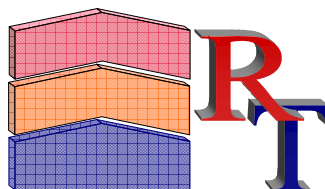


UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Tese de Doutorado



**“Recobrimento Tribológico Cr-N e Nitretação a Plasma para
Melhoria da Resistência à Erosão Cavitação de um Aço
Carbono ABNT 1045: Uma Abordagem Topográfica”**

Autor: Rafael Drumond Mancosu
Orientadora: Prof^a Dr^a. Geralda Cristina Durães de Godoy

Setembro/2005

Rafael Drumond Mancosu

**“Recobrimento Tribológico Cr-N e Nitretação a Plasma para
Melhoria da Resistência à Erosão Cavitação de um Aço
Carbono ABNT 1045: Uma Abordagem Topográfica”**

**Tese de Doutorado apresentada ao Curso de
Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de
Minas da Universidade Federal de Minas Gerais**

**Área de Concentração: Ciência e Engenharia de Materiais
Orientadora: Prof^a Dr^a. Geralda Cristina Durães de Godoy**

**Belo Horizonte
Escola de Engenharia da UFMG
2005**

APROVAÇÃO

***Para minha família...
sempre!***

***“Se eu quiser falar com Deus
Tenho que ficar a sós
Tenho que apagar a luz
Tenho que calar a voz
Tenho que encontrar a paz
Tenho que folgar os nós dos sapatos
Da gravata, dos desejos, dos receios
Tenho que esquecer a data
Tenho que perder a conta,
Tenho que ter mãos vazias
Ter a alma e o corpo nus.”
(Gilberto Gil)***

AGRADECIMENTOS

Agradeço a todas as pessoas que contribuíram na elaboração, incentivo e execução deste trabalho e em especial:

- À orientadora Prof^a. Dr^a. Geralda Cristina Durães de Godoy, pela disponibilidade e dedicação na orientação deste trabalho;
 - Ao Prof. Dr. Paulo José Modenesi, pelo uso do equipamento de erosão cavitação vibratória e suas colaborações como co-orientador;
 - À pesquisadora Dr^a. Júnia Cristina Avelar Batista, por sua ajuda na elaboração dos procedimentos para a confecção dos recobrimentos de Cr-N e por sua ajuda na interpretação de muitos resultados;
 - À pesquisadora Dr^a. Marília Mendonça de Lima, por sua ajuda nas análises estatísticas;
 - Aos companheiros do laboratório e alunos de iniciação científica: Bruno Romão Pedrolli Candido, Fábio Rocha Silva, Flávia de Souza Bastos, Janaína Kizzi de Moraes, Luiz Eduardo Oliveira Carmo Rodrigues, Rachel Myrrha de Paula e Silva Neves, Renato Reis Machado, Ricardo Luiz Perez Teixeira, Robson Leandro Silva, Sandra Goulart, Túlio Kenji Hashizume e Wanderley dos Santos Roberto, pelo companheirismo;
 - Aos funcionários dos laboratórios do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EEUFMG: Eustáquio Roberto Apolinário (Soldagem), Patrícia Mara Trigueiro de Azevedo (MEV), Andréia Bicalho Pereira (DRX), e Viviane Mara de Souza (Preparação Metalográfica), pelas suas valiosas contribuições;
 - Aos funcionários administrativos do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EEUFMG: Nelson Antônio de Azevedo, Maria Aparecida Pacheco, Vicente de Paulo Carvalho Alves e Dona Efigênia Neves de Araújo, por suas assistências durante estes anos;
-

- Aos amigos da pós: Ildeu Rolla França, Ronald Izidoro Reis e Renato Françoso de Ávila, pelas brincadeiras e pelo companheirismo;
 - Ao amigo Ramires Siqueira Rabelo, pela ajuda na escrita do Abstract desta tese;
 - À banca examinadora, pela avaliação deste trabalho;
 - Ao CNPq e à FAPEMIG, pelo apoio financeiro;
 - À minha mãe Cecília Drumond Mancosu e ao meu pai Paolo Mancosu (*in memoriam*), a quem devo a oportunidade de ter chegado até aqui e, principalmente, pelos incentivos nas horas difíceis;
 - À minha família.
-

SUMÁRIO

| | |
|--|--------|
| Aprovação | iii |
| Dedicatória | iv |
| Pensamento | v |
| Agradecimentos | vi |
| Sumário | viii |
| Lista de Figuras | xii |
| Lista de Tabelas | xxii |
| Lista de Notações | xxiv |
| Resumo | xxviii |
| Abstract | xxx |
| | |
| CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO | 1 |
| | |
| CAPÍTULO 2: OBJETIVO | 4 |
| | |
| CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 5 |
| 3.1 - Engenharia de Superfície | 5 |
| 3.1.1 - Introdução | 5 |
| 3.1.2 - Deposição Física de Vapor (PVD - <i>Physical Vapour Deposition</i>) | 8 |
| 3.1.2.1 - PVD por Evaporação | 9 |
| 3.1.2.2 - PVD por <i>Sputtering</i> | 10 |
| 3.1.2.3 - PAPVD | 12 |
| 3.1.3 - <i>Ion Plating</i> | 13 |
| 3.1.4 - Nitretação a Plasma | 14 |
| 3.1.5 - Conjugados Dúplex | 18 |
| 3.2 - Erosão por Cavitação | 22 |
| 3.2.1 - Cavitação | 22 |
| 3.2.2 - Erosão por Cavitação | 26 |
| 3.2.3 - Ensaio de Erosão por Cavitação Vibratória | 27 |
| 3.2.4 - Determinação do Tempo de Incubação | 29 |
| 3.3 - Perfilometria | 33 |
| 3.3.1 - Introdução | 33 |
| 3.3.1.1 - Desenvolvimento de Parâmetros Superficiais | 34 |

| | |
|--|-----------|
| 3.3.1.2 - Progresso na Filtragem ----- | 36 |
| 3.3.1.3 - Instrumentação ----- | 37 |
| 3.3.2 - Caracterização Superficial ----- | 38 |
| 3.3.2.1 - Caracterização Estatística ----- | 39 |
| 3.3.2.2 - Caracterização Via Análise Espectral ----- | 39 |
| 3.3.2.3 - Análise Série-Temporal ----- | 39 |
| 3.3.2.4 - Caracterização Funcional ----- | 40 |
| 3.3.2.5 - Inspeção Visual ----- | 42 |
| 3.3.2.6 - Caracterização Fractal ----- | 42 |
| 3.3.3 - Parâmetros Tridimensionais ----- | 43 |
| 3.3.4 - Monitoramento em Erosão Cavitação ----- | 47 |
| 3.4 - Características e Propriedades de Materiais Resistentes à Erosão Cavi- tacional ----- | 54 |
| 3.4.1 - Materiais Convencionais ----- | 54 |
| 3.4.2 - Recobrimentos Resistentes à Erosão Cavitação ----- | 60 |
| 3.4.2.1 - Recobrimentos Processados por Aspersão Térmica ----- | 60 |
| 3.4.2.2 - Aços Nitretados ----- | 66 |
| 3.4.2.3 - Recobrimentos Processados por PAPVD ----- | 72 |
| 3.4.2.4 - Conjugados Monocamada e Dúplex de Cr-N ----- | 73 |
| CAPÍTULO 4: METODOLOGIA ----- | 79 |
| 4.1 - Materiais Utilizados ----- | 79 |
| 4.2 - Equipamentos Utilizados ----- | 79 |
| 4.3 - Procedimentos Experimentais ----- | 80 |
| 4.3.1 - Produção dos Substratos ----- | 80 |
| 4.3.2 - Preparação dos Substratos ----- | 81 |
| 4.3.3 - Produção dos Sistemas ----- | 82 |
| 4.3.4 - Caracterização Estrutural dos Sistemas ----- | 84 |
| 4.3.4.1 - Análise Química dos Substratos ----- | 84 |
| 4.3.4.2 - Difractometria de Raios-X ----- | 84 |
| 4.3.4.3 - Microscopia Eletrônica de Varredura (INICIAL) ----- | 85 |
| 4.3.4.5 - Testes de Dureza ----- | 86 |
| 4.3.4.6 - Testes de Adesão Rockwell-C dos Sistemas Conjugados ----- | 88 |
| 4.3.4.7 - Espectroscopia de Emissão Óptica por Centelhamento ----- | 90 |
| 4.3.5 - Teste de Erosão Cavitação dos Sistemas ----- | 91 |

| | |
|--|------------|
| 4.3.6 - Avaliação Perfilométrica das Superfícies dos Sistemas Erodidos ----- | 93 |
| 4.3.6.1 - Análise Perfilométrica Inicial dos Sistemas ----- | 96 |
| 4.3.6.2 - Avaliação Perfilométrica Temporal das Superfícies dos Sistemas Erodidos ----- | 98 |
| 4.3.6.3 - Monitoramento da Profundidade ----- | 99 |
| 4.3.7 - Microscopia Eletrônica de Varredura (TEMPORAL) ----- | 99 |
| | |
| CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO ----- | 101 |
| 5.1 - Caracterização dos Sistemas ----- | 101 |
| 5.1.1 - Análise Química do Substrato ----- | 101 |
| 5.1.2 - Difractometria de Raios-X dos Sistemas ----- | 101 |
| 5.1.3 - Microscopia Eletrônica de Varredura dos Sistemas (INICIAL) ----- | 109 |
| 5.1.4 - Testes de Dureza ----- | 113 |
| 5.1.5 - Teste de Adesão Rockwell-C dos Conjugados ----- | 121 |
| 5.1.6 - Espectroscopia de Emissão Óptica por Centelhamento ----- | 126 |
| 5.2 - Ensaio de Erosão Cavitação Vibratória ----- | 129 |
| 5.2.1 - Aspectos Gerais ----- | 129 |
| 5.2.2 - Perda de Massa Acumulada ----- | 131 |
| 5.2.3 - Análise Estatística de Regressão Linear Segmentada ----- | 132 |
| 5.2.3.1 - Sistema Aço ----- | 138 |
| 5.2.3.2 - Sistema Nitretado ----- | 144 |
| 5.2.3.3 - Conjugado Monocamada de Cr-N ----- | 151 |
| 5.2.3.4 - Conjugado Dúplex de Cr-N ----- | 158 |
| 5.2.4 - Determinação do Tempo de Incubação ----- | 170 |
| 5.3 - Monitoramento por Perfilometria 3-D do Processo de Erosão por Cavitação Vibratória dos Sistemas ----- | 175 |
| 5.3.1 - Perfilometria Inicial ----- | 175 |
| 5.3.2 - Monitoramento por Perfilometria 3-D ----- | 186 |
| 5.3.2.1 - Sistema Aço ----- | 187 |
| 5.3.2.2 - Sistema Nitretado ----- | 196 |
| 5.3.2.3 - Sistema Conjugado Monocamada de Cr-N ----- | 204 |
| 5.3.2.4 - Sistema Conjugado Dúplex de Cr-N ----- | 212 |
| 5.3.3 - Monitoramento da Profundidade de Erosão nos Testes de Erosão Cavitação Vibratória ----- | 223 |
| 5.3.3.1 - Sistema Aço ----- | 223 |

| | |
|--|------------|
| 5.3.3.2 - Sistema Nitretado ----- | 227 |
| 5.3.3.3 - Sistema Monocamada de Cr-N ----- | 232 |
| 5.3.3.4 - Sistema Dúplex de Cr-N ----- | 241 |
| 5.4 - Correlação entre Resiliência e Erosão Cavitacional ----- | 249 |
| CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES ----- | 257 |
| CAPÍTULO 7: PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS ----- | 261 |
| CAPÍTULO 8: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS ----- | 262 |
| ANEXO A: PARÂMETROS DE PERFILOMETRIA ----- | 274 |
| A.1 - Parâmetros de Amplitude ----- | 274 |
| A.2 - Parâmetros Estatísticos ----- | 277 |
| A.3 - Parâmetros Espaciais ----- | 279 |
| A.4 - Parâmetros Funcionais ----- | 280 |
| ANEXO B: RESULTADOS DE ANÁLISES ESTATÍSTICAS ----- | 282 |
| B.1 - Regressão Linear Segmentada Contínua ----- | 282 |
| B.1.1 - Sistema Aço ----- | 286 |
| B.1.2 - Sistema Nitretado ----- | 288 |
| B.1.3 - Sistema Conjugado Monocamada de Cr-N ----- | 290 |
| B.1.4 - Sistema Conjugado Dúplex de Cr-N ----- | 292 |
| B.2 - Distribuição Cumulativa de Weibull ----- | 295 |
| B.2.1 - Sistema Aço ----- | 296 |
| B.2.2 - Sistema Nitretado ----- | 298 |
| B.2.3 - Sistema Conjugado Monocamada de Cr-N ----- | 300 |
| B.2.4 - Sistema Conjugado Dúplex de Cr-N ----- | 302 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 3.1 - Características e propriedades do sistema conjugado substrato / recobrimento. ----- | 6 |
| Figura 3.2 - Espessura típica dos diversos processos de engenharia de super- fície. ----- | 7 |
| Figura 3.3 - Temperatura atingida pelo substrato nas várias técnicas de enge- nharia de superfície. ----- | 7 |
| Figura 3.4 - Classificação das técnicas avançadas de engenharia de superfície. | 8 |
| Figura 3.5 - Técnicas de deposição física de vapor baseadas em processos de recobrimentos. ----- | 9 |
| Figura 3.6 - Derivações do plasma nas técnicas de deposição física de vapor. - | 9 |
| Figura 3.7 - Curva tensão-corrente característica de diferentes tipos de descar- gas em argônio. ----- | 16 |
| Figura 3.8 - Mecanismos envolvidos na nitretação à plasma segundo o modelo de Kolbel. ----- | 17 |
| Figura 3.9 - (a) Bolhas próximas a superfície de um metal. (b) Colapso das bo- lhas causando remoção de material da superfície. ----- | 23 |
| Figura 3.10 - Desenho esquemático de um equipamento usado no ensaio de cavitação vibratória. ----- | 28 |
| Figura 3.11 - Definição de t_i e t_{in} de acordo com a norma. ----- | 30 |
| Figura 3.12 - Definição de t_{in} . ----- | 32 |
| Figura 3.13 - Condições a serem respeitadas na medida de perfilometria para que haja valores estatisticamente confiáveis. ----- | 46 |
| Figura 3.14 - Exemplo mostrando que diferentes filtros modificam os perfis de rugosidade e de ondulação. ----- | 46 |
| Figura 3.15 - Perda de massa em função do tempo de exposição. ----- | 49 |
| Figura 3.16 - Parâmetros R_a e R_q , para cada fração de PI (0,1). (a) Cobre, (b) Bronze, (c) AISI 304, (d) AISI S32205. ----- | 50 |
| Figura 3.17 - Mudança de assimetria (S_k) em função de IP(0,1). ----- | 51 |
| Figura 3.18 - Imagem obtida por perfilometria 3-D a laser de um aço inoxidável 316L exposto ao fluxo cavitacional. ----- | 53 |
| Figura 3.19 - Condições do material que determinam a resistência à cavitação. | 55 |
| Figura 3.20 - Resistência à erosão normalizada (de vários materiais) versus dureza. ----- | 56 |

| | |
|---|----|
| Figura 3.21 - Resistência à erosão de aços-carbono versus dureza. ----- | 57 |
| Figura 3.22 - Teste de fadiga por carregamento. ----- | 58 |
| Figura 3.23 - Testes de erosão cavitacional. ----- | 58 |
| Figura 3.24 - Comparação entre os resultados normalizados de fadiga e de erosão cavitacional. ----- | 59 |
| Figura 3.25 - Comportamento da erosão cavitacional para o conjugado (WC-Co)/(Ni-Cr) "CD" e "CD-F". ----- | 63 |
| Figura 3.26 - Comportamento da erosão cavitacional para o conjugado (WC-Co)/(Ni-Cr) "CD" e "CD-P". ----- | 64 |
| Figura 3.27 - Gráfico de resistência à erosão cavitacional vibratória determinada para os conjugados recobertos com WC-Co e com (WC-Co)/(Ni-Cr) no estado "CD" e "CD-F" após deposição. ----- | 65 |
| Figura 3.28 - Perda acumulativa de massa de amostras cavitadas em água destilada. ----- | 67 |
| Figura 3.29 - Perda acumulativa de massa de amostras cavitadas em 3,5% NaCl. ----- | 67 |
| Figura 3.30 - Perda acumulativa de massa de amostras cavitadas em 3,5% HCl. ----- | 68 |
| Figura 3.31 - Dureza e quantidade de Nitrogênio de acordo com a profundidade. ----- | 69 |
| Figura 3.32 - Variação da dureza superficial com a quantidade de nitrogênio em solução sólida. ----- | 70 |
| Figura 3.33 - Perda de massa acumulada versus tempo de exposição para amostras com diferentes quantidades de nitrogênio. ----- | 71 |
| Figura 3.34 - Início dos danos causado pela cavitação na amostra com 0,48% de Nitrogênio (% em peso). ----- | 71 |
| Figura 3.35 - Início dos danos causado pela cavitação na amostra com 0,48% de Nitrogênio (% em peso). ----- | 72 |
| Figura 3.36 - Relações entre erosão cavitacional e energias associadas a indentação. ----- | 72 |
| Figura 3.37 - Dureza Knoop para o substrato de aço AISI H13 e para os conjugados monocamada e dúplex de Cr-N. ----- | 75 |
| Figura 3.38 - Perda de massa acumulada em função do tempo de exposição em água destilada. ----- | 79 |

| | |
|--|-----|
| Figura 4.1 - Corpo de prova para ensaio de cavitação. As dimensões estão em mm. ----- | 81 |
| Figura 4.2 - Struers DPU-10, equipamento utilizado para lixar e polir. ----- | 82 |
| Figura 4.3 - Serra de precisão Isomet. ----- | 87 |
| Figura 4.4 - Posicionamento adequado para o corte transversal da amostra. ---- | 87 |
| Figura 4.5 - Equipamento de microdureza - Tester da Future-Tech. ----- | 89 |
| Figura 4.6 - Esquema de qualidade da adesão de recobrimentos finos pela técnica Rockwell-C. ----- | 91 |
| Figura 4.7 - Equipamento Telsonic com a montagem para o teste de erosão cavitacional vibratória. ----- | 93 |
| Figura 4.8 - Detalhes da montagem do teste de erosão cavitacional vibratória. -- | 94 |
| Figura 4.9 - Balança de precisão Sartorius BA 210 S. ----- | 94 |
| Figura 4.10 - Perfilômetro Tester T8000 da Hommelwerke. ----- | 96 |
| Figura 4.11 - Área da amostra que foi monitorada por perfilometria. ----- | 97 |
| Figura 4.12 - Detalhes da montagem do equipamento de perfilometria. ----- | 97 |
| Figura 4.13 - Esquema de coleta de dados pelo software na área selecionada. - | 98 |
| Figura 5.1 - Difratoograma obtido para o sistema aço 1045. ----- | 104 |
| Figura 5.2 - Difratoograma obtido para o sistema aço nitretado. ----- | 104 |
| Figura 5.3 - Rede cristalina da fase ϵ -Fe ₂ N e β -Cr ₂ N. ----- | 105 |
| Figura 5.4 - Rede cristalina da fase γ' -Fe ₄ N e γ -Cr-N. ----- | 106 |
| Figura 5.5 - Difratoograma obtido para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 106 |
| Figura 5.6 - Diagrama de fase para o sistema Cr-N com suas correspondentes microestruturas. ----- | 108 |
| Figura 5.7 - Difratoograma obtido para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 109 |
| Figura 5.8 - Fotomicrografias das superfícies dos sistemas obtidas por MEV. --- | 111 |
| Figura 5.9 - Fotomicrografias das superfícies dos conjugados obtidas por MEV.- | 112 |
| Figura 5.10 - Fotomicrografias transversais obtidas por MEV. Ataque com Nital 4%. (C.C. - camada de compostos; N.F. - nitretos de ferro; Rec. - recobrimento de Cr-N). ----- | 113 |
| Figura 5.11 - Dureza Vickers de topo dos quatro sistemas estudados (Carga de 49N). ----- | 116 |
| Figura 5.12 - Testes de microdureza de topo para os quatro sistemas estudados. Gráficos de dureza versus carga. ----- | 117 |
| Figura 5.13 - Microdureza transversal dos sistemas que sofreram nitretação. --- | 120 |

| | |
|--|-----|
| Figura 5.14 - Profundidade de penetração nos testes de nanodureza. ----- | 122 |
| Figura 5.15 - Valores de dureza relativos aos ensaios de nanodureza. ----- | 123 |
| Figura 5.16 - Módulos de elasticidade obtidos através de nanodureza. ----- | 124 |
| Figura 5.17 - Imagens de microscopia óptica para carga de 196N (a, b e c) e 303N (d, e e f). ----- | 126 |
| Figura 5.18 - Imagens de microscopia óptica para carga de 607,6N (a e b) e 980Nkgf (c e d). ----- | 127 |
| Figura 5.19 - Imagens de microscopia óptica para carga de 1225N (a e b) e 1470N (c e d). ----- | 128 |
| Figura 5.20 - Variação da composição com profundidade para os sistemas conjugados. ----- | 130 |
| Figura 5.21 - Superfícies erodidas dos sistemas estudados nos tempos máximos de teste (fotos digitais). ----- | 132 |
| Figura 5.22 - Curvas de perda de massa acumulada versus tempo de teste para os sistemas estudados e suas réplicas. ----- | 133 |
| Figura 5.23 - Curvas de perda de massa acumulada (comparativa) para os quatro sistemas estudados. ----- | 134 |
| Figura 5.24 - Contato de superfícies rugosas. ----- | 139 |
| Figura 5.25 - Área de contato versus área geométrica. ----- | 139 |
| Figura 5.26 - Regressão linear segmentada contínua para o sistema aço. ----- | 141 |
| Figura 5.27 - Imagens obtidas por MEV, para o sistema aço, mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste. ----- | 143 |
| Figura 5.28 - Detalhes da superfície do aço ABNT 1045 para diferentes tempos de teste. ----- | 144 |
| Figura 5.29 - Detalhes da superfície do aço ABNT 1045 para diferentes tempos de teste. ----- | 145 |
| Figura 5.30 - Detalhe da perlita exposta, em 1 hora de teste, para o sistema aço. ----- | 146 |
| Figura 5.31 - Regressão linear segmentada contínua para os sistemas nitretado. ----- | 147 |
| Figura 5.32 - Imagens obtidas no MEV para o sistema nitretado mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste. ----- | 149 |
| Figura 5.33 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no sistema nitretado. ----- | 150 |

| | |
|--|-----|
| Figura 5.34 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no sistema nitretado. ----- | 151 |
| Figura 5.35 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no sistema nitretado. ----- | 152 |
| Figura 5.36 - Regressão linear segmentada contínua para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 153 |
| Figura 5.37 - Imagens obtidas no MEV para o conjugado monocamada de Cr-N mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste. ----- | 155 |
| Figura 5.38 - Imagem obtida no MEV para o conjugado monocamada de Cr-N mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste (Cont. 12 horas). ----- | 156 |
| Figura 5.39 - Detalhe do início dos danos causados pela erosão no conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 156 |
| Figura 5.40 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 157 |
| Figura 5.41 - Imagens de raios-X dos elementos Cr e Fe para o conjugado monocamada de Cr-N em 1,5 hora, 5 horas e 8 horas de teste. ----- | 159 |
| Figura 5.42 - Análises de EDS, feitas nas regiões escolhidas para as imagens de raios-X, para o conjugado monocamada de Cr-N em 1,5 hora, 5 horas e 8 horas. ----- | 160 |
| Figura 5.43 - Regressão linear segmentada contínua para o sistema conjugado duplex de Cr-N. ----- | 161 |
| Figura 5.44 - Imagens obtidas no MEV para o conjugado duplex de Cr-N mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste. ----- | 162 |
| Figura 5.45 - Imagens obtidas no MEV para o conjugado duplex de Cr-N mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste (Cont.). ----- | 163 |
| Figura 5.46 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no conjugado duplex de Cr-N. ----- | 165 |
| Figura 5.47 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no conjugado duplex de Cr-N. ----- | 166 |
| Figura 5.48 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no conjugado duplex de Cr-N. ----- | 167 |
| Figura 5.49 - Imagens de raios-X de Cr e Fe para o conjugado duplex de Cr-N. ----- | 168 |
| Figura 5.50 - Imagens de raios-X de Cr e Fe para o conjugado duplex de Cr-N (Cont.). ----- | 169 |

| | |
|--|-----|
| Figura 5.51 - Análises de EDS, feitas nas regiões escolhidas para as imagens de raios-X, para o conjugado monocamada de Cr-N em 1,5 hora, 5 horas e 8 horas. ----- | 169 |
| Figura 5.52 - Gráficos para a determinação do tempo de incubação utilizando-se a distribuição de Weibull e a abordagem de Meged (2002). (a) Sistema aço, (b) Sistema nitretado, (c) Conjugado monocamada de Cr-N e (d) Conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 174 |
| Figura 5.53 - Imagem topográfica 3-D (perfil de rugosidade) do sistema aço. ---- | 177 |
| Figura 5.54 - Imagem topográfica 3-D (perfil de rugosidade) do sistema nitretado. ----- | 177 |
| Figura 5.55 - Imagem topográfica 3-D (perfil de rugosidade) do sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 178 |
| Figura 5.56 - Imagem topográfica 3-D (perfil de rugosidade) do sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 178 |
| Figura 5.57 - Parâmetros de amplitude do perfil de rugosidade - estado inicial. | 182 |
| Figura 5.58 - Parâmetros espaciais e funcionais do perfil de rugosidade – estado inicial. ----- | 183 |
| Figura 5.59 - Imagem topográfica do perfil de rugosidade (sem picos e vales discrepantes) do sistema aço. ----- | 185 |
| Figura 5.60 - Imagem topográfica do perfil de rugosidade (sem picos e vales discrepantes) do sistema nitretado. ----- | 185 |
| Figura 5.61 - Imagem topográfica do perfil de rugosidade (sem picos e vales discrepantes) do conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 186 |
| Figura 5.62 - Imagem topográfica do perfil de rugosidade (sem picos e vales discrepantes) do conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 186 |
| Figura 5.63 - Superfícies originais do sistema aço, obtidas por perfilometria. ---- | 190 |
| Figura 5.64 - Superfícies originais do sistema aço, obtidas por perfilometria. ---- | 191 |
| Figura 5.65 - Curva de perda de massa acumulada com o tempo de exposição para o sistema aço. ----- | 192 |
| Figura 5.66 - Perfis de rugosidade e de ondulação para o sistema aço. ----- | 193 |
| Figura 5.67 - Perfil de ondulação do sistema aço, em 0,5h de teste, mostrando o início das formações de crateras. ----- | 194 |
| Figura 5.68 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema aço. ----- | 196 |

| | |
|---|-----|
| Figura 5.69 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema aço. ----- | 197 |
| Figura 5.70 - Parâmetro de rugosidade R-SPc (densidade de picos) para o sistema aço. ----- | 198 |
| Figura 5.71 - Superfícies originais do sistema nitretado, obtidas por perfilometria. ----- | 199 |
| Figura 5.72 - Superfícies originais do sistema nitretado, obtidas por perfilometria. ----- | 200 |
| Figura 5.73 - Superfícies originais do sistema nitretado, obtidas por perfilometria. ----- | 201 |
| Figura 5.74 - Superfícies originais do sistema nitretado, obtidas por perfilometria. ----- | 202 |
| Figura 5.75 - Curva de perda de massa acumulada com o tempo de exposição para o sistema nitretado. ----- | 202 |
| Figura 5.76 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema nitretado. ----- | 203 |
| Figura 5.77 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema nitretado. ----- | 204 |
| Figura 5.78 - Parâmetros de rugosidade R-SPc (densidade de picos) para o sistema nitretado. ----- | 205 |
| Figura 5.79 - Superfícies originais do sistema conjugado monocamada de Cr-N, obtidas por perfilometria. ----- | 207 |
| Figura 5.80 - Superfícies originais do sistema conjugado monocamada de Cr-N, obtidas por perfilometria. ----- | 208 |
| Figura 5.81 - Superfícies originais do sistema conjugado monocamada de Cr-N, obtidas por perfilometria. ----- | 209 |
| Figura 5.82 - Curva de perda de massa acumulada com o tempo de exposição para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 210 |
| Figura 5.83 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 212 |
| Figura 5.84 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 213 |
| Figura 5.85 - Parâmetros de rugosidade R-SPc (densidade de picos) para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 214 |

