possuem mudanças no comportamento com a mudança da temperatura de teste, agitação do meio eletrolítico (turbulência) e pH (GENTIL, 2007; ROBERGE, 2008; QIAO et al., 2009; REVIE; UHLIG, 2011). O potencial de corrosão (E_{corr}) e a corrente de passivação (i_{pass}) também são influenciados pelo conteúdo de oxigênio e a concentração de ácido (maior pH) (QIAO et al., 2009).

Embora exista uma discrepância com a literatura em relação a variação da corrente de passivação (i_{pass}) e potencial de corrosão (E_{corr}), a tendência do material ser menos resistente a corrosão com lixamentos com granulometrias maiores existe. As tendências apresentadas na corrosão (variações de E_{corr} de -0.75 para -0.39 - -0.20 V e i_{pass} de 0.008 - 0.007 para 0.006 mA/cm²) podem ser geradas pela alta frequência de ocorrências de etapa inicial de pite (pite metaestável) nas amostras mais rugosas (lixa granulometria #80) que em superfícies menos rugosas (lixa granulometria #4000). Porém, Burstein e Pistorius (BURSTEIN; PISTORIUS, 1995) concluíram que, muito embora, numa superfície rugosa exista uma maior probabilidade de geração de pontos de crescimento superficial de pite (pite metaestável) estes tem menor probabilidade de alcançar a estabilidade (pite). Isto é, devido a que nas superfícies mais rugosas a profundidade dos vales diminui a densidade de corrente, fato que não favorece o crescimento do pite, e desta forma os pites metaestáveis nestas superfícies tem menor probabilidade de crescimento e de propagação para a região subsuperficial, sendo interrompidos na mesma superfície e consequentemente repassivados. Este fato apresentado na literatura pode dar um indício do comportamento do i_{pass} na abrasão-corrosão, em que, para superfície com sulcos de lixamento orientados paralelamente sua densidade de corrente de passivação foi maior no lixamento na granulometria menor (#4000).

Pode-se concluir que, para a corrosão, condições mais agressivas minimizam os efeitos do lixamento dos corpos na polarização, embora as tendências ainda estejam presentes. Da mesma forma, pensa-se que o comportamento apresentado pôde ser afetado pela efetividade de remoção da camada passiva na abrasão-corrosão: uma remoção mais efetiva da camada passiva torna mais suscetível à corrosão o aço AISI 304, sendo mais efetiva a remoção em amostras com orientações relativas paralelas, embora o processo abrasivo gere uma nova topografia na superfície que diminui as influências da topográfica superficial inicial.

Os elementos de liga exercem uma grande influência na quebra da camada passiva (BIEFER, 1970; ROBERGE, 2008; REVIE; UHLIG, 2011), e esta quebra tem fundamentos eletroquímicos, mas é possível que os fatores mecânicos afetem de forma significativa este comportamento da curva de polarização, isto é, a influência do fator abrasivo no

comportamento corrosivo. Com este raciocínio pensa-se que outras características mecânicas da superfície, como a dureza na superfície, podem influenciar a taxa de desgaste e desta forma a geração e crescimento da camada passiva.

A análise das microdurezas nas áreas testadas e dos mecanismos de desgaste pode facilitar o entendimento destes fenômenos.

4.2.1.3 *Análise de microdureza*

Na Fig. 4.14-a apresenta-se a média das microdurezas medidas dentro e fora da calota; a Fig. 4.14-b apresenta-se as porcentagens absolutas das variações das microdurezas dos testes por micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão quando comparadas com as microdurezas do material virgem.

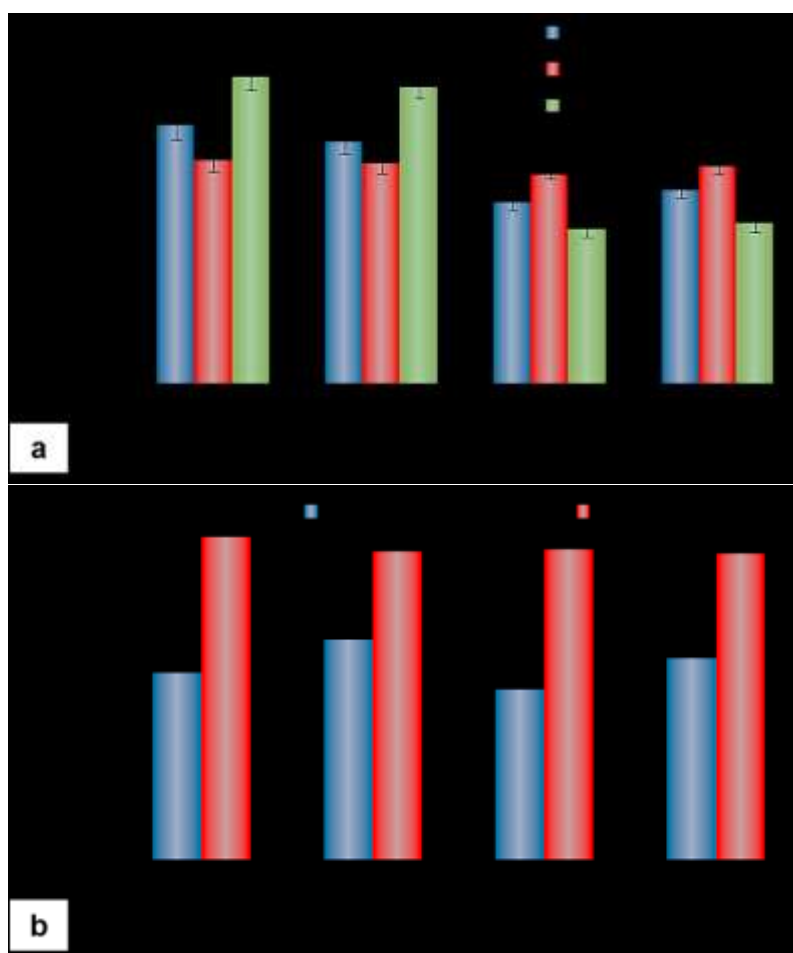


Figura 4.14. Microdureza [HV_{0.05}] na superfície do aço inoxidável AISI 304 dentro das calotas testadas (micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão) e sem testar para acabamento em lixa #80 e #4000: (a) média das microdurezas; (b) porcentagens absoluta da variação relativa da microdureza em amostra testada comparada com amostra sem testar.

Como esperado, o lixamento das superfícies com granulometria #80 gerou uma deformação plástica que levou ao encruamento inicial da superfície maior que o gerado com a granulometria #4000. Esta variação das microdurezas entre granulometrias do lixamento foi entre o 46 e 49%. Além disto, observou-se uma variação da dureza entre as amostras sem testar e testadas com lixamento #80 e #4000 (entre 15 e 28%).

A microdureza para os ensaios de micro-abrasão foi ligeiramente maior para os testes com lixamento de granulometria #80. Para os ensaios micro-abrasivo-corrosivos a microdureza dentro da calota apresenta diferença entre os lixamentos, sendo maior para os lixamentos feitos com granulometria #80.

Ao observar as taxas de desgaste (k) da Fig. 4.8 observou-se que as mesmas são ligeiramente menores para as amostras lixadas com granulometria #80 quando comparados com seus pares no lixamento com granulometria #4000, assim pode-se correlacionar estes resultados com o encruamento sofrido pelo lixamento.

Estas diferenças podem estar relacionadas com a profundidade que o encruamento induzido pelo processo de lixamento e, também pelo encruamento gerado pela própria determinação da microdureza. De acordo com a literatura (LABIAPARI, 2015; DE MELLO et al., 2017) pode-se dizer que as microdurezas apresentadas na Fig. 4.14 não foram geradas pela deformação proveniente da micro-abrasão, sendo que a profundidade de encruamento superficial produzida durante a micro-abrasão é facilmente removida pelo próprio processo abrasivo, tendo pouco efeito sobre a resistência à abrasão. No entanto, o encruamento prévio gerado pelo lixamento pode ter influenciado as pequenas diferenças apresentadas na taxa de desgaste entre o lixamento de granulometria #80 e #4000.

A relação entre dureza e taxa de desgaste abrasivo é altamente afirmada na literatura clássica e considera-se um conceito geral na Tribologia (GAHR, 1987; HUTCHINGS; SHIPWAY, 1992), nesta existe um consenso geral que as tensões geradas durante a abrasão são suficientemente elevadas para gerar endurecimento por deformação plástica, de modo que o endurecimento por deformação prévia não teria, de fato, efeito na resistência à abrasão.

No entanto, algumas evidências na literatura mostraram que a deformação prévia a frio pode afetar consideravelmente a resistência ao desgaste, quando se considera condições de desgaste menos severa, tal como desgaste por deslizamento (YAN et al., 2007; TOPPO; SINGH; RAY, 2009; ABBASI et al., 2010; LABIAPARI, 2015; DE MELLO et al., 2017). Recentemente, De Mello et al. (2017) estudando os efeitos do encruamento gerados pela laminação a frio na micro-abrasão de aços inoxidáveis ferríticos e um aço inoxidável austenítico (usado como comparação), mostraram que a deformação plástica efetiva gerada pela interação de uma partícula abrasiva é limitada a uma pequena

profundidade a partir da superfície (1,12 μm), em testes micro-abrasivos de esfera fixa de zircônia com 10% de Sílica e força normal de 1,47 N (condições similares aos testes desta tese); enquanto que o processo de laminação a frio com uma redução de 20% na espessura de 6,0 a 4,8 mm promove endurecimento por deformação ao longo de toda a espessura da placa. Os autores mostraram, também, que a profundidade para outros testes abrasivos desenvolvidos na literatura foi muito maior, 35 μm para pino-lixar (ALLEN; BALL; PROTHEROE, 1981).

De Mello et al. (2017) mostraram que há ocorrência de encruamento por deformação induzida durante medições de dureza para secções transversais cuidadosamente preparadas de indentações Vickers em aços inoxidáveis austeníticos AISI 304. Anteriormente, o trabalho clássico de Tabor (1956) mostrou que para as medições de dureza Vickers, a distribuição de tensões ao redor das indentações é geometricamente similar e, portanto, a deformação é sempre a mesma de cerca de 8% independentemente do tamanho da indentação.

A Fig. 4.15 mostra uma estimativa da profundidade de encruamento e os esforços máximos causados no aço AISI 304 pelas partículas abrasivas de Al_2O_3 usadas no lixamento com grana #80 e #4000, o cálculo foi feito usando a teoria de contato de Hertz. O diâmetro médio da partícula usado foi 201 μm para granulometria #80 e 6,35 μm para granulometria #4000. Os módulos de Poisson para aço AISI 304 e Al_2O_3 foram 0.3 e 0.21 respectivamente. Os módulos elásticos foram de 136 GPa para o aço e 270 para o Al_2O_3 . Devido ao lixamento ter sido de forma manual, a força normal média foi estimada pela medição da força exercida pelo executor do lixamento numa amostra com dimensões iguais às usadas nos testes através da leitura força por uma célula de carga. Para isto foram coladas lixas de granulometria #80 e 4000 numa balança na qual se observou a força normal que realizava o executor do lixamento no processo de lixamento, a leitura média foi de 109 ± 19 N. A força normal foi dividida pelo número de partículas abrasivas das lixas na área do tamanho das amostras (30 x 35 mm).

A profundidade máxima alcançada pelo lixamento com granulometria #80 foi maior que o alcançado com a granulometria #4000, sendo de 1,8 e 0,04 μm respectivamente. Os esforços na superfície são similares sendo maiores no lixamento com #80 (de 620 MPa), além de serem comparáveis com os valores de esforço relatados por De Mello et al. (2017) para a micro-abrasão.

A evidente diferença da profundidade do encruamento gerado pelos lixamentos com granulometria #80 e 4000 poderiam explicar os resultados de dureza apresentados, mas quando estes resultados são comparados com a profundidade média das calotas de desgaste na micro-abrasão, observa-se que estas profundidades foram pouco significativas

se comparadas com o desgaste pelo processo micro-abrasivo, como é apresentado na Fig. 4.16. Com estas evidências as diferenças de comportamento e valores de dureza após os testes micro-abrasivo-corrosivos não estão suficientemente entendidos sendo assunto para desenvolvimentos futuros.

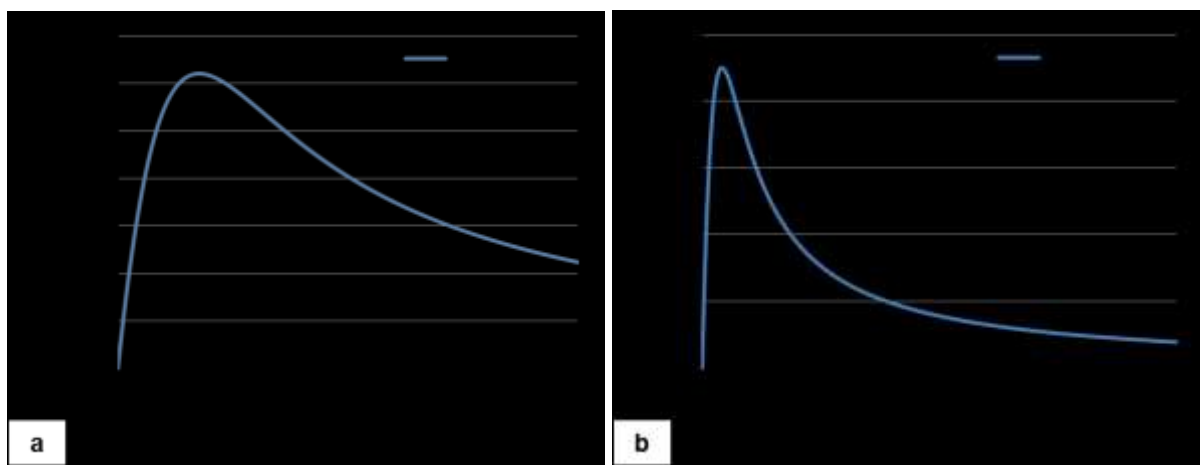


Figura 4.15. Distribuição de tensão de cisalhamento abaixo do contato entre uma partícula abrasiva de Al_2O_3 da lixa e a superfície do aço AISI 304, para as granulometrias: (a) #4000; (b) #80.

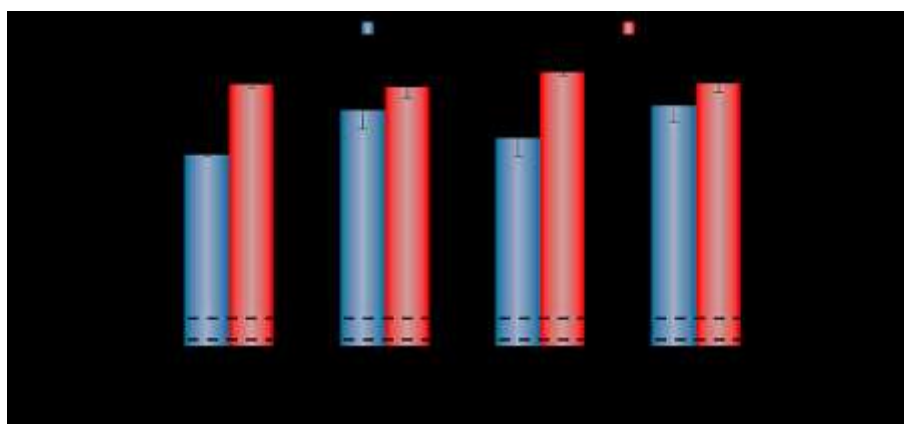


Figura 4.16. Profundidade média (h) das calotas geradas na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão comparada com a profundidade de encruamento gerada pelo lixamento (linhas tracejadas).

4.2.1.4 Microscopias MEV das calotas geradas

Para observar as características do desgaste micro-abrasivo e micro-abrasivo-corrosivo foram realizadas microscopias MEV dentro das calotas, estas são apresentadas na Fig. 4.17.

De forma geral a Fig. 4.17 mostra que o deslizamento das partículas abrasivas foi predominante, isto é observado pelo conjunto de ranhuras que são visíveis em cada amostra.

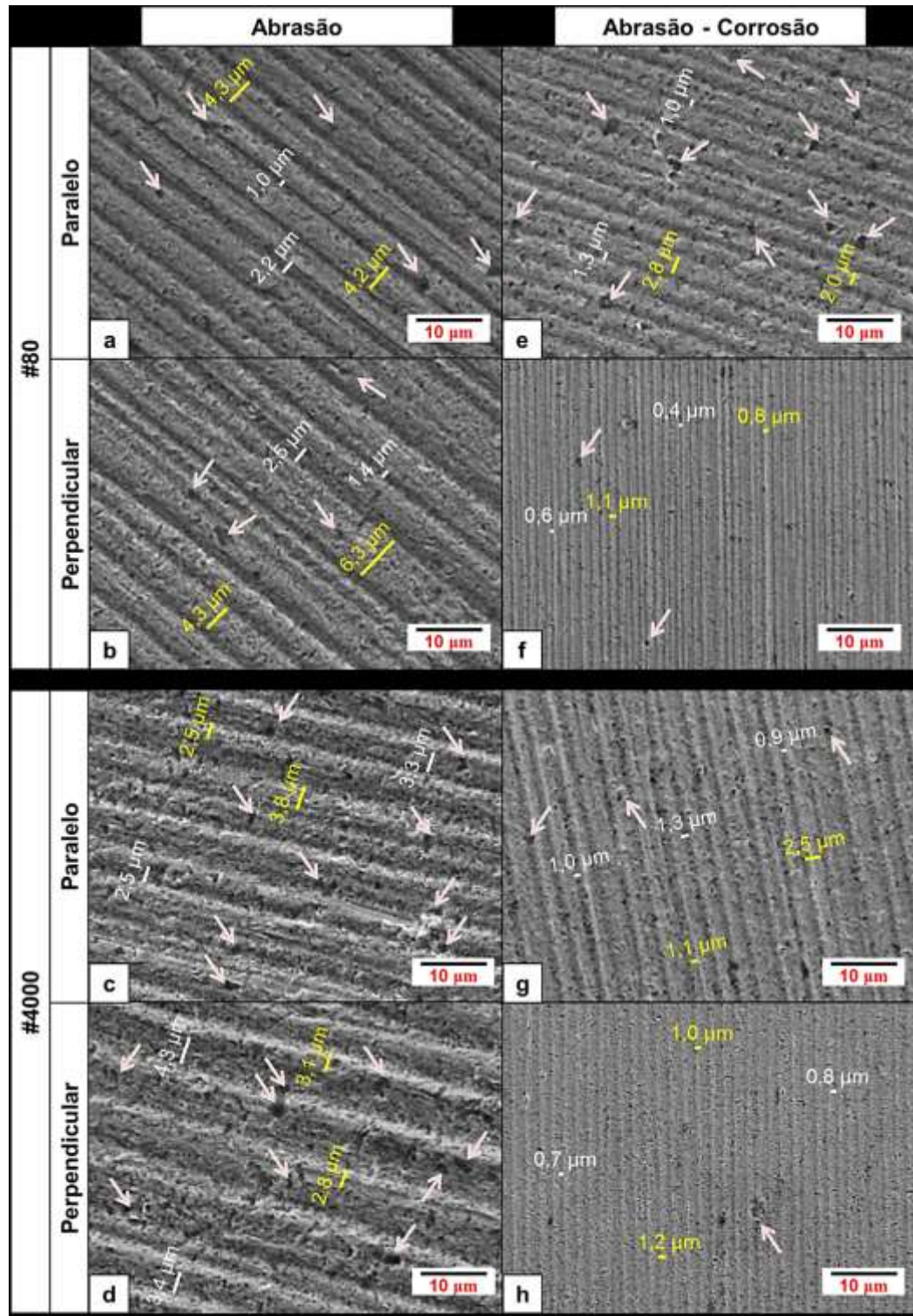


Figura 4.17. Microscopia eletrônica de varredura do centro das calotas geradas na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão.

Este mecanismo varia sua severidade quando passa de micro-abrasão para micro-abrasão-corrosão como evidenciado pela variação do espaçamento e largura dos sulcos. A largura dos sulcos é indicada na Fig. 4.17 pelas medições em branco, o espaçamento entre sulcos está indicado pelas medições em amarelo.

No caso da micro-abrasão, a severidade, espaçamentos e largura dos sulcos variam, também, quando se muda a topografia superficial da amostra (de um lixamento inicial de granulometria #80 para 4000), enquanto que na micro-abrasão-corrosão estes aspectos são visivelmente variados quando se muda a orientação dos sulcos do lixamento prévio de paralelo para perpendicular. O maior espaçamento entre sulcos é observado na micro-abrasão, sendo as calotas das amostras lixadas com granulometria #80 as que apresentaram o maior distanciamento (Fig. 4.17-a e b); e o menor espaçamento foi apresentado nas calotas de amostras com orientação perpendicular feitas em ensaios de micro-abrasão-corrosão (Fig. 4.17-f e h). A maior largura dos sulcos foi vista nas calotas feitas também por micro-abrasão, sendo a maior nas calotas das amostras com lixamento de granulometria #4000 (Fig. 4.17-c e d). O menor espaçamento foi visto nas calotas das amostras com orientação perpendicular feitas em ensaios de micro-abrasão-corrosão (Fig. 4.17-f e h).

Com o objetivo de quantificar o observado nas microscopias da Fig. 4.17, apresenta-se na Fig. 4.18 a média do espaçamento e largura dos sulcos para cada disposição de teste. Os sulcos foram medidos em 4 microscopias de duas calotas geradas para cada disposição de ensaio. A medição foi feita traçando retas nas regiões mais escuras (largura) e claras (espaçamento) dos sulcos. Para saber o tamanho destas retas, elas foram comparadas com o a reta de tamanho de 10 μm , fazendo a proporção geométrica. Confirmou-se que a micro-abrasão gerou sulcos mais largos e com um espaçamento, maiores que os gerados na micro-abrasão-corrosão. Além disto, para a micro-abrasão, os sulcos são mais largos e menos espaçados nas amostras com acabamento com menor granulometria; para a micro-abrasão-corrosão, os sulcos são mais largos e mais espaçados com lixamentos com orientação relativa dos sulcos paralela independente da granulometria do lixamento. Este comportamento é equivalente àqueles apresentados pela taxa de desgaste e pelo coeficiente de atrito (Fig. 4.8 e Fig. 4.9).

Comparando com a distribuição do tamanho das partículas abrasivas de sílica (Fig. 3.12) as larguras dos sulcos estão entre as maiores frequências de tamanhos das partículas (1,5 – 5,5 μm), sugerindo que a micro-abrasão tende a criar caminhos preferenciais para a movimentação dos abrasivos, principalmente em amostras com lixamentos em granulometria #4000. Já, na micro-abrasão-corrosão as partículas abrasivas não conseguem indentar profundamente a amostra criando sulcos com larguras menores do que

as partículas abrasivas e com menor espaçamento entre estes, sendo este comportamento mais evidente em amostras com orientação de lixamento perpendicular.

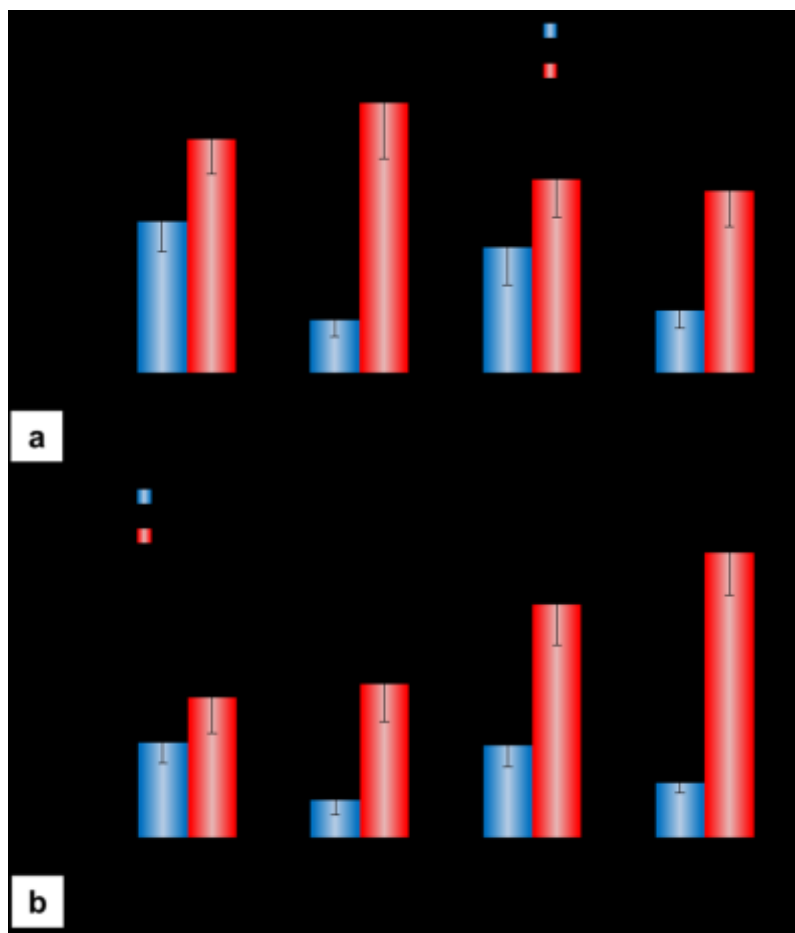


Figura 4.18. Largura e espaçamento médios dos sulcos: (a) espaçamento; (b) largura.

Adicionalmente, observa-se na Fig. 4.17 áreas escuras que estão indicadas por setas brancas, que parecem ser áreas de remoção intensa de material (micro crateras). Análises de composição química via EBSD e perfis topográficos da superfície destas crateras foram realizados. A Fig. 4.19 mostra análises típicas na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão e confirmam que estas áreas realmente consistem em depressões na superfície de onde o material foi removido, e que não possuem composição química diferente do resto da calota. Este comportamento nos aços inoxidáveis foi evidenciado em trabalhos anteriores (DE MELLO et al., 2017; LABIAPARI et al., 2017). Pensa-se que este comportamento ocorre devido a maior participação de partículas abrasivas na interface que pode levar a uma maior taxa de desgaste e perda de massa, pela superimposição de interações das partículas abrasivas com a superfície (DA SILVA; DE MELLO, 2009; DA SILVA; COSTA; DE MELLO, 2011), mas não existem, ainda, evidências óbvias para confirmar esta hipótese.

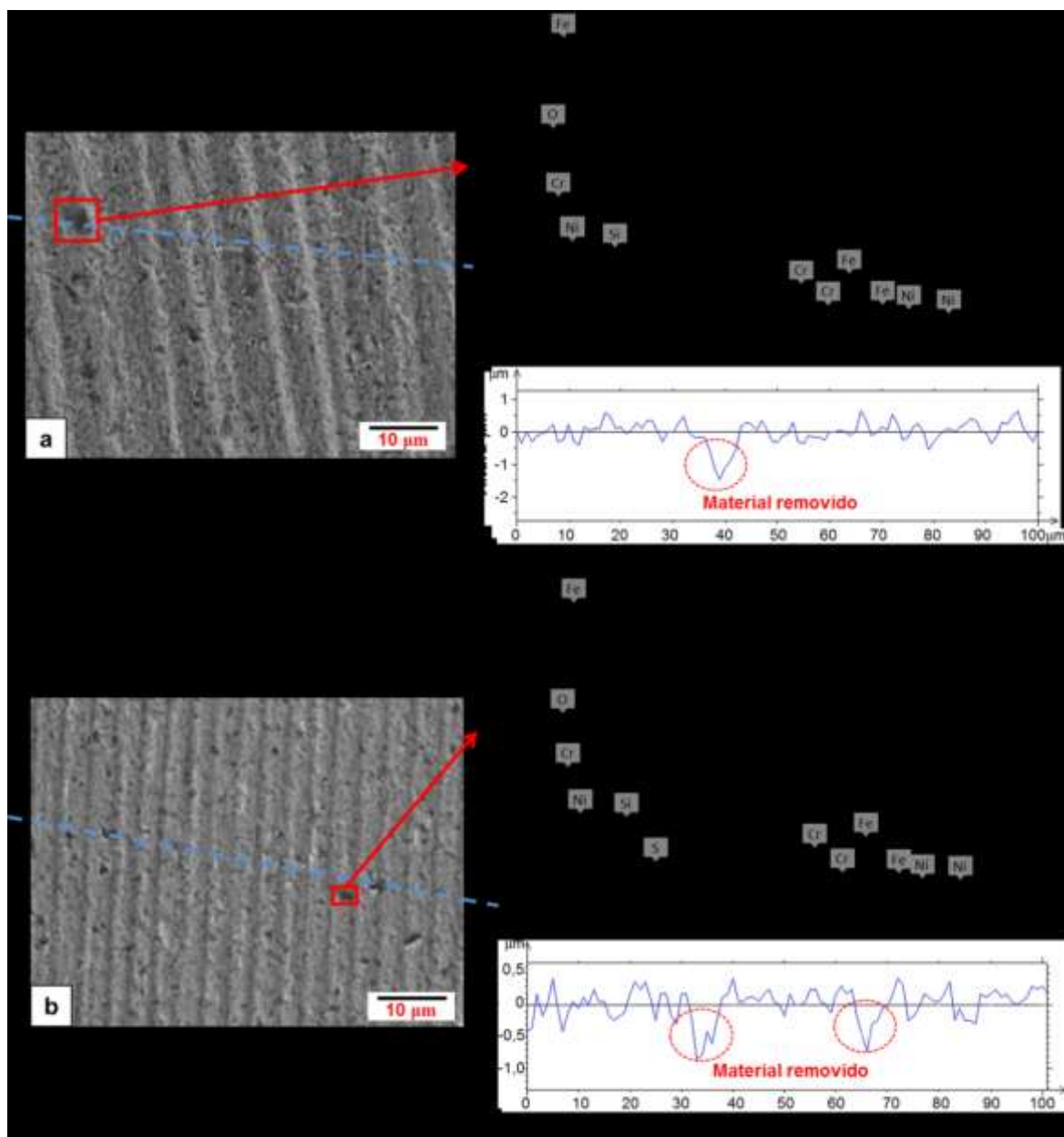


Figura 4.19. Análises típicas de composição química via EDX e perfilometria da superfície das calotas nos pontos de remoção intensa de material, geradas em testes: (a) micro-abrasivos; (b) micro-abrasivo-corrosivos.