| | |
|--|-----|
| Figura 5.86 - Superfícies originais do sistema conjugado dúplex de Cr-N, obtidas por perfilometria. ----- | 216 |
| Figura 5.87 - Superfícies originais do sistema conjugado dúplex de Cr-N, obtidas por perfilometria. ----- | 217 |
| Figura 5.88 - Superfícies originais do sistema conjugado dúplex de Cr-N, obtidas por perfilometria. ----- | 218 |
| Figura 5.89 - Superfícies originais do sistema conjugado dúplex de Cr-N, obtidas por perfilometria. ----- | 219 |
| Figura 5.90 - Curva de perda de massa acumulada com o tempo de exposição pra o sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 219 |
| Figura 5.91 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 222 |
| Figura 5.92 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 223 |
| Figura 5.93 - Parâmetros de rugosidade R-SPc (densidade de picos) para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 224 |
| Figura 5.94 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm ² para o sistema aço. ----- | 226 |
| Figura 5.95 - Imagens topográficas invertidas da superfície do sistema aço após a) 0 hora e b) 0,5 hora de teste. ----- | 227 |
| Figura 5.96 - Imagens topográficas invertidas da superfície do sistema aço após a) 1,16 hora e b) 5 horas de teste. ----- | 228 |
| Figura 5.97 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm ² para o sistema nitretado. ----- | 231 |
| Figura 5.98 - Imagens topográficas invertidas da superfície do sistema nitretado após a) 0 hora, b) 1,5 hora e c) 3,4 horas de teste. ----- | 232 |
| Figura 5.99 - Imagens topográficas invertidas da superfície do sistema nitretado após a) 6 horas, b) 12,5 horas e c) 20horas de teste. ----- | 233 |
| Figura 5.100 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm ² para o conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 237 |
| Figura 5.101- Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm ² para o conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 238 |
| Figura 5.102 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado monocamada de Cr-N após a) 0 hora, b) 0,67 hora e c) 0,83 hora de teste. ----- | 239 |

| | |
|---|-----|
| Figura 5.103 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado monocamada de Cr-N após a) 1,16 hora, b) 2 horas e c) 3 horas de teste. ----- | 240 |
| Figura 5.104 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado monocamada de Cr-N após a) 4 horas, b) 6 horas e c) 7 horas de teste. ----- | 241 |
| Figura 5.105 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado monocamada de Cr-N após a) 10 horas, b) 12,5 horas e c) 15,5 horas de teste. ---- | 242 |
| Figura 5.106 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm ² para o conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 245 |
| Figura 5.107 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm ² para o conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 246 |
| Figura 5.108 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado dúplex de Cr-N após a) 0 hora, b) 0,5 hora e c) 0,83 hora de teste. ----- | 247 |
| Figura 5.109 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado dúplex de Cr-N após a) 2,16 horas, b) 3,16 horas e c) 5,16 horas de teste. ----- | 248 |
| Figura 5.110 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado dúplex de Cr-N após a) 7,16 horas, b) 9,16 horas e c) 11,16 horas de teste. ----- | 249 |
| Figura 5.111 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado dúplex de Cr-N após a) 12 horas, b) 16 horas e c) 20 horas de teste. ----- | 250 |
| Figura 5.112 - Correlação entre resistência a erosão e resiliência para cargas de 8000mN e regimes de erosão acelerado. ----- | 253 |
| Figura 5.113 - Histogramas de picos (vales)/mm ² versus profundidade de erosão para os sistemas estudados. ----- | 254 |
| Figura 5.114 - Correlação entre resistência a erosão e resiliência para cargas de 15mN e períodos de incubação. ----- | 255 |
| Figura A.1 - Esquema para obtenção do parâmetro Ra. ----- | 276 |
| Figura A.2 - Perfis diferentes, com mesmo valor de Ra (parâmetro bidimensional), correspondente a Sa (parâmetro tridimensional). ----- | 277 |
| Figura A.3 - Esquema para Rq, bidimensional. ----- | 278 |
| Figura A.4 - <i>Skewness</i> da curva de distribuição de amplitudes.----- | 280 |
| Figura A.5 - Curtose da curva de distribuição de amplitude. ----- | 281 |
| Figura A.6 - Parâmetros da família Rk. ----- | 282 |
| Figura A.7 - Esquema da família Sk. ----- | 283 |
| Figura B.1 - Saída do programa STATISTICA para o sistema aço. ----- | 288 |
| Figura B.2 - Curvas para análise de resíduos. Sistema aço. ----- | 289 |
| Figura B.3 - Saída do programa STATISTICA para o sistema nitretado. ----- | 290 |

| | |
|---|-----|
| Figura B.4 - Curvas para análise de resíduos. Sistema nitretado. ----- | 291 |
| Figura B.5 - Saída do programa STATISTICA para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 292 |
| Figura B.6 - Curvas para análise de resíduos. Conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 293 |
| Figura B.7 - Saída do programa STATISTICA para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 294 |
| Figura B.8 - Curvas para análise de resíduos. Conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 296 |
| Figura B.9 - Saída do programa STATISTICA para o sistema aço. ----- | 298 |
| Figura B.10 - Curvas para análise de resíduos. Sistema aço. ----- | 299 |
| Figura B.11 - Saída do programa STATISTICA para o sistema nitretado. ----- | 300 |
| Figura B.12 - Curvas para análise de resíduos. Sistema nitretado. ----- | 301 |
| Figura B.13 - Saída do programa STATISTICA para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 302 |
| Figura B.14 - Curvas para análise de resíduos. Sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 303 |
| Figura B.15 - Saída do programa STATISTICA para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 304 |
| Figura B.16 - Curvas para análise de resíduos. Sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 305 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|-----|
| Tabela III-1 - Parâmetro de Perfilometria separados em seus respectivos grupos. ----- | 47 |
| Tabela III-2 - Parâmetro Ra inicial para cada material. ----- | 49 |
| Tabela III-3 - Composição química dos aços. ----- | 57 |
| Tabela III-4 - Modelos matemáticos propostos entre o tempo de experimento (T_{exp}) versus a tensão média quadrática (σ_{RMS}), para o teste de fadiga, e entre a taxa máxima de erosão (T_{PER}) versus a pressão de entrada (p_1), para os testes de erosão cavitacional, para os três aços estudados por Bedkowski <i>et al.</i> (1999). ----- | 59 |
| Tabela III-5 - Relações entre as pressões de entrada (p_1), dos testes de erosão cavitacional) versus a tensão média quadrática (σ_{RMS}), dos testes de fadiga. ----- | 59 |
| Tabela III-6 - Taxa de erosão por cavitação vibratória para os conjugados recobertos. ----- | 61 |
| Tabela III-7 - Dados de resistência à cavitação para diferentes materiais. ----- | 62 |
| Tabela III-8 - Parâmetros de Rugosidade 3-D antes do processo de erosão por cavitação. ----- | 63 |
| Tabela III-9 - Parâmetros estatísticos associados à regressão segmentada para os conjugados (WC-Co)/(Ni-Cr). ----- | 63 |
| Tabela III-10 - Valores médios para as medidas de microdureza, do módulo de elasticidade e da razão H/E dos recobrimentos em estudo e do substrato. ----- | 65 |
| Tabela III-11 - Tempo de incubação e taxa máxima de perda de massa. ----- | 70 |
| Tabela III-12 - Dureza Vickers com carga de 25mN. ----- | 75 |
| Tabela III-13 - Valores de dureza H, módulo de elasticidade E' e razão H/ E' para os conjugados (dúplex e monocamada) e para os substratos (endurecido e nitretado), utilizando a carga de 15mN. ----- | 75 |
| Tabela III-14 - Parâmetros de rugosidade. ----- | 76 |
| Tabela III-15 - Valores de taxa de desgaste (k) e dureza Vickers ($HV_{0,025}$). ----- | 78 |
| Tabela IV-1 - Parâmetros da nitretação a plasma. ----- | 83 |
| Tabela IV-2 - Parâmetros de deposição para os conjugados monocamada de Cr-N. ----- | 83 |
| Tabela IV-3 - Parâmetros de deposição para os conjugados dúplex de Cr-N. ---- | 83 |
| Tabela V-1 - Composição química dos aços ABNT 1045. ----- | 101 |

| | |
|---|-----|
| Tabela V-2 - Fases encontradas para cada sistema conjugado. ----- | 109 |
| Tabela V-3 - Taxas de erosão cavitacional e intervalos de tempo dos diferentes regimes para os quatro sistemas estudados. ----- | 169 |
| Tabela V-4 - Resultados dos tempos de incubação nominal (t_{in}), tempo limiar de erosão (TLE), tempo de incubação (t) propostos por Meged (2002) e obtidos pela análise de regressão linear segmentada contínua. ----- | 173 |
| Tabela V-5 - Parâmetros tridimensionais, do perfil de rugosidade, dos sistemas estudados no estado inicial. ----- | 178 |
| Tabela V-6 – Valores de profundidade de penetração (h), de módulos de elasticidade (E) e de Dureza (H) para as cargas de penetração de 15mN e de 8000mN. ----- | 250 |
| Tabela V-7 – Tabela comparativa de desempenho de alguns materiais e recobrimentos utilizados para a resistência à erosão cavitacional. ----- | 255 |
| Tabela B-1 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema aço. ---- | 286 |
| Tabela B-2 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema nitretado. ----- | 288 |
| Tabela B-3 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 290 |
| Tabela B-4 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 293 |
| Tabela B-5 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema aço. ---- | 296 |
| Tabela B-6 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema nitretado. ----- | 298 |
| Tabela B-7 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. ----- | 300 |
| Tabela B-8 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. ----- | 302 |

LISTA DE NOTAÇÕES

| | |
|----------------|---|
| ρ | Densidade do material |
| η | Fator de escala (na equação 3.2) |
| β | Inclinação da curva de Weibull (na equação 3.2) |
| λ_c | <i>Cut-off</i> |
| σ_{RMS} | Tensão média quadrática |
| AR | <i>Auto-regression</i> |
| ARMA | <i>Moving average auto-regression</i> |
| CA | corrente alternada |
| CAPD | <i>Cathodic arc plasma deposition</i> |
| CC | Corrente contínua |
| CD | “Como depositado” |
| CrN | Nitreto de cromo |
| CVD | <i>Chemical vapour deposition</i> |
| DRX | Difratometria de raios-X |
| E | Módulo de elasticidade |
| EDS | <i>Energy dispersive spectroscopy</i> |
| EEOC | Espectroscopia de emissão óptica por centelha |
| EI | Estágio de incubação |
| ES | Estágio de erosão |
| F | Fundido |
| F(t) | Função distribuição cumulativa de Weibull |
| GDOES | <i>Glow discharge optical spectroscopy</i> |
| H | Dureza |
| Ha | Dureza do abrasivo |
| HK | Dureza Knoop |
| hlim | Profundidade limite dos pites |
| Hs | Dureza do substrato |
| HV | Dureza Vickers |
| I.C. | Intervalo de confiança |
| IAC | Recobrimento auxiliado por íons |
| II | Implantação iônica |
| k | Taxa de desgaste |

| | |
|------------|---|
| K_C | Tenacidade à fratura |
| l_m | Percurso de medição |
| l_t | Comprimento total |
| l_v | Percurso inicial |
| MA | <i>Moving average</i> |
| MEV | Microscopia eletrônica de varredura |
| M_{R1} | Razão de material dos picos |
| M_{R2} | Razão de material dos vales |
| MTE | Máxima taxa de erosão |
| N_d | Taxa de volume de pites |
| N_{lim} | Diâmetro limite dos pites |
| P | Pressão hidrostática (na equação 3.1) |
| p_1 | Pressão de entrada |
| PACVD | <i>Plasma assisted chemical vapour deposition</i> |
| PAPVD | <i>Plasma assisted physical vapour deposition</i> |
| PC | <i>Personal computer</i> |
| PDS | <i>Power spectral density</i> |
| PI | Período de incubação |
| PMA | Perda de massa acumulada |
| PVD | <i>Physical vapour deposition</i> |
| r | Raio da partícula |
| $R_{10\%}$ | Raio do pite à 10% da altura total |
| R_a | Rugosidade média 2-D |
| RF | Rádio frequência |
| R_t | Rugosidade total 2-D |
| s | Desvio padrão (na equação 3.6) |
| S_0 | Limite de escoamento |
| S_a | Média aritmética da rugosidade |
| S_{al} | Comprimento de autocorrelação |
| S_{bi} | Índice de carregamento da superfície |
| S_{ci} | Índice de retenção de fluido no núcleo |
| S_{dq} | Inclinação média quadrática da superfície |
| S_{dr} | Razão interfacial de área |
| S_{ds} | Densidade de picos. |
| S_{fd} | Dimensão fractal da superfície |

| | |
|------------------|--|
| SHTp | Diferença na altura de uma seção da superfície |
| SiC | Carboneto de silício |
| Ssk | <i>Skewness</i> |
| Sk | Rugosidade do núcleo |
| Sku | Curtose |
| Smmr | Razão de volume do material |
| Smvr | Razão de volume de vazio |
| Sp | Pico mais alto |
| SPc | Densidade de picos entre c1 e c2. |
| Spk | Altura reduzida dos picos |
| Sq | Desvio quadrático médio |
| Scs | Média aritmética da curvatura da superfície |
| St | Altura total do perfil |
| STp | Razão de área de contato |
| Str | Razão da textura superficial |
| Sv | Vale mais profundo |
| Svi | Índice de retenção de fluido nos vales |
| Svk | Profundidade reduzida dos vales |
| Sz | Altura média dos picos |
| t | tempo |
| t ₁₀₀ | Tempo para alcançar a profundidade de 100μm |
| t ₅₀ | Tempo para alcançar a profundidade de 50μm |
| Texp | Tempo do experimento |
| ti | Tempo de incubação |
| TiCN | Carbo-nitreto de titânio |
| TiN | Nitreto de titânio |
| tin | Tempo de incubação nominal |
| TLE | Tempo limite de erosão |
| T _{PER} | Tempo correspondente à máxima taxa de erosão |
| UFMG | Universidade Federal de Minas Gerais |
| U _R | Resiliência |
| v | Velocidade de colapso (na equação 3.1) |
| V | Volume inicial da cavidade (na equação 3.1) |
| Vd | Taxa de volume dos danos cavitacionais |
| We | Trabalho reversível |

| | |
|-----|------------------------------|
| Wir | Trabalho irreversível |
| Wt | Trabalho total de indentação |

RESUMO

Este trabalho visou desenvolver sistemas tribológicos recobertos com Cr-N para resistência ao desgaste provocado pela erosão cavitacional. Utilizou-se o aço ABNT 1045 como referência e foram desenvolvidos três sistemas que são: aço nitretado, conjugado monocamada e conjugado dúplex.

A nitretação iônica e a deposição do recobrimento Cr-N, produzindo o sistema denominado dúplex, foi realizada em um único reator, utilizando parâmetros do processo PVD (*Physical Vapour Deposition*), desenvolvidos anteriormente pelo Grupo de Pesquisa inscrito no Diretório dos Grupos de Pesquisa do CNPq-UFMG como "Modificação e Caracterização de Superfície". A produção dos sistemas aço nitretado e monocamada foram realizadas a partir de parâmetros adotados comercialmente.

A caracterização estrutural destes sistemas revelou que os recobrimentos de Cr-N, depositados nos sistemas monocamada e dúplex, apresentaram uma similaridade em termos de fases cristalinas (α -Cr, γ -Cr_{1-z}N_z e β -Cr₂N_{1-z}), de composição química e de aderência ao substrato, tal que estas variáveis de caracterização não constituíram fontes prováveis de causas de desempenho diferenciados destes sistemas relativo à erosão por cavitação. No entanto, a realização da nitretação iônica anterior a deposição do recobrimento modificou as propriedades mecânicas destes sistemas ao longo da profundidade, aferidas por testes de microdureza e por testes de nanodureza instrumentada, que levou os mesmos a apresentarem respostas diferenciadas quanto à resistência à erosão cavitacional.

Análises estatísticas de regressão segmentada contínua, utilizadas para descrição dos dados experimentais obtidos pelos testes de erosão cavitacional, indicaram a presença de diferentes regimes de erosão ao longo do tempo de teste.

O sistema conjugado dúplex de Cr-N apresentou o melhor desempenho para o uso em erosão cavitacional em água destilada, pois apresentou a menor perda de massa e um maior tempo de incubação. O sistema nitretado apresentou um desempenho similar ao sistema monocamada e superior ao aço.

O monitoramento, por perfilometria tridimensional, da evolução da erosão cavitacional nos diferentes sistemas estudados foi capaz de determinar o início de formação dos vales, que são criados por arrancamento de material da superfície por esta erosão. O tempo associado ao início deste fenômeno foi denominado de “t-cratera”. Com exceção do sistema dúplex este tempo se mostrou inferior ao de incubação, que é o tempo onde não se há perda de massa detectável por balança. Imagens topográficas tridimensionais invertidas indicaram a profundidade obtida dos danos cavitacionais e constituiu uma ferramenta capaz de elucidar os mecanismos presentes no processo de erosão e permitiu confirmar a superioridade do sistema dúplex, que apresentou em um tempo de até 20 horas, danos com profundidade inferiores aos outros sistemas estudados. Este resultado foi atribuído não somente a uma elevada dureza superficial obtida pela deposição do recobrimento de Cr-N, mas também a uma maior profundidade de dureza, obtida pela nitretação iônica, que formou uma camada nitretada da ordem de 40 μ m.

PALAVRAS-CHAVE: Erosão Cavitacional, Tempo de Incubação, PAPVD, Perfilometria Tridimensional, Regressão Linear Segmentada Contínua.

ABSTRACT

This thesis sought to develop tribology systems covered with Cr-N for wear resistance against by cavitation erosion. The ABNT 1045 steel was used as a reference material, and three systems were developed: nitrided steel, single-layered coating, and duplex coating.

The plasma nitriding and the deposition of the Cr-N coating, producing the system denominated duplex coating, were accomplished in a single reactor, using parameters of the PVD process (Physical Vapour Deposition), which had previously been developed by the Group of Research, enrolled in the Directory of the Groups of Research of CNPq-UFMG as "Modification and Characterization of Surface". The production of the nitrided steel and single-layered coating systems were carried out starting from parameters adopted commercially.

The structural characterization of these systems revealed that the Cr-N coatings, deposited in the single-layered and duplex systems, presented similarities in terms of crystalline phases (α -Cr, γ -Cr_{1-z}N_z and β -Cr₂N_{1-z}), chemical composition and substrate adherence. These variables of characterization, however, did not constitute the main source of reasons for the distinct performance of these co-related cavitation erosion systems. In the other hand, the results of this research showed that the mechanical properties of these systems were modified along the depth, by the accomplishment of the previous plasma nitriding the deposition of the coating, assured by micro-hardness and scored nano-hardness tests. As a result, the systems showed distinct performances in terms of cavitation erosion resistance.

Statistical analyses of continuous segmented regression, used for description of the experimental data obtained by the tests of cavitation erosion, indicated the presence of different erosion regimes along the time of test.

The Cr-N duplex system presented the best performance for the use in cavitation erosion in distilled water, as it presented the smallest mass loss and a larger incubation time. The nitrided system presented a similar performance to the single-layered system and superior to the steel.

The control, carried out by three-dimensional profilometry tests, of the evolution of the cavitation erosion in the distinct researched systems was able to determine the beginning of formation of the valleys, created by the removing of materials of the surface by this erosion. The time associated to the beginning of this phenomenon was referred as "t-crater". Except for the duplex system this time was shown to be inferior to the incubation time, that it is the time where loss of mass there is not to be detected by balance. Three-dimensional topographical inverted images indicated the obtained depth of the damages and it constituted a tool capable to elucidate the present mechanisms in the erosion process and it allowed to confirm the superiority of the duplex system, that presented in a time of up to 20 hours, damages with depth inferior to the other researched systems. This result was attributed not only to a high superficial hardness obtained by the deposition of the Cr-N coating, but also to a larger hardness depth, obtained by the plasma nitriding, that it formed a nitrated layer in the order of 40 μ m.

KEYWORDS: Cavitation Erosion, Incubation Time, PAPVD, Three-dimensional Profilometry, Continuous Regression Segmented.

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

Cavitação é definida como a repetida nucleação, crescimento e colapso de cavidades ou bolhas em um líquido sendo que, a pressão produzida pelos colapsos pode causar deformação localizada e remoção de material de uma superfície sólida (“dano” cavita-cional) presente nas vizinhanças destas cavidades (HANSSON, 1992).

Projetistas têm trabalhado para que seus projetos não sejam susceptíveis a criarem variações de pressão em líquidos, para que não surja o fenômeno da cavitação e, con-seqüentemente, os danos causados por ela, mas nem sempre isto é possível. Quando o fenômeno existe é preciso então encontrar uma outra solução e, geralmente, esta solução aparece na aplicação de novos materiais ou de materiais que são reconheci-damente usados para se prevenir este dano (TOMLINSON, 1995). Como os materiais que possuem estas características são de custo elevado, o uso de recobrimentos pro-cessados por aspersão térmica e por PVD (*Physical Vapour Deposition*) tem sido estimulado (MARQUES, 1996; BATISTA, 2001a). Os recobrimentos processados por PVD são, de certa forma, especiais, pois a baixa rugosidade do substrato fornece uma baixa rugosidade ao recobrimento final e esta baixa rugosidade é um fator primordial na adesão do revestimento e na resistência à erosão cavitacional (BATISTA, 2001a).

A nitretação iônica já é utilizada em escala industrial para se aumentar a resistência ao desgaste, à fadiga e também à corrosão (O’BRIEN, 1996; KRAUSS, 1993). Os conju-gados dúplex são caracterizados por uma camada nitretada seguida pela deposição de um recobrimento duro, através de operações sucessivas de nitretação iônica e de-posição de um recobrimento. Vários tipos de conjugados dúplex têm sido produzidos para aplicações diversas (BATISTA, 2001a; VAN STAPPEN *et al.*, 1993; WILSON *et al.*, 1993; BUECKEN *et al.*, 1994).

Os conjugados dúplex são indicados para prevenir o dano cavitacional por duas ra-zões: primeiro por possuírem uma dureza superficial mais elevada, resultando em uma capacidade maior de suporte de carga e por introduzirem tensões residuais compres-sivas devida a nitretação iônica.

A revisão bibliográfica foi feita com o intuito de reunir, em um mesmo documento, assuntos de interesse neste trabalho. Estes assuntos foram divididos em sub-capítulos que abrangeram as técnicas de modificação superficial, onde estão descritos o processo PAPVD, a nitretação iônica e a deposição de recobrimentos dúplex; o fenômeno de cavitação; a técnica de perfilometria tridimensional e uma revisão sobre materiais convencionais e recobrimentos que são resistentes à este tipo de erosão.

Neste trabalho foram produzidos, para avaliação frente à erosão cavitacional, em testes baseados na norma ASTM G32-85, quatro sistemas a saber: sistema aço ABNT 1045, sistema aço ABNT 1045 nitretado ionicamente, sistema conjugado monocamada de Cr-N e sistema conjugado dúplex de Cr-N.

A caracterização destes sistemas foi feita utilizando-se técnicas como difratometria de raios-X, microscopia eletrônica de varredura, testes de adesão Rockwell-C, testes de dureza com vários níveis de aplicação de cargas, EEOC (espectroscopia de emissão óptica por centelhamento).

A avaliação do desempenho dos sistemas produzidos foi feita utilizando-se a técnica estatística de regressão linear segmentada contínua nas curvas de perda de massa acumulada versus tempo de exposição ao teste de erosão cavitacional. Sendo assim, foi possível descrever a evolução do processo de erosão cavitacional em diferentes regimes de desgaste.

A perfilometria tridimensional foi utilizada para se avaliar a textura das superfícies dos sistemas aqui produzidos no seu estado inicial, ou seja, antes de se fazer os testes de erosão cavitacional vibratória. Esta técnica permitiu comprovar que a textura superficial tem influência nas respostas ao teste de erosão cavitacional apenas em tempos muito curtos de teste. Nesta etapa foram escolhidos parâmetros do perfil de rugosidade de maneira a se quantificar estas texturas.

A perfilometria tridimensional também foi utilizada para monitoramento dos testes de erosão cavitacional vibratória durante todo o tempo de teste. Aqui foram escolhidos parâmetros dos perfis de rugosidade e de ondulação, pois, com o passar do tempo de teste, as texturas superficiais destas superfícies são modificadas drasticamente, pela deformação plástica ou por arrancamento de material. Este procedimento permitiu

determinar um tempo, denominado “t-cratera”, no qual os parâmetros do perfil de ondulação passaram a apresentar uma variação sensível.

A técnica de perfilometria tridimensional também foi utilizada para a verificação das profundidades dos danos causados pela erosão cavitacional. Para isto as superfícies originais foram invertidas no eixo z e usou-se uma ferramenta de um software específico para a criação de histogramas de picos/mm² associados à altura (profundidade) deles. Este procedimento permitiu demonstrar que os diferentes regimes de erosão estão associados às diversas camadas que compõem os sistemas aqui estudados validando o procedimento de regressão segmentada contínua adotada anteriormente.

Os estudos deste trabalho demonstraram que a técnica de revestimento por PAPVD é adequada para revestimentos resistentes à erosão cavitacional vibratória, em especial o conjugado dúplex que possui uma maior profundidade de endurecimento, e que a técnica de perfilometria é uma ferramenta muito poderosa no monitoramento destes danos.

CAPÍTULO 2 - OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo principal desenvolver sistemas tribológicos recobertos com Cr-N, produzidos pelo processo de deposição física a vapor (PVD), para aplicações que envolvam erosão cavitacional à temperatura ambiente. Objetivou-se também estudar a influência da realização de uma nitretação a plasma anterior à deposição deste recobrimento. Para tal análise quatro diferentes sistemas foram produzidos:

- Sistema aço ABNT 1045;
- Sistema aço ABNT 1045 nitretado a plasma;
- Sistema conjugado aço ABNT 1045 recoberto com Cr-N (monocamada);
- Sistema conjugado aço ABNT 1045 nitretado anterior à deposição do recobrimento Cr-N (dúplex).

Além disso, objetivou-se desenvolver uma nova metodologia de monitoramento do fenômeno de erosão cavitacional através do uso de perfilometria tridimensional.

CAPÍTULO 3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 - Engenharia de Superfície

3.1.1 - Introdução

Já é reconhecido que se pode melhorar o desempenho de componentes industriais com um tratamento superficial ou um recobrimento. No caso de recobrimentos, várias ligas têm sido desenvolvidas no intuito de suportar altas temperaturas, de serem resistentes à oxidação e à corrosão, de terem alta dureza, etc (RICKERBY *et al.*, 1991).

A engenharia de superfície pode ser definida como a área que lida com o projeto de sistemas conjugados, ou seja, sistemas formados por um substrato e por um recobrimento. Claramente, cada sistema conjugado apresenta um desempenho que não pode ser atingido pelo recobrimento ou substrato quando estes estão trabalhando sozinhos (RICKERBY *et al.*, 1991; BATISTA, 1999).

Muitos fatores, como por exemplo, rugosidade, coeficiente de atrito, porosidade, coesão, adesão, entre outros, são importantes no desempenho dos recobrimentos. Estes fatores estão indicados na Figura 3.1 e podem pertencer tanto ao recobrimento, à interface e/ou ao substrato. Sendo assim, é bastante complexo analisar qual recobrimento é indicado para uma determinada aplicação (RICKERBY *et al.*, 1991).

Um outro ponto a se observar é a existência de uma enorme gama de técnicas de modificação superficial (RICKERBY *et al.*, 1991). Cada técnica possui características individuais como, por exemplo, espessura e temperatura do recobrimento produzido. As Figuras 3.2 e 3.3 mostram estas características. É interessante observar que existem grandes diferenças entre as diferentes técnicas.

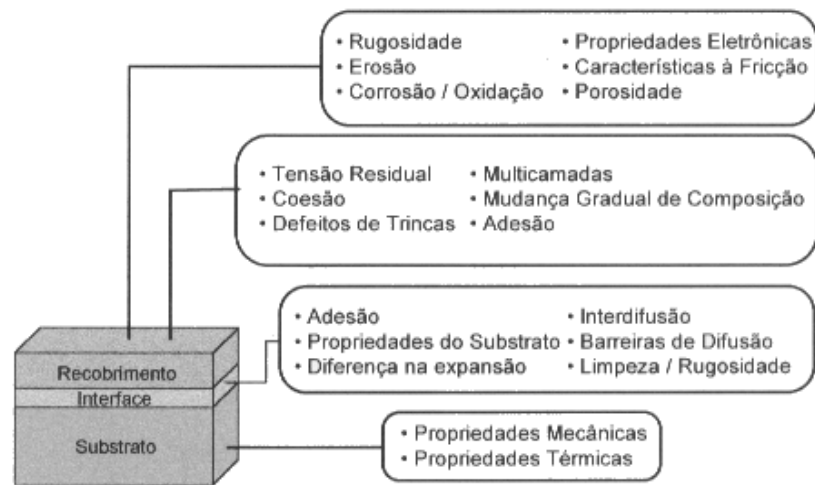


Figura 3.1 - Características e propriedades do sistema conjugado substrato / recobrimento (RICKERBY *et al.*, 1991; BATISTA, 1999).

As seguintes notações são empregadas para designar alguns dos processos de deposição:

- IAC – recobrimento auxiliado por íons;
- II – implantação iônica;
- PVD – deposição física de vapor;
- CVD – deposição química de vapor;
- PAPVD – deposição física de vapor auxiliada por plasma;
- PACVD - deposição química de vapor auxiliada por plasma.

Devido à diversidade de técnicas existentes para a modificação de superfícies, é comum dividir estas técnicas em dois grupos (RICKERBY *et al.*, 1991):

- Processos tradicionais;
- Processos avançados.

Como exemplos de processos tradicionais tem-se a cementação, nitretação, carbonitretação, endurecimento por chama e endurecimento por indução (RICKERBY *et al.*, 1991).

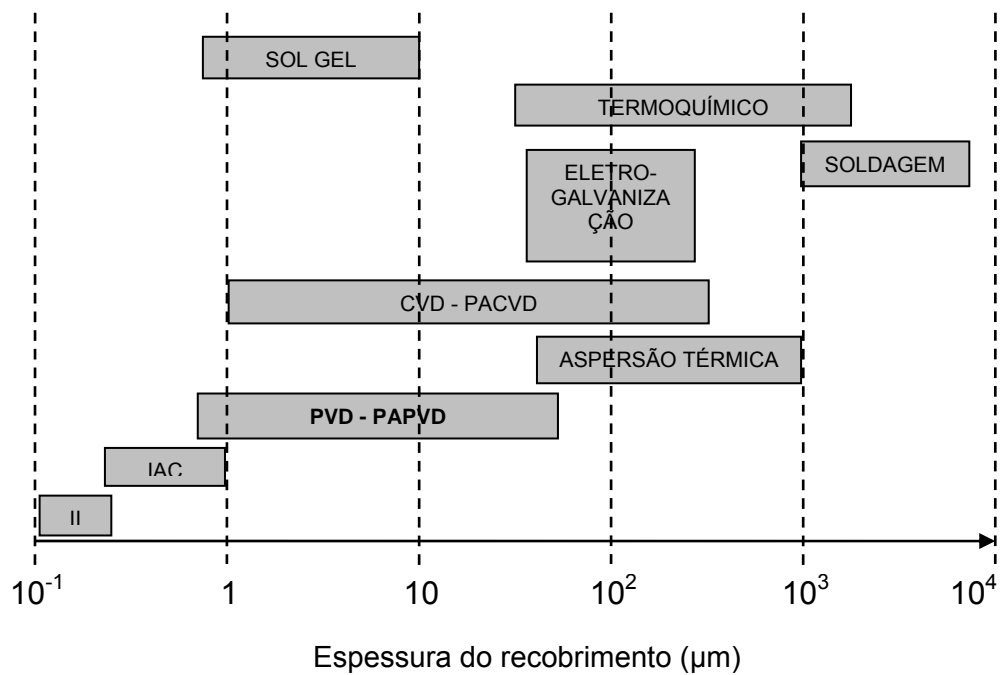


Figura 3.2 - Espessuras típicas dos diversos processos de engenharia de superfície (RICKERBY *et al.*, 1991).

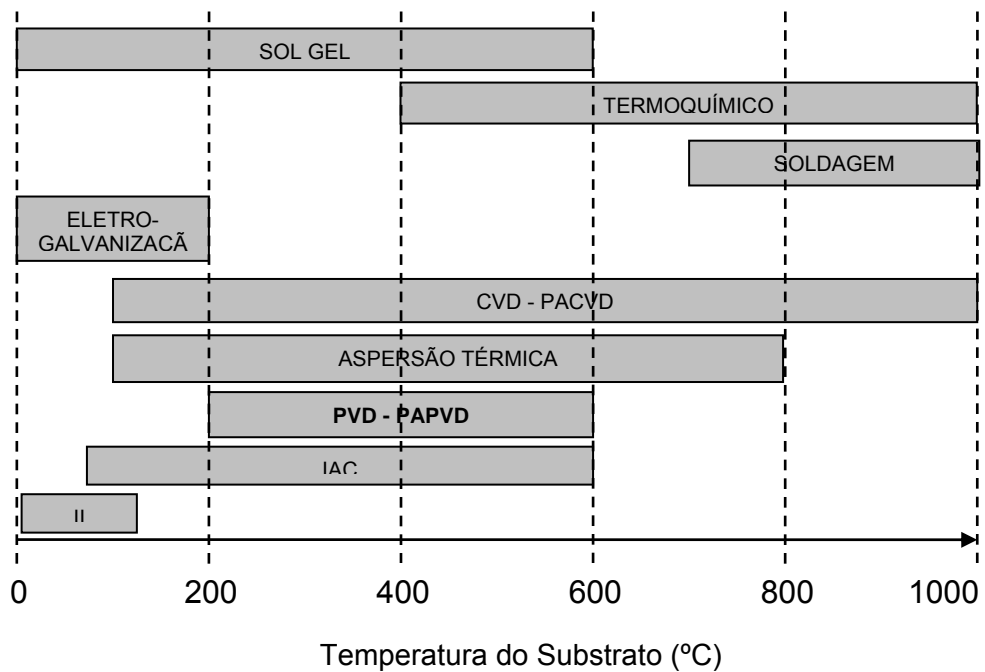


Figura 3.3 - Temperaturas atingidas pelos substratos nas várias técnicas de engenharia de superfície (RICKERBY *et al.*, 1991).

Os processos avançados incluem as técnicas de modificação superficial mais recentemente desenvolvidas que, ainda, podem ser subdivididos de acordo com o estado físico das partículas que são depositadas (RICKERBY *et al.*, 1991). Este grupo contém processos como PVD, CVD, aspersão térmica, entre outros. A Figura 3.4 mostra esta classificação.

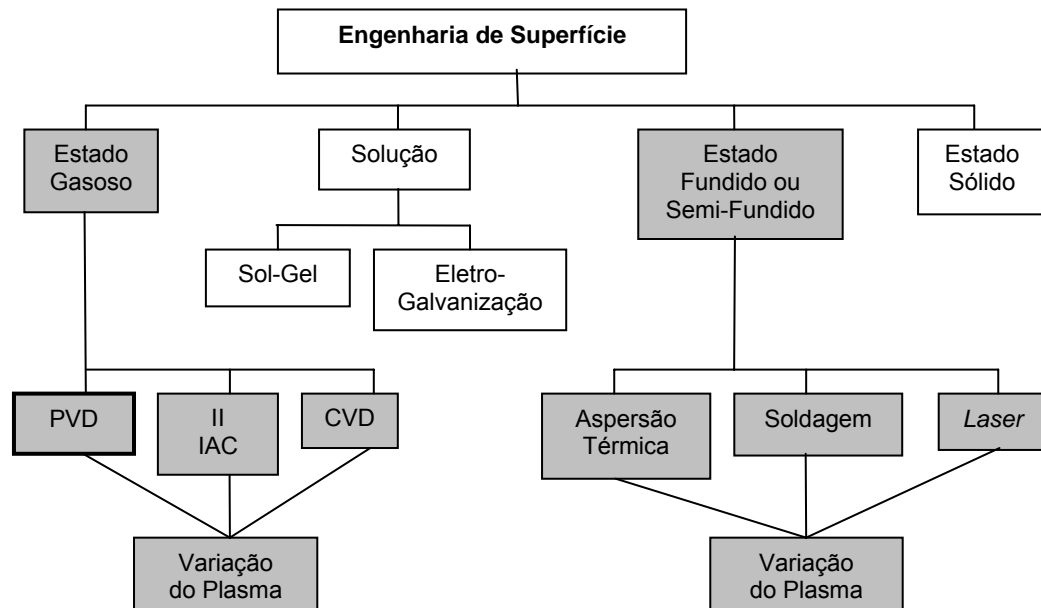


Figura 3.4 - Classificação das técnicas avançadas de engenharia de superfície (RICKERBY *et al.*, 1991).

3.1.2 - Deposição Física de Vapor (PVD - *Physical Vapour Deposition*)

PVD é o nome genérico utilizado na designação de processos de deposição, que envolvem a atomização ou vaporização, de um material de uma fonte sólida, e a deposição deste sobre um substrato de forma a se obter um recobrimento (RICKERBY *et al.*, 1991).

Embora o processo básico de PVD já fosse conhecido há mais de 100 anos, somente em 1938 a deposição física de vapor assistida por plasma (PAPVD) foi patenteada e, apenas recentemente, o PAPVD despertou grande interesse como método de obtenção de recobrimentos tribológicos. O recente interesse neste processo pode ser atribuído à sua completa compreensão nos dias atuais, além de proporcionar a deposição

de materiais cerâmicos a baixas temperaturas e oferecer a possibilidade de controle da estrutura do recobrimento (RICKERBY *et al.*, 1991).

As diversas técnicas que possibilitam a realização da deposição física de vapor são ilustradas nas Figuras 3.5 e 3.6.

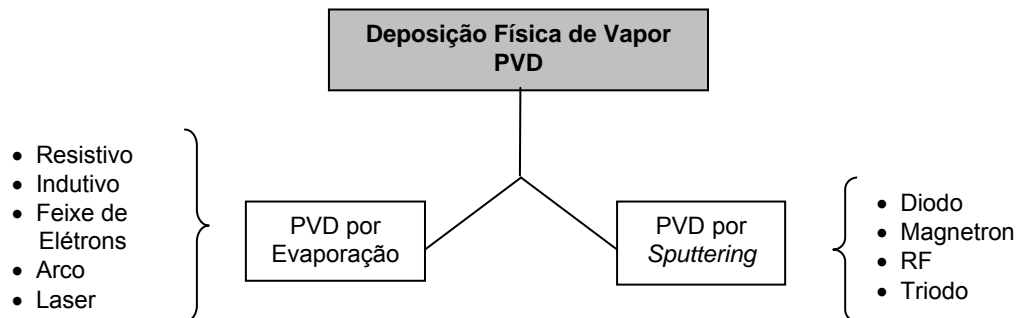


Figura 3.5 - Técnicas de deposição física de vapor baseadas em processos de recobrimentos (KENNETH *et al.*, 1994).

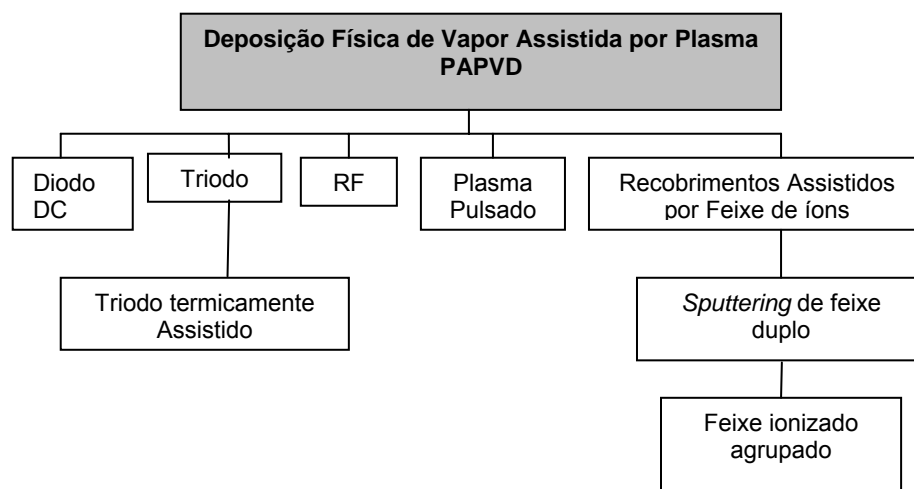


Figura 3.6 - Derivações do plasma nas técnicas de deposição física de vapor (KENNETH *et al.*, 1994).

3.1.2.1 - PVD por Evaporação

Os processos de PVD por evaporação (que estão mostrados do lado esquerdo da Figura 3.5) envolvem a obtenção da fase vapor do material que constituirá o reco-

brimento (pode ser líquido ou sólido) mediante seu aquecimento e, transformando-o para o estado gasoso. A evaporação, realizada numa câmara sob vácuo, produz um fluxo de átomos que se condensam sobre o substrato, formando o recobrimento (RICKERBY *et al.*, 1991).

As fontes de evaporação são classificadas de acordo com a forma de calor empregada. Existem muitas variações que podem ser estabelecidas devido a esta classificação, mas, em princípio, cinco fontes principais de evaporação se destacam (RICKERBY *et al.*, 1991):

1. Resistiva;
2. Indutiva;
3. Feixe de elétrons;
4. Arco elétrico;
5. *Laser*.

Dentre estas fontes, as resistivas e indutivas proporcionam apenas a deposição de materiais metálicos. As fontes de feixe de elétrons, a arco e a *laser* possibilitam, também, a obtenção de recobrimentos cerâmicos (RICKERBY *et al.*, 1991).

3.1.2.2 - PVD por *Sputtering*

O *sputtering* (mostrado do lado direito da Figura 3.5) é um processo atomístico que utiliza uma descarga luminescente para gerar um fluxo de íons que incide na superfície do material alvo causando uma erosão deste. Por transferência de momento serão gerados íons da superfície do material alvo. A técnica de *sputtering* foi inicialmente utilizada na década de 30, na produção de discos fonográficos, para deposição de recobrimentos metálicos condutores sobre tais discos. No final da década de 50, revestimentos de Ta-N e β -Ta foram empregados como revestimentos em resistores e capacitores, que eram produzidos para a área de telecomunicações. Devido à alta demanda destes resistores e capacitores, foi necessário o desenvolvimento de sistemas de *sputtering* para produção em série dos mesmos. As técnicas de deposição por *sputtering* foram influenciadas pelo desenvolvimento de componentes eletrônicos,

circuitos microeletrônicos e produtos com revestimentos de camadas ópticas (RICKERBY *et al.*, 1991).

Uma importante inovação na tecnologia de deposição foi conseguida na década de 70 com o desenvolvimento do *Sputtering Magnetron*. Esta técnica emprega um campo magnético para confinar o plasma numa região próxima a superfície do alvo. O aquecimento do substrato durante a deposição do recobrimento é menor no *sputtering magnetron*, fato que permite a obtenção de recobrimentos de alta qualidade sobre substratos que devem ser mantidos a temperaturas baixas. Uma limitação das técnicas *sputtering* são suas baixas taxas de deposição, tornando-as, comercialmente, menos competitivas do que outros processos PVD. Entretanto, os processos *sputtering* fornecem um bom número de vantagens em relação a outras técnicas comercialmente competitivas (RICKERBY *et al.*, 1991).

1. Uniformidade na espessura do recobrimento;
2. Deposição de materiais refratários;
3. Deposição de recobrimentos isolantes;
4. Os alvos podem apresentar grandes áreas;
5. Não há formação de respingo;
6. Não há formação de gotas.

Existem dois modos primários de formação dos recobrimentos depositados por *sputtering*: “não reativo” e “reativo”. No modo “não reativo”, o *sputtering* é obtido por meio de um plasma de um gás inerte, geralmente argônio, que não participa diretamente da formação de compostos com o material do alvo ou com o material do substrato. Mesmo que os íons do gás inerte não sejam incorporados no alvo ou no recobrimento como constituintes primários, eles o são em pequenas proporções, gerando efeitos prejudiciais nas propriedades do recobrimento. Em recobrimentos duros a incorporação de átomos de argônio causa uma expansão na rede do mesmo, aumentando sua tensão interna. Ainda existe a probabilidade de incorporação de íons do gás inerte mediante o bombardeamento destes no sistema substrato/recobrimento, dando origem a variações no modo de crescimento, na estequiometria e nas propriedades do recobrimento (RICKERBY *et al.*, 1991).

Há dois modos “reativos” de *sputtering*: o “catodo metálico” e o “catodo do composto do recobrimento”. No primeiro o alvo é uma superfície e a formação do composto é limitada somente ao substrato e às paredes da câmara. No segundo modo o catodo também é recoberto. Muitas técnicas de *sputtering* possibilitam a deposição de recobrimentos pelo modo “reativo”: Diodo DC, Diodo RF, Triodo e *Magnetron* (RICKERBY *et al.*, 1991).

3.1.2.3 - PAPVD

A deposição física de vapor assistida por plasma (PAPVD) é uma designação empregada a uma série de processos PVD, que utilizam uma descarga luminescente para melhorar as propriedades do recobrimento produzido. A técnica de PAPVD permite (RICKERBY *et al.*, 1991):

1. Aumentar a adesão do revestimento;
2. Obter espessura uniforme do recobrimento;
3. Evitar acabamento final ou polimento da superfície após o processo de recobrimento;
4. Controlar a estrutura do recobrimento;
5. Possibilitar a utilização de uma ampla faixa de materiais como recobrimento e substrato, inclusive materiais isolantes;
6. Controlar as taxas de deposição;
7. Não utilizar materiais tóxicos e/ou poluentes;
8. Possibilitar a deposição de recobrimentos de elevada pureza;
9. Baixar as temperaturas de processamento.

Este processo permite, ainda, a deposição de ligas, compostos e fases metaestáveis que são dificilmente conseguidas por outros processos. Esta técnica também possibilita controlar a morfologia do recobrimento e sua orientação cristalográfica preferencial, além da possibilidade de modificar características físicas de sua superfície. Os sistemas comerciais PAPVD utilizam fontes de vapor que são usadas em outros processos de PVD, entretanto, nestes sistemas as amostras ficam imersas no plasma, de forma a possibilitar o controle do nível de ionização e otimizar a deposição do recobrimento (RICKERBY *et al.*, 1991).

Os sistemas comerciais de PAPVD são classificados de acordo com a fonte de vapor empregada. Basicamente, três sistemas se destacam (RICKERBY *et al.*, 1991):

1. Sistemas de evaporação por feixe de elétrons;
2. Sistemas de evaporação a arco;
3. Sistemas *sputtering*.

3.1.3 - *Ion Plating*

Ion plating é o termo utilizado na designação de processos atomísticos de deposição de recobrimentos nos quais o substrato é submetido a um fluxo de partículas de alta energia, em função da tensão de BIAS aplicada, de forma a promover alterações na região interfacial e/ou nas propriedades do recobrimento. Estas alterações podem se refletir na adesão substrato/recobrimento, densidade e morfologia, tensões residuais do recobrimento e na deposição uniforme do material ao longo da superfície do substrato (BLOCHER *et al.*, 1982; BATISTA, 1999).

O processo *Ion Plating* é realizado em um plasma de baixa pressão de forma que o substrato seja o catodo. O substrato é, inicialmente, submetido a um bombardeamento de íons, de um gás inerte, durante um período de tempo antes da deposição do recobrimento. A deposição do recobrimento é iniciada sem a interrupção do bombardeamento de íons. Se for usado um gás reativo o processo passa a se denominar “*Ion Plating* Reativo” (BATISTA, 1999).

Devido ao contínuo bombardeamento da superfície do substrato, é necessário que a taxa de deposição dos íons seja maior que a taxa de *sputtering* para que o recobrimento se forme (BATISTA, 1999).

Este bombardeamento (que é obtido mediante a aplicação de um potencial elétrico na superfície do substrato) permite que esta técnica cubra uniformemente toda a superfície do substrato e, ainda, possibilita sua limpeza (se usar um plasma de baixa pressão e um gás inerte). Como consequência do bombardeamento têm-se os seguintes efeitos (BLOCHER *et al.*, 1982):

1. *Sputtering* da superfície do substrato;
2. Produção de defeitos;
3. Mudanças na morfologia da superfície;
4. Incorporação de gases;
5. Aumento da temperatura;
6. Mudanças na composição da superfície;
7. Formação de uma camada de “pseudodifusão”, conseguida sem a necessidade de solubilidade ou difusão.

As propriedades de recobrimentos produzidos por *Ion Plating* dependem de vários fatores. Este processo possui muitas variáveis, então, as propriedades dos recobrimentos podem ser amplamente variadas, dependendo dos parâmetros de processo (BATISTA, 1999).

A adesão do recobrimento ao substrato pode ser aumentada devido ao bombardeamento de íons antes e durante os estágios iniciais do revestimento, entretanto, esta adesão pode ser comprometida pela difusão e precipitação de espécies gasosas na interface, pela diferença entre coeficientes de expansão térmica do revestimento e do substrato em temperaturas de processamento mais elevadas, e ainda, pelo desenvolvimento de tensões residuais associadas ao crescimento do recobrimento em temperaturas de processamento mais baixas (ASM, 1996).

3.1.4 - Nitretação a Plasma

A nitretação à plasma (ou nitretação iônica) é um processo termoquímico ativado por plasma, cujo princípio se baseia na natureza energética de uma descarga luminescente (plasma de baixa energia) para a obtenção de uma camada superficial de elevada dureza (BATISTA, 1999). Este processo já adquiriu uma grande aceitação na área industrial, em aplicações diversas, para aumento de resistência ao desgaste, à fadiga e à corrosão (O'BRIEN, 1996; SATO *et al.*, 1988; SPALVINS, 1990; KAKAS *et al.*, 1990).

A principal diferença entre a nitretação a plasma e a nitretação convencional é o mecanismo de geração das espécies de nitrogênio “ativadas” na superfície da peça (O'BRIEN, 1996). O modelo proposto por Kolbel (EDENHOFER, 1974; O'BRIEN, 1996; SPALVINS, 1990) é o mais citado na descrição do mecanismo responsável pela

nitretação a plasma, embora muitos outros mecanismos já tenham sido apontados por diversos pesquisadores.

A descarga luminescente utilizada no processo de nitretação, pode ser gerada de diversas formas: descargas diodo CC, descargas RF, descargas de microondas e configurações com uma fonte auxiliar de elétrons para aumentar a ionização das espécies. Entretanto, a descarga diodo CC é a mais utilizada (SPALVINS, 1990).

O plasma de baixa pressão gerado é caracterizado por um estado de não-equilíbrio térmico, uma vez que os elétrons possuem temperaturas elevadas, da ordem de dezenas de milhares de graus Kelvin, enquanto os íons são relativamente “frios” com temperaturas apenas da ordem de centenas de graus Kelvin (ASM, 1996; RICKERBY *et al.*, 1991). Devido à elevada temperatura dos elétrons, a excitação e ionização de átomos neutros aumentam, resultando num aumento de reações químicas e aquecimento das espécies presentes no plasma. Entretanto, a fração de gases ionizados no plasma é relativamente pequena, tipicamente inferior a 0,1% (RICKERBY *et al.*, 1991). A Figura 3.7 mostra a curva tensão-corrente característica de diferentes tipos de descargas elétricas em argônio (KRAUSS, 1993). O processo de nitretação iônica em configuração diodo CC, bem como a maioria dos outros processos termoquímicos ativados por plasma, são realizados na região da descarga irregular (*abnormal glow*). Sob tais condições, a descarga luminescente cobre uniformemente as amostras, resultando, assim, num tratamento mais uniforme (ASM, 1996; RICKERBY *et al.*, 1991; KRAUSS, 1993).

O modelo proposto por Kolbel (Figura 3.8) se baseia na formação instantânea de compostos de ferro e de nitrogênio na superfície (O'BRIEN, 1996; BATISTA, 1999; SPALVINS, 1990). Tal formação se processa da seguinte forma:

1. Produção de íons de nitrogênio e de nitrogênio atômico no plasma;
 2. *Sputtering* de Fe (ferro) e de contaminantes da superfície do material;
 3. Formação de nitretos de ferro FeN;
 4. Adsorção e condensação / deposição de FeN na superfície;
 5. Posterior decomposição dos nitretos FeN em Fe₂N, Fe₂₋₃N e Fe₄N, na superfície catódica, e liberação de nitrogênio atômico para difusão.
-

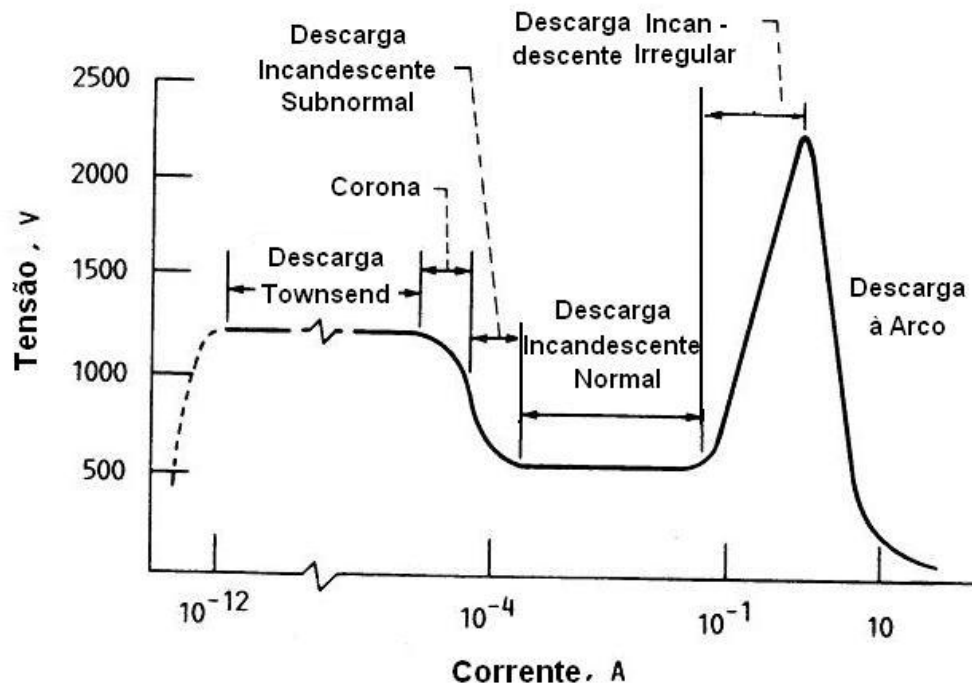


Figura 3.7 - Curva tensão-corrente característica de diferentes tipos de descargas em argônio (KRAUSS, 1993).

A camada nitretada a plasma é geralmente caracterizada por uma camada superficial de nitretos de ferro, denominada camada de compostos (*compound layer*), e por uma zona de difusão abaixo desta. Dependendo da concentração de nitrogênio e da temperatura, são formadas na superfície as fases γ' -Fe₄N (CFC), ϵ -Fe₂₋₃N (hexagonal) ou uma mistura de ambas, dando origem a denominada camada de compostos (camada de nitretos de ferro) que pode ser “monofásica” ou “bifásica”. O endurecimento da zona de difusão da camada nitretada é alcançado através da precipitação de finos nitretos de elementos de liga, em aços ligados ou de nitretos de ferro em aços-carbono comuns nesta região (O’BIEN, 1996; KRAUSS, 1993; INAL *et al.*, 1990). As fases, microestrutura, espessura, dureza e tipo da camada nitretada (camadas superficiais de nitretos de ferro e/ou zona de difusão) resultantes são controladas pelas variáveis do processo, tais como temperatura, composição do gás, tempo, pressão total e densidade de corrente (SPALVINS, 1990; O’BIEN, 1996; KRAUSS, 1993; INAL *et al.*, 1990; BATISTA, 1999).