Procurando um maior entendimento dos fenômenos encontrados, analisou-se a entrada de abrasivo na calota gerada. Na Fig. 4.20 apresentam-se aspectos típicos da região de entrada de abrasivos das calotas geradas na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão. Observa-se que para a micro-abrasão foi criada uma tribocamada na parte superior da calota e que esta não existe na micro-abrasão-corrosão. A análise por EDX apresentada na Fig. 4.21 mostra que a tribocamada é constituída por elementos

provenientes dos três materiais que interferem na interface, sendo a zircônia do contra-corpo, silício e oxigênio das partículas de sílica e ferro do aço.

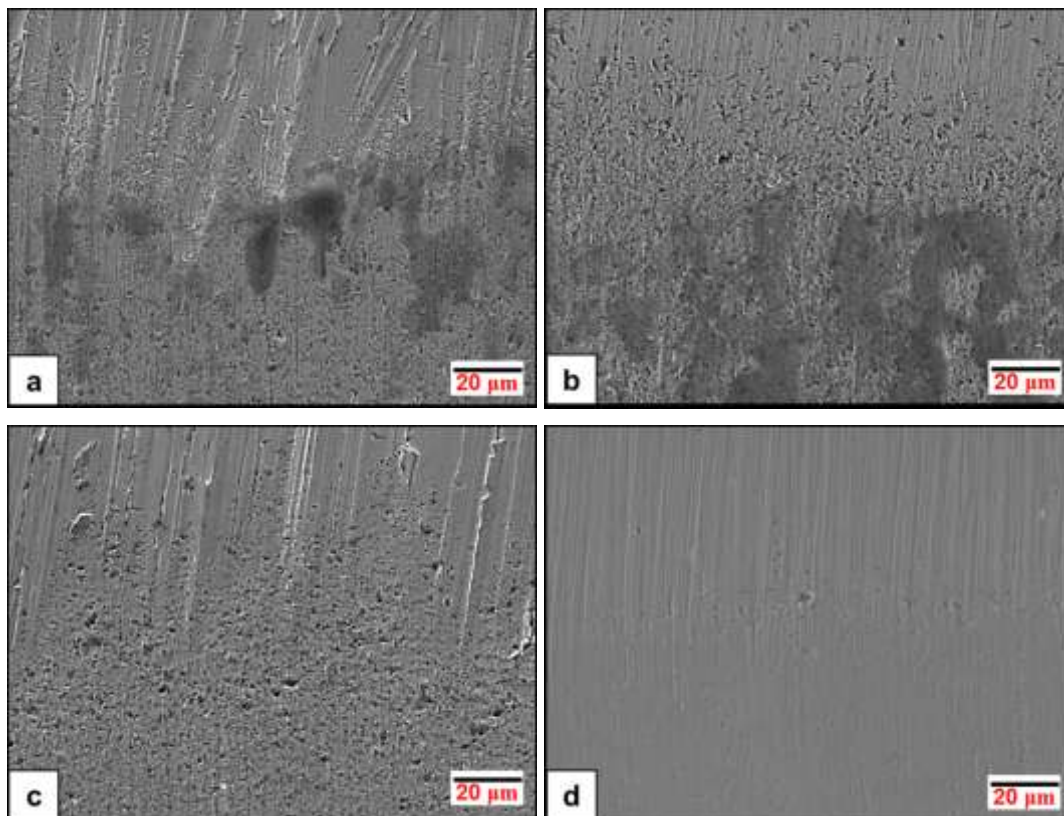


Figura 4.20. Microscopia eletrônica de varredura típica da região de entrada do abrasivo, correspondente à parte superior das calotas: (a) lixa #80 micro-abrasão; (b) lixa #4000 micro-abrasão; (c) lixa #80 orientação paralela micro-abrasão-corrosão; (d) lixa #4000 orientação paralela micro-abrasão-corrosão.

Para micro-abrasão-corrosão existe uma ligeira diferença entre o aspecto apresentado em amostras lixadas com orientações relativas paralelas e perpendiculares. As orientações paralelas apresentam uma grande quantidade de pontos na borda superior da calota, que parecem ser indentações, enquanto que nas orientações perpendiculares estas indentações são mínimas ou pouco evidentes. Este padrão na entrada do abrasivo pode influenciar a distribuição e movimentação das partículas ao entrar na interface corpo/contra-corpo, levando a diferenças na remoção de material da superfície, sendo evidenciado pelas taxas de desgaste (Fig. 4.8) e correntes mínimas de passivação (Tab. 4.2), menores para as orientações perpendiculares na micro-abrasão-corrosão. Este comportamento também aparece no coeficiente de atrito (Fig. 4.9), igualmente menor em orientações perpendiculares.

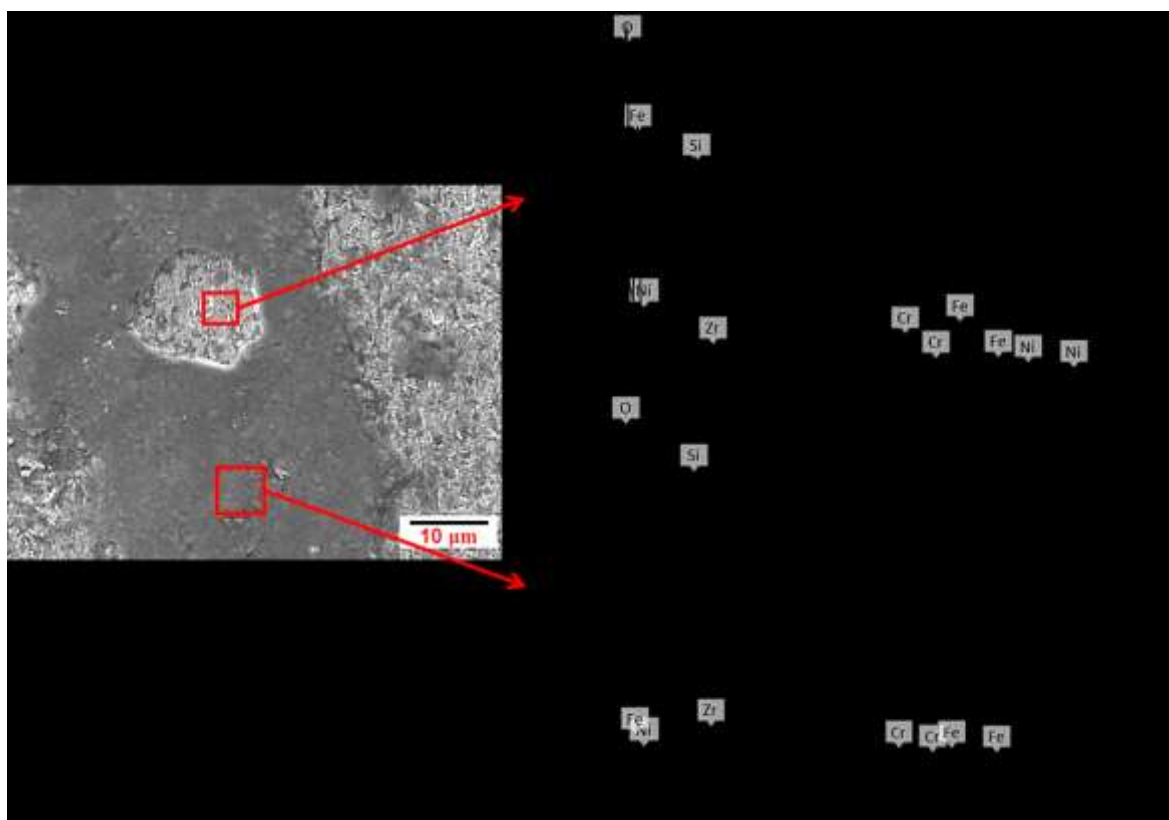


Figura 4.21. Análise EDX típica da parte superior da calota do aço 304 gerada por micro-abrasão.

Para conseguir entender a geração da tribocamada para os testes micro-abrasivos, observada na Fig. 4.20-a e b, observou-se a evolução da calota de desgaste. A Fig. 4.22 mostra esta evolução, nela observa-se que antes do material entrar no regime estável (antes dos 18 min) a tribocamada gerada pela acumulação de abrasivo antes do contato se localiza próxima da parte superior da calota (Fig. 4.22-a); quando o ensaio atinge o regime permanente (18min) esta acumulação de abrasivo distribui-se na borda superior da calota e começa a se propagar dentro da calota (Fig. 4.22-c e d) ao longo do teste no regime permanente (após 18 min). Pode-se pensar que para a micro-abrasão corrosão existe maior dificuldade das partículas abrasivas entrarem no contato, isto pode ser evidenciado quando se observa os valores de coeficiente de atrito maiores (Fig. 4.9) na micro-abrasão que na micro-abrasão-corrosão (seção 4.2.1.1). Como foi mencionado anteriormente a geração de uma camada de FeSO_4 funciona como “lubrificante” para o deslizamento das partículas entre o corpo e o contra-corpo, esta camada não está presente na micro-abrasão. Da mesma forma, quando é atingido o regime permanente e a calota começa a aumentar de forma constante esta camada é propagada dentro da calota mantendo alto o coeficiente de atrito.

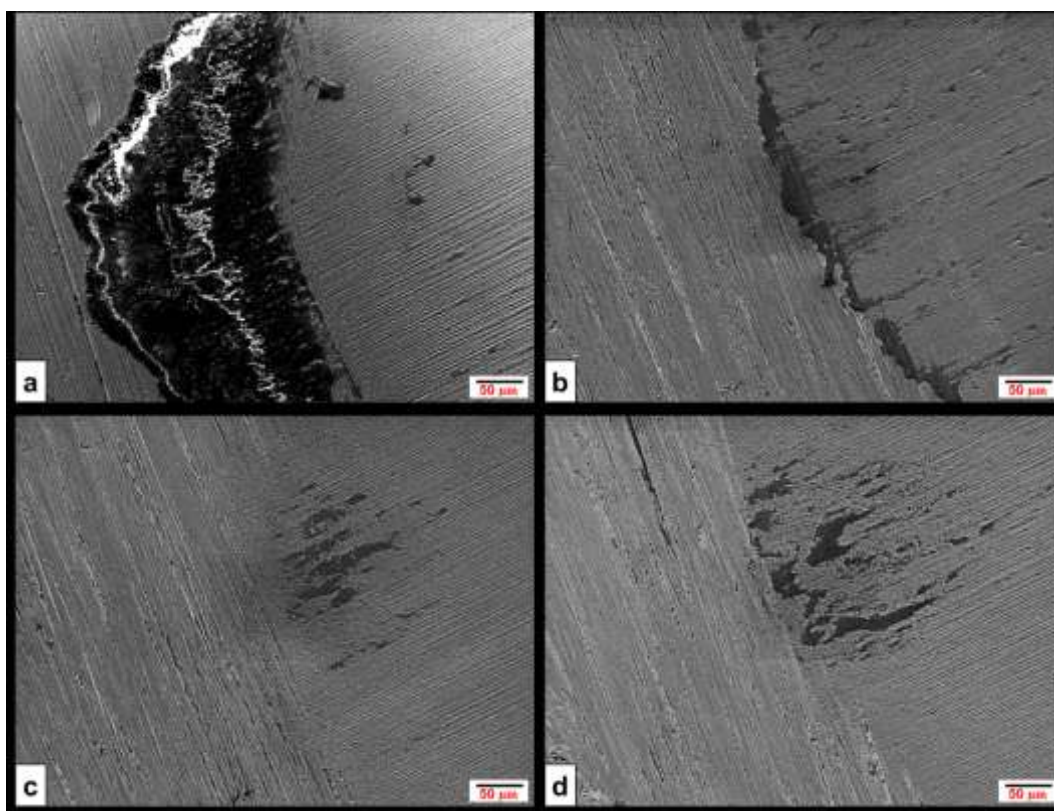


Figura 4.22. Evolução típica da calota de desgaste e a tribocamada gerada nos testes de micro-abrasão do aço 304: (a) 12 min; (b) 18 min; (c) 21 min; (d) 27 min.

4.2.2 Conclusões parciais e resumo

A Fig. 4.23 sintetiza os principais resultados obtidos no presente capítulo. Tanto para micro-abrasão quanto para micro-abrasão-corrosão o deslizamento de partículas abrasivas é predominante.

Os valores médios de taxa de desgaste, coeficiente de atrito e larguras de sulcos do deslizamento de partículas foram maiores nos testes- micro-abrasivos que os valores apresentados em testes micro-abrasivos-corrosivos. Esta diferença foi atribuída principalmente ao filme de FeSO_4 gerado nas superfícies dos ensaios micro-abrasivo-corrosivos com ácido de H_2SO_4 e a sua constante dinâmica de regeneração durante os testes.

A natureza do tribofilme influencia o coeficiente de atrito independentemente do grau de pH da solução.

Na micro-abrasão, a topografia da superfície da amostra mostrou uma ligeira influência na taxa de desgaste, largura dos sulcos e coeficiente de atrito, amostras mais rugosas apresentaram maiores taxas de desgaste e menor coeficiente de atrito. Atribui-se este comportamento à efetividade das partículas abrasivas entrarem no contato.

A topografia da amostra na micro-abrasão-corrosão influencia significativamente a taxa de desgaste e coeficiente de atrito quando foi variada a orientação dos sulcos gerados pelo lixamento, apresentando valores menores para sulcos com orientação perpendicular. A orientação dos sulcos afetou a dinâmica de remoção e regeneração da camada passiva e tribofilme de FeSO_4 , evidenciado na corrente mínima de passivação, sendo menor para as orientações perpendiculares – maior resistência a corrosão menor efetividade de remoção do filme.

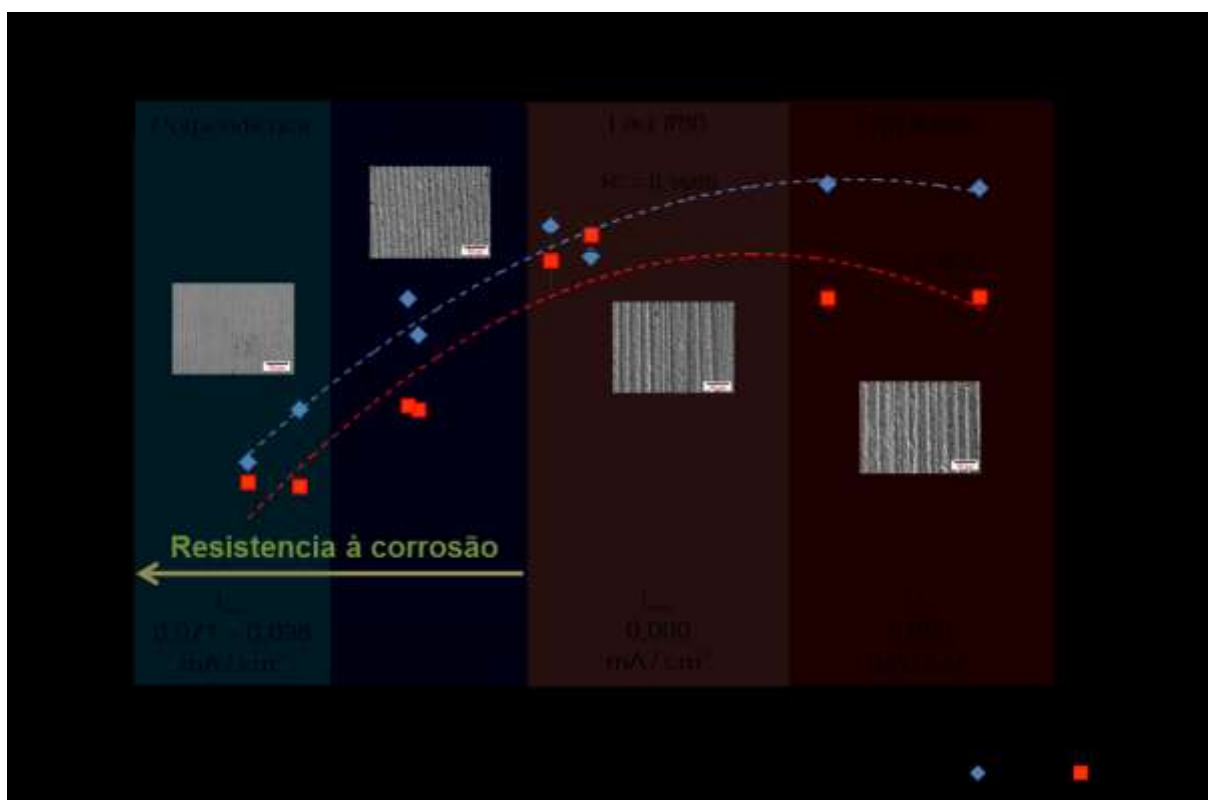


Figura 4.23. Gráfico resumo dos testes micro-abrasivos e micro-abrasivo-corrosivos realizados em aço 304 com diferente topografia.

CAPÍTULO V

INFLUÊNCIA DA NATUREZA E EVOLUÇÃO TOPOGRÁFICA DA SUPERFÍCIE DO CONTRA-CORPO NA MICRO-ABRASÃO E MICRO-ABRASÃO-CORROSÃO

5.1 Influência da natureza e evolução topográfica da superfície do contra-corpo na micro-abrasão

5.1.1 Pré-testes

Os resultados dos testes de micro-abrasão com intervalos de 3 min e diferentes contra-corpos são apresentados na Fig. 5.1.

Observou-se que, de forma geral, o regime permanente é atingido pelo aço 304 após os 15 min independente do contra-corpo sendo observada uma diferença considerável entre os contra-corpos poliméricos e o cerâmico.

As médias das taxas de desgaste no regime permanente são apresentadas na Fig. 5.2. Foi observado também, que a taxa de desgaste (k) foi aproximadamente 4 vezes maior para os ensaios utilizando contra-corpos poliméricos (PP, POM e PA 6,6) quando comparado com o cerâmico.

Da mesma forma acompanhou-se a rugosidade dos contra-corpos, isto com o fim de ver se existiu alguma mudança na topografia de suas superfícies. Na Fig. 5.3 apresenta-se os parâmetros de rugosidade R_a e S_q das esferas usadas como contra-corpos antes e depois dos testes (30 min de teste), sendo estes representativos da rugosidade da superfície dos contra-corpos. Nela não se observou mudança na rugosidade, a análise por meio da Anova (BOX; HUNTER; HUNTER, 2005) definiu que os dados amostrais das rugosidades para cada um dos contra-corpos são semelhantes quando se comparou os dados antes e depois do teste.

De acordo com estes resultados dos pré-testes definiu-se que o tempo total de ensaio fosse maior para tentar observar mudanças topográficas significativas na superfície dos contra-corpos. Para isso definiu-se intervalos do tempo de 15 min, já que após este tempo, a

taxa de desgaste (k) do aço inoxidável AISI 304 atinge o regime permanente para todos os contra-corpos testados.

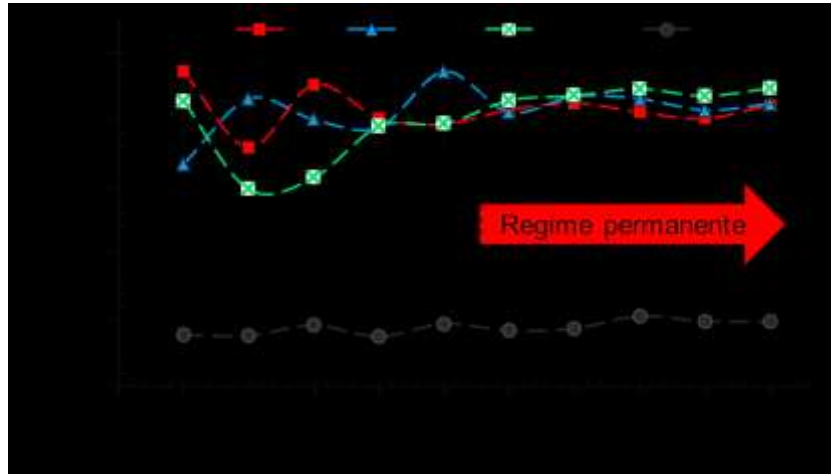


Figura 5.1. Evolução no tempo da taxa de desgaste abrasivo (k) para um aço inoxidável AISI 304 com diferentes contra-corpos (PP, POM, PA 6,6 e Si_3N_4) e partículas abrasivas de SiO_2 concentração 10% em peso em água destilada.

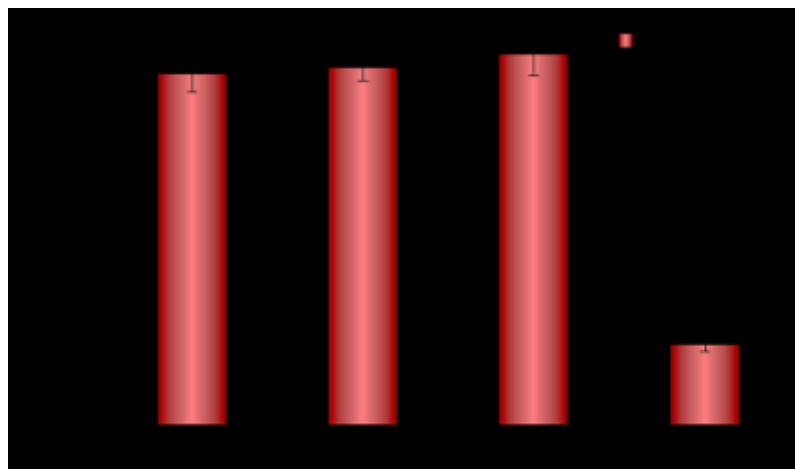


Figura 5.2. Média da taxa de desgaste (k) do aço inoxidável AISI 304 no regime permanente para diferentes contra-corpos (PP, POM, PA 6,6 e Si_3N_4).

5.1.2 Resultados e discussão

5.1.2.1 Natureza do contra-corpo, relação entre coeficiente de atrito e taxa de desgaste

Fazendo-se testes micro-abrasivos no aço inoxidável AISI 304 com contra-corpos poliméricos, cerâmico e metálico, em intervalos de 15 min até atingir os 90 min, os resultados da taxa de desgaste são apresentados na Fig. 5.4.

A Fig. 5.4-a mostra o comportamento do k nos intervalos de tempo, neles observa-se que as tendências de comportamento do k variam para cada contra-corpo mesmo estando no regime permanente.

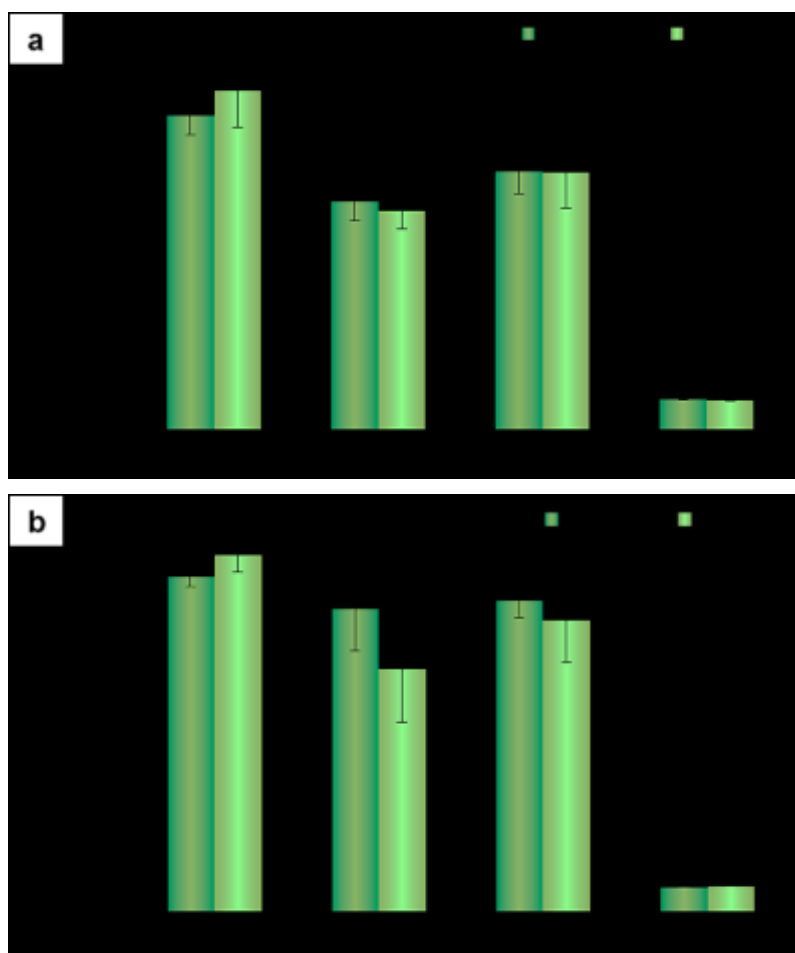


Figura 5.3. Média da rugosidade dos contra-corpos (PP, POM, PA 6,6 e Si_3N_4) antes e depois de 30 min de teste micro-abrasivo em amostras de aço AISI 304 e partículas abrasivas de sílica em concentração de 10% em peso. (a) R_a ; e (b) S_q .

De forma geral, na Fig. 5.4-b observa-se dois grupos de comportamento do k : um grupo entre os 75 e $100 \times 10^{-15} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ e outro em torno dos 15 e $35 \times 10^{-15} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$. Esta divisão corresponde aos materiais poliméricos, menor dureza (moles), e os materiais com maior dureza (metal e cerâmica). Entre os poliméricos a poliamida 6,6 (PA 6,6) produziu uma maior taxa de desgaste ($98 \times 10^{-15} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), e as populações amostrais são distintas (Anova) quando os resultados entre polímeros são comparados. Estes resultados foram distintos do resultado dos pré-testes, no qual tinha-se observado os dois grupos de materiais duros e moles, mas não tinham-se diferenciado entre eles. A menor taxa de desgaste foi do Si_3N_4 ($20 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$).

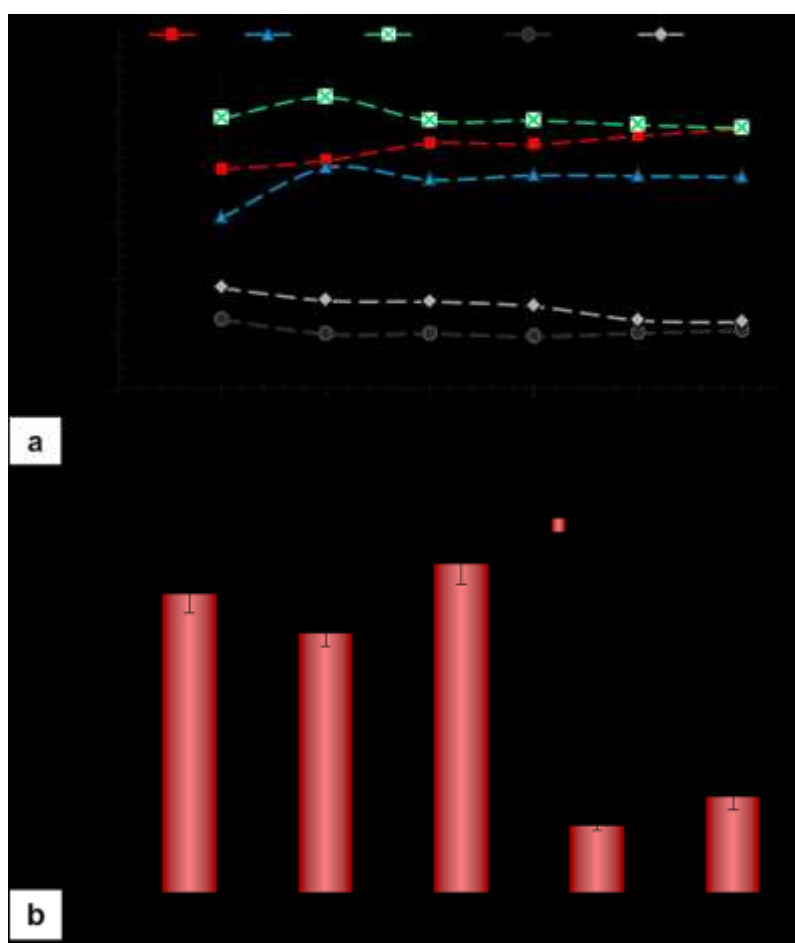


Figura 5.4. Taxa de desgaste (k) do aço inoxidável AISI 304, no teste micro-abrasivo, com 10% em peso de concentração de partículas abrasivas de SiO_2 para testes com diferentes tipos de contra-corpos. (a) comportamento do k nos intervalos de tempo; (b) k média total.