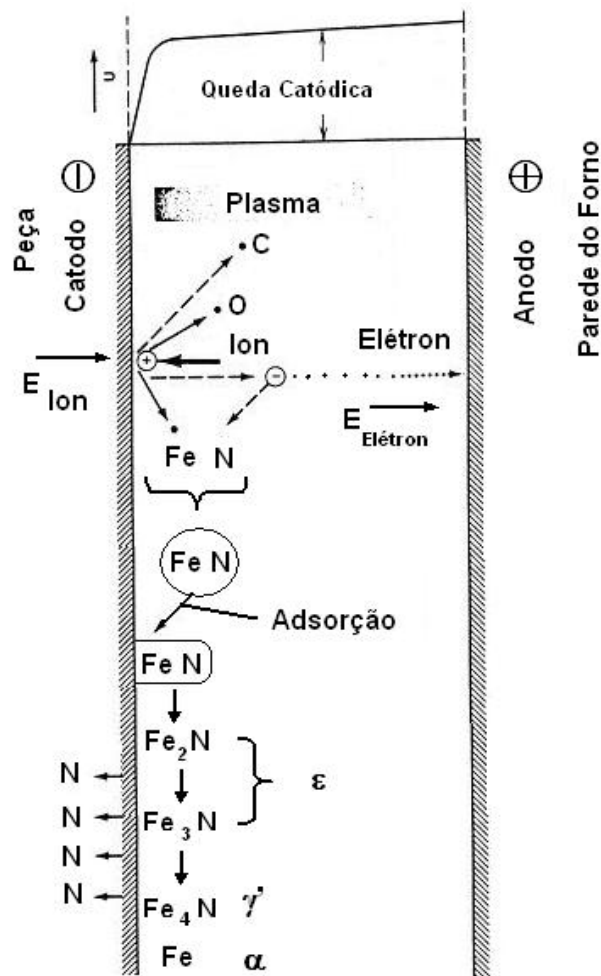


Figura 3.8 - Mecanismos envolvidos na nitretação à plasma segundo o modelo de Kolbel (O'BRIEN, 1996).

A cinética do processo de nitretação a plasma depende da composição do gás utilizado. Para uma dada temperatura e tempo de nitretação, plasmas de N_2-H_2 normalmente apresentam uma camada nitretada de maior espessura do que plasmas de N_2 e $Ar-N_2$ (KORHONEN *et al.*, 1982). Tal cinética superior observada em plasmas de N_2-H_2 foi atribuída a formação da fase ξ (Fe_2N) após um tempo de nitretação igual a cinco minutos. Essa formação quase imediata deste composto de ferro sugere um mecanismo de *sputtering* de átomos de ferro da superfície, formação de Fe_2N na região catódica do plasma (*cathode sheath*) e conseqüente re-deposição do mesmo na superfície. A imediata formação de Fe_2N na superfície pode ser a razão pela qual a nitretação a plasma apresenta cinética superior a nitretação convencional (KOHONEN *et al.*, 1982; BATISTA, 1999).

Além disso, observou-se que o crescimento das camadas de nitretos de ferro não era parabólico com o tempo, como ocorre na nitretação convencional (KOHONEN *et al.*, 1982). Observou-se uma taxa de crescimento destas camadas muito mais elevada que a parabólica no estágio inicial do processo. Já a zona de difusão apresentou uma taxa de crescimento parabólica com o tempo, indicando que nesta região o mecanismo é controlado por difusão.

Em 1982, foi demonstrado pela primeira vez, que era possível realizar um tratamento de nitretação em um equipamento de PAPVD, a baixa pressão (KOHONEN *et al.*, 1982). A partir de então, vários pesquisadores consideraram a realização da nitretação a plasma em baixa pressão, em configuração triodo CC ao invés de diodo CC, visando a produção de recobrimentos dúplex. Várias configurações (CZERWIEC *et al.*, 1998), inclusive triodo CC, vêm sendo empregadas, com sucesso, para realização da nitretação a plasma a baixa pressão.

Uma vez que as características da descarga luminescente estão intimamente relacionadas ao comportamento frente a nitretação, espera-se que tanto os mecanismos que levam a produção de uma camada de compostos (monofásica ou bifásica), bem como suas propriedades, sejam diferentes em uma configuração triodo CC, configuração normalmente utilizada nos equipamentos de PAPVD (BATISTA, 1999).

3.1.5 - Conjugados Dúplex

No início dos anos 80 foi produzido pela primeira vez conjugados dúplex em um equipamento de *Ion Plating* (KORHONEN *et al.*, 1993) através de operações sucessivas de nitretação iônica e deposição de um recobrimento de Ti-N e, a partir daí, vários pesquisadores começaram a utilizar este processo (BATISTA, 1999; DINGREMONT *et al.*, 1993; LEYLAND, 1991; PARK *et al.*, 1990; VAN STAPPEN *et al.*, 1991; VAN STAPPEN *et al.*, 1993; WILSON *et al.*, 1993; SANCHETTE *et al.*, 1997; BUECKEN *et al.*, 1994; D'HAEN *et al.*, 1993; GREDIC *et al.*, 1992).

Os conjugados dúplex são caracterizados por uma camada nitretada seguida pela deposição de um recobrimento duro. Vários tipos de conjugados dúplex têm sido produzidos para diversas aplicações (BATISTA, 2001a; PARK, *et al.*, 1990; VAN STAPPEN *et al.*, 1993; ZLATANOVIC, 1990; WILSON *et al.*, 1993; BUECKEN *et al.*, 1994). Entre-

tanto, a maior parte dos trabalhos existentes estão concentrados em conjugados dúplice formados por uma camada nitretada e recobrimentos de Ti-N. Em muitos trabalhos a produção de conjugados dúplice não foi realizada em operações sucessivas no mesmo reator. A nitretação do substrato foi efetuada em reatores de nitretação a plasma (em configuração diodo) e, posteriormente as amostras foram colocadas em um reator de PVD para serem recobertas (ZLATANOVIC, 1990; SUN *et al.*, 1991; SUN *et al.*, 1992). Entretanto, devido ao menor custo apresentado pela realização da nitretação e deposição do recobrimento em operações sucessivas no mesmo reator esta opção vem sendo amplamente utilizada (MATTHEWS *et al.*, 1993).

O fator crítico na produção de conjugados dúplice é a adesão do recobrimento à camada nitretada. Sun *et al.* (1991) foram os primeiros pesquisadores a identificar o problema de formação de uma camada superficial denominada de camada preta (*black layer*), desde que, após ataque químico com o reativo nital, ela se apresenta preta. Durante a deposição do recobrimento de Ti-N a 500°C (773K), em substrato de aço En40B, estes pesquisadores observaram a presença desta camada entre o recobrimento de Ti-N e a camada de compostos (nitretos de ferro). Quando esta camada de nitretos de ferro era removida da superfície por lixamento, antes da deposição do recobrimento de Ti-N, ou se a nitretação era realizada de forma a não produzir esta camada (*bright nitriding*), o compósito resultante não apresentava a camada preta. Eles atribuíram a formação desta camada à decomposição da camada de compostos durante o processo de PVD, uma vez que foi observada uma redução na espessura desta camada de compostos após a deposição do recobrimento de Ti-N. As análises, de reação nuclear e de difração de raios-X, indicaram que a denominada camada preta era formada da fase α -Fe. A conclusão foi de que o processo de PVD produziu condições tais, que levaram a formação da camada de nitretos de ferro (Fe_4N e Fe_{2-3}N) a se transformarem em α -Fe na região interfacial entre Ti-N/camada de compostos, originando a camada preta. Medidas de microdureza mostraram que a camada preta possuía uma dureza da ordem de 500HV (5GPa - relativamente baixa). Segundo estes pesquisadores, a formação e desenvolvimento desta camada são determinados pela decomposição dos nitretos de ferro e conseqüente difusão de nitrogênio para fora da interface, ambos processos sendo dependentes da topografia da superfície e da temperatura do processo de PVD (SUN *et al.*, 1991). A deposição da camada de nitretos de ferro foi estudada em um plasma de hidrogênio e, os resultados mostraram que esta camada permanecia estável até 450°C (723K). A

deposição do recobrimento foi, então, realizada a 450°C (723K) e nenhuma camada preta foi produzida.

A presença de uma camada preta no conjugado dúplice fez com que o mesmo apresentasse baixa capacidade de carregamento e baixa resistência ao desgaste em testes de deslizamento puro (SUN *et al.*, 1991; SUN *et al.*, 1992). A combinação (Ti-N)+(zona de difusão) apresentou maior resistência ao desgaste e maior capacidade de carregamento do que a combinação (Ti-N)+(camada de nitretos de ferro)+(zona de difusão) – sem a camada preta. Foi também observada uma dependência linear entre resistência ao desgaste do recobrimento dúplice e a dureza do recobrimento de Ti-N. As soluções apontadas por Sun *et al.* (1991) para evitar a formação de uma camada preta foram (SUN *et al.*, 1991; SUN *et al.*, 1992):

1. Remoção da camada de nitretos de ferro através de lixamento antes da deposição do recobrimento;
2. Controle adequado dos parâmetros do processo durante a etapa de nitretação a plasma, de forma a evitar a formação de uma camada de nitretos de ferro na superfície (*bright nitriding*).

Alguns trabalhos ressaltam a importância de controlar as etapas de nitretação a plasma e de PVD (SUN *et al.*, 1991; SUN *et al.*, 1992), de forma que ao se produzir um recobrimento de Ti-N de elevada dureza e uma combinação (Ti-N)+(camada nitretada com zona de difusão) - sem a camada de compostos. Esta última camada deve ser suficientemente espessa para fornecer uma boa capacidade de carregamento do conjugado dúplice, assegurando assim, uma otimização na resistência mecânica e capacidade de carregamento (BATISTA, 1999).

Na literatura existem controvérsias em relação à influência da camada de compostos na adesão de conjugados dúplices. Korhonen *et al.* (1983) produziu um conjugado dúplice de Ti-N, em configuração triodo, com boa adesão. Entretanto, nenhuma camada de compostos foi produzida durante a etapa de nitretação. Já foi observada uma baixa adesão no conjugado dúplice de Ti-N sobre um substrato de aço inoxidável AISI 304 (VAN SATAPPEN *et al.*, 1991), esta baixa adesão foi atribuída por estes autores ao alto nível de tensões internas da camada de compostos, formada durante a etapa de nitretação a plasma. Anjing *et al.* (1989) registrou uma boa adesão de um conjugado

dúplex de Ti-N em substratos de aço rápido, a qual foi relacionada a uma combinação química e cristalográfica favorável entre a camada de nitretos de ferro e o recobrimento de Ti-N.

Desde então a prática usual tem sido remover a camada de nitretos de ferro (SUN *et al.*, 1991; SUN *et al.*, 1992; LEYLAND *et al.*, 1991; GREDIC *et al.*, 1992) antes do recobrimento, ou evitar a sua formação durante a etapa de nitretação através do controle adequado dos parâmetros de processo, uma vez que a formação desta camada levaria ao recobrimento dúplex a exibir uma baixa adesão.

Certamente tais resultados contraditórios devem estar relacionados aos diferentes parâmetros de processos empregados, bem como ao comportamento distinto de diferentes substratos frente a nitretação. A transição entre a etapa de nitretação a plasma e a deposição do recobrimento parece ser particularmente importante, conforme registrado na literatura (VAN STAPPEN *et al.*, 1991; VAN STAPPEN *et al.*, 1993; D'HAEN *et al.*, 1993; QUAEYHAEGENS *et al.*, 1992; BATISTA, 1999).

A deposição de uma camada intermediária de Ti e o tratamento térmico intermediário na produção de conjugados dúplex de Ti-N em substrato de aço rápido AISI M2, possibilitou uma otimização da adesão deste recobrimento ao substrato (VAN STAPPEN *et al.*, 1991). Este tratamento consistiu de um resfriamento a vácuo das amostras após nitretação (até 150°C - 423K), seguido de aquecimento até a temperatura de deposição do recobrimento e um ataque iônico por 20 minutos.

Dingremont *et al.* (1993) confirmaram que a formação da camada preta é resultado da perda de nitrogênio da camada de compostos durante a etapa de recobrimento. Estes pesquisadores estudaram a influência do ciclo térmico e do ataque iônico em plasma de argônio na desestabilização da camada de compostos em substratos de aço 35NCD16. Seus resultados indicaram que, para se evitar a desestabilização da camada de compostos neste substrato, a temperatura não deve exceder 470°C (743K). Esta camada de nitretos de ferro também é desestabilizada pelo ataque iônico de argônio a temperaturas superiores a 350°C (623K). Sem a realização de nenhum tratamento intermediário, e mantendo a temperatura de deposição em 470°C (743K), não foi verificado a desestabilização da camada de compostos. Estes pesquisadores acreditam que um filme de óxido foi formado na superfície das amostras durante esta eta-

pa de nitretação ou durante a deposição do recobrimento como resultado da extração de gás das paredes do reator devido ao aquecimento realizado. Este filme de óxido atua, então, como uma barreira entre a camada de nitretos de ferro e o plasma. A realização do ataque iônico de argônio promove a destruição deste filme de óxido, levando à desestabilização da camada de compostos, devido à retrodifusão de nitrogênio para o plasma de argônio. A realização do ataque iônico em um plasma de argônio com pressão parcial controlada de N_2 não induziu a desestabilização da camada de nitretos de ferro. Estes autores sugerem que a etapa de ataque iônico seja realizada em um plasma de $Ar+N_2$ a fim de se evitar a desestabilização da camada de compostos.

Batista (2001a) demonstrou que, para um conjugado dúplice de Ti-N, com camada de compostos monofásica $\epsilon-Fe_2N$ e com um tratamento intermediário adequado anterior a deposição do recobrimento, não houve o aparecimento da camada preta e a adesão do conjugado dúplice não foi comprometida. Este fato, indica que o aparecimento da camada de compostos, proveniente da etapa de nitretação a plasma, não é de todo insatisfatório ou indesejado. O cuidado maior que se deve ter é na etapa de deposição do recobrimento, onde um tratamento intermediário e um alto controle no processo de deposição são desejáveis para se evitar a desestabilização da camada de compostos e formação da camada preta.

3.2 - Erosão por Cavitação

3.2.1 - Cavitação

Cavitação é definida como a repetida nucleação, crescimento e colapso de cavidades ou bolhas em um líquido. Quando um líquido é sujeito a tensões trativas suficientemente altas, provocadas pela súbita queda da pressão abaixo da pressão de vapor, vazios ou cavidades são formados em sítios de nucleação dentro do líquido e crescem sob condições de tração. Quando esse líquido é subsequenteiramente sujeito a tensões compressivas, devido a pressões hidrostáticas mais altas, essas cavidades tornam-se instáveis e entram, violentamente, em colapso. A pressão produzida pelo colapso pode causar deformação localizada e/ou remoção de material da superfície de um sólido presente nas vizinhanças da cavidade (Figura 3.9-a e b). Essa remoção de material é denominada, na literatura, como “dano” ou “erosão cavitacional”. A cavitação pode

ocorrer em qualquer líquido que apresentar flutuação de pressão, seja por fluxo ou por vibração do sistema sendo, os sítios de nucleação, impurezas sólidas, líquidas e gasosas presentes em todos os líquidos. (HANSSON *et al.*, 1992; LIMA, 2002).

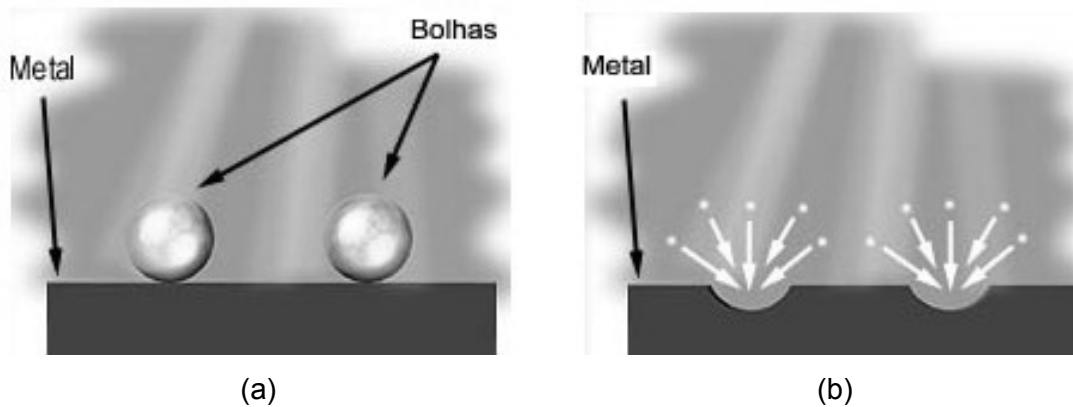


Figura 3.9 - (a) Bolhas próximas a superfície de um metal. (b) Colapso das bolhas causando remoção de material da superfície.

A remoção de material sólido da superfície próxima à cavidade, principal dano causado pela cavitação, pode ser observada em todos os tipos de sólidos. Assim, metais duros, macios, dúcteis ou frágeis, quimicamente ativos ou inertes têm sido danificados pela cavitação. Borracha, plástico, vidro, quartzo, concreto e outros sólidos não metálicos têm sido igualmente susceptíveis ao dano devido à cavitação (KNAPP *et al.*, 1970; LIMA, 2002; MARQUES, 1996).

A aparência da cavitação tem sempre o mesmo formato, se parece com uma névoa de espuma de sabão. A razão para isso é que, sendo a cavitação um fenômeno de alta velocidade, os movimentos são muito rápidos para serem resolvidos pelo olho humano ou por uma câmara comum, dando a impressão de que a imagem está ligeiramente fora de foco (MARQUES, 1996).

Pode-se descrever os estágios da cavitação quanto a sua formação. O termo “estágio incipiente” tem sido usado há muito tempo para descrever a cavitação no limite de detecção. As bolhas observáveis neste estágio são pequenas e a zona na qual a cavitação ocorre é limitada (MARQUES, 1996).

Se ocorrerem variações nas condições do líquido (pressão, velocidade, temperatura) que aumentem as taxas de vaporização, outros estágios vão se sucedendo, distintos do estágio incipiente, chamados “desenvolvidos” (MARQUES, 1996).

Os eventos exatos, no início e desenvolvimento da cavitação, dependem das condições do líquido, incluindo a presença de contaminantes sólido ou gasosos, e do campo de pressão na zona de cavitação. Também as manifestações da cavitação hidrodinamicamente produzidas dependem destes fatores, bem como da configuração dos contornos sólido/líquido (MARQUES, 1996).

Há diversas maneiras de se classificar as diferentes aparências da cavitação. Uma, por exemplo, é de acordo com as “condições nas quais ocorre”, isto é (KNAPP *et al.*, 1970; MARQUES, 1996):

- Cavitação num jato de fluxo;
- Cavitação em corpos imersos em movimento;
- Cavitação sem um fluxo principal.

Outro método possível é segundo as “características físicas principais”. Mesclando-se os dois métodos, a cavitação pode ser ainda classificada como:

- Móvel;
- Fixa;
- Em turbilhão;
- Vibratória.

A velocidade de colapso de uma cavidade tem a seguinte relação (Equação 3.1) (HANSSON *et al.*, 1992; LIMA, 2002):

$$v \propto \left(\frac{P V}{\rho_{\text{liq.}}} \right)^{1/2} \quad (3.1)$$

Onde:

- v é a velocidade de colapso;
 - P é a pressão hidrostática sob a qual a cavidade entra em colapso;
 - V é o volume inicial da cavidade;
 - ρ_{liq} é a densidade do líquido.
-

Valores de raios de cavidades para cavitação por fluxo, estão tipicamente na faixa de 0,25mm a 1,0mm e, para cavitação vibratória, giram em torno de, aproximadamente, 50 μ m. A pressão hidrostática é da ordem de algumas atmosferas. Assim, para uma cavidade em torno de 1,0mm de raio entrando em colapso a 0,1MPa (1atm) em água, a velocidade de colapso será em torno de 100m/s a 150m/s (HANSSON *et al.*, 1992; LIMA, 2002).

Possíveis mecanismos de desgaste para descrever a erosão provocada pela cavitação podem envolver “ondas de choque” ou “microjatos”. Quando uma cavidade entra em colapso dentro de um líquido, longe de qualquer superfície sólida, esse colapso ocorre simetricamente e emite ondas de choque para o líquido nas vizinhanças. Por outro lado, quando o colapso ocorre em contato ou muito próximo da superfície sólida, o mesmo se dá assimetricamente formando um microjato de líquido direcionado contra a superfície sólida. Ambos os mecanismos descritos têm sido reconhecidos como a causa mais provável de erosão, mas apresentam falhas que não permitem uma explicação para a extensão da erosão observada. Por exemplo, ondas de choque são rapidamente atenuadas e o diâmetro dos microjatos são muito pequenos para explicar a extensão da erosão observada. Entretanto, tais falhas podem ser atenuadas pelo fato de que uma cavidade não atua separadamente e, sim, em grupo, sendo que o colapso de uma acentua o efeito da cavidade adjacente (HANSSON *et al.*, 1992; LIMA, 2002).

Em todas as situações práticas que envolvem cavitação, um grande número de cavidades é gerado ao mesmo tempo e constitui o que pode ser descrito como “cachos de cavidades”. Quando estes cachos são sujeitos a um aumento da pressão hidrostática externa, sofrem colapsos de uma maneira combinada, iniciando-se nas cavidades mais externas do cacho e prosseguindo em direção às cavidades centrais. Nessa sequência, muito da energia gerada pelo colapso das cavidades externas é transferida para as cavidades da parte interna do cacho através de um aumento local da pressão hidrostática em cada colapso individual, resultando em um significativo aumento na intensidade do colapso das cavidades centrais (HANSSON *et al.*, 1992; LIMA, 2002).

3.2.2 - Erosão por Cavitação

A erosão por cavitação é uma degradação mecânica e remoção de materiais causada pela cavitação em um meio líquido onde o carregamento mecânico da superfície sólida, sujeita à degradação, é provocado pelo colapso assimétrico das cavidades próximas ou na superfície. Em erosão por cavitação, as cargas mecânicas são localizadas e, devido ao colapso combinado dos cachos de cavidades, podem ser bastante altas resultando na deformação da superfície. Assim, o carregamento repetido pode, eventualmente, levar à remoção de material da superfície sólida, que é denominada de “erosão” (HANSSON *et al.*, 1992; LIMA, 2002).

O efeito erosivo de um cacho de cavidades depende de fatores como (HANSSON *et al.*, 1992; LIMA, 2002):

- Pressão hidrostática;
- Tamanho do cacho de cavidades;
- Distância entre cada cavidade e a superfície sólida;
- Distribuição de tamanho das cavidades;
- Temperatura do líquido;
- Densidade do líquido.

A energia dos cachos de cavidades é transferida para a superfície sólida e pode ser “absorvida ou dissipada pelo sólido” ou “refletida como ondas de choque no líquido”. O material absorverá a energia como “deformação elástica”, “deformação plástica” ou “fratura”. Quanto maior for a capacidade do material sólido de absorver energia por deformação elástica ou plástica, ou seja, quanto maior for a resiliência e/ou a tenacidade do material, maior será a sua resistência à erosão por cavitação (HANSSON *et al.*, 1992; LIMA, 2002).

A erosão provocada pela cavitação é conhecida como a “perda de massa da superfície sólida” submetida a um dado tempo de cavitação. A taxa de erosão em função da contínua exposição à cavitação, normalmente, não é uma função linear (HANSSON *et al.*, 1992; LIMA, 2002).

A curva de perda de massa da superfície sólida versus tempo de erosão por cavitação é constituída de cinco estágios (HEYMANN, 1992; LIMA, 2002):

1. Incubação, onde pouca ou nenhuma perda de massa pode ocorrer, correspondendo ao estágio *running-in* (etapa de amaciamento de processos de desgaste);
2. Aceleração, durante o qual a taxa de erosão aumenta rapidamente até atingir um valor máximo;
3. Máxima taxa, onde a taxa de erosão assume um valor máximo e mantém-se aproximadamente constante;
4. Desaceleração, durante o qual a taxa de erosão reduz para algumas frações da taxa máxima;
5. Final, onde a taxa assume novamente um valor constante.

3.2.3 - Ensaios de Erosão por Cavitação Vibratória

O teste de erosão por cavitação vibratória utiliza um transdutor ultra-sônico de 20kHz e com potência de saída entre 250W e 500W. Este transdutor é ligado a um transformador de velocidade, onde a amostra é fixada (Figura 3.10). A amostra é imersa em um recipiente com líquido de teste (geralmente água destilada). A temperatura desse líquido deve ser mantida em torno de um valor específico durante todo o teste. Também, a frequência de vibração e sua amplitude devem ser controladas e monitoradas. A amostra é pesada antes do início do teste e durante a realização do mesmo, em intervalos periódicos, de forma a se obter a variação de massa em função do tempo, que não é linear (HANSSON *et al.*, 1992). A interpretação da curva volume versus tempo permite a comparação de resultados entre diferentes materiais ou entre diferentes fluídos (ASTM, 1985; LIMA, 2002).

As condições definidas para o ensaio de erosão por cavitação vibratória são as seguintes (ASTM, 1985; LIMA, 2002):

- A frequência de oscilação da amostra deve ser de $(20,0 \pm 0,2)$ kHz;
 - O valor de pico a pico da amplitude na água deve ser de $0,05\text{mm} \pm 5\%$ durante todo o teste;
-

- O líquido de teste deve ser água destilada ou outro reagente à base de água segundo especificação D1193;
- A capacidade do recipiente que contém o líquido de teste deve ser, no mínimo, igual a 800ml e, no máximo, igual a 1200ml;
- O volume do líquido de teste deve ser, no mínimo, igual a 600ml e, no máximo, igual a 900ml;
- A profundidade do líquido no recipiente deve ser, no mínimo, igual a 60mm;
- A temperatura do líquido de teste deve ser mantida em $(22\pm 1)^{\circ}\text{C}$;
- O gás sobre a superfície do líquido de teste deve ser ar a uma pressão de $(72\pm 9)\times 10\text{mmHg}$;
- A superfície da amostra deve ser plana e seu diâmetro deve ser igual a $(15,88\pm 0,05)\text{mm}$;
- A profundidade de imersão da amostra no líquido deve estar na faixa de 3,2mm a 12,7mm.

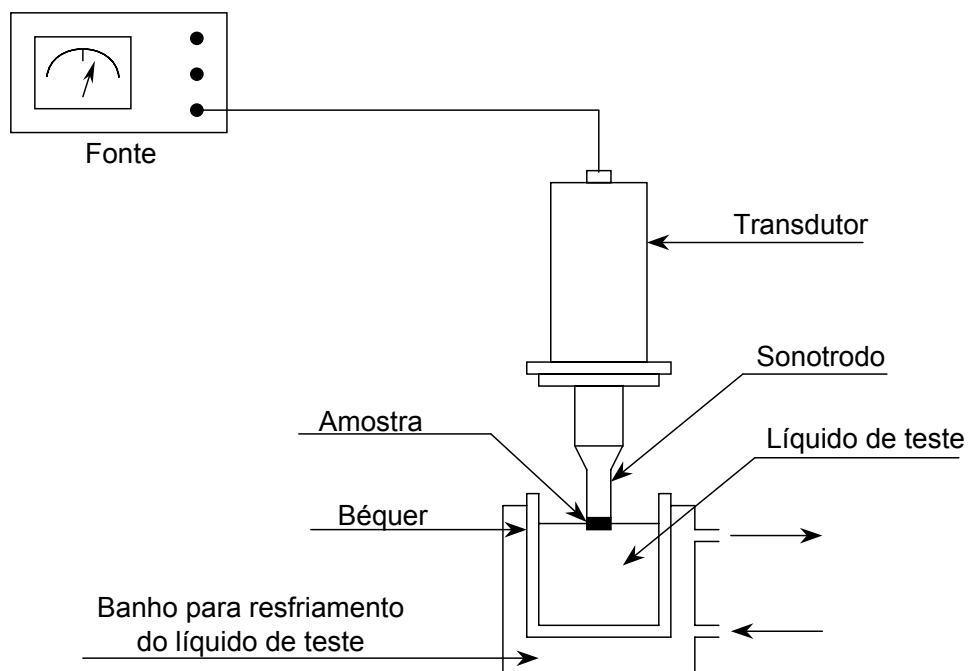


Figura 3.10 - Desenho esquemático de um equipamento usado no ensaio de cavitação vibratória (ASTM, 1985; LIMA, 2002).

3.2.4 - Determinação do Tempo de Incubação

A exatidão na determinação do tempo de incubação, t_i , no processo de erosão cavitacional é muito importante para o engenheiro projetista, pois é o tempo no qual a superfície exposta permanece praticamente intacta (MEGED, 2002). Este estágio é definido pela Norma ASTM-G32 (ASTM, 1985) como um tempo inicial no processo de erosão cavitacional no qual a taxa de erosão é igual a zero ou apresenta um valor desprezível comparado com outros estágios (Figura 3.11). O tempo de incubação, t_i , é associado à resistência à erosão da superfície da amostra que primeiramente é exposta ao fenômeno cavitacional. A resistência à erosão desta camada superficial pode ser muito diferente daquela do material mais homogêneo que se encontra abaixo desta camada superficial, denominada camada de contorno (MEGED, 2002). O tempo de incubação, desta forma, dependerá das condições superficiais anteriores ao teste de erosão cavitacional. Tensões residuais, microdeformações e/ou textura superficial (rugosidade), introduzidos por processos de acabamento e não removidos anteriormente à realização do teste, podem influenciar, em muito, a medida do tempo de incubação. Além disso, desde que a precisão da pesagem de variação de massa erodida é limitada, implicará que somente para tempos maiores que a precisão desta medição seja detectado variações de massa e outras vezes implicará que tempos muito curtos de testes terão que ser realizados para detecção do tempo de incubação. Este procedimento pode aumentar, em muito, o tempo total de estudo da evolução de perda de massa com o tempo de erosão. Para materiais cujo comportamento frente à erosão cavitacional é desconhecido, os intervalos de pesagem primeiramente selecionados, podem não determinar com precisão o tempo de incubação (não se sabe quando que haverá a perda de massa e o teste é destrutível).

Por outro lado, a metodologia de medição também pode influenciar muito o valor medido deste parâmetro. Em 2002, um programa interlaboratorial (MEGED, 2002), desenvolvido com o objetivo de investigar a variabilidade da determinação do tempo de incubação obtido a partir dos testes de erosão cavitacional, utilizou-se de corpos de prova produzidos a partir de uma amostra de referência de Ni 200 (USN N02200) e determinou quatro parâmetros principais definidos pela Norma ASTM-G32 (ASTM, 1985). Foram eles:

- A máxima taxa de erosão (MTE);
- O tempo de incubação nominal (t_{in});
- O tempo para se alcançar uma profundidade de erosão igual a 50 μm , (t_{50});
- O tempo para se alcançar uma profundidade de erosão igual a 100 μm (t_{100}).

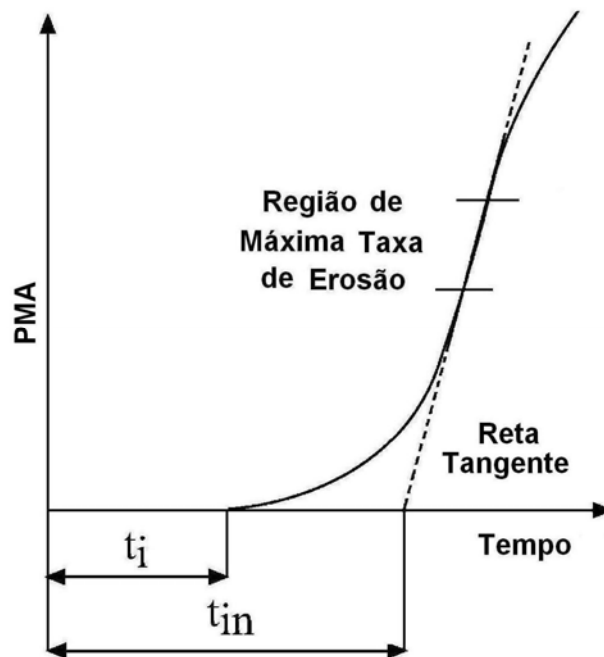


Figura 3.11 - Definição de t_i e t_{in} de acordo com a norma (MEGED, 2002; ASTM, 1985).

O tempo de incubação nominal, t_{in} , é definido pela norma (ASTM, 1985) como o intercepto ao eixo tempo de uma linha reta tangente ao ponto de inclinação máxima da curva taxa de erosão versus tempo, como mostrado na Figura 3.11. A variabilidade na determinação deste parâmetro, t_{in} , foi encontrada ser cerca de três vezes maior que a dos outros parâmetros (MEGED, 2002). A causa principal desta variabilidade estaria na dificuldade de localizar o ponto de taxa máxima de erosão na curva cumulativa de erosão e, a partir dele, desenhar uma linha tangente. Um pequeno desvio neste procedimento pode resultar numa larga variação do valor de t_{in} (MEGED, 2002).

A metodologia proposta por Meged (2002) parte inicialmente da aplicação de uma função de distribuição cumulativa de Weibull (ABERNETHY, 1996) para a descrição dos pontos experimentais obtidos nos testes de erosão cavitacional vibratória, de acordo com a Equação 3.2:

$$F(t) = 1 - e^{-\left(\frac{t}{\eta}\right)^\beta} \quad (3.2)$$

Onde:

- $F(t)$ é a função de distribuição cumulativa ou fração de falha;
- t é o tempo;
- η é tempo característico ou fator de escala;
- β é a inclinação da curva de Weibull ou fator de forma.

A expressão geral para o tempo de erosão cavitacional é dada pela Equação 3.3:

$$t = \eta^\beta \sqrt[\beta]{\ln \left[\frac{1}{1 - F(t)} \right]} \quad (3.3)$$

Se um bom ajuste for encontrado entre a curva de Weibull e a curva de profundidade de erosão (dado pelo quociente da massa medida dividido pelo produto da densidade do material e a área erodida em questão), o tempo de incubação nominal será dado como o tempo onde se tem a inclinação máxima da função Weibull, determinada pela derivada segunda da função de ajuste Weibull em relação ao tempo e de acordo com o procedimento ilustrado na Figura 3.11 e expresso pela Equação 3.4:

$$t_{in} = t_{MTE} - \frac{1 - k}{\left(\frac{\beta}{\eta}\right) t_{MTE}^{\beta-1} k} \quad (3.4)$$

com k indicado na Equação 3.5.

$$k = e^{-\left(\frac{t_{MTE}}{\eta}\right)^\beta} \quad (3.5)$$

Segundo Meged (2002), mesmo definindo matematicamente o tempo de incubação nominal a partir da curva de ajuste Weibull aos pontos experimentais, foi obtida uma

grande variabilidade nos valores determinados pelos diferentes laboratórios participantes do programa interlaboratorial.

Por causa das desvantagens dos dois métodos anteriores, Meged (2002) então propôs uma nova metodologia para se determinar, com maior confiabilidade, este tempo de incubação, definido como sendo igual ao tempo limite de erosão, TLE, igual ao tempo necessário para se atingir uma profundidade média de $1\mu\text{m}$ (Figura 3.12). Segundo este autor, o tempo de incubação definido como tal, tem significado físico, é fácil de se medir e calcular e apresentaria pouca variabilidade nos resultados determinados por diferentes pesquisadores.

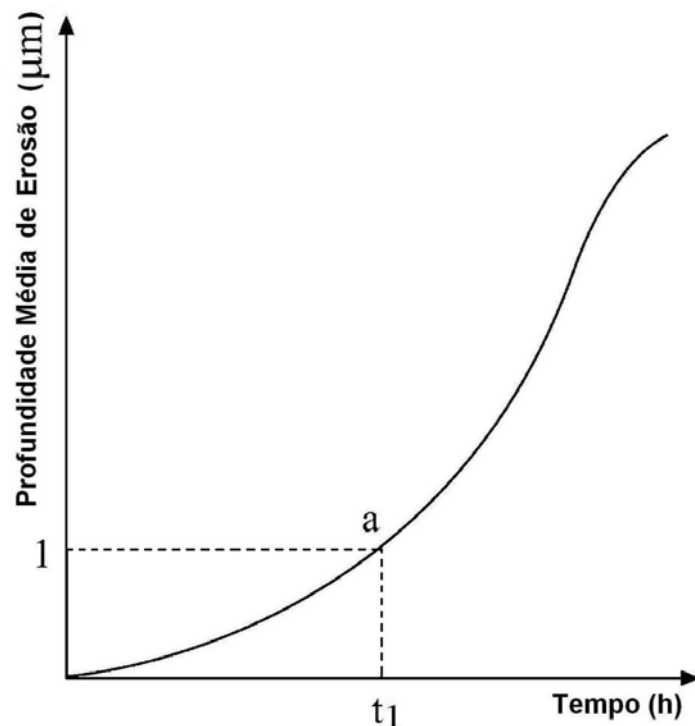


Figura 3.12 - Definição de t_{in} (MEGED, 2002; ASTM, 1985).

A precisão na determinação deste parâmetro seria maior, e um parâmetro denominado coeficiente de variabilidade (COV) foi definido para verificar se este novo procedimento para determinação do tempo de incubação resultava em menor variabilidade. A Equação 3.6 expressa este coeficiente:

$$\text{COV}(\%) = 100 \frac{S}{X} \quad (3.6)$$

Onde:

- s , é o desvio padrão das medidas;
- \bar{x} é a média aritmética dos resultados.

O índice COV na determinação do tempo de incubação nominal, t_{in} , dado pela Equação 3.6, foi igual a 33,3% enquanto que para o tempo limite de erosão TLE foi igual a 26,4%. Assim, um ganho de 6,6% no coeficiente de variabilidade (COV) foi ganho com o desenvolvimento desta nova metodologia proposta por Meged (2002) para determinação do tempo de incubação. O autor ressalta a importância de se utilizar intervalos curtos de tempo nos testes de erosão para o período de incubação para se obter resultados com maior confiabilidade.

Uma nova metodologia para se determinar o tempo de incubação será proposta neste trabalho, baseado nos resultados obtidos de análise estatística de regressão linear segmentada contínua.

3.3 - Perfilometria

3.3.1 - Introdução

A avaliação da superfície usando perfis bidimensionais tem sido empregada desde o início da década de 1930. No início do desenvolvimento das técnicas de medição, os engenheiros concluíram que eles necessitavam de um melhor entendimento sobre as superfícies, para serem capazes de julgar como elas se interagem (STOUT *et al.*, 2000).

Nesta época, a tecnologia de transdução (dispositivos para se transformar um tipo de sinal em outro) era, principalmente, mecânica. Sendo assim, os analisadores de superfície originais eram extremamente simples. Nestes instrumentos uma ponta movia-se pela superfície e seus movimentos eram gravados. A partir daí algumas estimativas simples de amplitude eram feitas (STOUT *et al.*, 2000).

Com o passar do tempo foram desenvolvidas combinações mecânica e analógica destes dispositivos. No início, os instrumentos eram somente capazes de medir e mostrar as informações do perfil como dados numéricos, obtidos pela média dos sinais capta-

dos pelo movimento da ponta mecânica. Assim, os resultados de média dos parâmetros de rugosidade tornaram-se aceitos como uma medida de superfície (STOUT *et al.*, 2000).

Infelizmente, os parâmetros de rugosidade média (Ra) e rugosidade total (Rt – picos e vales) têm seu valor limitado em relação à superfície para sua eficácia funcional. Existia um número de razões para isto. Sendo Rt um parâmetro de valor extremo, era frequentemente não-representativo de uma rugosidade geral de uma superfície e é inerentemente instável, e por outro lado, Ra fornece somente um valor médio de uma linha simples ou traço 2-D numa superfície 3-D, o que é geralmente improvável de ser representativo da superfície como um todo (STOUT *et al.*, 2000).

O uso primário do parâmetro Ra foi utilizado puramente como um controle qualitativo de ferramentas que parecia ter algum limite relevante no controle dos processos de produção, mas tinha menor relevância em interações de superfícies que ocorrem em uma variedade de situações tribológicas (STOUT *et al.*, 2000).

3.3.1.1 - Desenvolvimento de Parâmetros Superficiais

Os parâmetros de rugosidade Ra e Rt eram usados como um meio de comunicação entre projeto, produção e controle de qualidade e entre fornecedores e clientes de componentes e produtos. Eles eram, e ainda são, largamente usados como um ponto de referência para a produção industrial e especificações de tolerância superficial. Contudo, um sério problema com estes parâmetros é que eles têm pouco valor na descrição global e controle de uma superfície. Uma segunda e importante característica da limitação destes parâmetros prematuros é que eles não têm relevância na aplicação de superfícies de suas performances e exigências funcionais. Isto é porque muitas superfícies diferentes geram valores similares de Ra (STOUT *et al.*, 2000).

As limitações dos parâmetros usados no início da década de 40 (Ra e Rt - eram os melhores para se descrever uma superfície) por engenheiros e projetistas fizeram surgir novos parâmetros bidimensionais. Por volta de 100 foram desenvolvidos e muitos deles têm diferentes nomes para a mesma forma de avaliação, sendo que alguns possuem pequenas diferenças de como são calculados e interpretados. E ainda mais,

foram aplicadas diferentes formas de filtragem de dados para se separar a rugosidade da ondulação, o que ajudou a aumentar a confusão (STOUT *et al.*, 2000).

Esta explosão de parâmetros, definidos adequadamente por Whitehouse (1981) como *Parameters Rash*, ocorreu por duas situações:

- Os parâmetros existentes não eram eficazes para descrever como uma superfície se comportaria em uma aplicação funcional;
- Novos computadores (em meados dos anos 60) permitiram um melhor tratamento de dados e novos parâmetros foram surgindo.

Nesta época, o instrumento mais utilizado era o Taylor Hobson Talysurf 3, que utilizava uma ponta para percorrer a superfície e digitalizava os dados usando conversores. A manipulação de dados era uma tarefa pouco eficiente neste período. Depois, computadores mais poderosos tornaram esta tarefa mais eficiente (STOUT *et al.*, 2000).

O auge da atividade de desenvolvimento de novos parâmetros e de métodos de filtragem foi a Conferência Internacional de Oxford - UK, em 1968 (WHITEHOUSE, 1968).

Desde 1967 o progresso na análise e na aquisição de dados foi continuamente aumentado com avanços feitos nas duas fontes. Os microcomputadores ganharam velocidade e aumentaram a capacidade de armazenar dados. Os instrumentos se desenvolveram e, então, o primeiro analisador digital de superfície, o Taylor Hobson Talysurf 4, foi introduzido em 1972 (STOUT *et al.*, 2000).

Nos anos de 80 e 90 os computadores pessoais passaram a ser mais usados, permitindo se obter simultaneamente os dados medidos. O sucesso dos PC's encorajou os fabricantes de equipamentos a introduzir sistemas comerciais para estes computadores, primeiramente para análise 2-D e, mais recentemente, para a análise 3-D (STOUT *et al.*, 2000).

3.3.1.2 - Progresso na Filtragem

Uma importante consideração para a caracterização superficial em 3-D é a separação apropriada da superfície em componentes de rugosidade, ondulação e forma.

A filtragem é um modo natural de se isolar bandas específicas de informação sobre a superfície por quebra de sinal no domínio de frequência. A grande vantagem da filtragem é que ela não assume a forma geral da superfície como alguma forma ondulatória particular (STOUT *et al.*, 2000).

A filtragem permite, por exemplo, separar as grandes ondulações (rugosidade primária), característica de processos industriais (ex. corte), das outras características da superfície, a rugosidade (STOUT *et al.*, 2000).

Os primeiros filtros usados para caracterização de superfícies eram análogos aos filtros construídos com um capacitor e um resistor (RC). Depois, foi desenvolvido um de 2RC, com um amortecedor no meio, com 75% de *cut-off*, e é chamado de filtro padrão. As desvantagens deste filtro são que as amplitudes originais são modificadas e a forma da onda fica distorcida. Este efeito não é sério no caso de Ra, mas pode ser no caso de Rt (STOUT *et al.*, 2000).

Como a capacidade de processar dados mudou radicalmente com o advento das técnicas de processamento digital, uma faixa de filtros foi introduzida com o propósito de separar as informações da superfície adquirida. Quando um filtro de fase correta for usado, a forma da onda de rugosidade pode ser largamente preservada, e os parâmetros de rugosidade podem reter sua credibilidade através do processo de filtragem (STOUT *et al.*, 2000).

Uma significativa melhoria nas técnicas de filtragem digital para auxiliar este processo é a adoção de filtro de fase linear com uma função Gaussiana. Estes filtros são bidimensionais (2-D) (STOUT *et al.*, 2000; ISO, 1996).

Para a caracterização da superfície 3-D usa-se um procedimento similar para a filtragem (filtro de fase linear). Estes filtros Gaussianos são, idealmente, adaptados para suavizar as características superficiais (STOUT *et al.*, 2000).

As técnicas de filtragem acima são baseadas na suposição de que uma superfície é composta de formas de onda senoidal de diferentes comprimentos de onda. Neste caso, o procedimento para filtrar uma superfície é simplificado retirando do sinal da superfície uma série de harmônicos seguida da reconstrução da rugosidade e da ondulação, respectivamente, usando convolução ou transformada de Fourier. Contudo, uma superfície real consiste de diferentes formas de onda, as quais incluem não somente senoides com frequência definida, mas também muitos picos, pites e riscos com pouco ou nenhuma frequência a priori. Sendo assim, a escolha do filtro é um passo muito importante para se avaliar uma superfície corretamente (STOUT *et al.*, 2000).

3.3.1.3 - Instrumentação

Existe um número de possíveis classificações de sistemas para diferenciar os vários tipos de técnicas de medida. Dois dos instrumentos mais usados para coleta de dados são de “contato” e de “não-contato”. O sistema de contato basicamente consiste de uma ponta mecânica. As técnicas de não-contato incluem detecção óptica, interferometria óptica, espalhamento de luz, capacitância e técnicas de espalhamento para aquisição de dados (STEADMAN, 1987; BLUNT *et al.*, 1994; STOUT *et al.*, 2000).

Os sistemas mecânicos são os mais comuns, embora sua complexidade seja muito grande. Uma ponta mecânica vai percorrer uma área especificada na amostra. Esta ponta mecânica tem algumas características apropriadas para cada tipo de superfície, como por exemplo, ângulo da ponta, raio da ponta de contato, faixa que ela consegue variar para coletar dados (*range*), etc (STOUT *et al.*, 2000).

Os sistemas ópticos são usados onde o contato com a superfície é indesejado, e têm sido desenvolvidos ao longo dos anos. Um sistema típico usado é o sistema a *laser*, onde um feixe de *laser* é projetado na peça e uma lente focal é movida verticalmente via circuito piezelétrico. A detecção focal (da luz) requer que uma quantidade mínima de luz seja refletida para o detector e, conseqüentemente, superfícies opacas não podem ser medidas (DUPUY, 1968; STOUT *et al.*, 2000).

Este sistema a *laser* pode apresentar alguns problemas. Quando o feixe encontra uma inclinação muito forte ele pode perder o foco e o equipamento procura este foco au-

tomaticamente, fazendo aparecer um ponto inexistente. Quando uma superfície é muito lisa pode haver uma interferência da luz ambiente com o *laser*, capturando, assim, dados incorretos da superfície (STOUT *et al.*, 2000).

Uma característica crítica deste sistema de medida é que o equipamento deve ser isolado de vibrações do ambiente, a fim de se estabilizar o caminho óptico (principalmente nos sistemas de interferência) (STOUT *et al.*, 2000).

3.3.2 - Caracterização Superficial

Um problema chave na pesquisa de superfície é encontrar parâmetros que caracterizem as suas propriedades, de modo que as correlacionem com seus mecanismos de formação e comportamento. Uma completa descrição destes parâmetros seria usada para prever comportamentos da superfície e para entender o mecanismo de formação incluindo sua composição química, microestrutura, tensão residual e topografia. Contudo, sob o ponto de vista de engenharia, a caracterização não é meramente sobre descrição e medida de uma superfície; ela é, também, sobre a interação entre topografia e os requisitos de engenharia tais como desgaste, lubrificação, tribologia, contato térmico, etc. Algumas técnicas de caracterização tais como, análise estatística, análise espectral, e análise série-temporal têm sido usadas para caracterização de perfil 2-D. Muitos pesquisadores têm estendido esta técnica diretamente para topografia 3-D (STOUT *et al.*, 2000).

Estas técnicas de caracterização podem ser divididas em dois grandes grupos, um compreendendo técnicas que são “dependentes da escala” (isto é, os resultados dependem da escala de medida usada), enquanto o outro grupo é sobre as “escalas independentes” (no qual a escala adotada não afeta a caracterização dos resultados). Alguns dos métodos no primeiro grupo são estendidos diretamente da análise de perfis 2-D no qual ambos modelos teóricos e parâmetros são adotados e estendidos para incluir na análise 3-D. Alguns, contudo, são especialmente propostos para a topografia 3-D e análises funcionais (STOUT *et al.*, 2000).

3.3.2.1 - Caracterização Estatística

A caracterização estatística é dividida em duas partes, uma envolvida com a construção de modelos matemáticos estatísticos (tais como funções de autocorrelação) para descrever os processos aleatórios, e o outro interessado com a definição de variáveis estatísticas (como R_a e R_q em 2-D) para fornecer a descrição quantitativa da superfície. Estes parâmetros estatísticos são usados para classificar a superfície de acordo com o processo de produção; por exemplo, é fácil identificar superfícies torneadas pela magnitude destes parâmetros. Contudo, desde que a topografia da maioria das superfícies é complexa, a distribuição de alturas não é usualmente igual a de um modelo aleatório ideal como uma distribuição Gaussiana e, conseqüentemente, estes parâmetros estão sujeitos a variações (WHITEHOUSE *et al.*, 1969; NAYAK, 1971; NOWICKI, 1985; DONG *et al.*, 1992).

3.3.2.2 - Caracterização Via Análise Espectral

A análise espacial é uma poderosa ferramenta para analisar superfícies topográficas que sejam dominadas por um “componente periódico”. Num modelo teórico, a função densidade de poder espectral (*Power Spectral Density* - PSD), pode ser construída dentro da análise e a magnitude de cada freqüência representando a força desta componente de freqüência na superfície. Uma periodicidade significativa da componente é facilmente identificada pela função acima mencionada (PSD). Esta técnica é mais bem adaptada para representar a contribuição relativa de componentes de diferentes freqüências, isto é, para observar a magnitude da relação entre rugosidade e ondulação (SHERRINGTON, 1985).

3.3.2.3 - Análise Série-Temporal

Este é outro método usado para analisar “sinais aleatórios” (EATSON *et al.*, 1988; QIAN *et al.*, 1989; STOUT *et al.*, 2000). Três tipos de modelos destas séries podem ser construídos:

- Ar (*auto regression*);
- MA (*moving average*);
- ARMA (*auto regression and moving average*).

Os dados aleatórios da topografia podem ser filtrados nestes modelos. Os problemas associados a estas técnicas são:

- É difícil decidir a ordem dos modelos;
- É praticamente aplicável somente à superfícies aleatórias;
- A interpretação dos coeficientes não é simples.

3.3.2.4 - Caracterização Funcional

A caracterização funcional relaciona a superfície topográfica com aplicações em engenharia, assim ela pode ser mais benéfica e mais realística em sua aproximação de análise do que outras técnicas de caracterização. O problema com a caracterização funcional é que os requerimentos de engenharia para uma superfície particular não são, ainda, totalmente compreendidos e documentados, e existe uma fenda no conhecimento entre características que podem ser especificadas pelo projetista e as que podem ser gerados por processos de produção (SANTOCHI *et al.*, 1982; SANTOCHI *et al.*, 1984). A falta de entendimento resulta da falta de informações dos engenheiros sobre o aspecto de rugosidade da superfície e da influência da performance funcional (STOUT *et al.*, 2000).

Uma das grandes razões para o interesse do desenvolvimento de técnicas de análise 3-D de superfície topográfica é que as técnicas de análise de perfil 2-D não podem, completamente, encontrar as necessidades que a maioria das aplicações em engenharia exige (STOUT *et al.*, 2000).

Isto é devido, principalmente, aos seguintes fatores (STOUT *et al.*, 2000):

- Em engenharia existem superfícies relacionadas e não perfis relacionados;
 - As aplicações de engenharia estão relacionadas a propriedades funcionais e estas têm que ser relacionadas às características de superfície topográfica 3-D;
-

- Os parâmetros calculados para um perfil 2-D podem não representar as características de uma superfície porque o tamanho da amostra precisaria ser imensamente grande para que as características deste perfil representassem completamente as características de uma área.

Com respeito às técnicas de caracterização funcional, os métodos seguintes foram adotados e usados em várias aplicações (STOUT *et al.*, 2000):

- Razão de área de suporte;
- Combinação de motivos;
- Comparação com resultados de testes funcionais;
- Truncamento;
- Caracterização funcional;
- Morfologia;
- Espectral.

A caracterização funcional era vista como o mais importante aspecto do ponto de vista industrial, e existia uma necessidade geral de informações funcionais pertencendo a um largo grupo de aplicações em engenharia. Alguns deles estão abaixo (STOUT *et al.*, 2000):

- Volume de óleo, propriedades de lubrificação de superfície;
 - Propriedades de desgaste;
 - Propriedades de atrito;
 - Parâmetros anisotrópicos;
 - Deformação plástica;
 - Altura e porções de picos e vales da superfície, habilidade de identificar pites;
 - Papel de rugosidade e de ondulação;
 - Conteúdo harmônico de 1º e 2º frequências;
 - Qualidade de imagem de superfície óptica;
 - Função de autocorrelação 2-D;
 - Separação de rugosidade e ondulação 3-D, e de ondulação da forma.
-

3.3.2.5 - Inspeção Visual

Claramente, não se pode compreender completamente uma superfície por um único perfil, mas sim por uma visão da topografia superficial. Embora as técnicas de caracterização mencionadas anteriormente possam dar alguma idéia quantitativa sobre a superfície, informações mais diretas podem ser freqüentemente obtidas pelo simples uso da visão. A inspeção visual, deste modo, tem um importante e, algumas vezes, um papel crucial na análise topográfica 3-D (STOUT *et al.*, 2000). Com o advento de computadores velozes e com maior capacidade de memória, este uso se tornou mais difundido. As representações visuais mais comuns são:

- Projeção axonométrica (representação de uma figura em três dimensões por projeção ortogonal ou oblíqua);
- Mapeamento de contorno;
- Inversão;
- Truncamento (corte em determinada altura);
- Mapeamento em escalas de cinza.

Com o desenvolvimento adicional nas técnicas de processamentos de imagem e no uso destas técnicas para análise da superfície topográfica, estão sendo desenvolvidas algumas figuras mais significativas para a inspeção visual (STOUT *et al.*, 2000).

3.3.2.6 - Caracterização Fractal

Muitos parâmetros estatísticos são “dependentes da escala de medida” e em alguns casos eles podem não representar corretamente as características de uma superfície, especialmente para superfícies muito finas. É reconhecido que muitas superfícies de engenharia mostram características fractais, e alguns parâmetros independentes da escala podem ser extraídos usando a teoria fractal (THOMAS *et al.*, 1988; BROWN *et al.*, 1991).

Os fractais são definidos como estruturas geométricas, regulares e aleatórias, que exibem uma auto-similaridade sobre todas as gamas de escala, isto é, as estruturas são semelhantes em todas as escalas e são caracterizadas por um valor de dimensão

que não coincide com a dimensão Euclidiana de espaço, dentro do qual a estrutura acontece. Alguma caracterização fractal está se aproximando, mas ainda falta significado físico direto para que esta técnica seja bem aceita na indústria (THOMAS *et al.*, 1988; BROWN *et al.*, 1991).