Objetivando ver as características do desgaste gerado com os diferentes contra-corpos no aço inoxidável AISI 304, observou-se via microscopia eletrônica de varredura (MEV) as calotas geradas nos testes de micro-abrasão (Fig. 5.5). Nelas quantificou-se a largura e espaçamento dos sulcos, sendo caracterizadas pelas cores amarelo e branco respectivamente.

Nelas observa-se uma predominância do deslizamento das partículas abrasivas, sendo caracterizada por ranhuras paralelas na superfície das calotas, onde predominam os micro-mecanismos de micro-sulcamento e micro-corte (GAHR, 1987; HUTCHINGS, 1992). É evidenciado que para contra-corpos mais duros (Si_3N_4 e aço AISI 52100) o deslizamento de partículas gera sulcos mais largos, mais espaçados e, aparentemente, mais profundos, Fig. 5.5-a e b. Entre os polímeros, o poliacetal (Fig. 5.5-c) possuiu um espaçamento similar ao apresentado nos contra-corpos duros, mas a largura dos sulcos são menores. Os contra-corpos de polipropileno (PP) e de poliamida 6,6 (PA 6,6) possuem espaçamento e larguras

menores que os contra-corpos mais duros de metal e cerâmica, Fig. 5.5-d e e. Aparentemente, os testes feitos com o contra-corpo de POM aparentam ter um aspecto de desgaste intermediário entre os contra-corpos mais duros e os contra-corpos poliméricos.

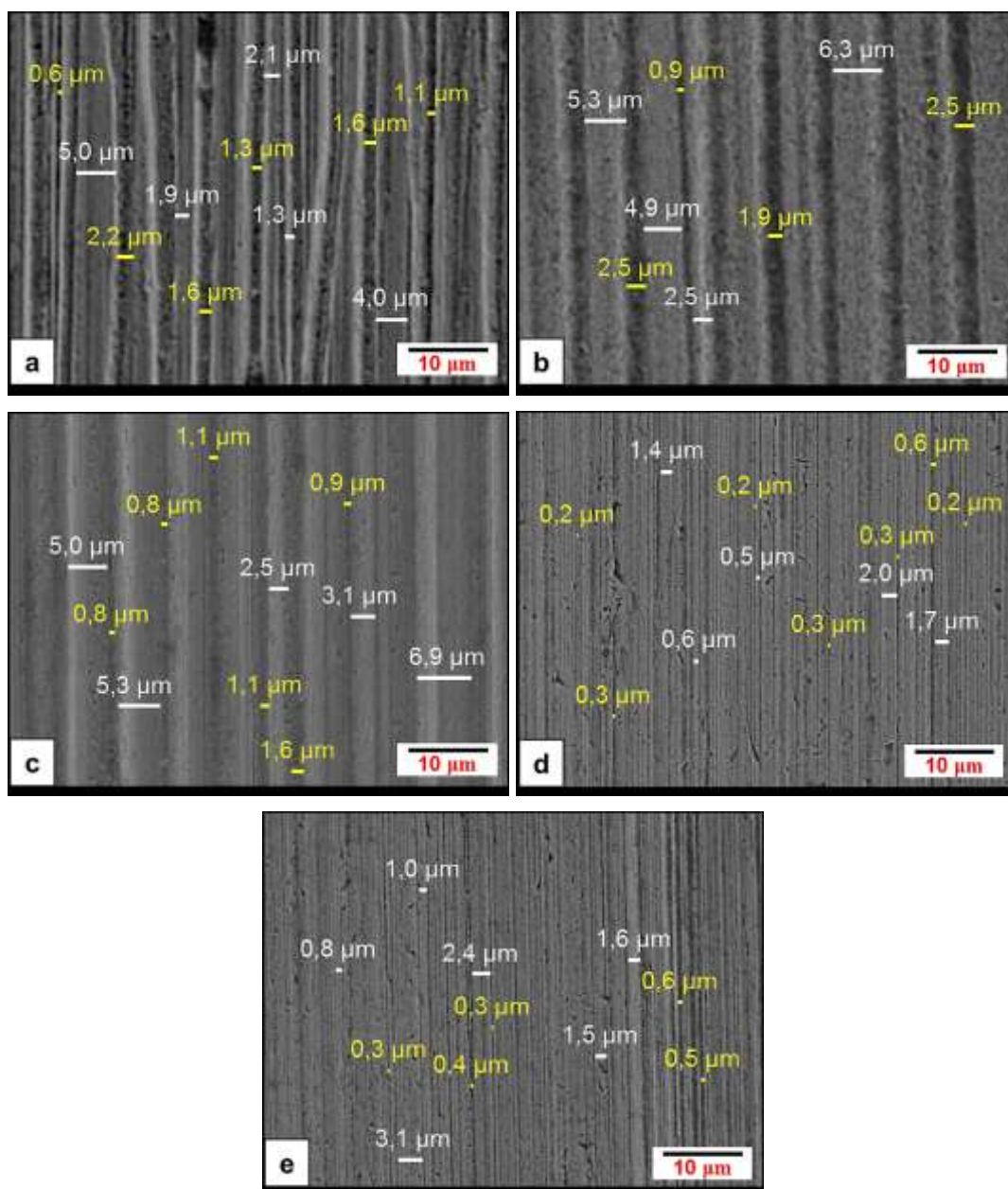


Figura 5.5 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das calotas geradas do teste micro-abrasivo num aço inoxidável AISI 304 usando contra-corpos de: (a) Si₃N₄; (b) AISI 52100; (c) POM; (d) PP; (e) PA 6,6

Na Fig. 5.6 apresenta-se a média das larguras e dos espaçamentos dos sulcos nas calotas geradas com os diferentes tipos de contra-corpo. Para o cálculo das médias foram coletados 40 pontos para cada contra-corpo.

Comparando a média da largura dos sulcos com a distribuição do tamanho das partículas abrasivas de sílica apresentada na Fig. 3.12 (2,0 – 5,5 μm), pode-se dizer que os sulcos foram menores que o tamanho médio das partículas, ou seja, não se formaram caminhos preferenciais para o fluxo de abrasivos nos testes feitos com todos os tipos de contra-corpo. Da mesma forma confirmou-se que os contra-corpos cerâmico (Si_3N_4) e metálico (aço AISI 52100) geraram sulcos com larguras maiores (2,0 e 1,5 μm) que os contra-corpos poliméricos de POM, PA 6,6 e PP (0,9, 0,5, e 0,4 μm), comportamento idêntico foi encontrado para o espaçamento entre sulcos (maior espaçamento para Si_3N_4 e 52100, menor para PA 6,6 e PP). Para o contra-corpo de POM o espaçamento foi similar aos contra-corpos cerâmico e o metálico, podendo-se dizer que o contra-corpo de POM induziu um comportamento de deslizamento de partículas e mecanismo de desgaste intermediário entre os contra-corpo duros (cerâmicos/metálicos) e os moles (PA 6,6 e PP).

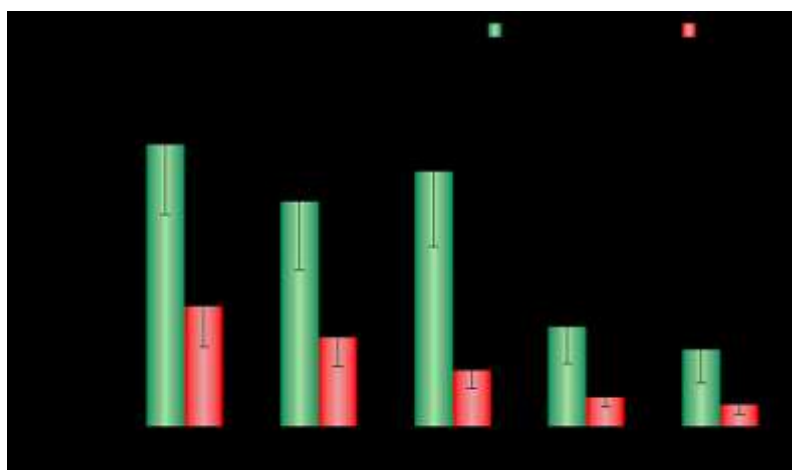


Figura 5.6. Largura média e espaçamento dos sulcos apresentados nas calotas geradas no aço AISI 304 com diferentes tipos de contra-corpo.

Na literatura é relatado que o movimento das partículas abrasivas na interface entre o corpo e contra-corpo pode depender de parâmetros associados ao sistema, entre eles a forma e dureza da partícula, a carga aplicada e as durezas da superfície de teste e do contra-corpo (FANG; ZHOU; LI, 1991; GATES, 1998; TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999; ADACHI; HUTCHINGS, 2003; 2005).

Para os resultados apresentados as partículas abrasivas e sua concentração foram sempre as mesmas. A força normal média lida pela célula de carga manteve-se nas mesmas faixas (1,08 a 1,16 N) durante todos os testes para os diferentes tipos de contra-corpo, como é apresentado na Fig. 5.7.

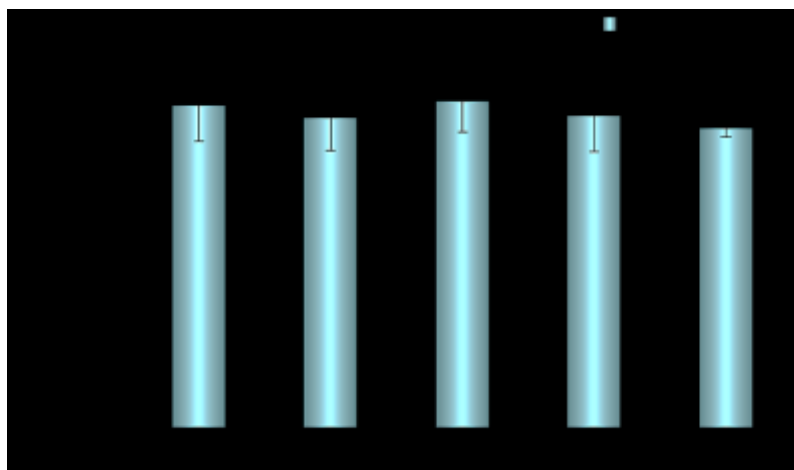


Figura 5.7. Força normal média lida pela célula de carga nos testes micro-abrasivos para os diferentes tipos de contra-corpos usados.

Pensa-se então que o principal fator nas mudanças dos resultados do desgaste micro-abrasivo do presente trabalho, quando é variada a natureza do contra-corpo, é a relação de dureza entre este e o corpo. Desta forma, pode-se relacionar o coeficiente de desgaste (k), a largura dos sulcos das calotas geradas e a relação de durezas (H_c/H_e), sendo H_c a dureza do corpo e H_e a dureza do contra-corpo. Esta relação é apresentada na Tab. 5.1, nela pode-se identificar dois grupos: o Grupo 1 com a relação H_c/H_e menor que 1 (nitreto de silício e aço AISI 52100) e o Grupo 2 com a relação H_c/H_e maior que 1 (PP e PA 6,6). Observa-se que para POM o desgaste abrasivo apresentou uma largura e espaçamento dos sulcos maior que para o PP e PA 6,6 (Fig. 5.6), sugerindo uma transição entre o Grupo 1 e o Grupo 2, mesmo que sua relação de dureza (H_c/H_e) seja maior que 1.

As durezas dos contra-corpos de nitreto de silício e aço 52100 foram feitas por ensaio Vickers, enquanto os contra-corpos foram medidos por ensaio de penetração esférica. Todos os valores obtidos pelos fabricantes das esferas.

A relação de dureza entre as duas superfícies (corpo e contra-corpo) pode afetar diretamente a participação e a dinâmica das partículas abrasivas e consequentemente a taxa de desgaste, k (FANG; ZHOU; LI, 1991; AXÉN; JACOBSON; HOGMARK, 1994; GATES, 1998; TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999; ADACHI; HUTCHINGS, 2003; COZZA; TANAKA; SOUZA, 2009; 2011). Estudos anteriores mostraram que severidades de contato maiores são apresentadas para relações de dureza H_c/H_e menores que 1 para o deslizamento de partículas abrasivas (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999; TREZONA; HUTCHINGS, 1999; ADACHI; HUTCHINGS, 2003; SHIPWAY, 2004), coincidentemente como os apresentados pelo Grupo 1. Quando H_c/H_e é superior a 1,2, a

abrasão levará a taxas de desgaste muito maiores (HUTCHINGS, 1992; BATISTA; MATTHEWS; GODOY, 2001).

Tabela 5.1 - Associação do coeficiente de desgaste (k) e a largura e o espaçamento dos sulcos das marcas de desgaste com a relação de dureza do corpo (H_c) e contra-corpo (H_e).

		K $10^{-15} \text{m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$	H_c MPa	H_c/H_e	Largura μm	Espaçamento μm
GRUPO 1	Nitreto	20	14710	0,13	1,5	3,7
	AISI 52100	29	8450	0,23	2,0	4,6
Intermediário	POM	77	150	12,73	0,9	4,1
GRUPO 2	PA 6,6	98	170	11,24	0,5	1,6
	PP	89	70	27,29	0,4	1,3

Axen; Jacobson; Hogmark (1994) afirmaram que no desgaste abrasivo quando a amostra é mais macia do que o contra-corpo, os abrasivos penetrarão na superfície da amostra, resultando numa baixa taxa de desgaste. Estas partículas incorporadas podem também oferecer um efeito protetor à amostra, sendo que, quando a dureza da amostra vai aumentando quando comparada com a dureza do contra-corpo, ocorre uma diminuição da taxa de desgaste (k). Trezona; Allsopp; Hutchings (1998) sugerem que para amostras mais macias que o contra-corpo existe facilidade para que as partículas abrasivas possam ficar engastadas na amostra (corpo). As partículas engastadas não serão por si próprias arrastadas, e podem também dificultar a entrada de outras partículas na área de contato.

De fato, nas superfícies das calotas feitas com contra-corpos mais duros e menor taxa de desgaste (Grupo 1) foram encontradas, sistematicamente, partículas abrasivas de sílica, como é indicado nas Fig. 5.8-a e b. Estes engastamentos de sílica também foram observados nas calotas feitas com o contra-corpo de poliacetal (POM), porém, com menor frequência (Fig. 5.8-c). O POM induziu a menor taxa de desgaste entre os contra-corpos poliméricos. Para os demais polímeros do Grupo 2 (PP e PA 6,6) não foram encontradas incrustações de sílica. A Fig. 5.8 mostra microscopias de elétrons retroespalhados onde se observam manchas pretas, que ao fazer análise de composição química por EDS, mostrou ter como principais componentes Si, Fe e O, demonstrando a presença de engastamento de partículas de sílica nas superfícies dos aços testadas com contra-corpos de nitreto de silício, aço AISI 5210 e poliacetal (POM).

Da mesma forma, observou-se que as partículas engastadas estão dentro dos sulcos, e que as larguras médias destes sulcos são menores que os abrasivos representativos da distribuição granulométrica (2,0 – 5,5 μm , Fig. 3.12). Este fato sugere que existe uma fragmentação das partículas abrasivas nos testes feitos com contra-corpos de aço 52100,

Si_3N_4 e POM, que tanto pode acontecer pela ação conjunta do engastamento na superfície da amostra e o arrastamento pelo contra-corpo quanto pela interação das partículas engastadas na amostra com outras partículas que estão sendo arrastradas. Com estas interações na interface pode-se supor que o coeficiente de atrito no teste aumenta. Assim, os testes feitos com contra-corpos do Grupo 1 devem gerar um maior coeficiente de atrito que as testes feitos com contra-corpos do Grupo 2, como de fato acontece, e é apresentado na Fig. 5.9.

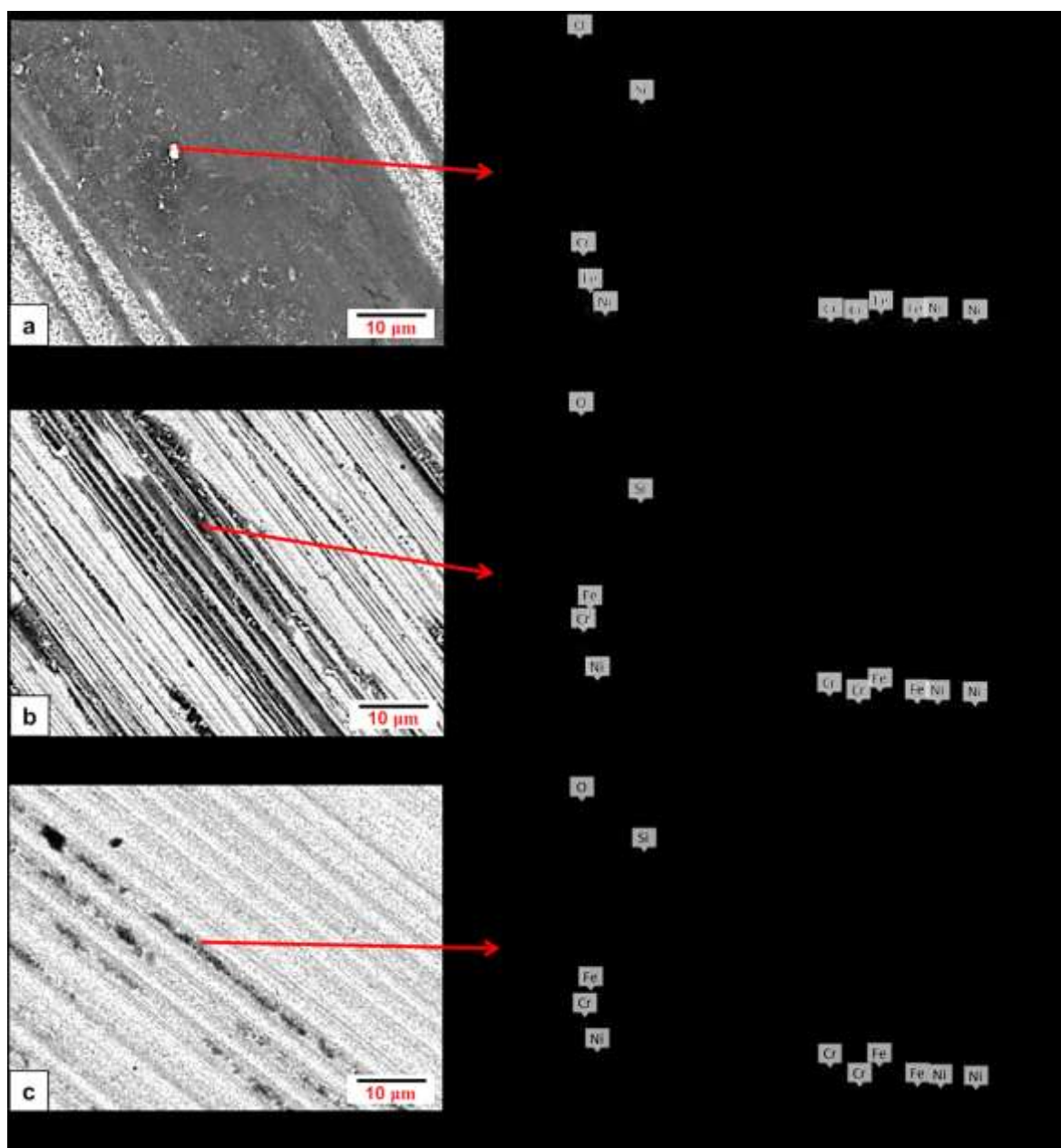


Figura 5.8. Microscopia de varredura por elétrons retroespalhados e análise de composição via EDS das calotas feitas no aço AISI 304 testadas com contra-corpos: (a) aço AISI 52100; (b) nitreto de silício; (c) poliacetal (POM).

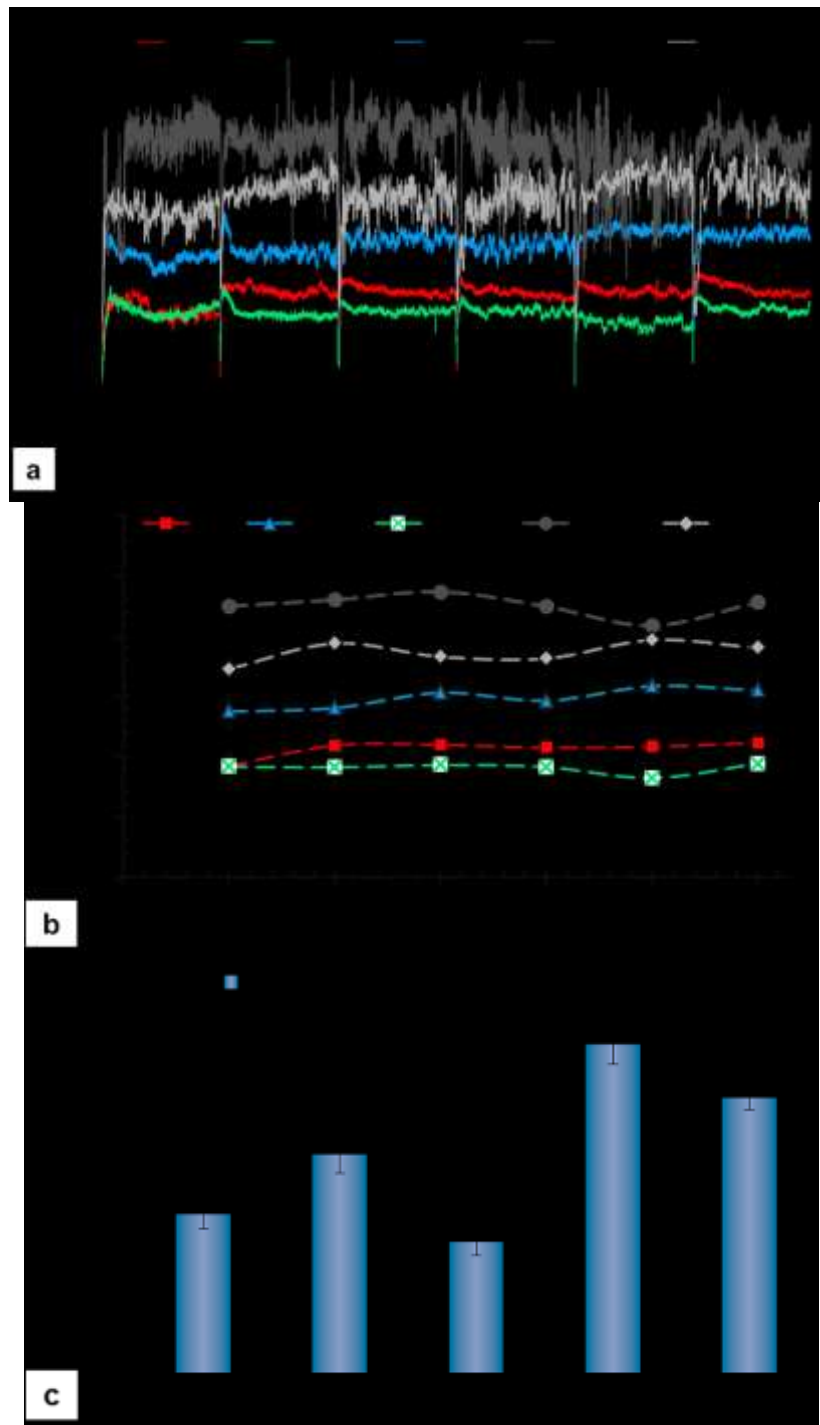


Figura 5.9. Coeficiente de atrito para testes micro-abrasivos em aço inox AISI 304 com diferentes tipos de contra-corpo: (a) ao longo do tempo de ensaio; (b) Média para cada intervalo, 15min; (c) média total após atingir o regime permanente (18 min).

A Fig. 5.9 mostra que o coeficiente de atrito segue a ordem largura/espacamentos dos sulcos indicado na Fig. 5.6, ou seja, a maior largura/espacamento dos sulcos corresponde aos testes feitos com contra-corpos de nitreto de silício e aço 52100 (Grupo 1) e a menor largura/espacamento aos testes feitos com poliamida 6,6 e polipropileno (Grupo 2).

Observa-se, também (Fig. 5.9–a) descontinuidades na evolução dos coeficientes de atrito para cada intervalo de tempo (15 min), isso evidencia a desaceleração e aceleração do contra-corpo, nos quais se pausava o ensaio para o acompanhamento do tamanho da calota e da rugosidade do contra-corpo. Existe uma maior oscilação dos dados para amostras testadas com contra-corpos com durezas maiores. Estas maiores oscilações podem ser consideradas como o resultado da entrada de partículas de tamanhos diferentes da média, tendo maior dificuldade de entrada quando os atritos são maiores, como já postulado na literatura (KUSANO; HUTCHINGS, 2005; COZZA; TANAKA; SOUZA, 2009; 2011).

A Fig. 5.9-b mostra que para os testes feitos com contra-corpos de PP e PA 6,6 (grupo 2) o coeficiente de atrito permanece muito mais estável do que para testes com contra-corpos do Grupo 1. A média total dos testes após atingir o regime permanente (Fig. 5.9-c) mostrou que os coeficientes de atrito dos contra-corpos do Grupo 1 (Si_3N_4 e AISI 52100) são de 1,7 a 2,5 vezes maiores que os coeficientes do Grupo 2 (PP e PA 6,6). O poliacetal (POM) tem um coeficiente de atrito intermediário entre os contra-corpo do grupo 1 e grupo 2.

A Fig. 5.10 mostra a correlação existente entre o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste, a largura dos sulcos relacionada com a severidade do deslizamento de partículas para o aço inoxidável AISI 304 testado com diferentes contra-corpos e partículas abrasivas de sílica. O coeficiente de atrito tem um comportamento inverso ao da taxa de desgaste (k). Menores coeficientes de atrito correspondem a maiores taxas de desgaste (k) e menor largura dos sulcos (severidade do deslizamento de partículas). Uma tendência quase linear é observada. Ressalta-se que, muito embora mapas de desgaste relacionando parâmetros dos testes micro-abrasivos com a severidade e dinâmica das partículas abrasivas sejam comuns na literatura mapas correlacionando a taxa de desgaste e o coeficiente de atrito não são comuns na literatura.

À primeira instância pode-se pensar que este comportamento está relacionado à severidade de contato o qual está relacionado à relação de dureza H_c/H_e .

A Fig. 5.11 mostra a severidade de contato no aço AISI 304 para os diferentes tipos de contra-corpo. A severidade foi calculada de acordo com o conceito de severidade de contato relatado por Adachi e Hutchings (2003). A severidade de contato no aço AISI 304 com os contra-corpos poliméricos (PP, PA 6,6 e POM) é uma ordem de grandeza maior que a severidade calculada com os contra-corpos cerâmico e metálico (Si_3N_4 e AISI 52100). Entre os contra-corpos poliméricos a severidade de contato do PP é o dobro quando comparado com o PA 6,6 e POM.

Ao comparar os resultados da severidade de contato (Fig. 5.11) com a relação apresentada na Fig. 5.10 da taxa de desgaste com o coeficiente de atrito e largura de sulcos, não se observou relação direta.

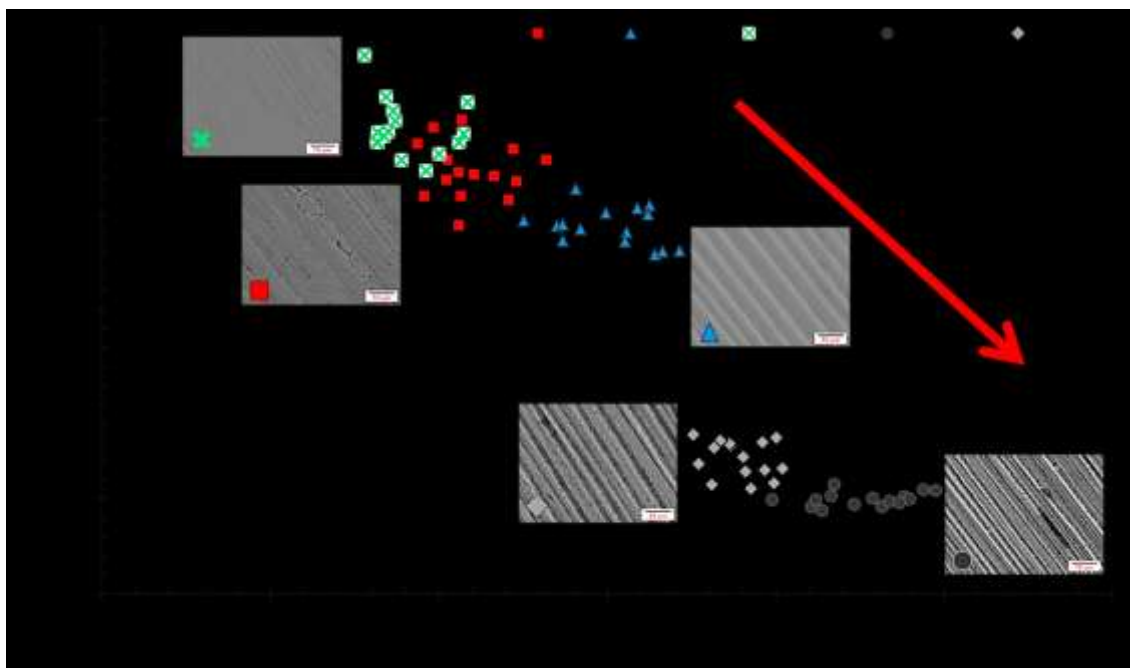


Figura 5.10. Mapa de desgaste micro abrasivo para o aço inox AISI 304, relacionando o coeficiente de atrito com a taxa de desgaste e a largura dos sulcos do deslizamento de partículas, para testes feitos com diferentes tipos de contra-corpo.

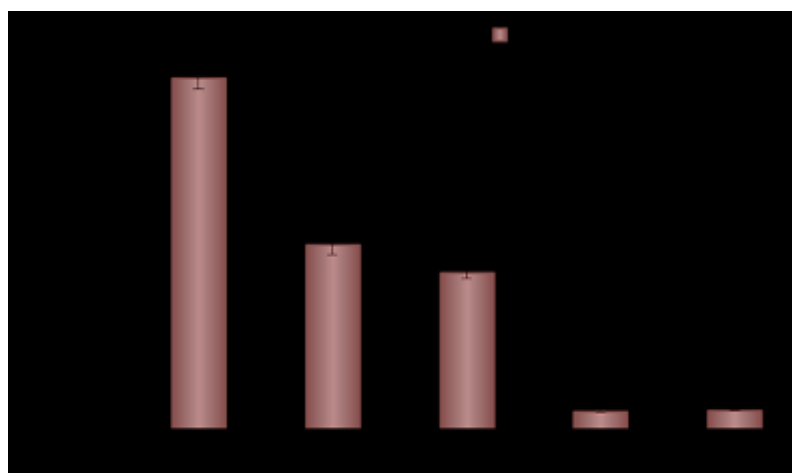


Figura 5.11. Severidade de contato no aço inoxidável AISI 304 com diferentes tipos de contra-corpo.

As principais discrepâncias observam-se nos comportamentos dos materiais poliméricos. Este fato leva a pensar que existem outros fatores no contra-corpo que influenciam o comportamento apresentado na micro-abrasão, além da influência principal da relação de dureza do corpo e contra-corpo, por exemplo, um maior amortecimento para esferas poliméricas e características topográficas da superfície do contra-corpo.

Foi analisada, via microscopia eletrônica de varredura e EDS, a superfície dos contra-corpos na trilha gerada pelo arraste de abrasivo após 90 min de testes micro-abrasivos. Uma modificação físico-química na superfície dos contra-corpos poliméricos foi identificado, neles é formada uma tribo-camada. A Fig. 5.12 mostra o aspecto e composição química típicos desta tribo-camada para cada contra-corpo polimérico.

Foi verificado que as superfícies formam tribo-camadas com as partículas abrasivas de sílica. Nos três contra-corpos observa-se a presença de Si e O, além de C próprio dos polímeros. Fe e Cr provenientes do corpo (AISI 304) também estão presentes nas tribo-camadas. Acredita-se que esta tribo-camada tem sua gênese pela interação das partículas abrasivas na superfície o contra corpo e ao longo do crescimento vão sendo incorporadas partículas de aço provenientes da remoção de material no processo micro-abrasivo. Esta modificação físico-química da superfície dos contra-corpos pode mudar de forma considerável a severidade de contato do sistema micro-abrasivo. Desta forma, a capacidade e consistência da formação destas tribo-camadas podem ser uma causa das diferenças nos resultados de taxa de desgaste (k) e coeficiente de atrito apresentados com os contra-corpos poliméricos.

Pensa-se que a principal influência na formação da tribo-camada formada nos contra-corpos poliméricos é a interação (dinâmica) das partículas abrasivas na superfície dos contra-corpos. A interação e penetração das partículas abrasivas tem uma relação com a dureza do contra-corpo, de acordo com os modelos de dinâmica de partículas encontrados na literatura (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996; ALLSOPP; TREZONA; HUTCHINGS, 1998; SHIPWAY, 1999; TREZONA; HUTCHINGS, 1999; STACHOWIAK; STACHOWIAK, 2001; ADACHI; HUTCHINGS, 2003; SHIPWAY, 2004; SILVA et al., 2011). Mas estes modelos são baseados na teoria hertziana de contato e não possuem uma simulação efetiva quando os materiais possuem características poliméricas (JOHNSON, 1987).

A literatura clássica indica que a viscoelasticidade é uma das principais características dos polímeros e seu comportamento em aplicações tribológicas (JOHNSON, 1987; HUTCHINGS, 1992; FELDER; BUCAILLE, 2006; STACHOWIAK; BATCHELOR, 2006). Do Nascimento et al. (2009) fazendo indentação de materiais poliméricos (NBR, PU, PTFE e PEEK) evidenciaram diferenças nos resultados experimentais quando comparado com os teóricos calculados pelo modelo de contato de Hertz. Os autores usaram 4 cargas normais (9, 45, 90 e 135 N) de indentação e um penetrador circular de 6,35 mm de diâmetro e atribuíram estas diferenças ao comportamento viscoelástico dos polímeros. Johnson (1987) desenvolveu modelos modificados do contato considerando características de contato viscoelásticas, nos quais a dureza já não é o parâmetro determinante para o comportamento. Assim, aponta-se então as características viscoelásticas dos polímeros

como principal fator para o comportamento de criação de tribo-camadas e incrustação de partículas abrasivas na superfície dos contra-corpos no desgaste micro-abrasivo.

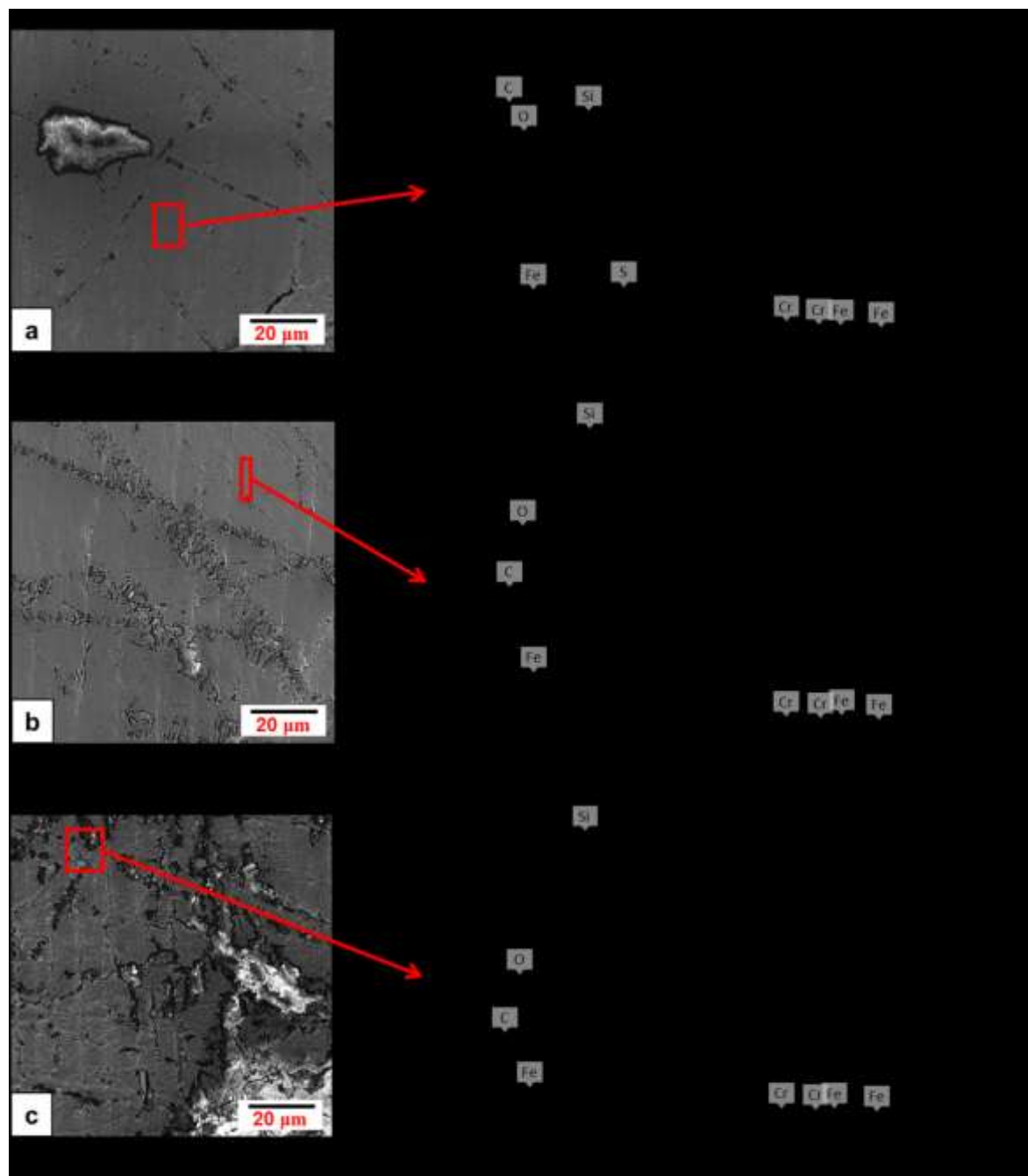


Figura 5.12. Análise EDS nas trilhas de arraste de abrasivo dos contra-corpos gerados após dos 90 min de testes micro-abrasivos: (a) PA 6,6; (b) PP; (c) POM.

Na Fig. 5.13 apresenta-se os resultados do teste DMA (*Dynamic Mechanical Analysis*, explicado no Capítulo II) para os contra-corpos poliméricos. Os testes foram realizados no

modo de compressão, com uma frequência constante de 1Hz, amplitude de 140 μm e carga cíclica entre 8 e 0 N.

Os valores extraídos do teste DMA estão no intervalo de temperatura de 20 a 30 °C, considerando que todos os testes micro-abrasivos foram conduzidos na temperatura de 22°C. Observa-se que, pelo comportamento dos picos característicos da curva de E' , o PA 6,6 na faixa de temperatura entre 20 e 30 °C possui um comportamento vítreo, enquanto o POM e PP estão na região de transição para o comportamento viscoelástico. Esta identificação da transição viscoelástica é bem reportada na literatura (CASSU; FELISBERTI, 2005; MENARD, 2008; FENG; GUO, 2016; LORANDI, 2016), e foi explicado no Capítulo II.

No comportamento vítreo o material possui maior rigidez (LORANDI, 2016). Este fato pode explicar o porquê da diferença de comportamento do PA 6,6 e POM, uma vez que possuem propriedades mecânicas diferentes. Acredita-se que esta maior rigidez no contra-corpo PA 6,6 influencia na formação da tribo-camada e o arrastamento de partículas para a interface corpo contra-corpo, evidenciado nas menores taxas de desgaste (Fig. 5.4) e maior coeficiente de atrito (Fig. 5.9) dentre os polímeros.

Os resultados mostram também que o POM possui os menores valores de armazenamento e dissipação de energia (E' e E''), sendo de 70 e 3,45 MPa respectivamente. Da mesma forma os maiores valores de E' e E'' foram encontrados no PP com 142 e 13 MPa respectivamente. Como foi descrito no Capítulo II a relação E''/E' é descrita como a $\tan \delta$ e descreve capacidade de amortecimento do material polimérico (CASSU; FELISBERTI, 2005; MENARD, 2008; LORANDI, 2016); o POM possui uma menor $\tan \delta$ (0,050), seguido pelo PA 6,6 (0,071) e a maior $\tan \delta$ foi reportada no PP (0,091).

Sólidos que possuem apenas a componente elástica, como metais e cerâmicos, apresentam $\tan \delta$ igual a zero (CASSU; FELISBERTI, 2005), portanto, o POM possui uma proporção elástica maior que o PP e PA 6,6. Maior proporção elástica de POM pode levar a um comportamento mais próximo dos metais e cerâmicos (Grupo 1), no qual, seu coeficiente de atrito e larguras e espaçamento de sulcos apresentaram um comportamento intermediário entre o Grupo 1 (nitreto e aço) e o Grupo 2 (PP e PA 6,6). Sendo assim, a elasticidade do POM quando comparada com o PP e PA 6,6 pode explicar o comportamento do contra-corpo de POM na taxa de desgaste, largura e espaçamento de sulcos e coeficiente de atrito.

Da mesma forma, a diferença da capacidade de amortecimento e transição viscoelástica leva a pensar que a formação da tribo-camada acontece de forma distinta para cada contra-corpo polimérico embora seja composta pelos mesmos elementos.

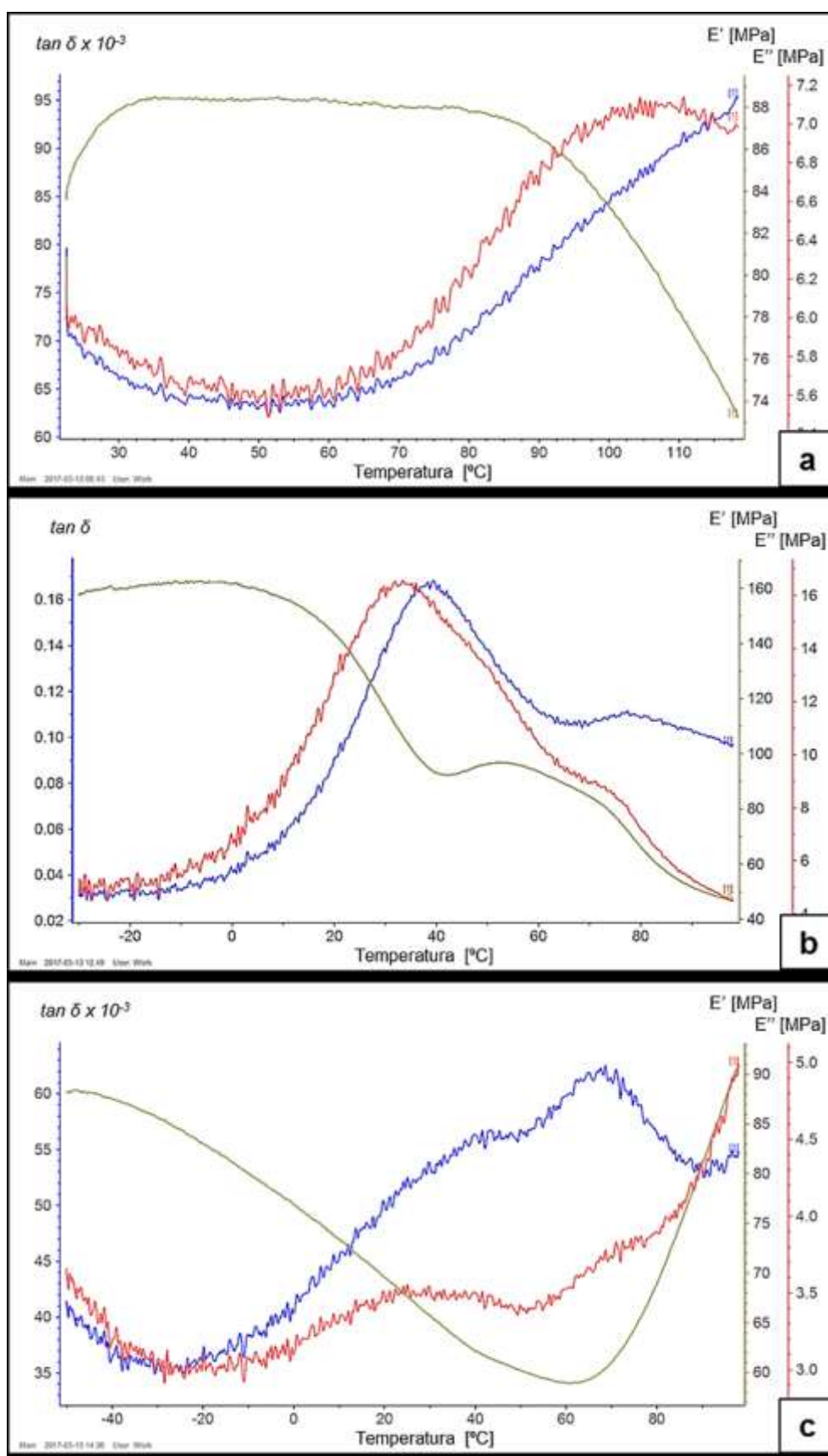


Figura 5.13. Resultados do teste DMA nos contra-corpos poliméricos. (a) PA 6,6; (b) PP; (c) POM.

De acordo com os resultados apresentados levanta-se a hipótese de que o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste estão ligadas à efetividade do contra-corpo no arraste de partículas abrasivas para a interface, o que reflete na participação de partículas abrasivas no contato. Para isto, foi feita uma aproximação da quantidade de partículas participantes entre o aço inoxidável e os diferentes tipos de contra-corpo, ao longo dos testes. Adotou-se de forma inicial o modelo proposto por Adachi e Hutchings (2003), o qual modela a zona de contato entre a esfera a amostra e o abrasivo. Eles descreveram que a área de contato está descrita pelo contato hertziano inicial entre o corpo e o contra-corpo e a área de interação inicial das partículas (Fig. 5.13-a).

Admitindo que a interação das partículas abrasivas na calota de desgaste depende da fração volumétrica, como foi suposto no modelo de Adachi e Hutchings (2003), pode-se pensar que a área da superfície da calota (A_c) é igual a área da partículas (A_p) abrasiva vezes sua quantidade (N_p) por sua fração volumétrica (v), como é indicado na Eq. (5.1). Considerando que as partículas abrasivas se distribuem de tal forma que geram uma única camada (VERSPUI et al., 1995), pode-se estimar a quantidade de partículas participantes na interface Eq. (5.2).

$$A_c * v = A_p * N_p \quad (5.1)$$

$$N_p = \frac{A_c * v}{A_p} \quad (5.2)$$

A geometria associada ao modelo está apresentada na Fig. 5.14-b.

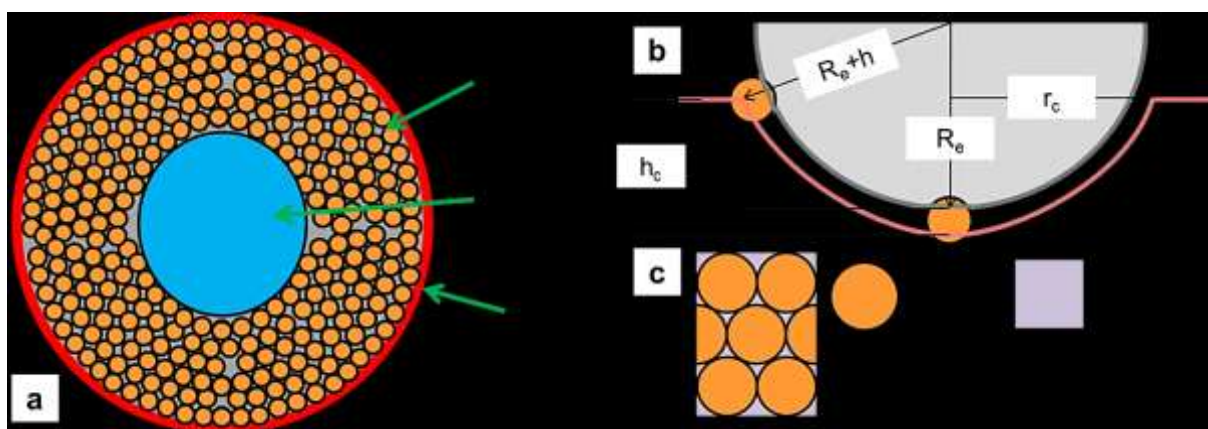


Figura 5.14. (a) modelo da zona de contato entre a esfera, a amostra e o material abrasivo (ADACHI; HUTCHINGS, 2003); (b) geometria do modelo.

De acordo com a geometria a profundidade da calota (h_c), Fig. 5.14-b, pode ser expressa pela Eq. (5.3) e a área da superfície da calota (A_c) pela Eq. (5.4).

$$h_c = (R_e) - \sqrt{(R_e + h)^2 - r_c^2} \quad (5.3)$$

$$A_c = 2\pi(R_e + h)h_c = 2\pi(R_e + h) \left[(R_e + h) - \sqrt{(R_e + h)^2 - r_c^2} \right] \quad (5.4)$$

Sendo que, R_e é o rádio da esfera, r_c o rádio medido da projeção circular da calota e h o espaçamento entre superfícies. Considerando que o raio da esfera é muito maior que o espaçamento entre as superfícies ($R_e \gg h$), o espaçamento h não será considerado para esta estimacão ($h=0$), desta forma as Eq. (5.3) e Eq. (5.4) são reescritas pelas equações Eq.(5.5) e Eq. (5.6).

$$h_c = (R_e) - \sqrt{(R_e)^2 - r_c^2} \quad (5.5)$$

$$A_c = 2\pi(R_e)h_c = 2\pi(R_e) \left[(R_e) - \sqrt{(R_e)^2 - r_c^2} \right] \quad (5.6)$$

Na seção 3.3 observou-se a distribuição média dos diâmetros das partículas abrasivas e suas características de formatos arredondados, com isto considera-se que as partículas são aproximadamente esferoidais.

$$A_p = \pi D_p^2 / 4 \quad (5.7)$$

Sendo D_p o diâmetro médio das partículas abrasivas. Desta forma a Eq. (5.2) pode-se reescrever como a Eq. (5.8).

$$N_p = \frac{8(R_e) \left[(R_e) - \sqrt{(R_e)^2 - r_c^2} \right] * v}{D_p^2} \quad (5.8)$$

A Fig. 5.15 mostra o resultado da estimativa da quantidade de partículas participantes ao final de cada intervalo (15 min) do teste micro-abrasivo com os diferentes tipos de contra-corpos. A participação aumenta com o tempo de ensaio o que é razoável sendo que a calota vai aumentando seu tamanho com o tempo. Além disto, observa-se que a participação é aproximadamente 2 a 2,5 vezes maiores para os materiais do grupo 2 quando comparado

com o Grupo 1. Observa-se, então, que existe uma maior participação de partículas abrasivas na ordem observada no mapa de desgaste da Fig. 5.10 (PA 6,6→PP→POM→52100→Si₃N₄).

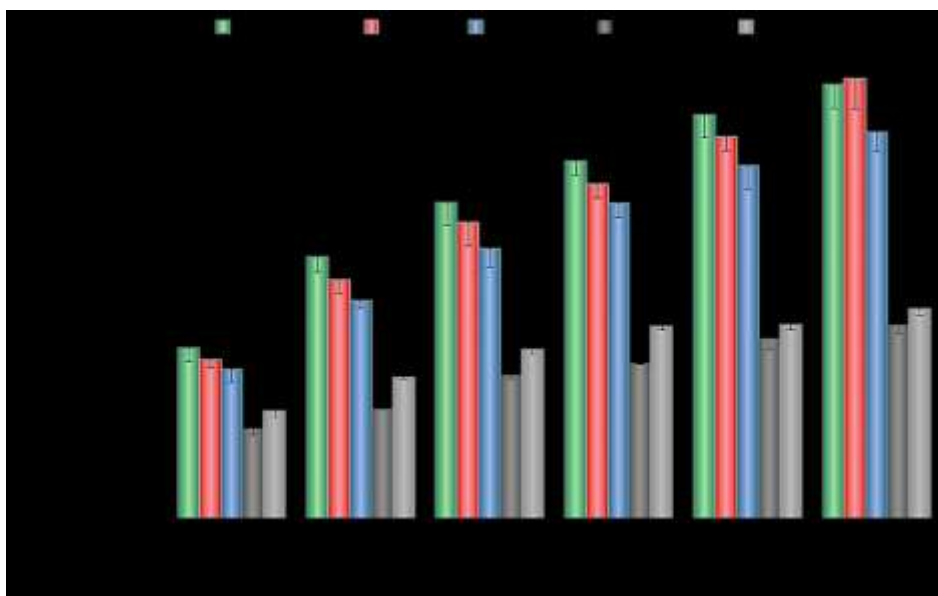


Figura 5.15. Estimativa da quantidade de partículas na interface para teste micro-abrasivo de AISI 304, com 10% em peso de partículas de SiO₂ e diferentes tipos de contra-corpo.

Supondo que o arraste de abrasivo para interface é mais efetivo para os contra-corpos poliméricos teríamos uma maior probabilidade de movimentação de abrasivo aumentando assim a probabilidade de arraste em contra-corpos duros (cerâmicos e metálicos) com o aumento da fração volumétrica de abrasivo. Para validar esta premissa foram realizados testes micro-abrasivos com contra-corpos de PA 6,6 e aço AISI 52100, mantendo a mesma qualidade superficial dos testes anteriores. Os testes tiveram duração de 45 min contínuos, usando o mesmo corpo (aço inoxidável AISI 304), sendo variada a fração volumétrica das partículas abrasivas.

Para testes com o contra-corpo de PA 6,6 foram realizados testes com 5% e 10% de partículas abrasivas diluídas em água. Para testes com o contra-corpo de aço 52100 elaborou-se testes com 10%, 40% e 60% de partículas abrasivas diluídas em água. A força normal, medida pela célula de carga ao longo dos testes, foi similar para todos os testes (entre 1,60 e 1,68 N). A taxa média de desgaste (k) é apresentada na Fig. 5.16.

Observa-se que, para o mesmo contra-corpo, maior quantidade de partículas abrasivas aumenta a taxa de desgaste. Quando foi usada a mesma quantidade de partículas abrasivas os contra-corpos poliméricos apresentaram maiores taxas de desgaste quando comparados com o contra-corpo metálico ou cerâmico, Fig. 5.4, fato que foi

comprovado novamente, a taxa de desgaste para 10% de partículas abrasivas foi de $182 \times 10^{-15} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ para contra-corpo de PA 6,6 e de $67 \times 10^{-15} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ para contra-corpo de aço AISI 52100.

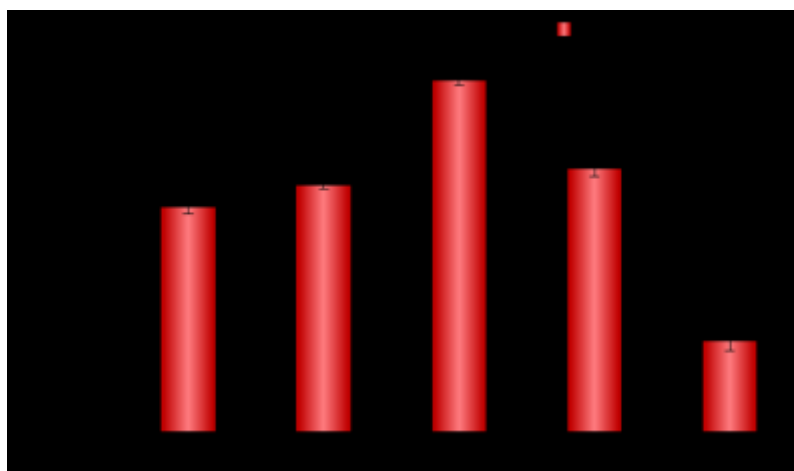


Figura 5.16. Taxa de desgaste média para contra-corpos de PA 6,6 e aço AISI 52100 com diferentes concentrações de partículas abrasivas.

Maior participação de partículas leva a maior número de eventos na interface de contato. Uma maior quantidade de eventos ou interações das partículas pode gerar um maior desgaste pela maior probabilidade de acontecer superposição de eventos (DA SILVA; DE MELLO, 2009; DA SILVA; COSTA; DE MELLO, 2011). Baixos graus de superposição podem resultar em micro-sulcamento puro, sem perda de material, enquanto altos graus de superposição resultam em desgastes mensuráveis, que logo levam a maiores quantidades de material removido (DA SILVA; DE MELLO, 2009; DA SILVA; COSTA; DE MELLO, 2011).

Analizadas as calotas geradas, observou-se uma semelhança nos sulcos gerados pelos testes feitos com contra-corpo de PA 6,6 com 5% de partículas abrasivas e com contra-corpo de aço 52100 com 60% de partículas abrasivas. Esta semelhança pode ser observada na Fig. 5.17. De fato, a largura e o espaçamento dos sulcos aparentam ser similares para os dois testes.