3.3.3 - Parâmetros Tridimensionais

A diferença fundamental entre medidas topográficas 2-D e 3-D é que uma dimensão a mais é adicionada ao sistema 3-D em relação ao 2-D. As conseqüências deste procedimento são inúmeras, mas as principais características da análise 3-D são (STOUT *et al.*, 2000):

- A topografia de uma superfície é tridimensional por natureza. Deste modo, pode-se representar características tridimensionais de um aspecto da superfície. Por exemplo, se aparecerem vales em um perfil bidimensional não sabermos se tratar de pites ou de arranhões ao longo da amostra. Além disso, podem-se quantificar estes fenômenos em termos de tamanho, forma e volume;
 - Parâmetros tais como Ra, Rq e Rz são resultado de uma interseção de um plano vertical com uma superfície medida e não representam os vales e picos reais de uma superfície. Os parâmetros extremos obtidos de um perfil 2-D são somente indicações aproximadas dos valores reais. Na análise 3-D, verdadeiros picos e vales são determinados. Assim, estes parâmetros extremos são mais bem representados. Outro parâmetro muito diferente entre as duas análises é a “curva de razão de material”, que na análise 2-D não corresponde ao verdadeiro significado de área de suporte (*bearing area*);
 - A análise em 3-D pode fornecer parâmetros significativos tais como volume de contenção de óleo, volume de debris e área de contato, que não são disponíveis na análise 2-D;
 - Do ponto de vista da estatística, quanto mais independente são os dados de amostragem, melhor é a avaliação. Assim, a análise estatística da superfície topográfica 3-D é mais confiável e mais representativa desde que o grande volume de dados obtidos aumenta a independência dos mesmos. Este fato é especialmente verdadeiro para superfícies aleatórias;
-

- Uma visualização técnica da superfície é fornecida através do uso de um computador na análise 3-D.

A maioria dos sistemas de medida utilizado em análises 3-D está em sistema digital enquanto nas análises 2-D está em sistema analógico. A vantagem dos sistemas digitais é que se têm poderosas funções para trabalhar os dados, são flexíveis na sua habilidade de processar e estocar dados e são fáceis de se operar (através de softwares mais amigáveis, como o Windows) (STOUT *et al.*, 2000).

As desvantagens da medição e análise 3-D são o tempo necessário para realização das medidas e o custo dos equipamentos.

Algumas considerações devem ser feitas em relação aos parâmetros 3-D (STOUT *et al.*, 2000):

- Para se referir aos parâmetros 2-D usa-se a letra R e para os 3-D a letra S (*surface*);
- O plano de referência utilizado para caracterizar as superfícies é o “plano de mínimos quadrados”;
- Os parâmetros 3-D são avaliados dentro de uma área de amostragem em vez de uma linha de amostragem.

No 2º Workshop de Caracterização de Superfícies 3-D (MUMMERY, 1992), definiu-se 14 parâmetros para caracterização dos principais aspectos topográficos. Existem 04 parâmetros para a descrição de propriedades de amplitude e altura (Sq, Sz, Ssk e Sku); 04 parâmetros para descrição de propriedades espaciais (Sds, Str, Std e Sal); 03 para descrição de propriedades híbridas (que envolvem propriedades espaciais e de amplitude) (Sdq, Ssc e Sdr) e 03 parâmetros para propriedades funcionais (Sbi, Sci e Svi). Mas já existem outros parâmetros que estão sendo usados (STOUT *et al.*, 2000).

O plano médio de mínimos quadrados, $f(x,y) = a+bx+cy$, é definido como um plano no qual a soma dos quadrados dos valores dos desvios deste plano (amplitudes das asperezas) é um valor mínimo (MUMMERY, 1992).

Antes de iniciar as medidas, utilizando-se da técnica de perfilometria, algumas observações se fazem necessárias. Para uma medida ser estatisticamente válida é preciso que o comprimento do filtro selecionado contenha pelo menos 2,5 picos e o comprimento varrido pela agulha deve ser de seis vezes o comprimento do filtro. A Figura 3.13 mostra que são usados para os cálculos estatísticos somente cinco regiões (denotada de l_m – percurso de medição), a primeira região é desprezada (l_v – percurso inicial). O comprimento total de medição é chamado de l_t (MUMMERY, 1992).

Como dito anteriormente, uma importante utilidade da técnica de perfilometria é a de poder separar os perfis de rugosidade e de ondulação de uma superfície, mas, para isto, é preciso se determinar um filtro (que fará esta função). A Figura 3.14 mostra uma superfície mapeada pelo perfilômetro e seus dois perfis, de rugosidade e de ondulação, de acordo com o filtro utilizado. Pode-se notar que a determinação do filtro é muito importante, pois são gerados perfis muito diferentes. Estes filtros são denotados por λ_c e são denominados de *cut-off* (MUMMERY, 1992).

O perfilômetro tem como resposta muitos parâmetros que são divididos em (MUMMERY, 1992):

- Parâmetros de Amplitude;
- Parâmetros Estatísticos.
- Parâmetros de Área e Volume;
- Parâmetros Espaciais;
- Parâmetros Híbridos;
- Parâmetros Funcionais;

Estes parâmetros são utilizados para definir as características e a textura da superfície. Para todos eles existem normas associadas (DIN, ISO, etc). Estes parâmetros estão indicados na Tabela III-1 e estão descritos no Anexo A (MUMMERY, 1992).

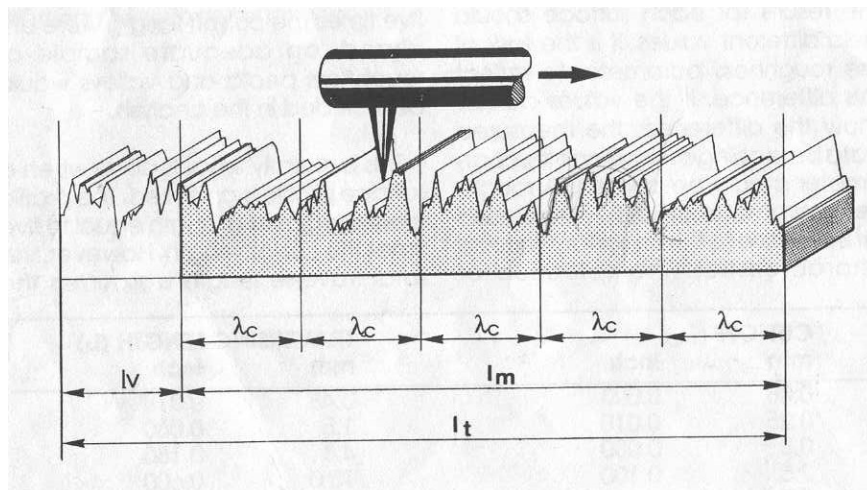


Figura 3.13 - Condições a serem respeitadas na medida de perfilometria para que haja valores estatisticamente confiáveis (MUMMERY, 1992).

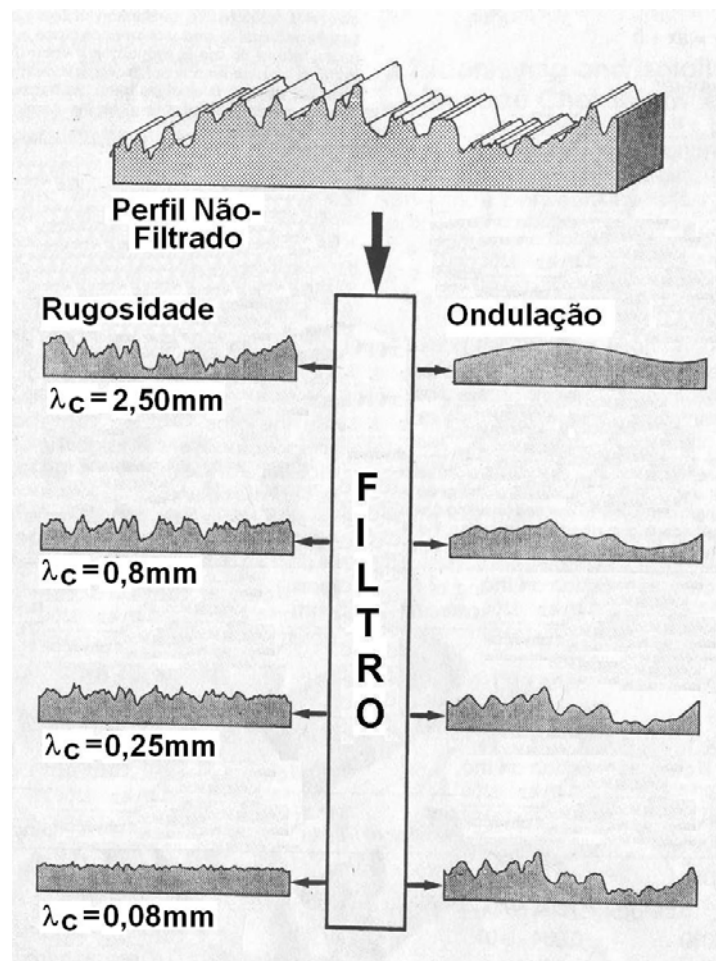


Figura 3.14 - Exemplo mostrando que diferentes filtros modificam os perfis de rugosidade e de ondulação (MUMMERY, 1992).

Tabela III-1 - Parâmetro de perfilometria separados em seus respectivos grupos (MUMMERY, 1992).

| Parâmetros | Descrição |
|--|--|
| 1 - Parâmetros de Amplitude | |
| Sa (μm) | Média aritmética da rugosidade |
| Sq (μm) | Desvio quadrático médio |
| Sp (μm) | Pico mais alto |
| Sv (μm) | Vale mais profundo |
| St (μm) | Altura total do perfil (Sp + Sv) |
| Sz (μm) | Altura média dos 10 maiores distâncias pico-vale |
| 2 - Parâmetros Estatísticos | |
| Sku | Curtose |
| Ssk | Skewness (assimetria da distribuição de alturas) |
| 3 - Parâmetros de Área e Volume | |
| STp (%) | Razão de área de contato |
| SHTp (μm) | Diferença na altura de uma seção da superfície |
| Smmr | Razão de volume de material |
| Smvr | Razão de volume de vazio |
| 4 - Parâmetros Espaciais | |
| SPc (picos/mm ²) | Densidade de picos por área entre dois planos |
| Sds (picos/mm ²) | Densidade de picos (entre 8 vizinhos) |
| Str | Razão da textura superficial |
| Sal (mm) | Comprimento de autocorrelação de decaimento rápido |
| Std (°) | Direção da textura superficial |
| Sfd | Dimensão fractal da superfície |
| 5 - Parâmetros Híbridos | |
| Sdq ($\mu\text{m}/\mu\text{m}$) | Inclinação média quadrática da superfície |
| Ssc (1/ μm) | Média aritmética da curvatura da superfície |
| Sdr (%) | Razão interfacial de área |
| 6 - Parâmetros Funcionais | |
| Sk (μm) | Rugosidade do núcleo |
| Spk (μm) | Altura reduzida dos picos |
| Svk (μm) | Profundidade reduzida dos vales |
| Sbi | Índice de carregamento da superfície |
| Sci | Índice de retenção de fluido no núcleo |
| Svi | Índice de retenção de fluido nos vales |

3.3.4 - Monitoramento em Erosão Cavitação

Basicamente, existem dois estágios do dano causado pela erosão cavitação (POHL *et al.*, 2002):

- Estágio de incubação (EI);
- Estágio de erosão (EE).

No estágio de “incubação” a superfície é deformada plasticamente sem perda de massa detectável e é caracterizado por PI (período de incubação). No estágio de “erosão” ocorrem trincas e perda de massa em diferentes taxas dependendo do tempo (POHL *et al.*, 2002).

Devido a impossibilidade de se medir, por técnicas convencionais, o instante limiar no qual se inicia a perda de massa, vários critérios têm sido propostos para definir PI, como já descrito no Item 3.2.4. Este PI pode ser definido como o tempo durante o qual consideráveis deformações plásticas ocorrem na superfície sem nenhuma perda de massa aparente. Contudo, num ponto de vista quantitativo, esta definição é limitada na precisão da balança utilizada (POHL *et al.*, 2002).

Técnicas de perfilometria com parâmetros estatísticos (R_a , R_q e S_k – assimetria ou *skewness*) têm sido usadas, em aço, para avaliar a variação da rugosidade da superfície, após a erosão cavitacional. As medidas de R_a e R_q , embora bidimensionais, permitem uma rápida avaliação da superfície, o que pode ser útil para estimar a rugosidade e a presença de possíveis discontinuidades nesta superfície (POHL *et al.*, 2002).

Segundo estes autores (POHL *et al.*, 2002; MUMMERY, 1992), o parâmetro S_k (assimetria da distribuição de amplitudes de um perfil) pode fornecer informações a respeito da forma do perfil. Valor igual a zero para o parâmetro S_k indica uma distribuição Gaussiana das amplitudes, valores negativos e menores do que -1 indicam uma superfície do tipo platô, onde se tem um perfil com grande quantidade de material na superfície, e valores positivos maiores do que 1 indicam uma superfície caracterizada pela presença de picos (Anexo A).

Devido a estas características, segundo Pohl *et al.* (2002), o parâmetro S_k pode ser útil para prever o início da erosão causada durante o teste de cavitação, ou seja, pode ser útil para se determinar o tempo de incubação.

Pohl *et al.* (2002) utilizaram materiais como o cobre, o bronze, um aço austenítico (AISI 304) e um aço dúplex (AISI S32205 - austenítico e ferrítico) para se avaliar o comportamento do dano cavitacional a partir de parâmetros de perfilometria. Estes materiais foram testados por cavitação vibratória em água destilada a 22°C. O parâmetro Ra para cada material está mostrado na Tabela III-2. Este parâmetro foi medido três vezes para cada material.

Tabela III-2 - Parâmetro Ra inicial para cada material (POHL, *et al.*, 2002).

| | Ra-1 (μm) | Ra-2 (μm) | Ra-3 (μm) |
|-----------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| Cobre | 0,078 | 0,082 | 0,096 |
| Bronze | 0,091 | 0,079 | 0,099 |
| Aço AISI 304 | 0,093 | 0,090 | 0,090 |
| Aço AISI S32205 | 0,094 | 0,088 | 0,104 |

As rugosidades das amostras foram medidas em cada uma das seguintes frações de $PI_{(0,1)}$, 1/3, 2/3, 1, 4/3, 5/3 e 2, sendo $PI_{(0,1)}$ o período de incubação no qual uma perda de peso de 0,1mg é detectada. A Figura 3.15 mostra a perda de massa versus o tempo de exposição para os quatro materiais estudados. O $PI_{(0,1)}$ para o cobre, bronze, aço austenítico e aço dúplex foram, respectivamente, 6, 36, 90 e 120 minutos (POHL *et al.*, 2002).

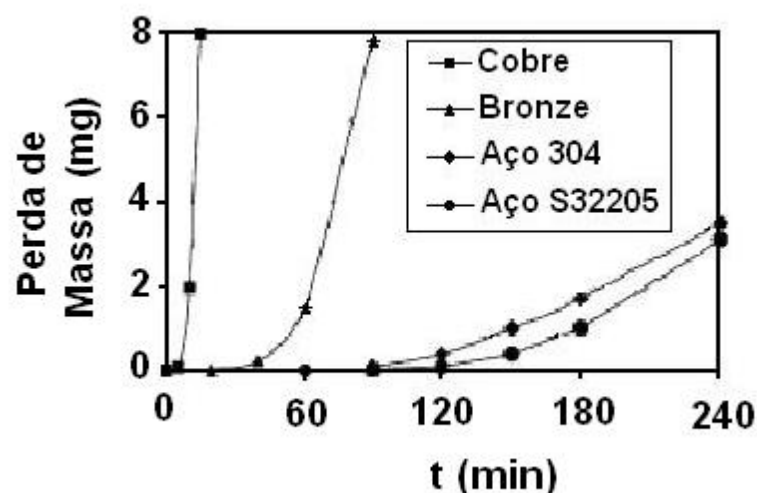


Figura 3.15 - Perda de massa em função do tempo de exposição (POHL *et al.*, 2002).

Os parâmetros R_a e R_q , para cada fração de $PI_{(0,1)}$, são mostrados na Figura 3.16. Pode-se notar que a relação entre R_a e R_q e o tempo de exposição durante o estágio de incubação não é linear. Segundo Pohl *et al.* (2002) a mudança mais pronunciada de inclinação na curva de parâmetros de amplitude da rugosidade foi associada a uma “transição” entre os dois estágios (de incubação e de erosão) causada pelo início de uma grande deformação plástica e pela propagação de trincas na superfície. Deve-se notar que a relação R_a/R_q é aproximadamente constante durante a exposição à cavitação para os quatro materiais. Devido a este fato, a forma das curvas é similar para os dois parâmetros e, a transição observada entre os dois estágios ocorre quase que simultaneamente. Segundo estes mesmos autores, R_a e R_q são parâmetros de importância na determinação da transição do período de incubação para o de erosão, desde que são sensíveis a deformações plásticas ocorridas durante o estágio de incubação.

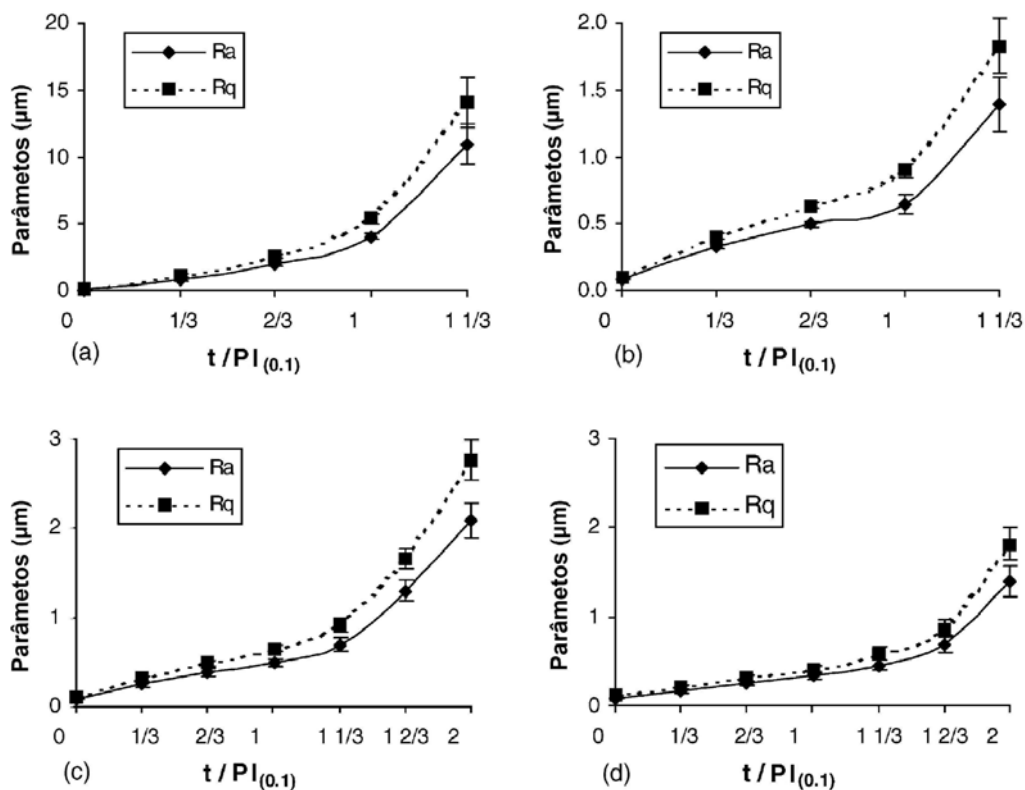


Figura 3.16 - Parâmetros R_a e R_q , para cada fração de $PI_{(0,1)}$. (a) Cobre, (b) Bronze, (c) AISI 304, (d) AISI S32205 (POHL *et al.*, 2002).

A Figura 3.17 mostra o comportamento do parâmetro Sk (assimetria) para todos os materiais estudados. Segundo os autores, não se observou uma relação linear entre Sk e o período de incubação. A tendência observada de acréscimo deste parâmetro

para valores cada vez mais positivos durante este período foi analisada pelos autores como consequência da deformação plástica ocorrida com a erosão cavitacional, refletida pela formação de picos e vales (POHL *et al.*, 2002).

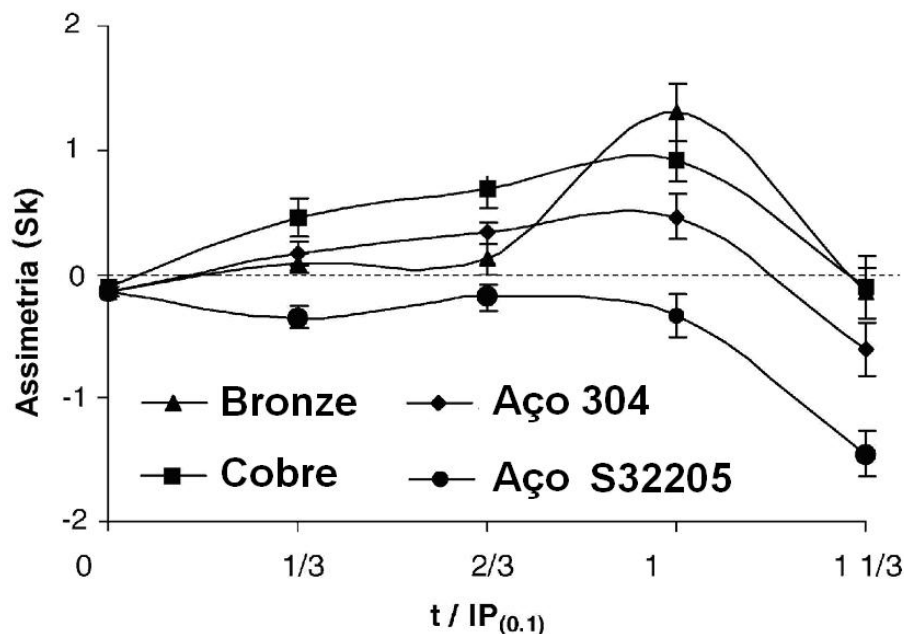


Figura 3.17 - Mudança de assimetria (Sk) em função de $IP_{(0,1)}$ (POHL *et al.*, 2002).

Ainda na Figura 3.17 foi detectada uma queda nos valores de Sk em $4/3$ de $IP_{(0,1)}$ para os quatro materiais estudados. Como os valores positivos foram relacionados com o tipo de perfil da superfície no período de incubação, a diminuição destes valores, com uma forte tendência para alcançar valores negativos, refletiria uma perda de volume da superfície, caracterizada pelo estado de erosão (EE) (POHL *et al.*, 2002).

Patella *et al.* (2000) estudaram o fenômeno da erosão cavitacional com auxílio da técnica de perfilometria tridimensional a *laser* em substratos de aço inoxidável, de cobre e de alumínio. Neste trabalho eles mediram o raio, a profundidade e o volume dos pites formados pelos danos cavitacionais em função do tempo de exposição à cavitação. Eles também avaliaram a taxa de volume dos danos (Vd) e a taxa de número de pites (Nd).

A agressividade do fluxo cavitacional é relatada como sucessões espaciais e temporais aleatórias de pressões de onda emitidas durante o colapso de estruturas de vapor

(KATO, 1998; PATELLA *et al.*, 1998). Segundo estes autores, até o presente momento, não existe transdutor capaz de medir adequadamente este fenômeno.

Desde 1955, Knapp havia proposto utilizar o próprio material como um sensor para avaliar o poder do fluxo da erosão cavitacional. Baseados nesta idéia, alguns autores (AVELLAN, 1991; PATELLA *et al.*, 1998b) desenvolveram métodos para caracterizar, medir e prever os danos dos materiais expostos ao fluxo cavitacional. A aproximação de Knapp (2005) consiste em usar a densidade de impactos observada na superfície do material danificado durante o período de incubação para caracterizar a intensidade da cavitação. O tempo de incubação corresponde a uma curta exposição da amostra sólida ao fluxo cavitacional, deste modo, os danos observados na superfície sólida representam deformações plásticas do material, sem perda de massa ou fratura.

Para que fosse estimada a densidade de impactos na superfície de uma amostra, diferentes técnicas de contagem de pites e, mais recentemente danos cavitacionais, foram desenvolvidas:

- Método de interferência (BELAHADJI *et al.*, 1991; LAVIGNE *et al.*, 1995);
- Método óptico 3-D (STINEBRING *et al.*, 1980; KATO, 1989; MOMMA *et al.*, 1995; LOHRBERG *et al.*, 1999);
- Medidas 3-D de rugosidade (LE FUR *et al.*, 1995);
- Perfilometria a *laser* 3-D (DOREY *et al.*, 1991).

Estas técnicas forneceram a taxa de número de pites N_d e o diâmetro dos pites observados na superfície danificada (PATELLA *et al.*, 2000). Ambas as técnicas 3-D fornecem também a profundidade e forma dos pites e a taxa de volume dos danos V_d (PATELLA *et al.*, 2000).

Os parâmetros N_d e V_d , obtidos por contagem de pites e medidas de danos cavitacionais, podem ser correlacionados com a taxa de erosão e podem ser usados para caracterizar a intensidade cavitacional como proposto por alguns autores (STINEBRING *et al.*, 1980; MOMMA *et al.*, 1995; FRANC *et al.*, 1994; LE FIR *et al.*, 1998).

Patella *et al.* (2000) propuseram um método automático no qual usou a técnica de perfilometria a *laser* 3-D para analisar superfícies danificadas pela erosão cavitacional (Figura 3.18). Esta técnica é aplicada para medir danos cavitacionais de vários materiais durante o período de incubação (SIMONEAU *et al.*, 1997).

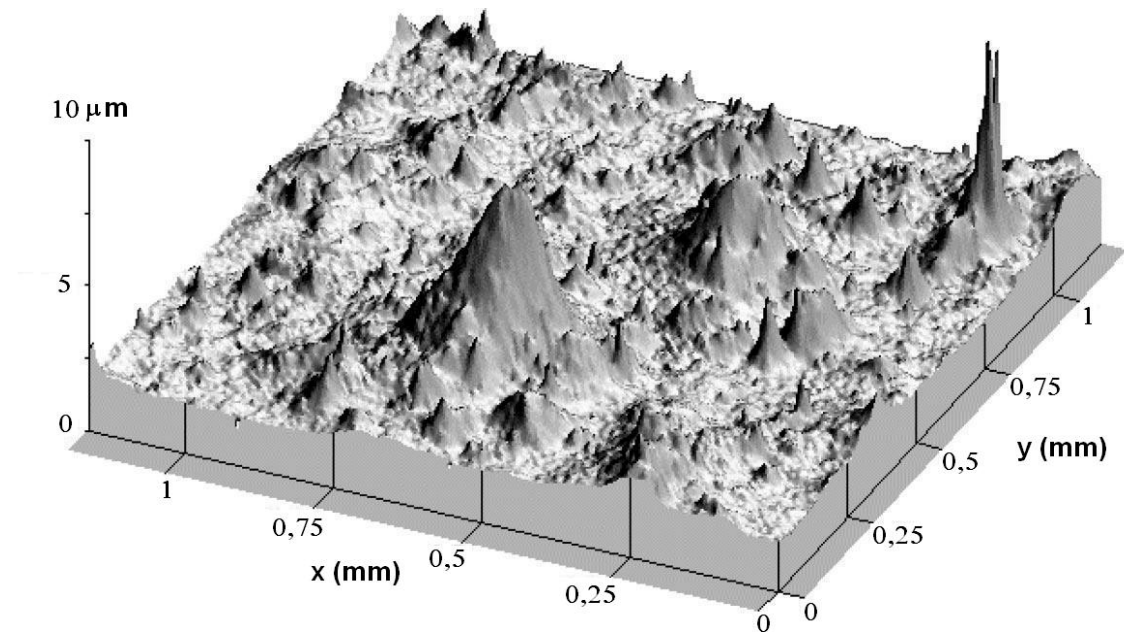


Figura 3.18 - Imagem obtida por perfilometria 3-D a *laser* de um aço inoxidável 316L exposto ao fluxo cavitacional (PATELLA *et al.*, 2000).

Um software identifica todos os pites que são mais profundos do que a profundidade limite h_{lim} e mais largos do que o diâmetro limite N_{lim} . Isto é feito após o próprio software nivelar a superfície medida e filtrá-la, separando rugosidade de ondulação (PATELLA *et al.*, 2000).

Os resultados encontrados por Patella *et al.* (2000) indicaram que N_d aumenta quando h_{lim} e N_{lim} diminuem, o que era esperado. Quanto menores forem estes *cut-off's* maior será o número de pites encontrados pelo software. Por outro lado, a determinação de V_d é quase independente de h_{lim} e N_{lim} . Este parâmetro depende mais de $R_{10\%}$, que é o raio do pite a 10% de sua altura total.