O comportamento do coeficiente de atrito também foi verificado. Na Fig. 5.18-a apresentasse a evolução do coeficiente de atrito ao longo dos 45 min de teste. Observa-se que o coeficiente de atrito diminui com o aumento de porcentagem de partículas abrasivas. O coeficiente de atrito é mais instável para o contra-corpo duro (aço 52100) quando comparado com o contra-corpo mole (PA 6,6), fato que foi observado anteriormente na Fig.

5.9, quando a porcentagem de partículas abrasivas foi diminuindo a instabilidade do coeficiente de atrito para contra-corpos de aço 52100.

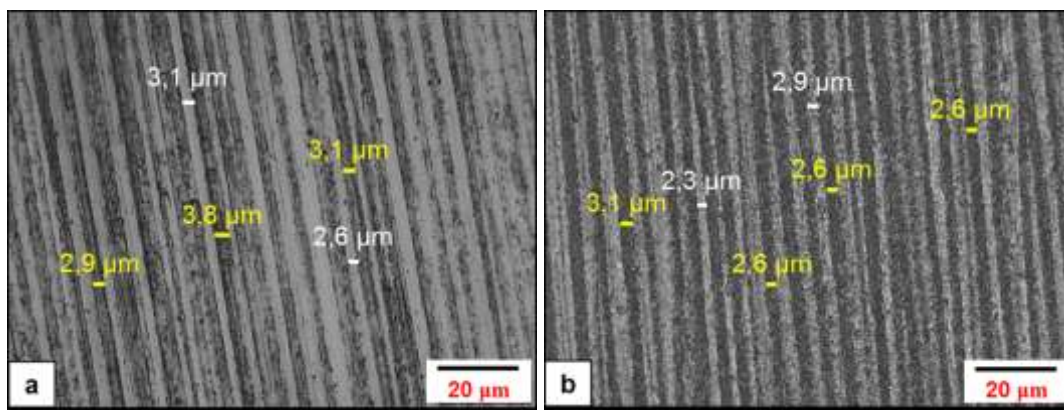


Figura 5.17. Microscopias ótica das calotas geradas do teste micro-abrasivo num aço inoxidável AISI 304 usando contra-corpos e porcentagem de partículas abrasivas de: (a) PA 6,6 e 5% de partículas abrasivas; (b) AISI 52100 e 60% de partículas abrasivas.

Na Fig. 5.18-b apresenta-se o coeficiente de atrito médio ao longo dos 45 min de teste. Para os testes com o contra-corpo de aço 52100, ao aumentar a porcentagem de partículas abrasivas o coeficiente de atrito diminuiu, o coeficiente de atrito é a metade para testes com porcentagem 60% de partículas abrasivas quando comparado com a porcentagem de 10%. O coeficiente de atrito do teste com combinação contra-corpo de aço 5210 e 60 % de partículas abrasivas chega a ser similar ao coeficiente de atrito apresentado pela combinação de contra-corpo de PA 6,6 com 10% partículas abrasivas.

Uma maior participação de partículas abrasivas na zona de contato aumenta a distribuição da carga. Maiores cargas por partícula entre as superfícies supõem maiores penetrações das partículas que, por estar mais indentadas na superfície geram maior oposição ao deslizamento destas, gerando, assim, maiores forças de atrito e, por conseguinte, maiores coeficientes de atrito.

Evidenciou-se que em testes micro-abrasivos em aço inoxidável 304 ao usar contra-corpos mais moles, poliméricos como o PA 6,6, arrastaram mais partículas na interface corpo e contra-corpo. Adicionalmente, contra-corpos mais duros, como o aço 52100 podem se apresentar comportamentos similares aos apresentados pelos testes realizados com contra-corpos poliméricos, uma vez que é aumentada a probabilidade de participação de partículas na interface corpo e contra-corpo. Ao se aumentar a quantidade volumétrica de partículas abrasivas, aumentou-se a probabilidade destas partículas serem arrastadas pelos contra-corpos mais duros, assim a taxa de desgaste, coeficiente de atrito e largura e

espaçamento dos sulcos foi similar aos apresentados com contra-corpos moles (poliméricos) com menor quantidade volumétrica de partículas abrasivas.

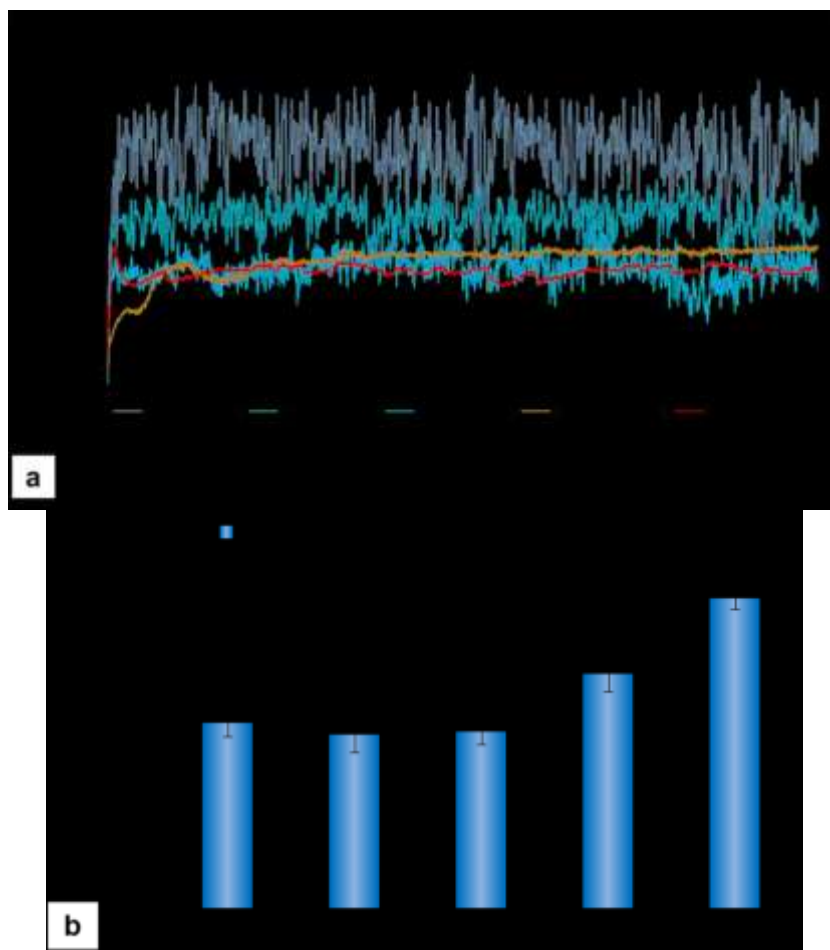


Figura 5.18. Coeficiente de atrito médio para contra-corpos de PA 6,6 e aço AISI 52100 com diferentes concentrações de partículas abrasivas. 5 e 10% para contra-corpo de PA 6,6; 60,40 e 10% para contra-corpo de aço AISI 52100: (a) ao longo do tempo de ensaio; (b) valor médio.

Em síntese através do estudo da influência da natureza da contra-corpo, na micro-abrasão do aço inoxidável AISI 304, obteve-se uma relação entre a taxa de desgaste (k), o coeficiente de atrito e a largura dos sulcos gerados pelo deslizamento de partículas. Esta relação tem uma tendência linear, em que, aos maiores coeficientes de atrito correspondem às menores taxas de desgaste e maior largura dos sulcos (Fig. 5.9). Observou-se que o principal parâmetro de influência é a relação de dureza entre o corpo e contra-corpo (H_c/H_e), que pode-se definir em dois grupos: H_c/H_e menores que 1 e H_c/H_e maiores que 1. Evidenciou-se que estes resultados têm relação com a efetividade do contra-corpo em levar partículas abrasivas para a interface. Maior efetividade de arrastamento de partículas na

interface, leva a uma maior quantidade de partículas participando na interface com consequente maior taxa de desgaste (k) (por superposição de eventos), um menor coeficiente de atrito e largura de sulcos menores, sendo este comportamento característico do grupo com $H_c/H_e > 1$. Para o grupo $H_c/H_e < 1$ este comportamento é o inverso.

A natureza do contra-corpo tem uma forte influência no comportamento em micro-abrasão do aço 304, sendo sua principal influência a efetividade com que o contra-corpo arrasta as partículas para a interface. No entanto, ainda não está completamente entendido se outros parâmetros podem influenciar a quantidade de partículas que participam da interface. Pensa-se que as características da topografia superficial podem influenciar este comportamento e será discutido na próxima seção.

5.1.2.2 Influência da evolução topográfica do contra-corpo

Interferometria laser 3D foi utilizada para acompanhar a evolução da topografia superficial dos contra-corpos durante os testes micro-abrasivos (Fig. 5.19).

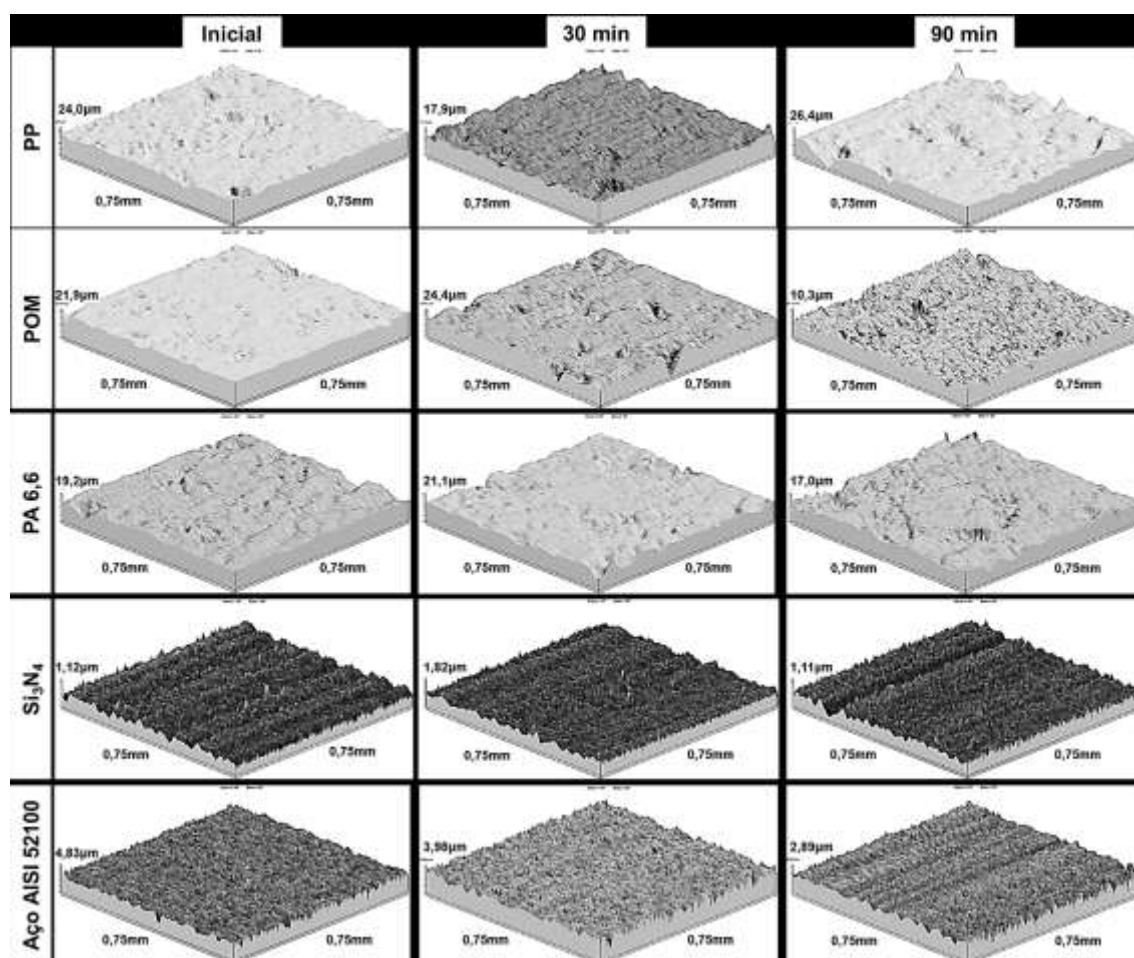


Figura 5.19. Interferometria laser 3D dos contra-corpos no início dos testes, após 30 min de teste e ao final dos testes (90 min).

Após os 90 min de ensaio, foi possível observar uma modificação superficial mais notória nos contra-corpos de nitreto de silício, aço AISI 52100 e poliacetal (POM), coincidentemente os contra-corpos que mostraram menor taxa de desgaste, maior coeficiente de atrito (Fig. 5.9) e maior largura e espaçamento de sulcos pelo deslizamento de partículas abrasivas (Fig. 5.6). Na seção 5.1.2.1 mostrou-se que estes contra-corpos arrastaram partículas abrasivas com menor efetividade, o que levou a uma menor participação de partículas abrasivas induzindo maior força por partícula, o que leva maiores tensões na superfície do contra-corpo o que deve causar maiores mudanças na topografia de superfície. Foi observado, também, que com 30 min de teste não existiu mudanças notáveis da topografia de superfície, confirmando os resultados dos pré-testes (seção 5.1.1).

A análise quantitativa da rugosidade, ao longo dos testes micro-abrasivos, é apresentada na Fig. 5.20.

As 20-a e c mostram que os parâmetros R_q e S_q mudaram ao longo do tempo. Da mesma forma observa-se que os contra-corpos de nitreto de silício, AISI 52100, poliacetal (POM) e polipropileno (PP) apresentam uma redução da rugosidade ao longo tempo, ou seja, tendem a ficarem mais lisos com o tempo, como foi observado nas interferometrias 3D (Fig. 5.19).

Adicionalmente as Fig. 5.20-a e c mostram que para materiais poliméricos (PP, POM, PA 6,6) existe um aumento da rugosidade antes do corpo (AISI 304) entrar no regime permanente (antes dos 18 min). Este aumento de rugosidade pode ser devido à gênese e crescimento de tribocamadas com alto conteúdo de sílica nos contra-corpos poliméricos (Fig. 5.12). Aparentemente, a tribocamada fica estável a partir dos 15 minutos de ensaio. Desta forma, quando a taxa de desgaste da amostra (corpo) estabiliza (após 15 min, Fig. 5.4) a tribocamada no contra-corpo também estabiliza. Após a estabilização do crescimento da tribocamada, os parâmetros de rugosidade diminuem ao longo do tempo.

As Fig. 5.20-b e d mostram que os contra-corpos de nitreto, 52100 e POM diminuíram sua rugosidade ao final do tempo testado; o aço 52100 diminuiu 67% sua rugosidade, o Si_3N_4 diminuiu 30% e o POM diminuiu 23%. Os contra-corpos de PP e PA 6,6 não apresentaram variações da rugosidade estatisticamente significativas ao final do teste. Desta forma pode-se dizer que existiu um “polimento” da superfície dos contra-corpos de nitreto, 52100 e POM quando comparada com a superfície inicial.

Na literatura afirma-se que altos coeficientes de atrito dificultam o arraste de abrasivo (ALLSOPP; TREZONA; HUTCHINGS, 1998; COZZA; TANAKA; SOUZA, 2011; COSTA et al., 2015; KRELLING et al., 2017), de fato, os contra-corpos de aço 52100, Si_3N_4 e POM apresentaram os maiores coeficientes de atrito tendo sido evidenciado que os mesmos apresentam maior dificuldade para o arraste das partículas abrasivas.

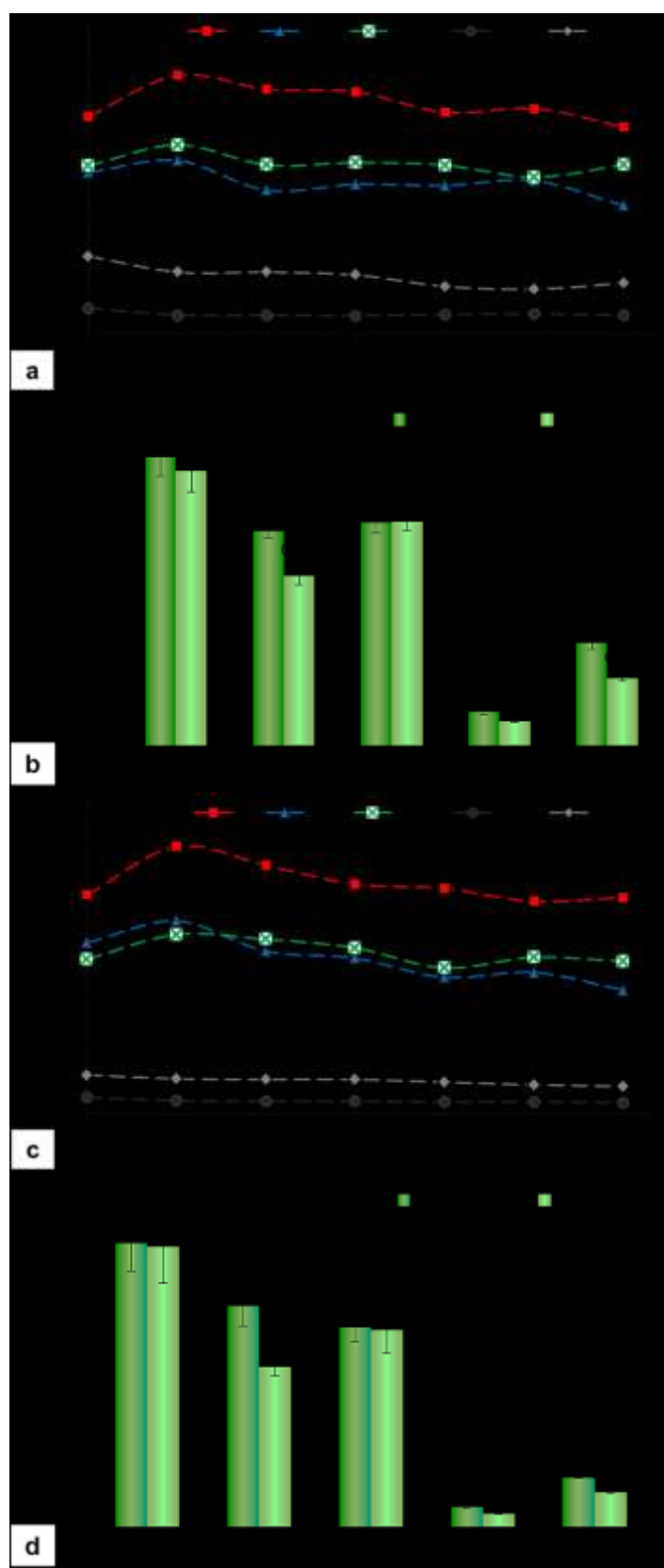


Figura 5.20. Rugosidade R_q e S_q dos contra-corpos para os testes micro-abrasivos no aço inox AISI 304: (a) R_q média ao longo do tempo; (b) R_q média antes e depois do teste; (c) S_q média ao longo do tempo; (d) S_q média antes e depois do teste.

Esta dificuldade pode gerar acumulação de partículas abrasivas na entrada da zona de contato, esta acumulação pode interagir com o contra-corpo, gerando um desgaste (micro-polimento) na superfície do contra-corpo. Adicionalmente, a Fig. 5.8 evidenciou engastamento de partículas na superfície do aço inoxidável AISI 304 (corpo), estes engastamentos podem criar uma superfície micro-abrasiva para o contra-corpo.

A análise dos contra-corpos via MEV, antes e depois dos testes micro-abrasivos (90 min), é sintetizada pela Fig. 5.21. As mudanças mais visíveis acontecem para o AISI 52100 e o POM, confirmando ainda mais o apresentado na Fig. 5.19 e Fig. 5.20. De forma geral, todos os contra-corpos tiveram uma mudança no seu aspecto superficial com exceção do nitreto, o qual tem o mesmo aspecto antes e depois do teste, apresentando só alguns “arranhões” na sua superfície final. Após os 90 min de teste nota-se a existência de sulcos (indicados com setas brancas) nas superfícies, fato que confirma as hipóteses avançadas no parágrafo anterior.

Além disto, a presença de sulcos concorda com modelos de arrastamento e dinâmica de partículas da literatura, no qual as partículas abrasivas também podem indentar a superfície do contra-corpo (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996; ALLSOPP; TREZONA; HUTCHINGS, 1998; SHIPWAY, 1999; TREZONA; HUTCHINGS, 1999; STACHOWIAK; STACHOWIAK, 2001; ADACHI; HUTCHINGS, 2003; SHIPWAY, 2004; SILVA et al., 2011).

A maior ocorrência de sulcos por deslizamento de partículas é observada no aço 52100 que apresenta a mudança superficial mais drástica (Fig. 5.21-e) seguido pelo POM, depois pelo PP e por último pelo PA 6,6. Como já reportado, no nitreto não foi possível observar padrões de desgaste na sua superfície (Fig. 5.14-d), salvo alguns arranhões na superfície.

É possível correlacionar, então, a taxa de desgaste (Fig. 5.4) e o coeficiente de atrito (Fig. 5.9) do corpo (aço inox. AISI 304) com a ocorrência dos sulcos apresentados nos contra-corpos (Fig. 5.21) e com a mudança da rugosidade ao final do teste (Fig. 5.20-b e 5.20-d). Contra-corpos que apresentam as menores taxa de desgaste e os maiores coeficientes de atrito no corpo, apresentam maior ocorrência de sulcos na superfície (exceto o nitreto) e uma diminuição significativa dos parâmetros de rugosidade após 90 min de teste micro-abrasivo.

Na seção anterior mostrou-se que existe uma relação entre a taxa de desgaste, o sulcamento e o coeficiente de atrito no corpo de aço AISI 304. Com menores coeficientes de atrito a taxa de desgaste e largura dos sulcos aumenta. Considerou-se que a efetividade com a que o contra-corpo “arrasta” partículas para a interface tem papel fundamental neste comportamento, maior efetividade gera maior participação de partículas no contato, levando a um maior desgaste por superposição de eventos. Menor participação de partículas

abrasivas induz maior carga por partícula que geram maiores deformações plásticas e desgaste na superfície do contra-corpo.

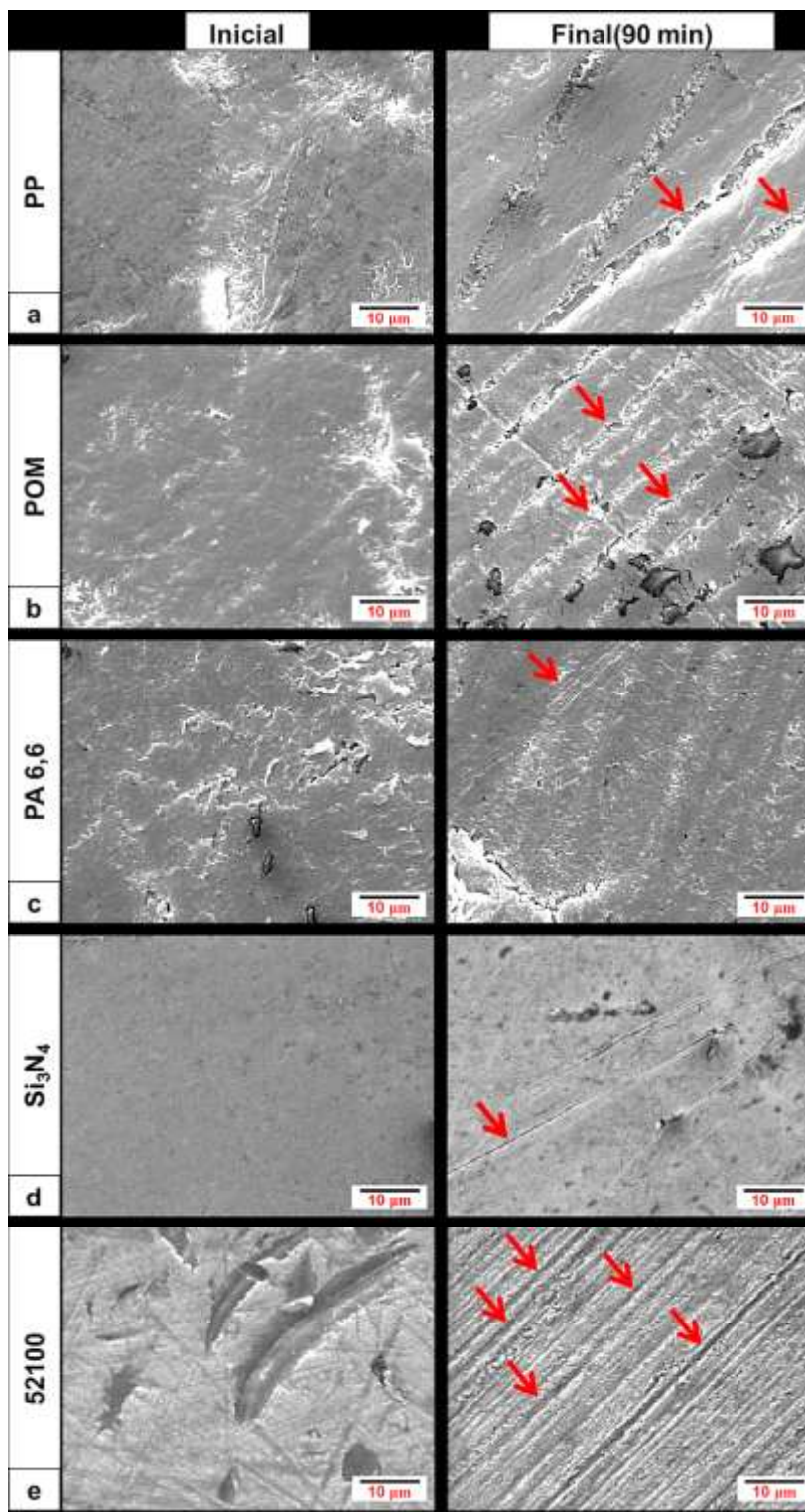


Figura 5.21. Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos contra-corpos antes e depois dos testes micro-abrasivos. Setas vermelhas para indicar presença de sulcos. (a) PP; (b) POM; (c) PP 6,6; (d) Nitreto; (e) 52100.

Desta forma, pode-se concluir que as maiores reduções dos parâmetros da rugosidade correspondem aos contra-corpos que conduziram a menor participação de partículas na interface (Fig. 5.15), coincidindo com o observado na Fig. 5.20-b e d.

A descrição da evolução topográfica das superfícies dos contra-corpos durante o ensaio micro-abrasivo no aço inoxidável AISI 304, deixou claro que os contra-corpos também sofrem modificações superficiais. Para analisar se estas modificações superficiais exercem influência no teste micro-abrasivo, comparou-se diferentes parâmetros de rugosidade (R_a , R_q , S_q , R_{Sk} , R_{Ku} , e λ_q) com a taxa de desgaste específica do corpo de aço AISI 304, para cada intervalo de medição (15 min). A obtenção dos perfis de rugosidade e análise dos dados foi descrito no Capítulo III, seção 3.5. Foi analisada a relação entre a taxa de desgaste (k) do corpo (AISI 304) e diversos parâmetros topográficos: a rugosidade média R_a , a rugosidade média quadrática R_q , a rugosidade média quadrática da superfície S_q e o comprimento de onda médio quadrático λ_q . Para caracterizar a altura das irregularidades foi selecionado o R_q , que mostrou ter uma relação linear com a taxa de desgaste (k). Selecionou-se, também, o λ_q que é um parâmetro híbrido representativo da distribuição das irregularidades.

A Fig. 5.22 mostra, além da tendência geral em que maiores rugosidades médias correspondem a maiores taxas de desgaste, a clara existência de dois grupos caracterizados, principalmente, pela relação H_c/H_e . Observa-se, ainda, que para cada natureza de contra corpo existe uma tendência de relação linear entre a taxa de desgaste da amostra e a rugosidade média do contra-corpo, quando a rugosidade do contra-corpo aumenta a taxa de desgaste do corpo aumenta, com exceção do PP que apresenta comportamento invertido.

Acredita-se que a inversão de comportamento no POM deve-se às propriedades de amortecimento (viscoelásticas) do PP. A Fig. 5.13 mostrou que nas condições de teste (temperaturas de 20 a 30 °C) o PP possui a maior capacidade de amortecimento ($\tan \delta$) e um comportamento de transição para viscoelasticidade, sendo este o contra-corpo com as maiores características viscoelásticas entre os contra-corpos testados.

Já para o caso da influência da distribuição das irregularidades, representada pelo comprimento de onda quadrático médio das irregularidades, foi encontrada uma aproximação linear. Ou seja, quando o λ_q do contra-corpo aumenta a taxa de desgaste do corpo aumenta, independente da natureza do contra-corpo (relação H_c/H_e), (Fig. 5.23) e que não existe uma relação linear para cada natureza de contra-corpo.