3.4 - Características e Propriedades de Materiais Resistentes à Erosão Cavitação

3.4.1 - Materiais Convencionais

Para reduzir os danos causados pela erosão cavitação, uma seleção de materiais com propriedades específicas se faz necessária. A Figura 3.19 resume as condições necessárias para uma boa resistência à erosão cavitação versus à influência da dureza. Em geral buscam-se materiais com (MUNSTERER *et al.*, 1995):

- Boa resistência à corrosão;
- Microestrutura homogênea com pequeno tamanho de grão;
- Boa capacidade de deformar plasticamente associado a uma alta taxa de encruamento;
- Baixo módulo de elasticidade, garantindo uma capacidade de sofrer deformações elásticas no impacto;
- Alta capacidade de absorção de energia de fratura, ou seja, uma alta tenacidade.

Além disso, são desejáveis tensões residuais de compressão na superfície assim como uma textura superficial topográfica que não ofereça sítios nucleadores de implosão de bolhas, ou seja, com baixa rugosidade (MUNSTERER *et al.*, 1995).

Acredita-se que a resistência à erosão cavitação é maior para materiais com baixa energia de falha de empilhamento (ZHANG *et al.*, 2002), que implica em materiais com alta taxa de encruamento. Materiais com estrutura cristalina CFC e/ou materiais capazes de sofrer mudanças de fases induzidas por deformação são, desta forma, preferencialmente selecionados. Ligas de alumínio-silício (TOMLINSON *et al.*, 1995) e/ou compósitos com a matriz de liga de alumínio têm sido, por estas razões citadas acima, utilizadas para resistência à erosão cavitação. Estas ligas, para melhoria do seu desempenho, podem sofrer modificações superficiais por *laser*, processo este capaz de endurecer a superfície por refinamento da microestrutura (TOMLINSON *et al.*, 1995). Em aplicações práticas onde intensa cavitação possa ocorrer, ligas a base de cobalto

e aços inoxidáveis austeníticos têm sido utilizados apesar da baixa resistência mecânica intrínseca a estes materiais. Ambas possuem baixa energia de falha de empilhamento e mecanismos para desenvolver durante um processo de deformação, maclas e regiões martensíticas (HANSSON *et al.*, 1992). Estas ligas possuem assim uma alta capacidade de absorção de energia. A resistência à erosão cavitacional das ligas de cobalto são, em geral, superiores ao aço inoxidável austenítico, mas o custo das mesmas é muito superior. O fator econômico tem impulsionado o desenvolvimento de novos materiais tais como: ligas a base de ferro, denominadas IRECA, um aço austenítico inoxidável com adição de cobalto, e recobrimentos processados por aspersão térmica e/ou PVD (HANSSON *et al.*, 1992).

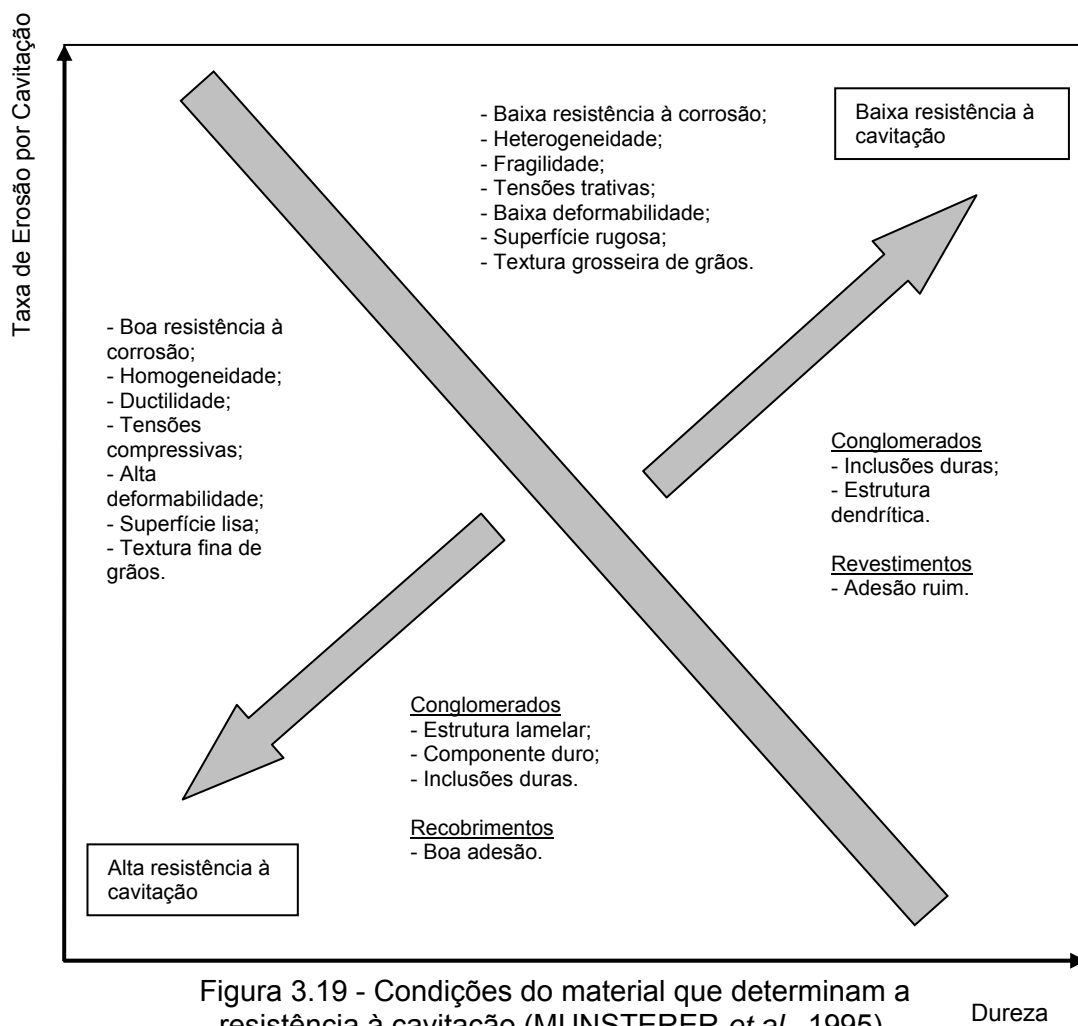


Figura 3.19 - Condições do material que determinam a resistência à cavitação (MUNSTERER *et al.*, 1995).

Hattori *et al.* (2004) estudaram o comportamento de aços-carbono frente à erosão cavitação com dados obtidos nos últimos 30 anos em seus laboratórios. Eles concluíram que a correlação entre resistência à erosão cavitação e dureza Vickers foi melhor do que as outras propriedades mecânicas para vários tipos de materiais tais como aço-carbono, ferro fundido, aço inoxidável e outras ligas de ferro (Figura 3.20). A Figura 3.21 mostra que a resistência à erosão aumenta com a dureza numa potência aproximada de 2,4 de HV.

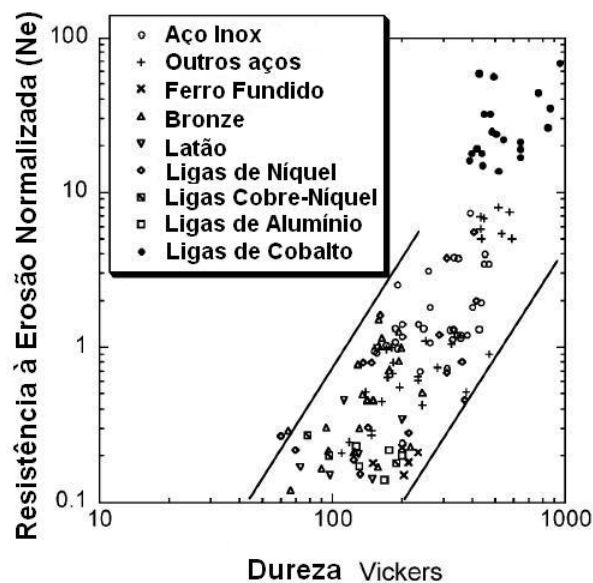


Figura 3.20 - Resistência à erosão normalizada (de vários materiais) versus dureza (HATTORI *et al.*, 2004).

Bedkowski *et al.* (1999) testaram os aços 10HNAP, 18G2A e 15GANb (Tabela III-3) em erosão cavitação e em fadiga de baixo ciclo. Quando eles observaram, no microscópio eletrônico de varredura, as superfícies dos aços e as partículas arrancadas, notaram que as características das superfícies erodidas eram similares às de fratura por fadiga (AHMED *et al.*, 1991; AHMED *et al.*, 1994; ECHAVEZ, 1993; OKADA *et al.*, 1990). Durante a erosão cavitação, uma pequena tensão plástica local influencia a formação de trincas similares às trincas por fadiga. As bolhas de cavitação, implodindo na superfície das amostras, causam a formação de campos aleatórios de pressão mudando a deformação plástica local. Como consequência, ocorre o início e propagação das micro-trincas de fadiga.

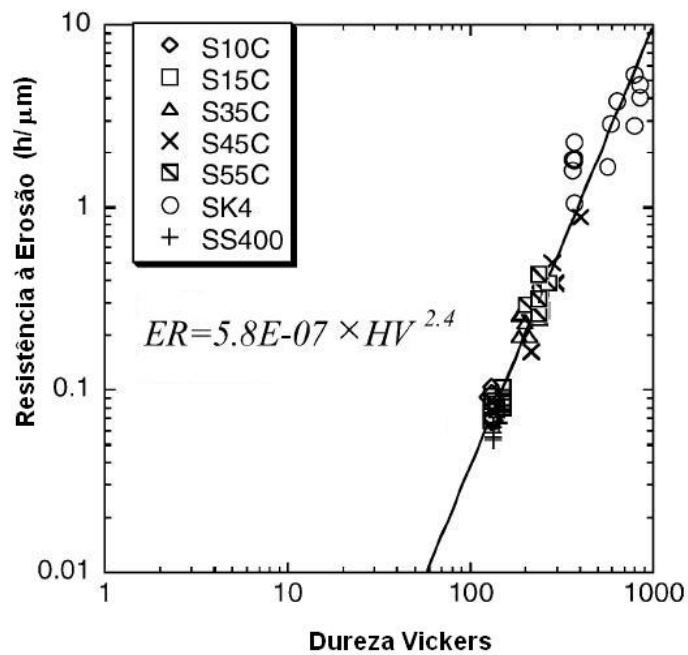


Figura 3.21 - Resistência à erosão de aços-carbono versus dureza (HATTORI *et al.*, 2004).

Tabela III-3 - Composição química dos aços (BEDKOWSKI *et al.*, 1999).

| Aço | C | Mn | Si | P | S | Cr | Cu | Ni | Nb |
|---------|-------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|
| 10HNAP | 0,115 | 0,71 | 0,41 | 0,082 | 0,028 | 0,81 | 0,30 | 0,50 | – |
| 18G2A | 0,180 | 0,30 | 0,45 | 0,040 | 0,030 | 0,30 | 0,20 | 0,20 | – |
| 15G2ANb | 0,160 | 1,20 | 0,35 | 0,040 | 0,030 | 0,30 | 0,10 | 0,10 | 0,03 |

Bedkowski *et al.* (1999) demonstraram que testes sobre carga aleatória de fadiga e erosão por cavitação destes três aços podem ser descritos por um modelo matemático de mesmo tipo, como mostra a Tabela III-4, as Figuras 3.22 e 3.23, sendo que:

- σ_{RMS} é a tensão média quadrática;
- T_{exp} é o tempo do experimento;
- T_{PER} é o tempo correspondente à taxa máxima de erosão;
- p_1 é a pressão de entrada.

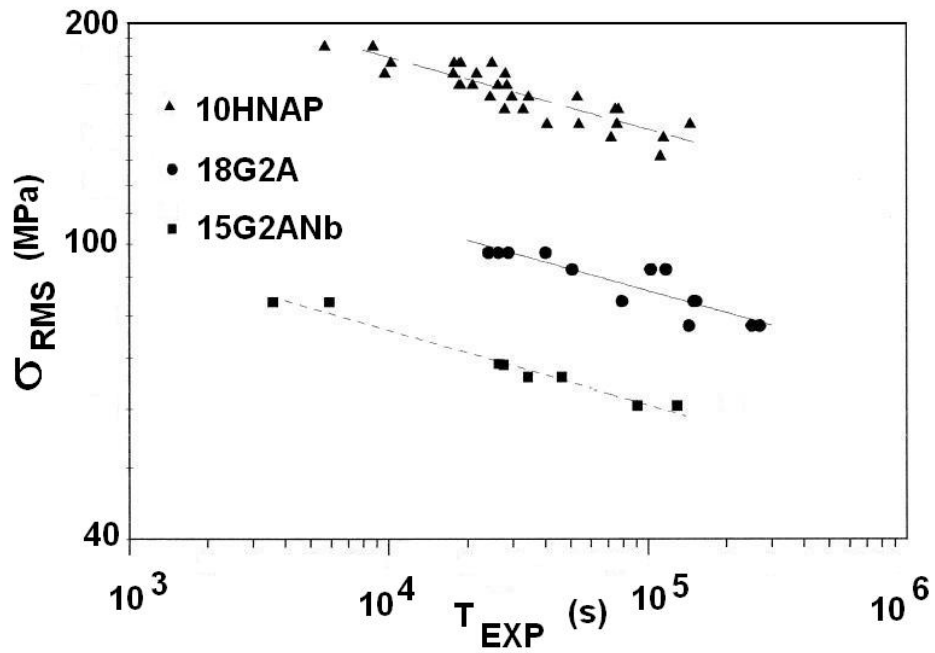


Figura 3.22 - Teste de fadiga por carregamento (BEDKOWSKI *et al.*, 1999)

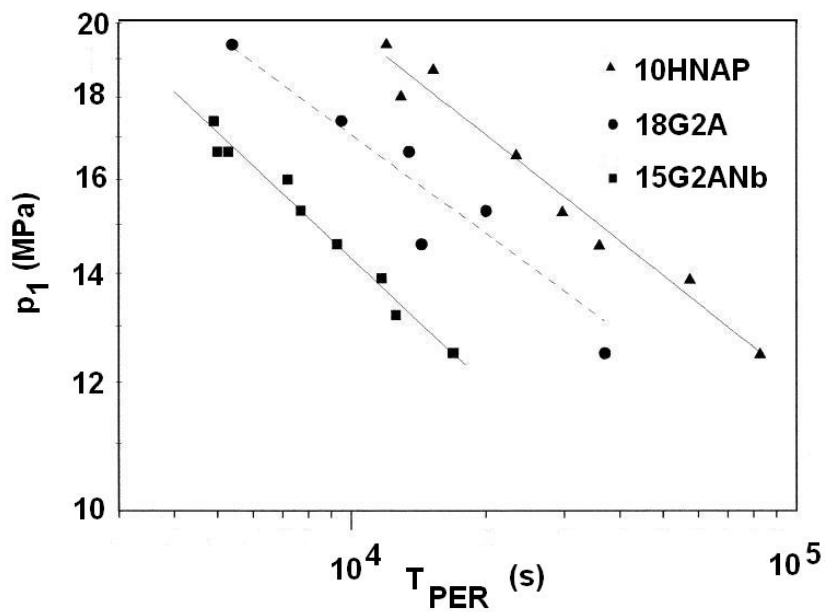


Figura 3.23 - Testes de erosão cavitalcional (BEDKOWSKI *et al.*, 1999).

Tabela III-4 - Modelos matemáticos propostos entre o tempo de experimento (T_{exp}) versus a tensão média quadrática (σ_{RMS}), para o teste de fadiga, e entre a taxa máxima de erosão (T_{PER}) versus a pressão de entrada (p_1), para os teste de erosão cavitacional, para os três aços estudados por Bedkowski *et al.* (1999).

| Aços | Fadiga | Erosão |
|---------|---------------------------------------|-----------------------------------|
| 10HNAP | $\log T_{exp}=27,0-10,19\sigma_{RMS}$ | $\log T_{PER}=9,96-4,59 \log p_1$ |
| 18G2A | $\log T_{exp}=25,8-10,20\sigma_{RMS}$ | $\log T_{PER}=9,51-4,47 \log p_1$ |
| 15G2ANb | $\log T_{exp}=22,9-10,01\sigma_{RMS}$ | $\log T_{PER}=8,47-3,87 \log p_1$ |

Eles também demonstraram que há uma relação linear, em sistemas bilogarítmicos, entre resistência à erosão cavitacional dos aços testados e de suas resistências à fadiga sobre tensões aleatórias. A Figura 3.24 e a Tabela III-5 mostram esta relação (BEDKOWSKI *et al.*, 1999).

Tabela III-5 - Relações entre as pressões de entrada (p_1), dos testes de erosão cavitacional) versus a tensão média quadrática (σ_{RMS}), dos testes de fadiga (BEDKOWSKI *et al.*, 1999).

| Aços | Modelos |
|---------|--|
| 10HNAP | $\log \sigma_{RMS}=1,669+0,450 \log p_1$ |
| 18G2A | $\log \sigma_{RMS}=1,496+0,438 \log p_1$ |
| 15G2ANb | $\log \sigma_{RMS}=1,437+0,387 \log p_1$ |

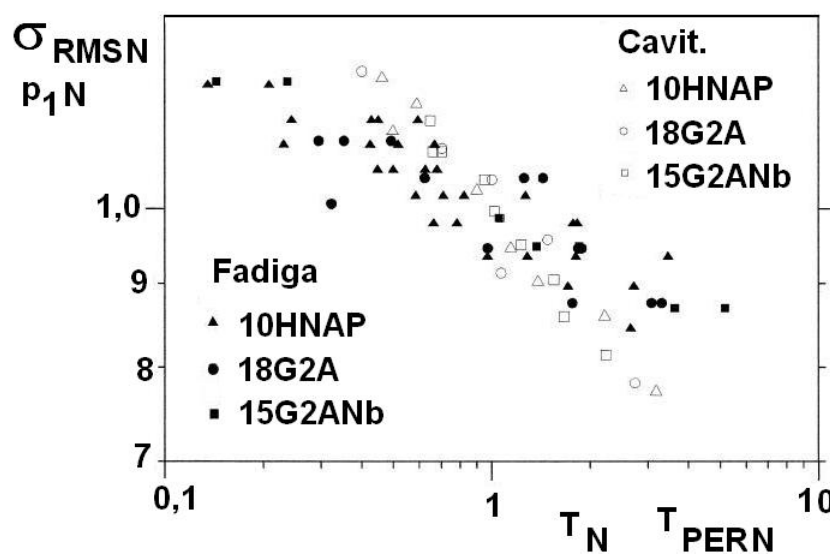


Figura 3.24 - Comparação entre os resultados normalizados de fadiga e de erosão cavitacional (BEDKOWSKI *et al.*, 1999).

Como os valores das constantes são muitos similares para os três tipos de aços testados, Bedkowski *et al.* (1999) concluíram que a relação experimental entre os dois fenômenos seria a média destes valores, então, a Equação 3.7 resume a relação proposta por estes autores.

$$\log \sigma_{\text{RMS}} = 1,669 + 0,450 \log p_1 \quad (3.7)$$

3.4.2 - Recobrimentos Resistentes à Erosão Cavitação

3.4.2.1 - Recobrimentos Processados por Aspersão Térmica

Recobrimentos processados por aspersão térmica têm sido cada vez mais utilizados para aplicações que se exige resistência à erosão cavitação (MARQUES, 1996; LIMA, 2002; HANSSON *et al.*, 1992). Existem algumas desvantagens no uso destes recobrimentos, uma delas é o fato que a ligação do recobrimento ao substrato se faz principalmente por ancoramento mecânico e, por isto, eles não apresentam uma boa adesão (HANSSON *et al.*, 1992). Para o desenvolvimento destes recobrimentos um dos fatores decisivos para um bom desempenho é uma alta adesão ao substrato (BATISTA, 1997; LIMA, 2002; MARQUES, 1996). Além disso, estes recobrimentos possuem estrutura intrinsecamente lamelar, o que pode levar a falha por baixa coesão entre as lamelas. A fusão destes recobrimentos após a deposição tem sido uma prática adotada para contornar este fato (LIMA, 2002; MARQUES, 1996).

Lima (2002) estudou recobrimentos de (WC-Co)/(Ni-Cr) aspergidos termicamente sobre um substrato de aço. Um dos sistemas testados por erosão cavitação era constituído de recobrimento no “estado como-depositado” (CD), e um outro sistema era constituído de recobrimento “fundido após a deposição” (CD-F). Os resultados foram comparados com os de um substrato de (WC-Co). A Tabela III-6 reúne os resultados obtidos para os testes de erosão cavitação vibratória obtidos por esta autora. Observa-se que a fusão do recobrimento, constituindo o sistema denominado (CD-F), resultou em menores taxas de perda de massa e de volume. Este resultado foi atribuído à quebra da natureza lamelar destes recobrimentos pela fusão.

Tabela III-6 - Taxa de erosão por cavitação vibratória para os conjugados recobertos (LIMA, 2002).

| | Taxa de Perda de Massa (mg/min) | Taxa de Perda de Volume (cm ³ /min) |
|----------------------|---------------------------------|--|
| WC-Co | 8,0±0,4 | (5,8±0,4)×10 ⁻⁴ |
| (WC-Co)/(Ni-Cr) (CD) | 1,21±0,03 | (1,1±0,1)×10 ⁻⁴ |
| (WC-Co)/(Ni-Cr) (F) | 0,5±0,1 | (0,6±0,1)×10 ⁻⁴ |

Na Tabela III-7 alguns dados de diferentes autores são mostrados para efeito comparativo. Os valores das taxas de perda de massa e de volume, apresentados nesta tabela, mostram que os materiais convencionais são, em geral, mais resistentes à erosão por cavitação vibratória do que recobrimentos produzidos por aspersão térmica.

Estes resultados não promissores, no uso de recobrimentos aspergidos termicamente, foram investigados, supondo que a alta rugosidade apresentada logo após a deposição, neste tipo de processo de deposição, seria responsável pelo baixo desempenho dos mesmos (LIMA *et al.*, 2004). A Tabela III-8 apresenta os parâmetros do perfil de rugosidade no estado inicial, ou seja, antes de se iniciar os testes de erosão cavitacional, nos estados como depositado (CD), fundido (CD-F) e polido (CD-P). Utilizou-se um filtro de corte de 1,2mm para se obter o perfil de rugosidade.

Observa-se na Tabela III-8 que os parâmetros de amplitude, Sa, rugosidade média, e Sq, desvio padrão da rugosidade média, são similares para os conjugados “CD” e “CD-F”. Por outro lado, estes parâmetros de amplitude indicaram uma superfície com rugosidade mais suave para o conjugado “CD-P”. Além disso, o parâmetro Ssk dos sistemas com recobrimentos aspergidos termicamente sem polimento, embora apresentem maior amplitude das asperezas, revelou um perfil com distribuição gaussiana, simétrico, relativo às amplitudes das asperezas (LIMA *et al.*, 2004), enquanto após polimento este parâmetro (Ssk<-1) indicou uma mudança de perfil de rugosidade, para uma superfície do tipo platô. Os valores da curtose, Sku (~3), confirmaram uma superfície do tipo gaussiana para os sistemas “CD” e “CD-F”. Para o sistema polido o alto valor apresentado da curtose (igual a 31,6) confirma uma superfície do tipo platô, com alta frequência em um dado valor de amplitudes. Os parâmetros da família Sk

(Sk, Spk e Svk) confirmam a diminuição da rugosidade dos sistemas após polimento. (LIMA *et al.*, 2004; MUMMERY, 1992).

Tabela III-7 - Dados de resistência à erosão cavitação para diferentes materiais (LIMA, 2002).

| Material | Referência bibliográfica | Taxa de perda de massa (mg/min) | ρ^* (g/cm ³) | Taxa de perda de volume (cm ³ /min) |
|--|--------------------------|---------------------------------|-------------------------------|--|
| Aço 1020 | 1 | 0,56 | 7,86 | $0,7 \times 10^{-4}$ |
| | 2 | 0,43 | | $0,5 \times 10^{-4}$ |
| Stelite 6 | 1 | 0,011 | --- | --- |
| IRECA 23 | 1 | 0,014 | --- | --- |
| Aço inox 301 | 1 | 0,14 | 7,22 | $0,2 \times 10^{-4}$ |
| Recobrimento de NiCrMoAl | 2 | 1,21 | 6,90 | $1,8 \times 10^{-4}$ |
| Recobrimento de Aço Inox 420 | 2 | 0,42 | 6,25 | $0,7 \times 10^{-4}$ |
| Recobrimento de Aço 1020 | 2 | 1,77 | 7,86* | $2,3 \times 10^{-4}$ |
| Recobrimento WC-17%Co | 3 | 2,8 | 11,10 | $2,5 \times 10^{-4}$ |
| Recobrimento WC-12%Co | 3 | 3,0 | 13,75 | $2,2 \times 10^{-4}$ |
| Recobrimento WC-Co + liga a base de Ni | 4 | 5,9 | 10,5 | $5,6 \times 10^{-4}$ |
| Recobrimento (NiCr)6%Al | 5 | 1,47 | 7,51 | $2,0 \times 10^{-4}$ |

* (ρ) Densidade volumétrica de material; 1-(HANSON *et al.*, 1992); 2-(MARQUES, 1996); 3-(GUO, 1986); 4-(BATISTA, 1997); 5-(LADEIRA, 2000).

É mostrado nas Figuras 3.25 e 3.26 o comportamento da erosão cavitação para os sistemas estudados por Lima *et al.* (2004). Análises estatísticas de regressões lineares segmentadas (MONTGOMERY *et al.*, 1991) indicaram a presença de dois regimes de erosão distintos. A Tabela III-9 indica as taxas de erosão cavitação para cada regime e o tempo em que houve uma mudança de regime, ou seja, o denominado “ponto de quebra” (LIMA *et al.*, 2004).

Tabela III-8 - Parâmetros de rugosidade 3-D antes do processo de erosão por cavitação (LIMA *et al.*, 2004).

| Parâ- Metros | (WC-Co)/(Ni-Cr) (CD) Antes | (WC-Co)/(Ni-Cr) (CD-F) Antes | (WC-Co)/(Ni-Cr) (CD-P) Antes |
|-----------------|--------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| Sa (µm) | 1,99 | 1,91 | 0,108 |
| Sq (µm) | 2,5 | 2,39 | 0,153 |
| Ssk | -0,308 | -0,305 | -2,14 |
| Sku | 3,12 | 3,07 | 31,6 |
| Sk (µm) | 6,52 | 6,11 | 0,298 |
| Spk (µm) | 1,83 | 1,73 | 0,142 |
| Svk (µm) | 2,87 | 2,66 | 0,211 |

Tabela III-9 - Parâmetros estatísticos associados à regressão segmentada para os conjugados (WC-Co)/(Ni-Cr) (LIMA *et al.*, 2004).

| | | CD | CD-F | CD-P |
|-----------------------------|-----------------|-----------|-------------|-------------|
| Taxas de Erosão (mg/min) | Primeiro Regime | 2,2 ± 0,2 | 1,48 ± 0,02 | 1,11 ± 0,03 |
| | Segundo Regime | 1,2 ± 0,2 | 0,20 ± 0,04 | 0,06 ± 0,04 |
| Tempo (min) | Ponto de Quebra | 5,0 ± 0,1 | 38,6 ± 0,7 | 11,9 ± 0,3 |

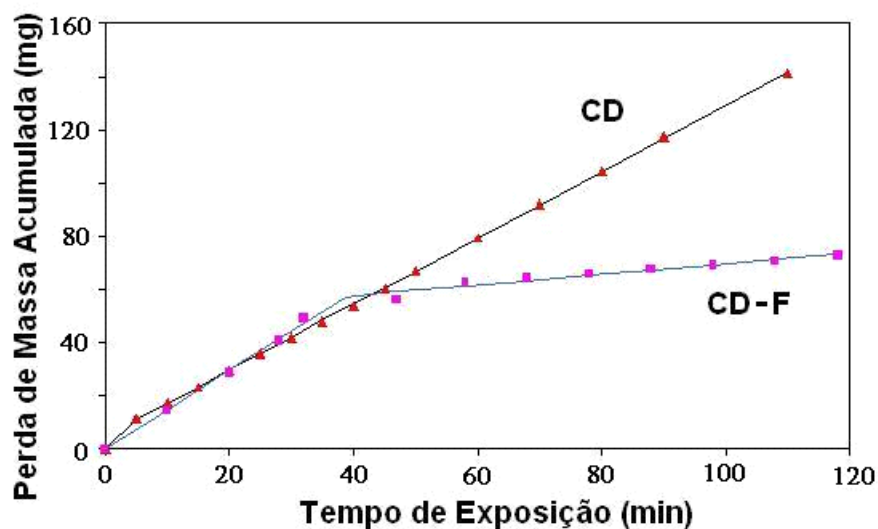


Figura 3.25 - Comportamento da erosão cavitacional para o conjugado (WC-Co)/(Ni-Cr) “CD” e “CD-F” (LIMA *et al.*, 2004).