Estudos anteriores mostraram que a contra-corpos mais rugosos levam uma maior taxa de desgaste do corpo na micro-abrasão (ALLSOPP; TREZONA; HUTCHINGS, 1998; COSTA et al., 2015; KRELLING et al., 2017).



Figura 5.22. Relação da taxa de desgaste do aço inox AISI 304 com o parâmetro R_q dos contra-corpos durante os testes micro-abrasivo.

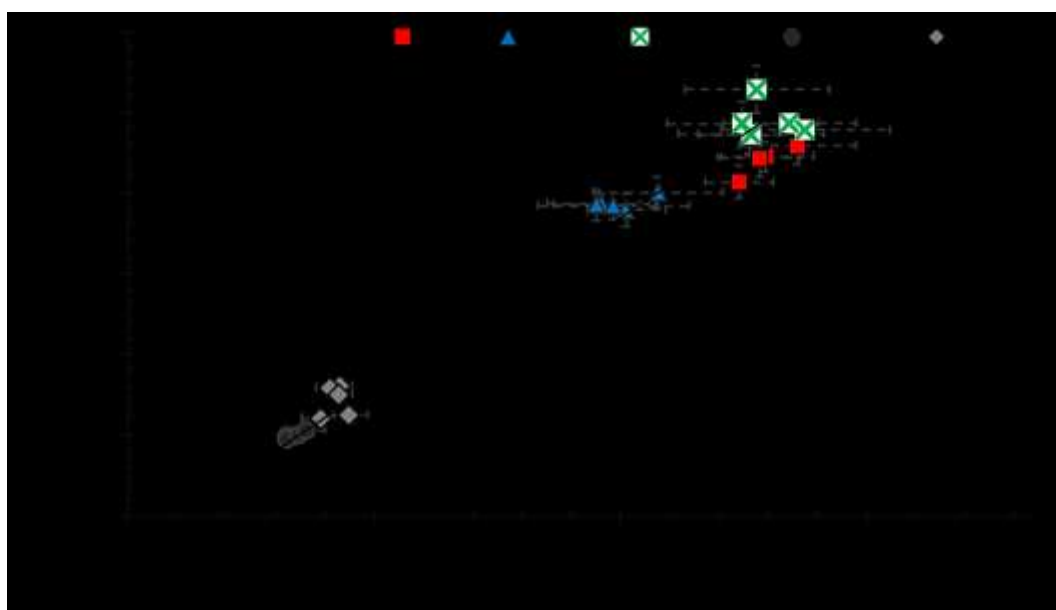


Figura 5.23. Relação da taxa de desgaste do aço inox AISI 304 com o parâmetro λ_q dos contra-corpos durante os testes micro-abrasivos.

Allsop; Trezona; Hutchings (1998) estudando corpos de aço ao carbono temperado e alumínio comercialmente puro, em testes micro-abrasivo de esfera fixa com partículas abrasivas de carbeto de silício e contra-corpo de aço de rolamentos martensíticos, observaram que usando um contra-corpo novo as taxas de desgaste foram significativamente maiores na segunda e terceira baterias de teste do que na primeira. Os

autores explicaram os fenômenos em termos da facilidade de arrastamento das partículas abrasivas. Uma esfera nova com uma superfície lisa é ineficiente para arrastar as partículas para o contato de desgaste.

Costa et al. (2015) evidenciaram que ao aumentar a rugosidade média R_a de contra-corpos de zircônia a taxa de desgaste aumentava para testes de micro-abrasão feitos em aço inoxidável AISI304 (igual ao presente trabalho) e partículas abrasivas de sílica com 10% de concentração em peso. A variação da topografia da esfera induziu mudanças nos micromecanismos de desgaste. Para a esfera mais lisa os sulcos são predominantes indicando o deslizamento das partículas abrasivas. O uso da esfera mais rugosa levou à ocorrência de indentações múltiplas, indicando o rolamento dos abrasivos. Um regime misto foi observado para a rugosidade superficial intermediária da esfera. Os autores atribuíram este comportamento à capacidade de arrastamento e entrada de partículas abrasivas na zona de contato de maneira similar ao postulado por Allsop; Trezona; Hutchings (1998).

5.1.3 Conclusões parciais e resumo

Ao fazer testes micro-abrasivos em aço inoxidável 304, usando partículas abrasivas de sílica e mudando a natureza do contra-corpo, observou-se uma predominância de deslizamento de partículas abrasivas na superfície do aço, apresentando maior largura de sulcos para contra-corpos cerâmicos e metálicos.

Assim mesmo, existe uma mudança nos valores médios da taxa de desgaste e coeficiente de atrito quando se mudou a natureza do contra-corpo, obtendo maior taxa de desgaste para testes feitos com contra-corpos poliméricos, porém apresentando os coeficientes de atrito menores. Estas mudanças possuem como parâmetro predominante a relação de dureza entre o corpo e contra-corpo (H_c/H_e). Foi evidenciado que a relação H_c/H_e possui uma influência na quantidade de partículas que participam na interface.

Existe uma mudança topográfica da superfície dos contra-corpos ao longo dos testes micro-abrasivos. Os contra-corpos poliméricos, com $H_c/H_e > 1$, apresentaram a geração de uma tribocamada composta por partículas de sílica, ferro e o próprio polímero. Esta tribocamada foi associada com as características viscoelásticas dos contra-corpos poliméricos. Os materiais cerâmicos e metálicos, com $H_c/H_e < 1$, geraram engastamento de partículas abrasivas de sílica na superfície do aço inoxidável, comportamento que também foi observado no POM.

As mudanças topográficas de superfície dos contra-corpos foram evidenciadas ao comparar os parâmetros de rugosidade R_q e λ_q , diminuindo após o regime permanente (15 min). Estes parâmetros mostraram uma relação linear com a taxa de desgaste. O R_q possui uma relação linear para cada material de contra-corpo testado, aumentando, de forma geral,

a taxa de desgaste quando aumenta o R_q . Enquanto o λ_q possui uma relação linear geral independente da natureza do contra-corpo, sendo que, com maiores valores de λ_q aumenta a taxa de desgaste independentemente do material do contra-corpo. Atribuiu-se que com maiores valores dos parâmetros de R_q e λ_q consegue-se maior efetividade no transporte de partículas abrasivas ao contato.

5.2 Influência da natureza do contra-corpo na micro-abrasão-corrosão

5.2.1 Modificações da topografia dos contra-corpos após os testes

Avaliou-se as mudanças da topografia superficial dos contra-corpos de polímero (PP) e cerâmico (Si_3N_4) após realização de três baterias de testes micro-abrasivo-corrosivos em amostras de aço inoxidável AISI 304 com cada contra-corpo, sendo de 30 min cada bateria, totalizando 90 min de teste para cada contra-corpo, como foi explicado na metodologia (Capítulo III).

Na Fig. 5.24 apresenta-se a mudança dos parâmetros R_q e λ_q ao longo dos testes, sendo estes parâmetros os que apresentaram uma maior influência nos testes micro-abrasivos como foi discutido na seção 5.1.2.2.

O comportamento de R_q e λ_q é similar para cada contra-corpo. Observa-se que existiram mudanças nos parâmetros de rugosidade para todos os contra-corpos. Para o contra-corpo polimérico ($H_c/H_e > 1$) os parâmetros de rugosidade aumentaram após os 90 min, enquanto para o contra-corpo cerâmico ($H_c/H_e < 1$) a rugosidade diminuiu. A rugosidade aumenta de maneira suave e gradual e equivalente para cada intervalo de 30 min.

Ao comparar o comportamento do parâmetro R_q nos testes micro-abrasivos (Fig. 5.20-a) e micro-abrasivo-corrosivos (Fig. 5.24-a), a mudança de comportamento é evidente no contra-corpo polimérico (PP), o R_q diminui nos testes micro-abrasivos enquanto que aumenta nos testes micro-abrasivo-corrosivos. Para o contra-corpo cerâmico (Si_3N_4) o comportamento do R_q é similar, embora a proporção de diminuição do parâmetro seja maior nos contra-corpos usados nos testes micro-abrasivo-corrosivos.

Foi usada microscopia eletrônica de varredura para observar as modificações superficiais dos contra-corpos (Fig. 5.25). É evidente que existe uma significativa modificação superficial no contra-corpos polimérico (Fig. 5.25-a). O contra-corpo de nitreto também apresentou características superficiais diferentes do inicial (Fig. 5.25-c). Quando foi comparado o aspecto topográfico final dos testes micro-abrasivo-corrosivos com os testes micro-abrasivos (Fig. 5.21), foi observado que o aspecto superficial final é diferente. Nos testes micro-abrasivos não foi observado nenhuma mudança significativa na superfície do

contra-corpo de nitreto de silício, enquanto que nos testes micro-abrasivos-corrosivos existem algumas descontinuidades no aspecto liso da superfície, estas são sinalizadas com setas vermelhas na Fig. 5.25-b. Para os contra-corpos poliméricos (PP e POM) os testes micro-abrasivos apresentam predominância de sulcos na superfície, enquanto que para os testes micro-abrasivos-corrosivos a presença de sulcos foi esporádica, e uma aparente remoção de material foi predominante (buracos e deformação plástica com aspecto de lamelas).

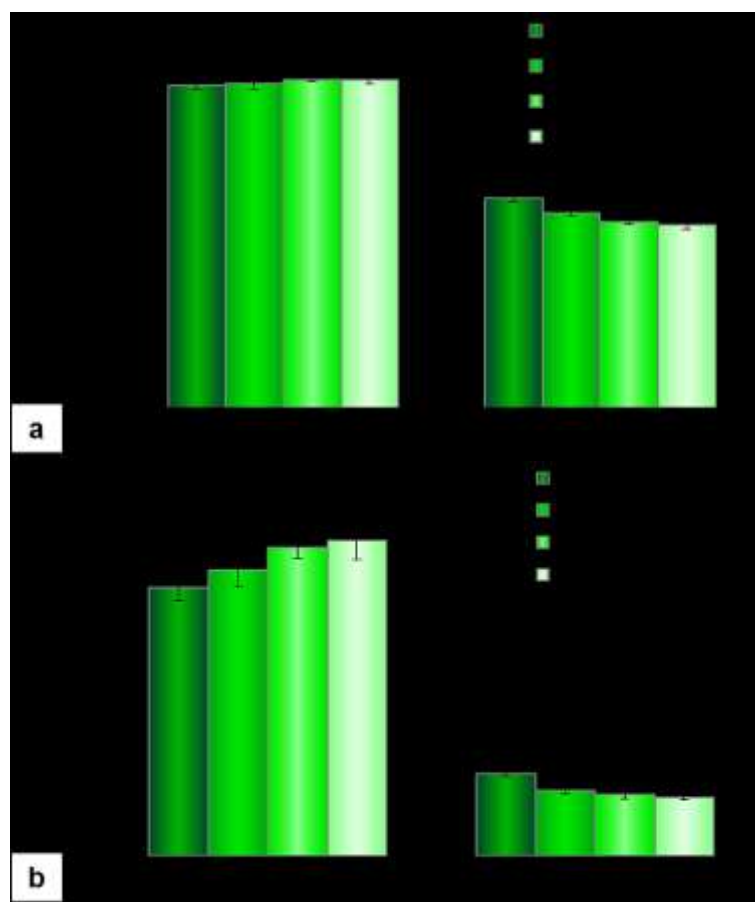


Figura 5.24. Mudança média da topografia da superfície dos contra-corpos ao fazer testes micro-abrasivo-corrosivos em aço inoxidável AISI 304 com 10% de partículas abrasivas em meio de 1N de H_2SO_4 . (a) R_q ; e (b) λ_q .

Da mesma forma, nos testes micro-abrasivos existiu alteração físico-química na superfície dos contra-corpos poliméricos, a geração de tribocamada foi predominante; fato que nos testes micro-abrasivo-corrosivos parece não existir de forma consistente para os contra-corpos poliméricos. Na Fig. 5.26 apresenta-se a análise de EDS das superfícies dos contra-corpos de PP após os testes micro-abrasivo-corrosivos, nelas foram identificadas a presença de C, Si, O e S. Observa-se que nas superfícies existe predominância do C,

elemento que é o principal componente dos materiais poliméricos, possuindo picos de alta intensidade quando comparada com os picos dos outros elementos encontrados (Si, O e S). A presença de Si e O indica a presença de resíduos de partículas abrasivas, mas pela sua baixa intensidade entende-se que não existe uma tribocamada contínua na superfície. O enxofre, S, é proveniente do meio eletrolítico que deve ter contaminado a superfície dos contra-corpos.

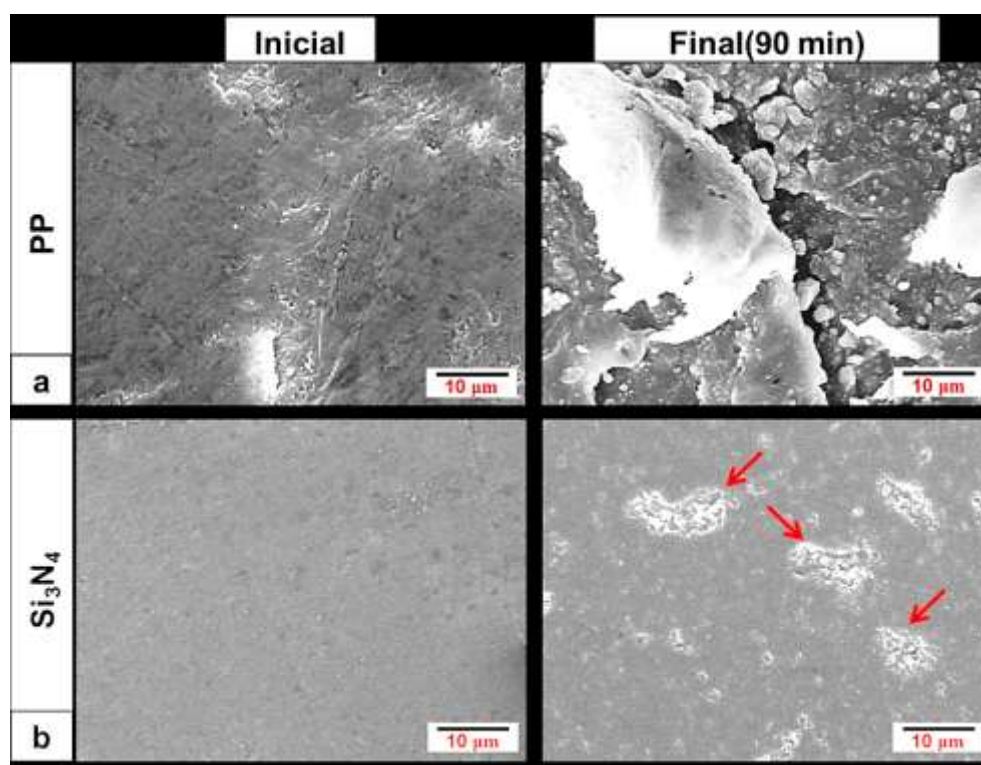


Figura 5.25. Microscopia eletrônica de varredura típica da trilha de arraste de abrasivos dos contra-corpos usados nos testes micro-abrasivo-corrosivos, antes e depois destes: (a) PP; (b) Nitreto de silício.

Os aspetos superficiais do PP são similares aos apresentados no desgaste por deslizamento em polímeros e compósitos termoplásticos (POOLEY; TABOR, 1972; HASHMI et al., 2001; DWIVEDI; CHAND, 2009; DELVA et al., 2014; KORPELA; SUVANTO; PAKKANEN, 2015), nestes os mecanismos de desgaste predominante são a adesão e fadiga. A não formação de tribocamada contínua na superfície dos contra-corpos poliméricos na micro-abrasão-corrosão influenciou para que as mudanças topográficas superficiais fossem diferentes do observado na micro-abrasão e isto pode explicar o comportamento inverso nos parâmetros de rugosidade.

Na seção 4.2.1.1 e 4.2.2.2 explicou-se que uma tribocamada é gerada na superfície do corpo para testes em meio de H_2SO_4 . Foi enfatizado que esta tribocamada ($FeSO_4$) reduz o

coeficiente de atrito. Ao mudar as características físico-químicas da superfície do corpo (AISI 304) é possível que exista uma mudança de comportamento na interação das partículas, tanto com o corpo quanto com o contra-corpo, e isto pode ter levado a uma variação no modo de evolução da topografia do corpo.

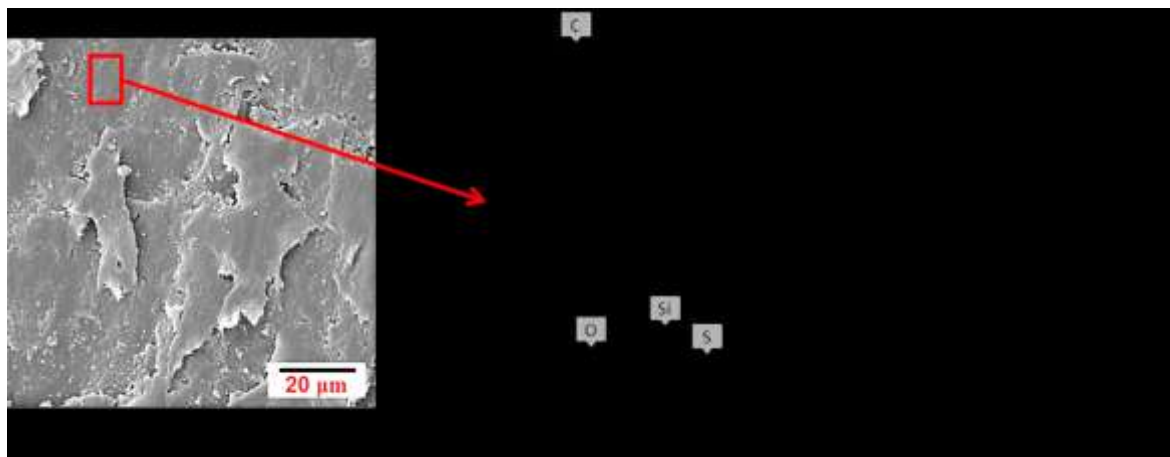


Figura 5.26. Análise EDS típicas nas trilhas de arraste de abrasivo dos contra-corpos de PP gerados após 90 min de testes micro-abrasivos-corrosivos.

Embora a existência de uma tribocamada na superfície dos contra-corpos após os testes micro-abrasivo-corrosivos não tenha sido constatada, a presença de partículas abrasivas engastadas parece ser evidente. Na Fig. 5.25-a observa-se partículas com morfologia similar ao apresentado pelas partículas abrasivas de sílica (Fig. 3.12). A Fig. 5.27-a mostra a comparação morfológica das partículas abrasivas de sílica (Fig. 3.12) com as partículas vistas na superfície dos contra-corpos, as quais apresentam similaridade morfológica, ressaltadas pelos círculos verdes. A análise de composição via EDS confirma que na composição destas partículas existe um alto percentual de Si e O (Fig. 5.27-b), corroborando que as mesmas são partículas de sílica (SiO_2).

5.2.2 Influência do contra-corpo na taxa de desgaste (k)

A Fig. 5.28 mostra o comportamento médio do k para o aço AISI 304) em cada bateria de teste, ou seja, ao tempo de uso do contra-corpo para testes micro-abrasivos-corrosivos. Neles observa-se que as tendências de comportamento do k variam para cada tipo de contra-corpo e pelo tempo de uso deste.

Os testes feitos com contra-corpo polimérico ($H_c/H_e > 1$) apresentaram uma taxa de desgaste maior que os testes realizados com o contra-corpo cerâmico ($H_c/H_e < 1$), similar ao já apresentado em micro-abrasão (Fig. 5.4). Este comportamento foi atribuído à relação de

dureza entre o corpo e contra-corpo (H_c/H_e) em primeira instância e, em segunda instância à efetividade do contra-corpo em acarrear partículas abrasivas para a zona de contato.

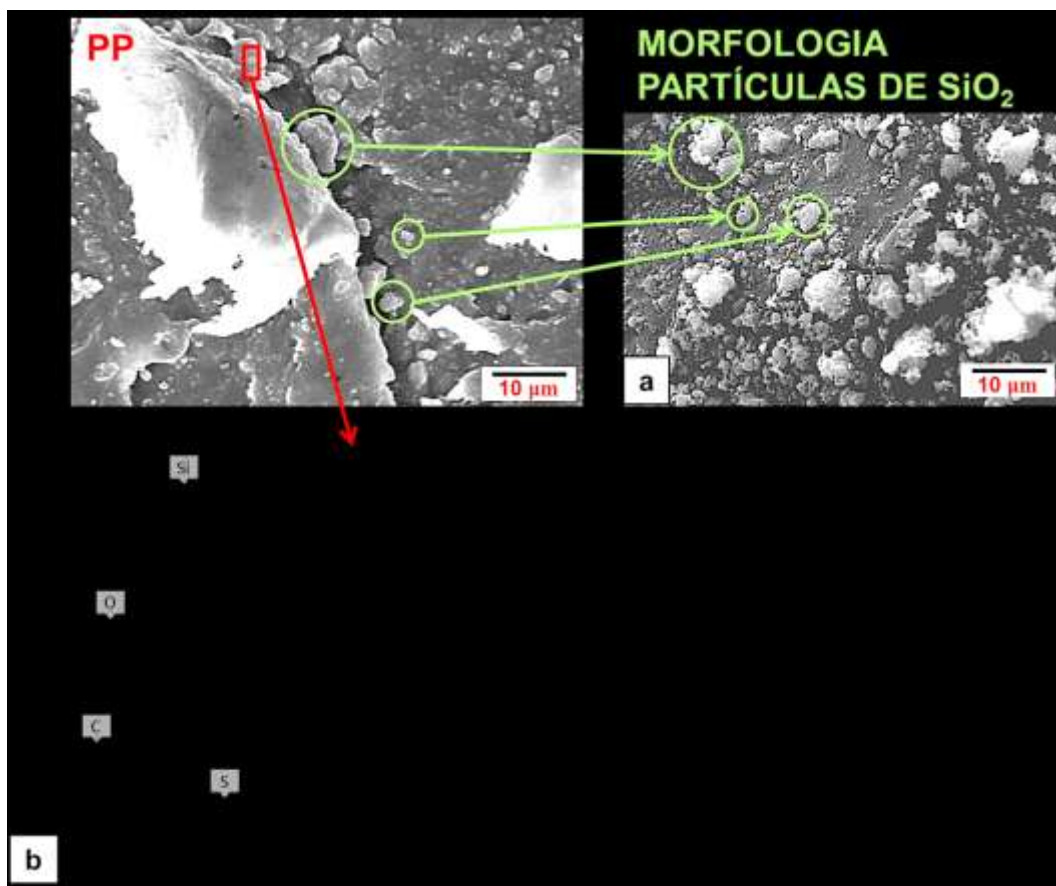


Figura 5.27. (a) Comparação morfológica das partículas abrasivas de sílica com as partículas apresentadas na superfície do contra-corpos poliméricos de PP; (b) análise EDS típica das partículas na superfície dos contra-corpos.

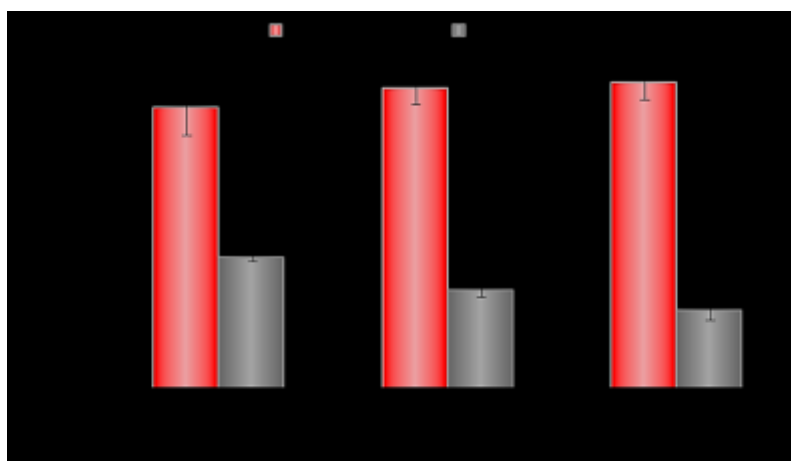


Figura 5.28. Evolução da taxa média de desgaste (k) do aço inoxidável AISI 304 em testes micro-abrasivo-corrosivos de acordo ao tempo de uso de diferentes contra-corpos.

Ao comparar as taxas de desgaste da micro-abrasão-corrosão com os resultados da micro-abrasão para 30 min (Fig. 5.4) observou-se que as taxas de desgaste foram maiores para a micro-abrasão-corrosão. Este resultado discrepa com o apresentado e discutido no Capítulo IV, no qual se observou uma redução significativa da taxa de desgaste nos testes micro-abrasivos-corrosivos. Ao comparar as metodologias dos testes micro-abrasivos com os estes micro-abrasivo-corrosivos com diferentes contra-corpos (seção 3.5.3 e 3.5.4), estas se discrepam. No teste micro-abrasivo fez-se intervalos de 15 min, ou seja, o teste foi parado e reiniciado uma vez antes de atingir os 30 min; enquanto no teste micro-abrasivo-corrosivo o teste foi contínuo até atingir os 30 min. Atribui-se, então, que o fato de ter maiores taxas de desgaste após 30 min de ensaio na micro-abrasão-corrosão com diferentes contra-corpos ocorre por ser realizado de forma contínua e sem intervalos. Desta forma, desgastes micro-abrasivos são muito mais agressivos quando a distância deslizada total (tempo) foi de forma contínua, quando comparado com desgastes com distância deslizada total de forma acumulada.

Os testes feitos com contra-corpos poliméricos de PP mostraram tendência de aumento da taxa de desgaste com o tempo de uso do contra-corpo, enquanto que para o contra-corpo de nitreto de silício o comportamento foi o inverso sendo similar ao observado para os parâmetros de rugosidade do contra-corpo (Fig. 5.24).

Para entender esta inversão do comportamento foram analisadas as calotas formadas nas amostras de aço AISI 304 via microscopia eletrônica de varredura (Fig. 5.29).

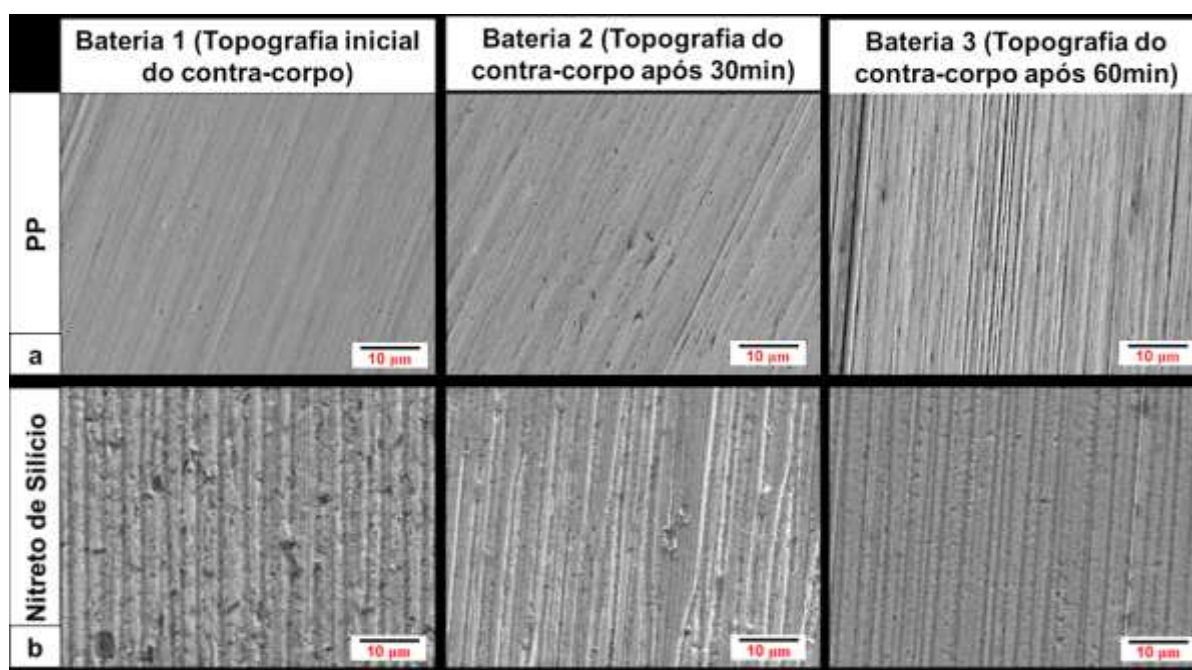


Figura 5.29 - Microscopias eletrônica de varredura (MEV) das calotas geradas do teste micro-abrasivo num aço inoxidável AISI 304 usando contra-corpos de: (a) PP; (b) Si_3N_4 .

O deslizamento de partículas abrasivas foi predominante nos testes realizados, o qual é caracterizado por sulcamentos que apresentam um aspecto de linhas paralelas. A forma (espaçamentos, profundidade e largura) dos sulcamentos originados pelo deslizamento de partículas foi variando entre os diferentes tipos de contra-corpo e com o tempo de uso do contra-corpo, correspondendo ao comportamento observado na taxa de desgaste (Fig. 5.28).

O aspecto do deslizamento de partículas do contra-corpo polimérico (PP) é similar quando o contra-corpo foi usado nas diferentes baterias de teste (Bateria 1, 2 e 3, Fig. 5.29-a). Este comportamento corresponde com a taxa de desgaste (Fig. 5.28) apresentada nos quais a taxa de desgaste é similar para cada bateria de teste (entre 131 e $159 \times 10^{-15} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), mas com um aumento de forma gradual e suave.

As calotas geradas com contra-corpos de nitreto de silício apresentam um aspecto diferente quando comparadas com as calotas geradas com os contra-corpos poliméricos. Da mesma forma a taxa de desgaste foi de 2 a 5 vezes menor. Igualmente, a taxa de desgaste foi diminuindo em razão do número de testes realizados pelo contra-corpo de nitreto, assim como o aspecto do deslizamento foi mudando com o número de testes realizados pelo contra-corpo (Fig. 5.29-b).

As diferenças na taxa de desgaste e seu correspondente aspecto superficial são atribuídas à dinâmica de repassivação na superfície das mostras de AISI 304, como foi discutido na seção 4.2. Maiores taxas de remoção de material levam a uma remoção mais efetiva da camada repassivada que é formada por um filme de FeSO_4 , o qual leva a coeficientes de atrito mais baixos. Para observar esta dinâmica de repassivação foram avaliadas as curva de polarização geradas durante os testes micro-abrasivo-corrosivos (Fig. 5.30).

A Fig. 5.30 mostra que a tendência de comportamento passivo do aço AISI 304 não foi alterada pelo uso de diferentes contra-corpos. Mas para cada tipo de contra-corpo existiu uma faixa de passivação distinta, ou seja, uma capacidade de passivação distinta do aço 304. As curvas obtidas utilizando o contra-corpo de nitreto apresentaram maior oscilação da densidade de corrente, pode-se pensar que este fato está associado à capacidade de amortecimento dos materiais poliméricos associado com seu comportamento viscoelástico explicado no Capítulo II e evidenciado na seção anterior (5.1.2.1, Fig. 5.13).

Ao comparar as mudanças dos parâmetros de rugosidade para os diferentes contra-corpos (Fig. 5.24) com a taxa de desgaste (Fig. 5.28) e densidade de corrente (Fig. 5.31), observa-se que as mudanças dos parâmetros acompanham as mudanças apresentadas na taxa de desgaste e densidade de corrente, reafirmando o dito no parágrafo anterior.

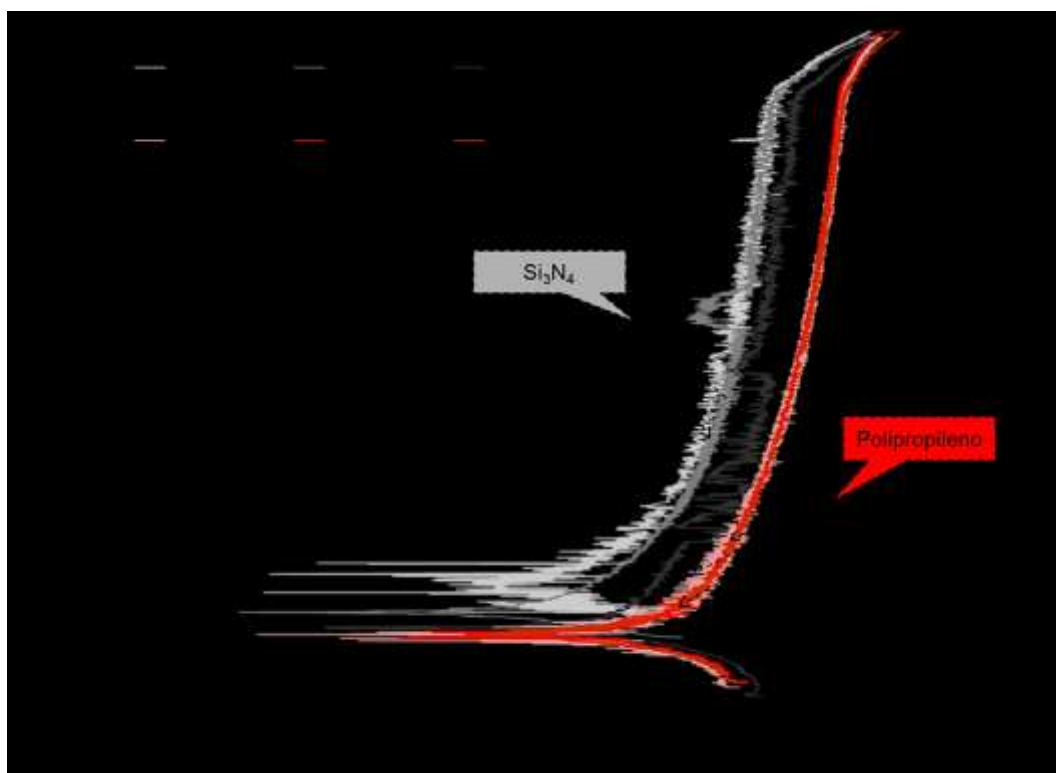


Figura 5.30. Curvas de polarização típicas para ensaios de abrasão-corrosão para aço inoxidável AISI 304 ao longo do tempo de uso de diferentes contra-corpos (PP e Si_3N_4).

As menores densidades de corrente foram apresentadas por testes feitos com contra-corpos de nitreto de silício. Para maior facilidade a densidade de corrente de passivação a 0,5V é apresentada na Fig. 5.31. De forma geral a densidade de corrente apresentou um comportamento similar ao da taxa de desgaste (Fig. 5.28). Isto mostra que a capacidade de passivação e a taxa de desgaste estão correlacionadas: maiores taxas de desgaste correspondem à maiores densidades de corrente de passivação (menor resistência à corrosão). As maiores taxas de desgaste removem de forma mais efetiva o filme de FeSO_4 , refletido no aumento da densidade de corrente (menor capacidade de repassivação) da superfície da amostra, levando a uma diminuição do coeficiente de atrito, o que, por sua vez, facilita a entrada de partículas abrasivas na interface, o que leva a um maior número de eventos acontecendo na zona de contato.

Seguindo esta linha de raciocínio, pensa-se que a mudança de topografia da superfície de cada contra-corpo altera a probabilidade das partículas abrasivas entrarem na interface. Sendo assim, topografias com parâmetros de rugosidade maiores aumentam a probabilidade de participação de partículas e desta forma aumentam o número de eventos acontecendo na zona de contato, como foi discutido na seção 5.1.2.1. Como foi dito anteriormente na literatura, afirma-se que altos coeficientes de atrito dificultam o arraste de

abrasivo (ALLSOPP; TREZONA; HUTCHINGS, 1998; COZZA; TANAKA; SOUZA, 2011; COSTA et al., 2015; KRELLING et al., 2017). O coeficiente de atrito dos testes micro-abrasivo-corrosivos estão apresentados na Fig. 5.32. O coeficiente de atrito foi menor para testes feitos com o contra-corpo de nitreto de silício. O comportamento do coeficiente de atrito para cada contra-corpo é inverso ao comportamento apresentado na taxa de desgaste (Fig. 5.28), densidade de corrente (Fig. 5.31) e mudança dos parâmetros de rugosidade (Fig. 5.24), o que pode reforçar o afirmado anteriormente.

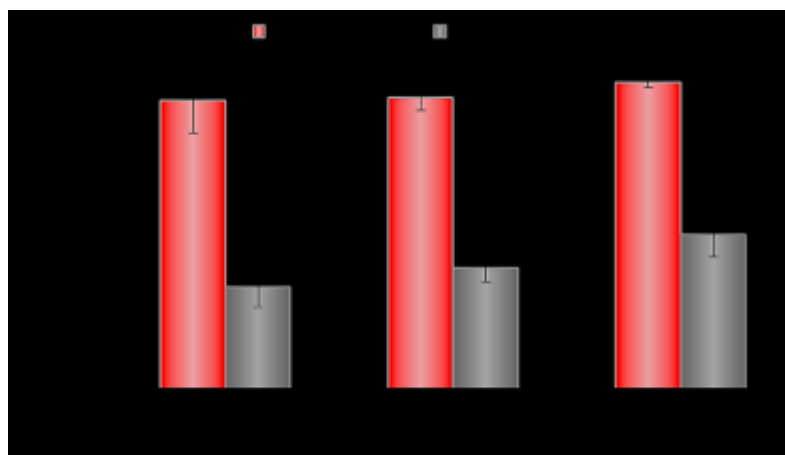


Figura 5.31 - Média da densidade de corrente de passivação a 0,5 V para os ensaios de abrasão-corrosão de acordo ao tempo de uso de diferentes contra-corpos

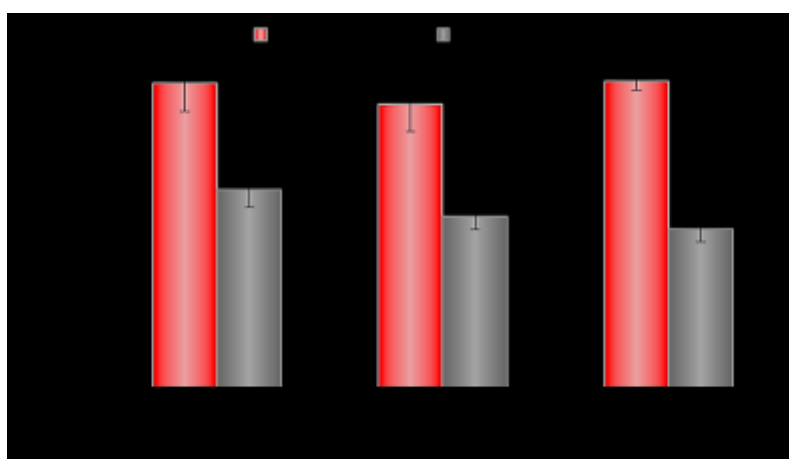


Figura 5.32 - Coeficiente de atrito para os ensaios de abrasão-corrosão de acordo ao tempo de uso de diferentes contra-corpos

Podem-se associar então os parâmetros de rugosidade com a taxa desgaste, isto é apresentado na Fig. 5.33. De forma geral, novamente é evidenciado que os fatores mecânicos possuem um maior influência que os fatores topográficos, como foi dito na seção

5.1.2.2. As taxas de desgaste são uma ordem de grandeza maior quando a relação de durezas $H_c/H_e > 1$ correspondente a contra-corpos poliméricos.

Observa-se, também, que a taxa de desgaste possui uma relação linear com os parâmetros de rugosidade R_q e λ_q . Quando a R_q e λ_q aumentam a taxa de desgaste também aumenta. Adicionalmente observa-se que contra-corpos mais duros possuem maior sensibilidade às mudanças dos parâmetros R_q e λ_q . Como foi dito anteriormente contra-corpos mais rugosos aumentam a probabilidade de participação de partículas na interface e, assim, aumentam o número de eventos que levam a taxas maiores de desgaste.

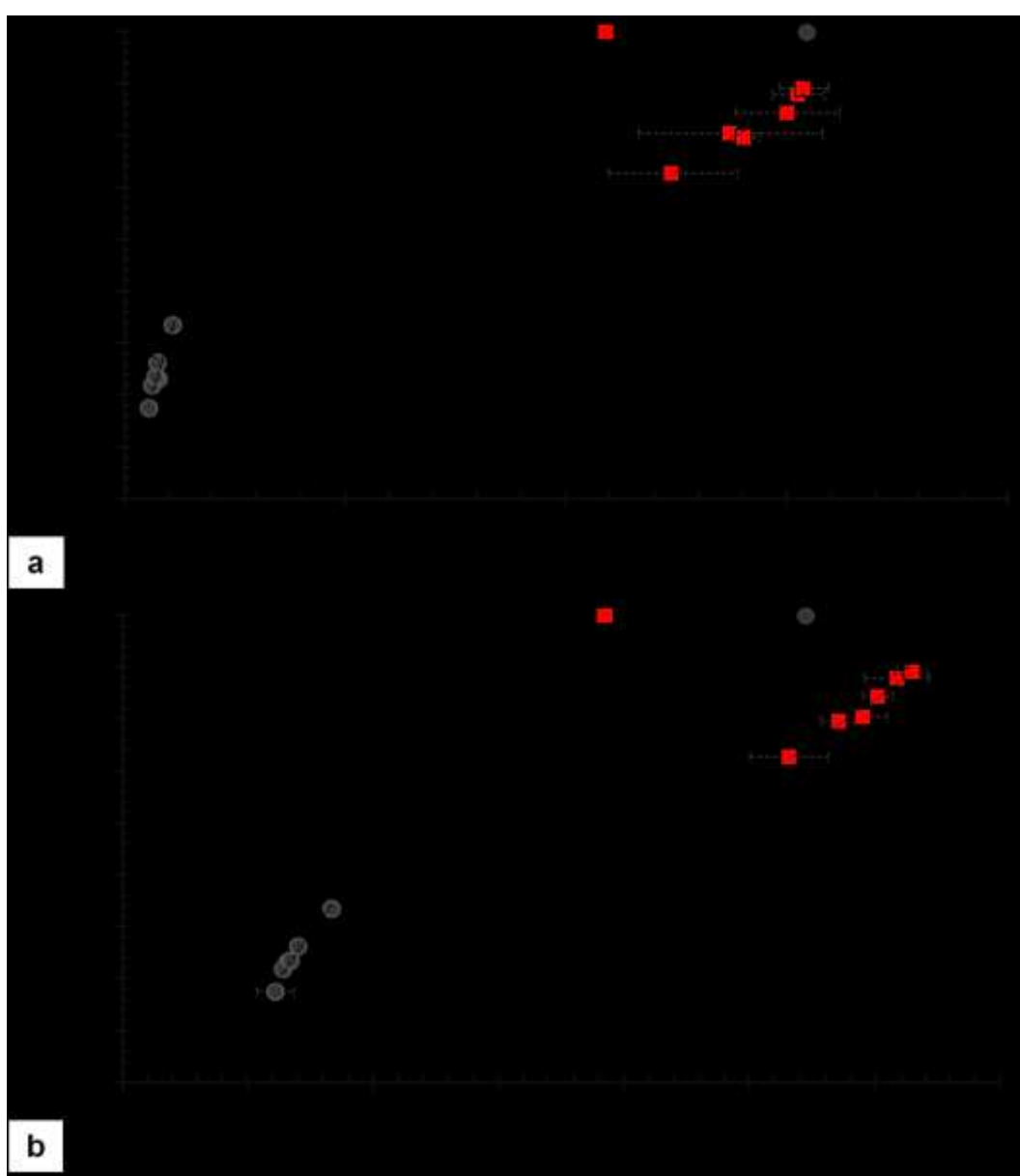


Figura 5.33 - Relação da taxa de desgaste do aço inox AISI 304 com a topográfica da superfície dos contra-corpos durante os testes micro-abrasivo-corrosivos. (a) R_q ; (b) λ_q

5.2.3 Considerações e conclusões preliminares

Ao fazer testes micro-abrasivo-corrosivos em aço inoxidável 304, usando partículas abrasivas de sílica e mudando a natureza do contra-corpo entre nitreto de silício (cerâmico) e polipropileno (polímero), observou-se uma predominância de deslizamento de partículas abrasivas na superfície do aço, sendo evidente a maior largura de sulcos para testes com contra-corpo de nitreto de silício.

As modificações da topografia dos contra-corpos não foram significativas quando comparadas com os ensaios de micro-abrasão. Para o PP os parâmetros aumentaram ao longo do tempo de trabalho do contra-corpo, enquanto que para o nitreto de silício diminuíram. Além disso, não foi criada tribocamada no contra-corpo polimérico, diferenciando dos ensaios somente micro-abrasivos.

Os testes feitos com contra-corpos cerâmicos de nitreto de silício possuem menor taxa de desgaste e coeficiente de atrito quando comparados com os testes com contra-corpos poliméricos de PP. Foi evidenciado através da densidade de corrente mínima de passivação (i_{pass}) que a remoção da camada passiva e o filme de $FeSO_4$ é menos efetiva nos testes com contra-corpos cerâmicos (i_{pass} menor), sendo mais efetivo o filme de $FeSO_4$ que diminui o coeficiente de atrito.

As taxas de desgaste foram maiores nos testes micro-abrasivo-corrosivos quando foram comparados com os testes micro-abrasivos. Atribuiu-se este resultado da metodologia dos testes, sendo testes contínuos para ensaios micro-abrasivo-corrosivos e em intervalos (acumulativos) de 15 min para testes micro-abrasivos. Desta forma Desgastes micro-abrasivos possuem taxas de desgaste mais elevadas quando o tempo total de teste foi desenvolvido de forma contínua que quando é desenvolvido de forma acumulada.

Os parâmetros de rugosidade R_q e λ_q mostraram uma relação linear com a taxa de desgaste para cada material do contra-corpo. Quando o R_q e/ou λ_q , de cada material do contra-corpo, aumentam a taxa de desgaste também aumenta. Esta relação dos parâmetros aparenta ter maior sensibilidade em testes micro-abrasivo-corrosivos que em testes micro-abrasivos.

CAPÍTULO VI

CONCLUSÕES

Modificações no equipamento de micro-brasão-corrosão e nova metodologia de calibração foram feitas. Objetivou-se obter uma maior sensibilidade na leitura das forças atuantes, o ruído máximo lido pela célula de carga foi diminuído uma ordem de grandeza: para a força normal, de 0.9 N passou a ser 0.08N, e, para força de atrito, de 0.01N passou para 0.009N.

O deslizamento das partículas abrasivas foi predominante nas calotas geradas em todos os testes realizados.

Os valores médios de taxa de desgaste, coeficiente de atrito e larguras de sulcos do deslizamento de partículas foram maiores nos testes micro-abrasivos que os valores apresentados em testes micro-abrasivos-corrosivos. Esta diferença foi atribuída principalmente ao filme de FeSO_4 gerado nas superfícies geradas dos ensaios micro-abrasivo-corrosivos e a sua constante regeneração durante os testes.

A natureza do tribofilme influencia o coeficiente de atrito independentemente do grau de pH da solução.

Desgastes micro-abrasivos possuem taxas de desgaste mais elevadas quando o tempo total de teste foi desenvolvido de forma contínua que quando é desenvolvido de forma acumulada.

Existe uma mudança nos valores médios da taxa de desgaste e coeficiente de atrito quando se mudou a natureza do contra-corpo, obtendo maior taxa de desgaste para testes feitos com contra-corpos poliméricos, porém apresentando os coeficientes de atrito menores. Estas mudanças possuem como parâmetro predominante a relação de dureza entre o corpo e o contra-corpo (H_c/H_e), que, por sua vez, influencia a quantidade de partículas que participam na interface.

A topografia de superfície do corpo e contra-corpo mostrou ter relação com a taxa de desgaste na micro-abrasão e micro-abrasão-corrosão. Topografias de superfície com parâmetros de rugosidade maiores apresentam taxas de desgaste maiores, sendo mais sensível na micro-abrasão-corrosão. Atribuiu-se que, com maiores valores dos parâmetros de rugosidade consegue-se maior efetividade no transporte e participação de partículas abrasivas no contato.

Na micro-abrasão, a topografia da superfície da amostra (gerada por lixamento) mostrou uma ligeira influência na taxa de desgaste, largura dos sulcos e coeficiente de atrito: amostras mais rugosas apresentaram maiores taxas de desgaste e menor coeficiente de atrito. Atribui-se este comportamento à efetividade das partículas abrasivas entrarem no contato. A topografia da superfície da amostra (gerada por lixamento) na micro-abrasão-corrosão influencia significativamente a taxa de desgaste e coeficiente de atrito quando foi variada a orientação dos sulcos gerados pelo lixamento, apresentando valores menores para sulcos com orientação perpendicular. A orientação dos sulcos afetou a dinâmica de remoção e regeneração da camada passiva e tribofilme de FeSO_4 , evidenciado pela corrente mínima de passivação, sendo menor para as orientações perpendiculares – maior resistência a corrosão, menor efetividade de remoção do filme.

Na micro-abrasão as mudanças topográficas da superfície dos contra-corpos foram evidenciadas ao comparar os parâmetros de rugosidade R_q e λ_q , diminuindo após o regime permanente (15 min). Na micro-abrasão-corrosão as modificações da topografia dos contra-corpos não foram significativas quando comparadas com os ensaios de micro-abrasão. Para o PP os parâmetros aumentaram ao longo do tempo de trabalho do contra-corpo, enquanto que para o nitreto de silício diminuíram. Além disso, foi criada uma tribocamada nos contra-corpos poliméricos nos ensaios micro-abrasivos, enquanto esta tribocamada não foi gerada nos testes micro-abrasivo-corrosivos.

CAPÍTULO VII

SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se dar continuidade ao estudo dos seguintes pontos:

- Foi evidenciado que, para o processo micro-abrasivo, a quantidade de eventos na superfície é relacionado com a taxa de desgaste e o podendo, inclusive, ser mais influente que a relação de dureza do corpo e contra-corpo para certas condições de teste. Sugere-se a continuidade e aprofundamento da pesquisa levando à obtenção de um modelo que relacione a topografia superficial, dureza dos pares, taxa de desgaste e participação de partículas abrasivas;
- A realização de testes com diferentes topografias iniciais do contra-corpo que amplie o conhecimento da relação da taxa de desgaste k com os parâmetros de rugosidade;
- As diferenças de endurecimento após os testes micro-abrasivos e micro-abrasivo-corrosivos para diferentes topografias iniciais da amostra não foram bem entendidas e explicadas. Neste sentido há a necessidade de explorar de forma mais ampla estes fenômenos;
- A natureza do filme gerado na superfície do corpo por diferentes meios eletrolíticos teve maior influência no coeficiente de atrito que o pH deste meio. Uma maior exploração destes resultados pode abrir uma nova linha de pesquisa;
- Para o PP, a relação entre sua topografia e taxa de desgaste na micro-abrasão é inversa àquelas apresentadas pelos demais contra-corpos. Uma pesquisa mais ampla para o entendimento deste fenômeno é recomendada, como a busca de outros materiais com este comportamento.

CAPÍTULO VII

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABBASI, M.; KHEIRANDISH, S.; KHARRAZI, Y.; HEJAZI, J. On the comparison of the abrasive wear behavior of aluminum alloyed and standard Hadfield steels. **Wear**, v. 268, n. 1–2, p. 202-207, 2010. ISSN 0043-1648.

ABNT. **Grãos abrasivos aplicados em lixas - Ensaio - Método de ensaio**. Rio de Janeiro: Associação Brasileira de Normas Técnicas ABNT: 20 p. 1990.

_____. **Materiais metálicos - Ensaio de dureza Rockwell Parte 1: Método de ensaio (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)**. Rio de Janeiro: Associação Brasileira de Normas Técnicas ABNT: 27 p. 2008.

ADACHI, K.; HUTCHINGS, I. M. Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test. **Wear**, v. 255, n. 1–6, p. 23-29, 2003. ISSN 0043-1648.

_____. Sensitivity of wear rates in the micro-scale abrasion test to test conditions and material hardness. **Wear**, v. 258, n. 1–4, p. 318-321, 2005. ISSN 0043-1648.

ALCALÁ, J.; BARONE, A. C.; ANGLADA, M. The influence of plastic hardening on surface deformation modes around Vickers and spherical indents. **Acta Materialia**, v. 48, n. 13, p. 3451-3464, 2000/08/01/ 2000. ISSN 1359-6454.

ALLEN, C.; BALL, A.; PROTHEROE, B. E. The abrasive-corrosive wear of stainless steels. **Wear**, v. 74, n. 2, p. 287-305, 1981. ISSN 0043-1648.

ALLSOPP, D. N.; TREZONA, R. I.; HUTCHINGS, I. M. The effects of ball surface condition in the micro-scale abrasive wear test. **Tribology Letters**, v. 5, n. 4, p. 259-264, 1998. ISSN 1573-2711.

ARDILA, M. A. N. **Influência do nióbio na textura e resistência à corrosão de aços inoxidáveis ferríticos em ambientes aerados e desaerados**. 2013. 108 f. Dissertação Mestrado em Engenharia Mecânica - Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e engenharia dos materiais**. Cengage Learning, 2008. ISBN 9788522105984.

AXÉN, N.; JACOBSON, S.; HOGMARK, S. Influence of hardness of the counterbody in three-body abrasive wear — an overlooked hardness effect. **Tribology International**, v. 27, n. 4, p. 233-241, 1994/08/01 1994. ISSN 0301-679X.

BALA, H. The corrosion of iron in sulphate solutions at pH = 0–2. **Electrochimica Acta**, v. 29, n. 1, p. 119-129, 1984/01/01/ 1984. ISSN 0013-4686.

BARBUCCI, A.; CERISOLA, G.; CABOT, P. L. Effect of Cold-Working in the Passive Behavior of 304 Stainless Steel in Sulfate Media. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 149, n. 12, p. B534-B542, December 1, 2002 2002.

BATENI, M. R.; SZPUNAR, J. A.; WANG, X.; LI, D. Y. The effect of wear and corrosion on internal crystalline texture of carbon steel and stainless steel. **Wear**, v. 259, n. 1–6, p. 400-404, 2005. ISSN 0043-1648.

BATENI, M. R.; SZPUNAR, J. A.; WANG, X.; LI, D. Y. Wear and corrosion wear of medium carbon steel and 304 stainless steel. **Wear**, v. 260, n. 1–2, p. 116-122, 2006. ISSN 0043-1648.

BATISTA, J. C. A.; MATTHEWS, A.; GODOY, C. Micro-abrasive wear of PVD duplex and single-layered coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 142–144, p. 1137-1143, 2001. ISSN 0257-8972.

BELFROUH, A.; MASSON, C.; VOUAGNER, D.; DE BECDELIEVRE, A. M.; PRAKASH, N. S.; AUDOUARD, J. P. The cumulative effect of alloying elements N, W, Mo and Cu on the corrosion behaviour of 17Cr-13Ni stainless steel in 2 N H₂SO₄. **Corrosion Science**, v. 38, n. 10, p. 1639-1648, 1996. ISSN 0010-938X.

BELLO, J. O.; WOOD, R. J. K.; WHARTON, J. A. Synergistic effects of micro-abrasion–corrosion of UNS S30403, S31603 and S32760 stainless steels. **Wear**, v. 263, n. 1–6, p. 149-159, 2007. ISSN 0043-1648.

BHUSHAN, B.; GUPTA, B. K. **Handbook of Tribology: Materials, Coatings, and Surface Treatments**. Krieger Publishing Company, 1997. ISBN 9781575240503.

BIEFER, G. J. Effects of alloying on polarization and corrosion of Type 430 stainless steel. **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 9, n. 4, p. 537-550, 1970/10/01 1970. ISSN 0008-4433.

BLACKADDER, D. A. **Some aspects of basic polymer science**. Chemical Society, 1975. ISBN 9780851869391.

BOX, G. E. P.; HUNTER, J. S.; HUNTER, W. G. **Statistics for experimenters : design, innovation, and discovery**. Hoboken, NJ: Wiley-Interscience, 2005. ISBN 0471718130 9780471718130.

BOZZI, A. C.; DE MELLO, J. D. B. Wear resistance and wear mechanisms of WC–12%Co thermal sprayed coatings in three-body abrasion. **Wear**, v. 233–235, p. 575-587, 1999. ISSN 0043-1648.

BREGLIOZZI, G.; DI SCHINO, A.; KENNY, J. M.; HAEFKE, H. The influence of atmospheric humidity and grain size on the friction and wear of AISI 304 austenitic stainless steel. **Materials Letters**, v. 57, n. 29, p. 4505-4508, 2003. ISSN 0167-577X.

BURSTEIN, G. T.; PISTORIUS, P. C. Surface Roughness and the Metastable Pitting of Stainless Steel in Chloride Solutions. **CORROSION**, v. 51, n. 5, p. 380-385, 1995/05/01 1995. ISSN 0010-9312.

BURWELL, J. T. Survey of possible wear mechanisms. **Wear**, v. 1, n. 2, p. 119-141, 1957/10/01/ 1957. ISSN 0043-1648.

ÇALIŞKAN, H. Effect of test parameters on the micro-abrasion behavior of PVD CrN coatings. **Measurement**, v. 55, p. 444-451, 2014. ISSN 0263-2241.

CALLISTER, W. D. **Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales**. Reverté, 2002. ISBN 9788429172539.

CASSU, S. N.; FELISBERTI, M. I. Comportamento dinâmico-mecânico e relaxações em polímeros e blendas poliméricas. **Química Nova**, v. 28, p. 255-263, 2005. ISSN 0100-4042.

CHALLA, G. **Polymer Chemistry: An Introduction**. Ellis Horwood, 1993. ISBN 9780134896915.

COSTA, H. L.; ARDILA, M. A. N.; LABIAPARI, W. S.; SILVA, W. M.; DE MELLO, J. D. B. Effect of surface topography on the dynamics of the abrasive particles during micro-abrasion. **Wear**, v. 324–325, p. 129-139, 2015. ISSN 0043-1648.

COZZA, R. C.; DE MELLO, J. D. B.; TANAKA, D. K.; SOUZA, R. M. Relationship between test severity and wear mode transition in micro-abrasive wear tests. **Wear**, v. 263, n. 1–6, p. 111-116, 2007. ISSN 0043-1648.

COZZA, R. C.; TANAKA, D. K.; SOUZA, R. M. Friction coefficient and abrasive wear modes in ball-cratering tests conducted at constant normal force and constant pressure—Preliminary results. **Wear**, v. 267, n. 1–4, p. 61-70, 2009. ISSN 0043-1648.

_____. Friction coefficient and wear mode transition in micro-scale abrasion tests. **Tribology International**, v. 44, n. 12, p. 1878-1889, 2011. ISSN 0301-679X.

CRAWFORD, R. J. **Plastics Engineering**. Elsevier Science, 2013. ISBN 9780080952109.

DA SILVA, W. M. **Simulação do Desgaste Abrasivo via Interações Múltiplas**. 2008. 177 f. Tesis Doutorado - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

DA SILVA, W. M.; COSTA, H. L.; DE MELLO, J. D. B. Transitions in abrasive wear mechanisms: Effect of the superimposition of interactions. **Wear**, v. 271, n. 5–6, p. 977-986, 2011. ISSN 0043-1648.

DA SILVA, W. M.; DE MELLO, J. D. B. Using parallel scratches to simulate abrasive wear. **Wear**, v. 267, n. 11, p. 1987-1997, 2009. ISSN 0043-1648.

DAVIS, J. R.; COMMITTEE, A. S. M. I. H. **Stainless Steels**. ASM International, 1994. ISBN 9780871705037.

DAWKINS, J. V. **Developments in Polymer Characterization**. Springer, 1986. ISBN 9780853344018.

DE FRUTOS, A.; ARENAS, M. A.; FUENTES, G. G.; RODRÍGUEZ, R. J.; MARTÍNEZ, R.; AVELAR-BATISTA, J. C.; DE DAMBORENEA, J. J. Tribocorrosion behaviour of duplex

surface treated AISI 304 stainless steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 204, n. 9–10, p. 1623-1630, 2010. ISSN 0257-8972.

DE MELLO, J. D. B.; LABIAPARI, W. S.; ARDILA, M. A. N.; OLIVEIRA, S. A. G.; COSTA, H. L. Strain Hardening: Can it Affect Abrasion Resistance? **Tribology Letters**, v. 65, n. 2, p. 67, 2017. ISSN 1573-2711.

DELVA, L.; RAGAERT, K.; DEGRIECK, J.; CARDON, L. The Effect of Multiple Extrusions on the Properties of Montmorillonite Filled Polypropylene. **Polymers**, v. 6, n. 12, p. 2912, 2014. ISSN 2073-4360.

DENG, S.; HOU, M.; YE, L. Temperature-dependent elastic moduli of epoxies measured by DMA and their correlations to mechanical testing data. **Polymer Testing**, v. 26, n. 6, p. 803-813, 2007. ISSN 0142-9418.

DO NASCIMENTO, I. V.; SILVA, L. V.; DE MEDEIROS, J. S.; DA SILVA, R. C. L.; DE MEDEIROS, J. T. N. In: 20TH INTERNATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING, COBEM, 2009. Gramado, RS, Brazil. ABCM. **Sphere-plan contact of metal-polymer: hertz model x experiment.**

DONG, W. P.; SULLIVAN, P. J.; STOUT, K. J. Comprehensive study of parameters for characterising three- dimensional surface topography. **Wear**, v. 178, n. 1, p. 29-43, 1994/11/01 1994. ISSN 0043-1648.

DWIVEDI, U. K.; CHAND, N. Influence of Fibre Orientation on Friction and Sliding Wear Behaviour of Jute Fibre Reinforced Polyester Composite. **Applied Composite Materials**, v. 16, n. 2, p. 93-100, April 01 2009. ISSN 1573-4897.

ELAYAPERUMAL, K.; DE, P. K.; BALACHANDRA, J. Passivity of Type 304 Stainless Steel–Effect of Plastic Deformation. **CORROSION**, v. 28, n. 7, p. 269-273, 1972/07/01 1972. ISSN 0010-9312.

FANG, L.; ZHOU, Q. D.; LI, Y. J. An explanation of the relation between wear and material hardness in three-body abrasion. **Wear**, v. 151, n. 2, p. 313-321, 1991/12/20 1991. ISSN 0043-1648.

FELDER, E.; BUCAILLE, J. L. Chapter 2 - Mechanical Analysis of the Scratching of Metals and Polymers at Moderate and Large Strains. In: SUJEET, S. (Ed.). **Tribology and Interface Engineering Series**: Elsevier, v. Volume 51, 2006. p.22-55. ISBN 1572-3364.

FENG, J.; GUO, Z. Temperature-frequency-dependent mechanical properties model of epoxy resin and its composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 85, p. 161-169, 2016. ISSN 1359-8368.

FERNANDES, F.; RAMALHO, A.; LOUREIRO, A.; CAVALEIRO, A. Mapping the micro-abrasion resistance of a Ni-based coating deposited by PTA on gray cast iron. **Wear**, v. 292–293, p. 151-158, 2012. ISSN 0043-1648.

FERRER, F.; IDRISSE, H.; MAZILLE, H.; FLEISCHMANN, P.; LABEEUW, P. A study of abrasion–corrosion of AISI 304L austenitic stainless steel in saline solution using acoustic emission technique. **NDT & E International**, v. 33, n. 6, p. 363-371, 2000. ISSN 0963-8695.

FINŠGAR, M.; MILOŠEV, I. Corrosion behaviour of stainless steels in aqueous solutions of methanesulfonic acid. **Corrosion Science**, v. 52, n. 7, p. 2430-2438, 2010. ISSN 0010-938X.

FLORIANOVICH, G. M.; SOKOLOVA, L. A.; KOLOTYRKIN, Y. M. On the mechanism of the anodic dissolution of iron in acid solutions. **Electrochimica Acta**, v. 12, n. 7, p. 879-887, 1967/07/01/ 1967. ISSN 0013-4686.

FONTANA, M. G. **Corrosion Engineering**. McGraw-Hill, 1986. ISBN 9780070214637.

FULTON, D. **Aplication Note 106. Reducing Motor Drive Line Noise**: Danaher Motion. 2: 11 p. 1996.

GADELMAWLA, E. S.; KOURA, M. M.; MAKSOUD, T. M. A.; ELEWA, I. M.; SOLIMAN, H. H. Roughness parameters. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 123, n. 1, p. 133-145, 2002/04/10/ 2002. ISSN 0924-0136.

GAHR, K. H. Z. **Microstructure and Wear of Materials**. Elsevier Science, 1987. ISBN 9780080875743.

GATES, J. D. Two-body and three-body abrasion: A critical discussion. **Wear**, v. 214, n. 1, p. 139-146, 1998/01/01 1998. ISSN 0043-1648.

GENTIL, V. **Corrosão**. LTC, 2007. ISBN 9788521618041.

GUTMAN, E. M.; SOLOVIOFF, G.; ELIEZER, D. The mechanochemical behavior of type 316L stainless steel. **Corrosion Science**, v. 38, n. 7, p. 1141-1145, 1996/07/01 1996. ISSN 0010-938X.

HASHMI, S. A. R.; NEOGI, S.; PANDEY, A.; CHAND, N. Sliding wear of PP/UHMWPE blends: effect of blend composition. **Wear**, v. 247, n. 1, p. 9-14, 2001/01/01/ 2001. ISSN 0043-1648.

HERMAS, A. A.; OGURA, K.; ADACHI, T. Accumulation of copper layer on a surface in the anodic polarization of stainless steel containing Cu at different temperatures. **Electrochimica Acta**, v. 40, n. 7, p. 837-844, 1995/05/01 1995. ISSN 0013-4686.

HONG, T.; NAGUMO, M. Effect of surface roughness on early stages of pitting corrosion of Type 301 stainless steel. **Corrosion Science**, v. 39, n. 9, p. 1665-1672, 1997/09/01 1997. ISSN 0010-938X.

HUANG, C.; ZOU, B.; LIU, Y.; ZHANG, S.; HUANG, C.; LI, S. Study on friction characterization and wear-resistance properties of Si₃N₄ ceramic sliding against different high-temperature alloys. **Ceramics International**, v. 42, n. 15, p. 17210-17221, 2016. ISSN 0272-8842.

HUTCHINGS, I. M. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials**. Edward Arnold, 1992. ISBN 9780340561843.

HUTCHINGS, I. M.; SHIPWAY, P. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. 1992.

ISO, I. S. **Surface Texture: Profile Method – Terms, Definitions and Surface Texture Parameters**. Geometrical Product Specifications (GPS): International Standard ISO. 4287 1997.

IVERSEN, A.; LEFFLER, B. 3.04 - Aqueous Corrosion of Stainless Steels A2 - Cottis, Bob. In: GRAHAM, M.; LINDSAY, R., *et al* (Ed.). **Shreir's Corrosion**. Oxford: Elsevier, 2010. p.1802-1878. ISBN 978-0-444-52787-5. <https://doi.org/10.1016/B978-044452787-5.00091-3>

JAVADIAN, S.; DARBASIZADEH, B.; YOUSEFI, A.; EKTEFA, F.; DALIR, N.; KAKEMAM, J. Dye-surfactant aggregates as corrosion inhibitor for mild steel in NaCl medium: Experimental and theoretical studies. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 71, p. 344-354, 2017. ISSN 1876-1070.

JOHNSON, K. L. **Contact Mechanics**. Cambridge University Press, 1987. ISBN 9780521347969.

KATTAMIS, T. Z.; CHEN, M.; SKOLIANOS, S.; CHAMBERS, B. V. Effect of residual stresses on the strength, adhesion and wear resistance of SiC coatings obtained by plasma-enhanced chemical vapor deposition on low alloy steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 70, n. 1, p. 43-48, 1994/11/01/ 1994. ISSN 0257-8972.

KOLESNICHENKO, L. F.; TRUSHKO, P. V. Formation of boundary layers during friction in the presence of sulfur. **Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, v. 9, n. 12, p. 993-997, 1970. ISSN 1573-9066.

KORPELA, T.; SUVANTO, M.; PAKKANEN, T. T. Wear and friction behavior of polyacetal surfaces with micro-structure controlled surface pressure. **Wear**, v. 328, p. 262-269, 2015/04/15/ 2015. ISSN 0043-1648.

KRELLING, A. P.; DA COSTA, C. E.; MILAN, J. C. G.; ALMEIDA, E. A. S. Micro-abrasive wear mechanisms of borided AISI 1020 steel. **Tribology International**, v. 111, p. 234-242, 2017. ISSN 0301-679X.

KUSANO, Y.; HUTCHINGS, I. M. Sources of variability in the free-ball micro-scale abrasion test. **Wear**, v. 258, n. 1–4, p. 313-317, 2005. ISSN 0043-1648.

LABIAPARI, W. S. **Abrasão-corrosão em aços inoxidáveis ferríticos**. 2015. 211 f. Tese Doutorado em Engenharia Mecânica - Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia.

LABIAPARI, W. S.; ARDILA, M. A. N.; COSTA, H. L.; DE MELLO, J. D. B. Micro abrasion-corrosion of ferritic stainless steels. **Wear**, v. 376–377, Part B, p. 1298-1306, 2017. ISSN 0043-1648.

LAFON-PLACETTE, S.; DELBÉ, K.; DENAPE, J.; FERRATO, M. Tribological characterization of silicon carbide and carbon materials. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 35, n. 4, p. 1147-1159, 2015. ISSN 0955-2219.

LANDOLT, D.; MISCHLER, S.; STEMP, M.; BARRIL, S. Third body effects and material fluxes in tribocorrosion systems involving a sliding contact. **Wear**, v. 256, n. 5, p. 517-524, 2004. ISSN 0043-1648.

LEE, H.-S.; KIM, D.-S.; JUNG, J.-S.; PYOUN, Y.-S.; SHIN, K. Influence of peening on the corrosion properties of AISI 304 stainless steel. **Corrosion Science**, v. 51, n. 12, p. 2826-2830, 2009. ISSN 0010-938X.

LEFFLER, B. Stainless steels and their properties. **AvestaPolarit AB**, p. 1-45, 1996.

LLEWELLYN, D.; HUDD, R. **Steels: Metallurgy and Applications**. Elsevier Science, 1998. ISBN 9780080517766.

LORANDI, N. P. Dynamic Mechanical Analysis (DMA) of Polymeric Composite Materials. **Scientia cum Industria**, v. 4, n. 1, 2016.

LORENZI, R. F. D. L.; PEROTTONI, C. A.; ZORZI, J. E. Adaptação de um equipamento para ensaios de desgaste de materiais cerâmicos. **Cerâmica**, v. 56, p. 315-319, 2010. ISSN 0366-6913.

MAZZA, B.; PEDEFERRI, P.; SINIGAGLIA, D.; CIGADA, A.; FUMAGALLI, G.; RE, G. Electrochemical and corrosion behaviour of work-hardened commercial austenitic stainless steels in acid solutions. **Corrosion Science**, v. 19, n. 7, p. 907-921, 1979/01/01 1979. ISSN 0010-938X.

MCCRUM, N. G.; BUCKLEY, C. P.; BUCKNALL, C. B. **Principles of Polymer Engineering**. Oxford University Press, 1997. ISBN 9780198565260.

MENARD, K. P. **Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction, Second Edition**. CRC Press, 2008. ISBN 9781420053135. <https://doi.org/10.1201/9781420053135>

MISCHLER, S.; DEBAUD, S.; LANDOLT, D. Wear-Accelerated Corrosion of Passive Metals in Tribocorrosion Systems. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 145, n. 3, p. 750-758, March 1, 1998 1998.

MISCHLER, S.; ROSSET, E.; STACHOWIAK, G. W.; LANDOLT, D. Effect of sulphuric acid concentration on the rate of tribocorrosion of iron. **Wear**, v. 167, n. 2, p. 101-108, 1993/08/02 1993. ISSN 0043-1648.

MIYOSHI, K. Studies of mechanochemical interactions in the tribological behavior of materials. **Surface and Coatings Technology**, v. 43, p. 799-812, 1990/12/10 1990. ISSN 0257-8972.

MORAES, S. R. P.; OLIVEIRA, A. R. L.; SOUZA, J. F.; ALVES, J. D. Avaliação de polímeros termoplásticos recicláveis como materiais componentes de telhas e tijolos. **Enciclopédia Biosfera / Centro Científico Conhecer**, v. 6, n. 11, p. 14, 2010. ISSN 2317-2606.

PERRET, J.; BOEHM-COURJAULT, E.; CANTONI, M.; MISCHLER, S.; BEAUDOUIN, A.; CHITTY, W.; VERNOT, J. P. EBSD, SEM and FIB characterisation of subsurface deformation during tribocorrosion of stainless steel in sulphuric acid. **Wear**, v. 269, n. 5-6, p. 383-393, 2010. ISSN 0043-1648.

PISTORIUS, P. C.; BURSTEIN, G. T. Metastable Pitting Corrosion of Stainless Steel and the Transition to Stability. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Physical and Engineering Sciences**, v. 341, n. 1662, p. 531-559, 1992.

POOLEY, C. M.; TABOR, D. Friction and Molecular Structure: The Behaviour of Some Thermoplastics. **Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences**, v. 329, n. 1578, p. 251-274, 1972. <https://doi.org/10.1098/rspa.1972.0112>

QIAO, Y. X.; ZHENG, Y. G.; OKAFOR, P. C.; KE, W. Electrochemical behaviour of high nitrogen bearing stainless steel in acidic chloride solution: Effects of oxygen, acid concentration and surface roughness. **Electrochimica Acta**, v. 54, n. 8, p. 2298-2304, 2009. ISSN 0013-4686.

RABINOWICZ, E.; DUNN, L. A.; RUSSELL, P. G. A study of abrasive wear under three-body conditions. **Wear**, v. 4, n. 5, p. 345-355, 1961/09/01/ 1961. ISSN 0043-1648.

REVIE, R. W.; UHLIG, H. H. **Uhlig's Corrosion Handbook**. Wiley, 2011. ISBN 9780470080320. <https://doi.org/10.1002/9780470872864>

ROBERGE, P. R. **Corrosion Engineering**. McGraw-Hill New York, NY, USA:, 2008. ISBN 0071482431.

RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M. A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. **Surface and Coatings Technology**, v. 79, n. 1, p. 231-239, 1996/02/01 1996. ISSN 0257-8972.

SADIQ, K.; BLACK, R. A.; STACK, M. M. Bio-tribocorrosion mechanisms in orthopaedic devices: Mapping the micro-abrasion–corrosion behaviour of a simulated CoCrMo hip replacement in calf serum solution. **Wear**, v. 316, n. 1–2, p. 58-69, 2014. ISSN 0043-1648.

SANTOS, M. B.; LABIAPARI, W. S.; ARDILA, M. A. N.; DA SILVA, W. M.; DE MELLO, J. D. B. Abrasion–corrosion: New insights from force measurements. **Wear**, v. 332-333, p. 1206-1214, 2015. ISSN 00431648.

SASAKI, K.; BURSTEIN, G. T. The generation of surface roughness during slurry erosion-corrosion and its effect on the pitting potential. **Corrosion Science**, v. 38, n. 12, p. 2111-2120, 1996/12/01 1996. ISSN 0010-938X.

SAUER, J. A.; MARIN, J.; HSIAO, C. C. Creep and Damping Properties of Polystyrene. **Journal of Applied Physics**, v. 20, n. 6, p. 507-517, 1949. <https://doi.org/10.1063/1.1698418>

SCHAEFFLER, A. L. Constitution diagram for stainless-steel weld metal. 2. Schaeffler diagram. **Metal progress**, v. 106, n. 1, p. 227-227, 1974. ISSN 0026-0665.

SCHIFFMANN, K. I.; BETHKE, R.; KRISTEN, N. Analysis of perforating and non-perforating micro-scale abrasion tests on coated substrates. **Surface and Coatings Technology**, v. 200, n. 7, p. 2348-2357, 2005/12/21/ 2005. ISSN 0257-8972.

SEO, M.; HULTQUIST, G.; LEYGRAF, C.; SATO, N. The influence of minor alloying elements (Nb, Ti and Cu) on the corrosion resistivity of ferritic stainless steel in sulfuric acid solution. **Corrosion Science**, v. 26, n. 11, p. 949-960, 1986. ISSN 0010-938X.

SHIPWAY, P. H. The role of test conditions on the microabrasive wear behaviour of soda-lime glass. **Wear**, v. 233–235, p. 191-199, 1999. ISSN 0043-1648.

_____. A mechanical model for particle motion in the micro-scale abrasion wear test. **Wear**, v. 257, n. 9–10, p. 984-991, 2004. ISSN 0043-1648.

SHIPWAY, P. H.; HODGE, C. J. B. Microabrasion of glass – the critical role of ridge formation. **Wear**, v. 237, n. 1, p. 90-97, 2000. ISSN 0043-1648.

SHIPWAY, P. H.; HOWELL, L. Microscale abrasion–corrosion behaviour of WC–Co hardmetals and HVOF sprayed coatings. **Wear**, v. 258, n. 1, p. 303-312, 2005/01/01/ 2005. ISSN 0043-1648.

SILVA, F. J. G.; CASAIS, R. B.; MARTINHO, R. P.; BAPTISTA, A. P. M. Role of abrasive material on micro-abrasion wear tests. **Wear**, v. 271, n. 9–10, p. 2632-2639, 2011. ISSN 0043-1648.

SINGH, A.; LIN, Y.; OBOT, I. B.; EBENSO, E. E.; ANSARI, K. R.; QURAISHI, M. A. Corrosion mitigation of J55 steel in 3.5% NaCl solution by a macrocyclic inhibitor. **Applied Surface Science**, v. 356, p. 341-347, 2015/11/30/ 2015. ISSN 0169-4332.

SINNETT-JONES, P. E.; WHARTON, J. A.; WOOD, R. J. K. Micro-abrasion–corrosion of a CoCrMo alloy in simulated artificial hip joint environments. **Wear**, v. 259, n. 7–12, p. 898-909, 2005. ISSN 0043-1648.

SONG, G. Transpassivation of Fe–Cr–Ni stainless steels. **Corrosion Science**, v. 47, n. 8, p. 1953-1987, 2005. ISSN 0010-938X.

STACHOWIAK, G.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. Elsevier Science, 2013. ISBN 9780123977762.

STACHOWIAK, G. B.; STACHOWIAK, G. W. The effects of particle characteristics on three-body abrasive wear. **Wear**, v. 249, n. 3–4, p. 201-207, 2001. ISSN 0043-1648.

STACHOWIAK, G. W. **Wear: Materials, Mechanisms and Practice**. Wiley, 2006. ISBN 9780470017012.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. 16 - Wear of Non-Metallic Materials. In: (Ed.). **Engineering Tribology (Third Edition)**. Burlington: Butterworth-Heinemann, 2006. p.651-704. ISBN 978-0-7506-7836-0.

STACK, M. M.; JAWAN, H.; MATHEW, M. T. On the construction of micro-abrasion maps for a steel/polymer couple in corrosive environments. **Tribology International**, v. 38, n. 9, p. 848-856, 2005. ISSN 0301-679X.

STACK, M. M.; MATHEW, M. Micro-abrasion transitions of metallic materials. **Wear**, v. 255, n. 1–6, p. 14-22, 2003. ISSN 0043-1648.

Standard Terminology for Plastics: Dynamic Mechanical Properties. ASTM International 2013.

STOUT, K. J. **Development of Methods for the Characterisation of Roughness in Three Dimensions**. Penton Press, 2000. ISBN 9781857180237.

SUN, D.; WHARTON, J. A.; WOOD, R. J. K. Micro-abrasion mechanisms of cast CoCrMo in simulated body fluids. **Wear**, v. 267, n. 11, p. 1845-1855, 2009/10/29/ 2009. ISSN 0043-1648.

SUN, Y.; BAILEY, R. Improvement in tribocorrosion behavior of 304 stainless steel by surface mechanical attrition treatment. **Surface and Coatings Technology**, v. 253, p. 284-291, 2014. ISSN 0257-8972.

SUN, Y.; RANA, V. Tribocorrosion behaviour of AISI 304 stainless steel in 0.5 M NaCl solution. **Materials Chemistry and Physics**, v. 129, n. 1–2, p. 138-147, 2011. ISSN 0254-0584.

TABOR, D. The physical meaning of indentation and scratch hardness. **British Journal of Applied Physics**, v. 7, n. 5, p. 159, 1956. ISSN 0508-3443.

TAYLOR, D. W.; SCULLY, J. R. Electrochemical Methods of Corrosion Testing. In: (Ed.). **Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection**: American Society for Metals, v.13, 1987. (ASM Handbook).

THAKARE, M. R.; WHARTON, J. A.; WOOD, R. J. K.; MENDER, C. Exposure effects of strong alkaline conditions on the microscale abrasion–corrosion of D-gun sprayed WC–10Co–4Cr coating. **Tribology International**, v. 41, n. 7, p. 629-639, 2008. ISSN 0301-679X.

TOPPO, V.; SINGH, S. B.; RAY, K. K. Wear resistance of annealed plain carbon steels in pre-strained condition. **Wear**, v. 266, n. 9–10, p. 907-916, 2009. ISSN 0043-1648.

TREZONA, R. I.; ALLSOPP, D. N.; HUTCHINGS, I. M. Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test. **Wear**, v. 225–229, Part 1, p. 205-214, 1999. ISSN 0043-1648.

TREZONA, R. I.; HUTCHINGS, I. M. Three-body abrasive wear testing of soft materials. **Wear**, v. 233–235, p. 209-221, 1999. ISSN 0043-1648.

TURI, E. **Thermal Characterization of Polymeric Materials**. Elsevier Science, 2012. ISBN 9780323141888.

USMAN, B. J.; UMOREN, S. A.; GASEM, Z. M. Inhibition of API 5L X60 steel corrosion in CO₂-saturated 3.5% NaCl solution by tannic acid and synergistic effect of KI additive. **Journal of Molecular Liquids**, v. 237, p. 146-156, 2017. ISSN 0167-7322.

VERSPUI, M. A.; DE WITH, G.; VAN DER VARST, P. G. T.; BUIJS, M. Bed thickness and particle size distribution in three-body abrasion. **Wear**, v. 188, n. 1, p. 102-107, 1995/09/01/ 1995. ISSN 0043-1648.

WANG, J. Q.; LI, J.; WANG, Z. F.; ZHU, Z. Y.; KE, W.; WANG, Z. G.; ZANG, Q. S. Influence of loading frequency on transient current behavior of Fe • 26Cr • 1Mo during low cycle corrosion fatigue in 1M H₂SO₄ and 0.6M NaCl solutions. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 29, n. 11, p. 1415-1420, 1993/12/01 1993. ISSN 0956-716X.

WANG, Y.; CHENG, G.; WU, W.; QIAO, Q.; LI, Y.; LI, X. Effect of pH and chloride on the micro-mechanism of pitting corrosion for high strength pipeline steel in aerated NaCl solutions. **Applied Surface Science**, v. 349, p. 746-756, 2015/09/15/ 2015. ISSN 0169-4332.

WANG, Y.; ZHANG, L.; XIAO, J.; CHEN, W.; FENG, C.; GAN, X.; ZHOU, K. The tribo-corrosion behavior of Cu-9 wt% Ni-6 wt% Sn alloy. **Tribology International**, v. 94, p. 260-268, 2016. ISSN 0301-679X.

WANG, Z.; LI, Y.; HUANG, W.; CHEN, X.; HE, H. Micro-abrasion–corrosion behaviour of a biomedical Ti–25Nb–3Mo–3Zr–2Sn alloy in simulated physiological fluid. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 63, p. 361-374, 2016. ISSN 1751-6161.

WIROJANUPATUMP, S.; SHIPWAY, P. H. Abrasion of mild steel in wet and dry conditions with the rubber and steel wheel abrasion apparatus. **Wear**, v. 239, n. 1, p. 91-101, 2000. ISSN 0043-1648.

WOLYNEC, S. **Técnicas Eletroquímicas em Corrosão Vol. 49**. EDUSP, 2003. ISBN 9788531407499.

WOOD, R. J. K.; SUN, D.; THAKARE, M. R.; DE FRUTOS ROZAS, A.; WHARTON, J. A. Interpretation of electrochemical measurements made during micro-scale abrasion-corrosion. **Tribology International**, v. 43, n. 7, p. 1218-1227, 2010. ISSN 0301-679X.

WOOD, R. J. K.; THAKARE, M. R. 5 - Abrasion-corrosion mechanisms of implant materials A2 - Yan, Yu. In: (Ed.). **Bio-Tribocorrosion in Biomaterials and Medical Implants**: Woodhead Publishing, 2013. p.111-130a. ISBN 978-0-85709-540-4.

WU, P.-Q.; CELIS, J. P. Electrochemical noise measurements on stainless steel during corrosion–wear in sliding contacts. **Wear**, v. 256, n. 5, p. 480-490, 2004. ISSN 0043-1648.

WYPYCH, G. PA-6,6 polyamide-6,6. In: (Ed.). **Handbook of Polymers (Second Edition)**: ChemTec Publishing, 2016a. p.221-226. ISBN 978-1-895198-92-8.

_____. POM polyoxymethylene. In: (Ed.). **Handbook of Polymers (Second Edition)**: ChemTec Publishing, 2016b. p.490-496. ISBN 978-1-895198-92-8.

_____. PP polypropylene. In: (Ed.). **Handbook of Polymers (Second Edition)**: ChemTec Publishing, 2016c. p.497-504. ISBN 978-1-895198-92-8.

XIA, L.; LI, G. The frictional behavior of DLC films against bearing steel balls and Si₃N₄ balls in different humid air and vacuum environments. **Wear**, v. 264, n. 11–12, p. 1077-1084, 2008. ISSN 0043-1648.

XU, J.; WU, X.; HAN, E.-H. Acoustic emission during the electrochemical corrosion of 304 stainless steel in H₂SO₄ solutions. **Corrosion Science**, v. 53, n. 1, p. 448-457, 2011. ISSN 0010-938X.

YAN, W.; FANG, L.; SUN, K.; XU, Y. Effect of surface work hardening on wear behavior of Hadfield steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 460–461, p. 542-549, 2007. ISSN 0921-5093.

ZATKALÍKOVÁ, V.; LIPTÁKOVÁ, T. Pitting corrosion of stainless steel at the various surface treatment. **Materials Engineering-Materiálové inžinierstvo (MEMI)**, v. 18, n. 4, p. 115-120, 2011. ISSN 1338-6174.