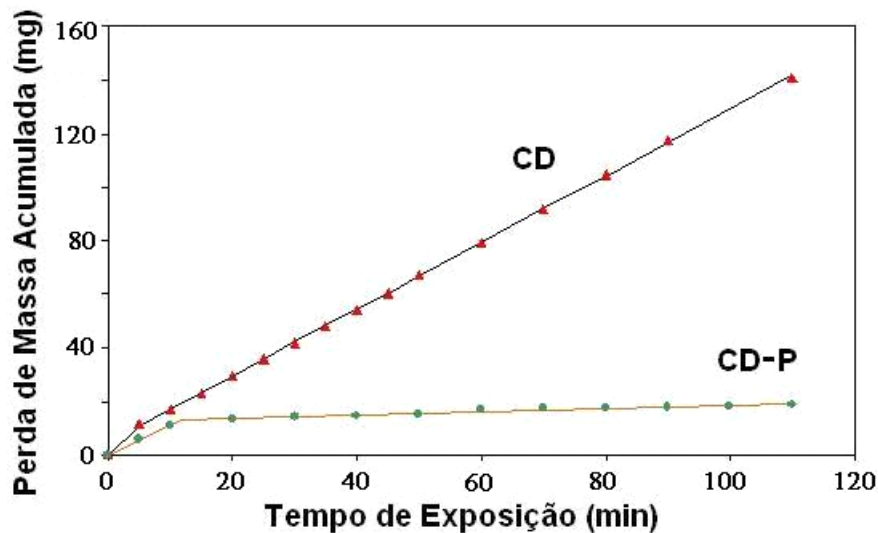


Figura 3.26 - Comportamento da erosão cavitação para o conjugado (WC-Co)/(Ni-Cr) “CD” e “CD-P” (LIMA *et al.*, 2004).

Pode-se notar pela Tabela III-9 e pelas Figuras 3.25 e 3.26 que o comportamento da erosão diferiu do comportamento comumente encontrado para materiais convencionais, onde o primeiro regime é chamado de tempo de incubação, o qual apresenta uma taxa de erosão muito pequena ou nula. Neste caso, o primeiro regime se apresentou com uma taxa maior. Este resultado foi atribuído pelos autores, à delaminação de lamelas superficiais, desde que o fenômeno de erosão cavitação é inicialmente concentrado na superfície. Esta delaminação preferencial das lamelas superficiais ocorre, provavelmente, pois é suposto que as mesmas devem possuir menor coesão interlamelar do que aquelas próximas do substrato, onde existe maior ancoramento mecânico, devido a preparação mecânica anterior do substrato e onde a taxa de resfriamento é mais eficiente (LIMA *et al.*, 2004).

Os resultados indicados nas Figuras 3.25 e 3.26 mostraram que o polimento do recobrimento diminuiu significativamente as taxas de erosão cavitação em relação ao sistema “CD” e em relação ao sistema “CD-F”, além de ter reduzido o tempo de permanência em uma taxa de erosão mais acelerada (ponto de quebra menor) comparado ao sistema fundido. Este resultado aponta a condição superficial de um conjugado como o fator preponderante no que diz respeito à resistência à erosão por cavitação em recobrimentos aspergidos termicamente, relativo a mudanças microestruturais (LIMA *et al.*, 2004).

Uma correlação entre resistência à erosão cavitação e tenacidade à fratura por indentação (LIMA, 2002; MANCOSU, 2000) foi determinada por Lima (2002) e está indicada na Figura 3.27. A fusão do recobrimento aumentou a tenacidade do mesmo, fator este considerado por esta investigadora, o mais importante no aumento da resistência à erosão cavitação deste conjugado. A Tabela III-10 reúne algumas propriedades determinadas para os conjugados estudados por Lima (2000).

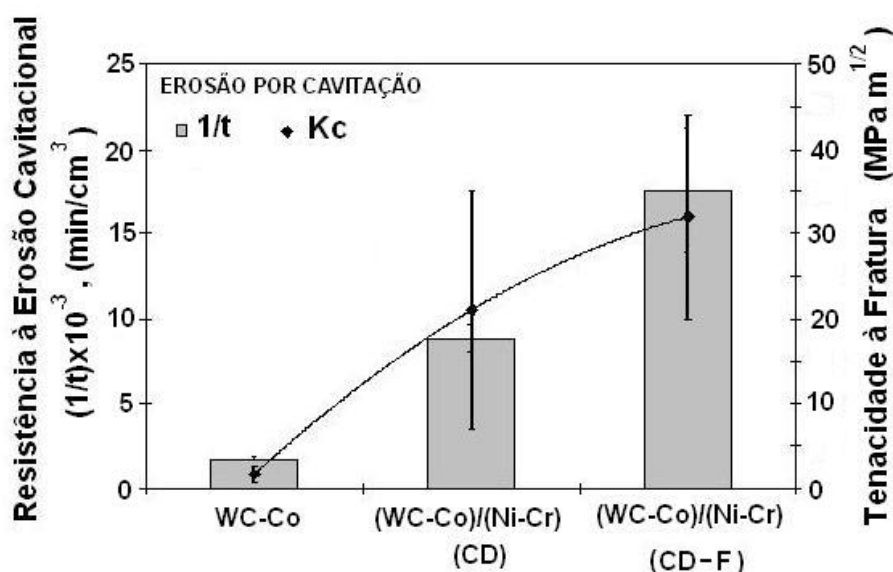


Figura 3.27 - Gráfico de resistência à erosão cavitação vibratória determinada para os conjugados recobertos com WC-Co e com (WC-Co)/(Ni-Cr) no estado “CD” e “CD-F” após deposição (LIMA, 2002).

Tabela III-10 - Valores médios para as medidas de microdureza, do módulo de elasticidade e da razão H/E dos recobrimentos em estudo e do substrato (LIMA, 2002).

| | WC-12Co | (WC-Co)/(Ni-Cr) (CD) | (WC-Co)/(Ni-Cr) (CD-F) |
|------------------------------|-------------------------|-------------------------|---------------------------|
| Microdureza (GPa) | 10,1±0,5 | 5,7±0,4 | 8,0±0,4 |
| Módulo de Elasticidade (GPa) | (19±4)x10 | (22±4)x10 | (38±6)x10 |
| H/E | (52±8)x10 ⁻³ | (25±7)x10 ⁻³ | (21±4)x10 ⁻³ |

3.4.2.2 - Aços Nitretados

Tratamentos superficiais são preferencialmente considerados para promover a resistência à erosão cavitacional devido a motivos econômicos e a sua considerável durabilidade. O comportamento dos aços-carbono nitretado ionicamente, em relação à erosão cavitacional, varia de acordo com o ambiente.

Em 2002, Huang *et al.* estudaram o comportamento de um aço S48C (0,48%C, 0,9%Mn, 0,20%Si, 0,45%Cr, 0,13%Mo e o restante de Fe) em erosão cavitacional e em diferentes meios (água destilada, 3,5% NaCl e 3,5% HCl). Este aço foi estudado em seu estado inicial, tratado termicamente e nitretado ionicamente.

Em água destilada, o aço nitretado de dureza superficial igual a $642\text{HV}_{0,49\text{N}}$ teve uma menor perda de massa, para tempos maiores de teste (Figura 3.28), em relação aos aços temperado ($467\text{HV}_{0,49\text{N}}$) e sem tratamento térmico ($265\text{HV}_{0,49\text{N}}$). Nos primeiros 30 minutos, a perda de massa foi maior para o aço nitretado que sofreu descamação da camada superficial de compostos, formada de nitretos de ferro. Em 3,5% de NaCl o aço nitretado apresentou menor perda de massa que o aço não temperado (Figura 3.29) mas em 3,5% de HCl o aço nitretado apresentou o pior desempenho (Figura 3.30).

Estes resultados sugerem que a nitretação auxilia na resistência à erosão cavitacional através do aumento da dureza superficial e introdução de tensões residuais compressivas, desde que o meio não seja corrosivo à camada de nitretos produzida (HUANG *et al.*, 2002).

Quando a nitretação é aplicada aos aços austenítico-ferrítico, martensítico ou inoxidável austenítico, sua resistência à erosão cavitacional é consideravelmente aumentada (SANTOS *et al.*, 2004).

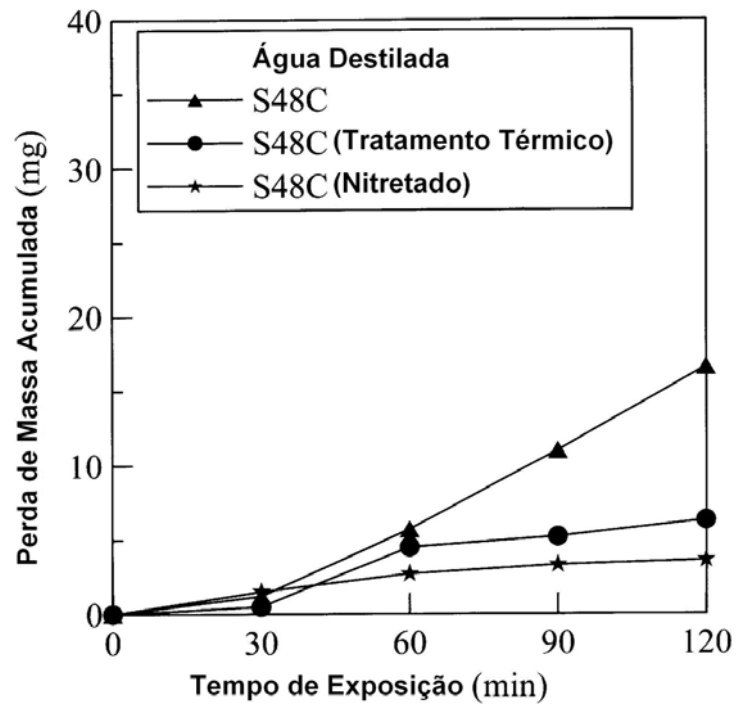


Figura 3.28 - Perda acumulada de massa de amostras testadas em água destilada (HUANG *et al.*, 2002).

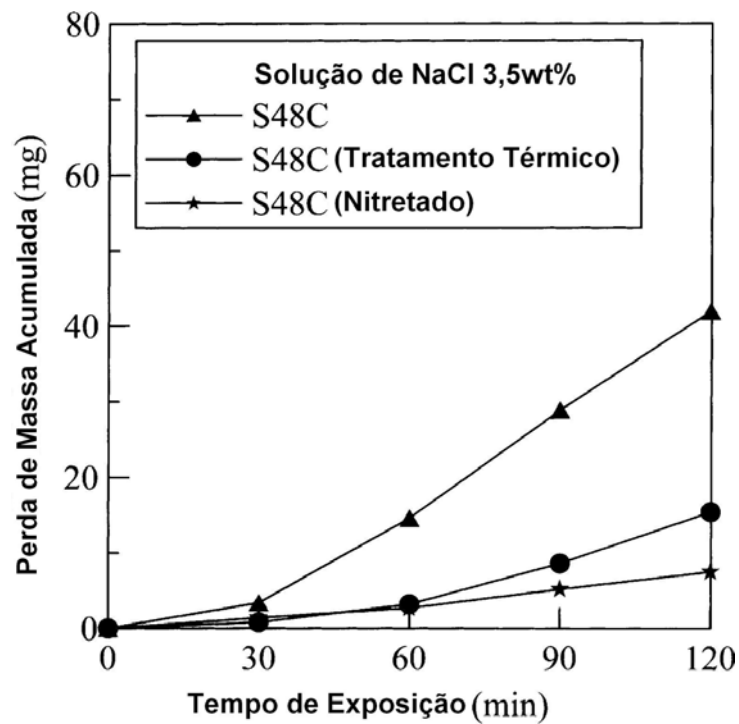


Figura 3.29 - Perda acumulada de massa de amostras testadas em 3,5% NaCl (HUANG *et al.*, 2002).

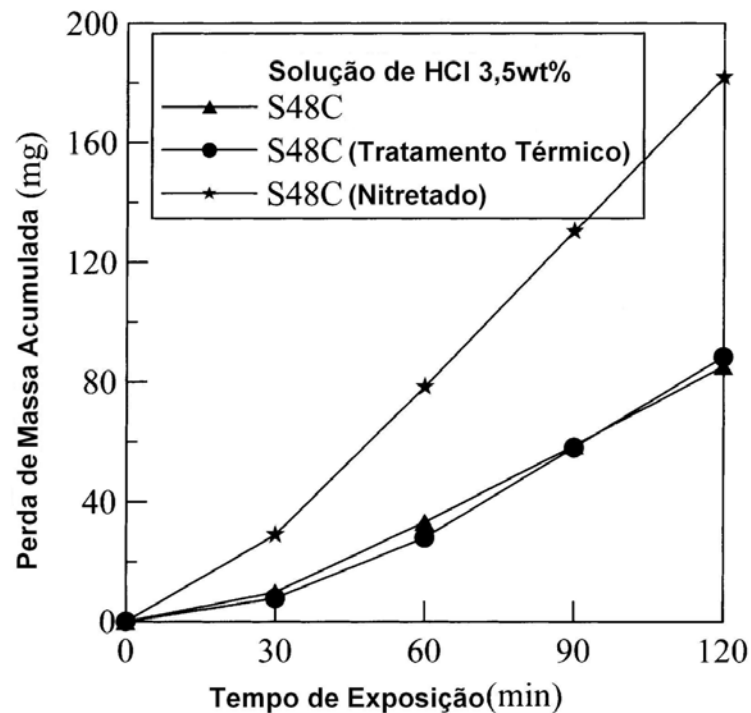


Figura 3.30 - Perda acumulada de massa de amostras testadas em 3,5% HCl (HUANG *et al.*, 2002).

Num artigo de revisão, Hanninen *et al.* (2001) concluíram que o principal mecanismo responsável pela elevada resistência à erosão cavitação do aço inoxidável austenítico é o efeito do endurecimento por solução sólida do nitrogênio, enquanto que os efeitos da transformação martensítica e mudanças na energia de falha de empilhamento são menos importantes.

Com base nestas informações, Santos *et al.* (2004) aplicaram um tratamento de nitretação a gás em alta temperatura no aço inoxidável austenítico AISI 304L (18,7Cr 9,6Ni 1,9Mn 0,95Si 0,03C 0,04P 0,02S) e conseguiram uma camada nitretada de 1mm. A Figura 3.31 confirma esta afirmação mostrando que, num corte transversal, a dureza e a quantidade de nitrogênio em solução sólida diminuem até aproximadamente 1mm de profundidade.

Quantidades de 0,18%; 0,26%; 0,33% e 0,48% em peso, de nitrogênio foram dissolvidas na austenita a 1423K de temperatura. Com isto os valores de dureza superficial variaram, como indicado na Figura 3.32.

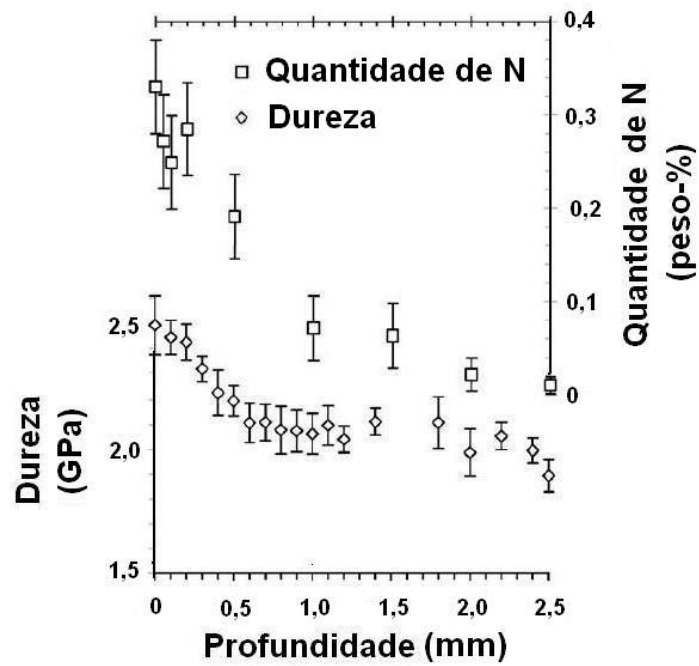


Figura 3.31 - Dureza e quantidade de nitrogênio de acordo com a profundidade (SANTOS *et al.*, 2004).

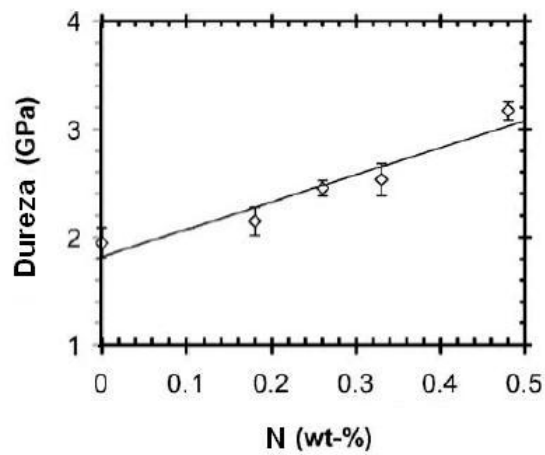


Figura 3.32 - Variação da dureza superficial com a quantidade de nitrogênio em solução sólida (SANTOS *et al.*, 2004).

As curvas de perda de massa acumulada em função do tempo de exposição, para as amostras utilizadas por Santos *et al.* (2002), podem ser divididas em dois estágios, estágio de incubação e estágio de erosão. A Figura 3.33 indica, claramente, que uma maior quantidade de nitrogênio em solução sólida estende o período de incubação para tempos maiores e diminui a perda de massa (ver também a Tabela III-11). Para

0,48% de nitrogênio o aumento do período de incubação é de 4,6 vezes e a diminuição da taxa de perda de massa é de 8,6 vezes em relação ao aço não tratado.

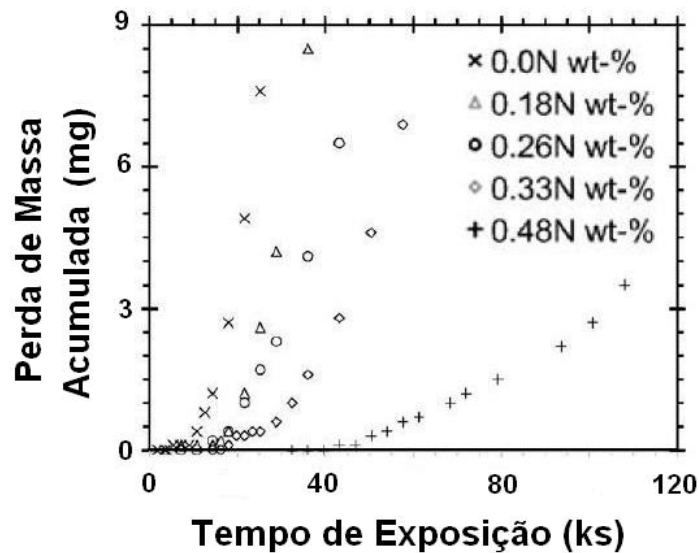


Figura 3.33 - Perda de massa acumulada versus tempo de exposição para amostras com diferentes quantidades de nitrogênio (SANTOS *et al.*, 2004).

Tabela III-11 - Tempo de incubação e taxa máxima de perda de massa (SANTOS *et al.*, 2004).

| Quantidade de Nitrogênio (peso,%) | t_i (ks) | Taxa (mg/ks) |
|--------------------------------------|---------------|-----------------|
| 0,00 | 9,5 | 0,95 |
| 0,18 | 13 | 0,60 |
| 0,26 | 14 | 0,34 |
| 0,33 | 17 | 0,32 |
| 0,48 | 44 | 0,11 |

Santos *et al.* (2004) monitoraram, com auxílio da microscopia eletrônica de varredura, os danos causados pela erosão cavitacional e notaram que no início do processo há deformação plástica dentro dos grãos. Para maiores quantidades de nitrogênio, ocorre pouca deformação plástica dentro dos grãos e os danos começam, preferencialmente, nos seus contornos. Contudo, fraturas por clivagem e formação de pites podem ocorrer dentro dos grãos, como mostrado na Figura 3.34. Estes autores indicaram três mecanismos de remoção de material: esfrelamento (no contorno de grão), formação

de micro-cavidades profundas devido à ação de micro-jatos (mecanismo de fadiga) e fratura de debris, sendo que, para maiores quantidades de nitrogênio, o mecanismo dominante é o de fratura de debris (Figura 3.35).

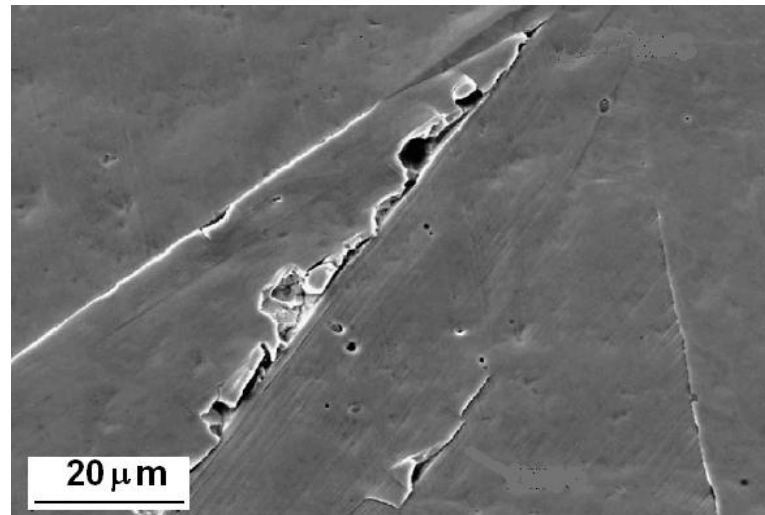


Figura 3.34 - Início dos danos causado pela cavitação na amostra com 0,48% de nitrogênio (% em peso) (SANTOS *et al.*, 2004).

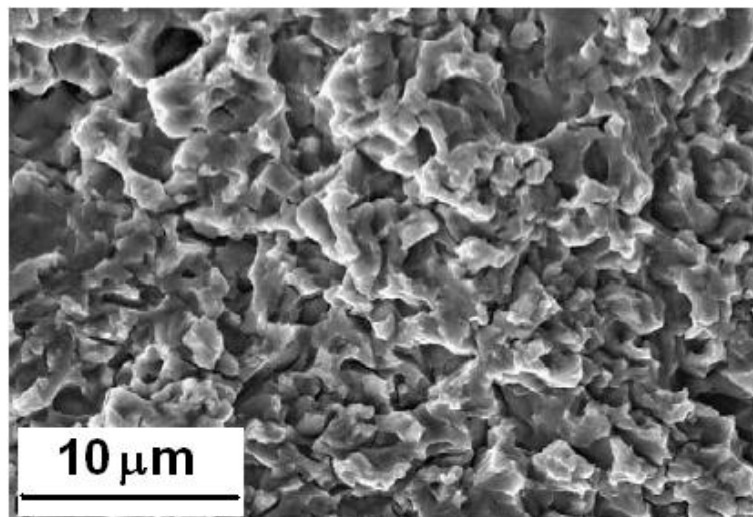


Figura 3.35 - Início dos danos causado pela cavitação na amostra com 0,48% de nitrogênio (% em peso) (SANTOS *et al.*, 2004).

Testes de indentação sensíveis à profundidade, utilizando-se um penetrador Vickers, foram utilizados para determinar a dureza, o trabalho total de indentação (W_t), o trabalho irreversível de indentação (W_{ir}) e o trabalho reversível de indentação (W_e), assim como as inclinações de carregamento e de descarregamento. Os gráficos da Figura

3.36-(a e b) utilizaram duas destas energias medidas e as relacionaram com o tempo de incubação e com a taxa de erosão.

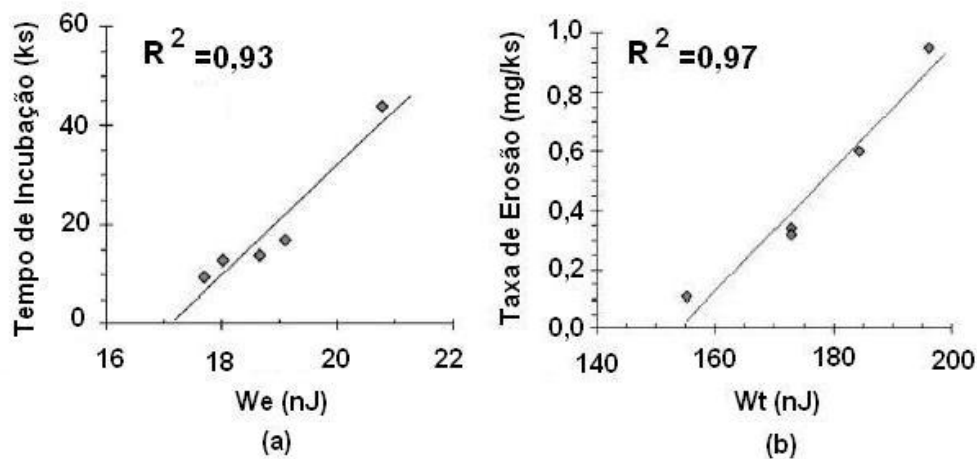


Figura 3.36 - Relações entre erosão cavitação e energias associadas a indentação (SANTOS *et al.*, 2004).

O tempo de incubação aumenta com o trabalho reversível de indentação (elástico) e a taxa de erosão aumenta com o trabalho total de indentação. Este resultado está de acordo com vários trabalhos relatados (HATTORI *et al.*, 2002; MANN *et al.*, 2002), que correlacionam a resistência à erosão cavitação com várias formas de energia derivadas de testes de tensão, como resiliência final.

3.4.2.3 - Recobrimentos Processados por PAPVD

Poucos trabalhos até hoje, foram realizados com aplicação de recobrimentos finos processados por PAPVD para resistirem à erosão cavitação (MUNSTERER *et al.*, 1995; HAN *et al.*, 2002; HIRAGA *et al.*, 1999; HIRAGA *et al.*, 2001). No entanto, estes recobrimentos possuem um potencial muito grande para esta aplicação, pois a baixa rugosidade do substrato fornece, também, uma baixa rugosidade ao recobrimento final e esta baixa rugosidade é um fator primordial na adesão do recobrimento e na resistência à erosão cavitação. A ordem de grandeza da rugosidade média (R_a e/ou S_a) do substrato utilizado para a realização deste tipo de recobrimento se encontra na faixa de 20nm (BATISTA, 2001a), enquanto materiais convencionais de engenharia possuem R_a/S_a da ordem de 10^{-1} μm ou valores maiores (POHL *et al.*, 2002). Durezas su-

periciais podem alcançar nestes materiais valores de até 36,5GPa enquanto que os materiais convencionais utilizados para resistência à erosão cavitacional possuem durezas na ordem de 3,5GPa (BATISTA, 2001a).

A literatura tem centrado pesquisas em recobrimentos a base de ligas de alumínio e de Ni-Ti. Tomlinson *et al.* (1995) estudaram a resistência à erosão cavitacional de recobrimentos produzidos por processos de modificação superficial a *laser*, com adição de ligas de Al. As diferentes ligas utilizadas tinham composição química baseadas nos seguintes elementos químicos: AlSi, AlFe, AlFeMn, AlFeCu, AlFeCr, AlNi, AlNiMn, AlNiCu e AlNiCr. Um substrato de Al-12%Si foi utilizado. As durezas após modificação superficial variaram de 0,40 GPa a 4,50GPa. A produção destes recobrimentos aumentou a resistência à erosão cavitacional do substrato Al-12%Si e este resultado foi atribuído à alta dureza encontrada nestas ligas modificadas. Os recobrimentos a base de AlNi apresentaram-se mais resistentes à erosão cavitacional do que as ligas a base de AlFe.

As ligas de Ni-Ti são conhecidas por serem resistentes ao desgaste devido a sua “pseudo-elasticidade” (HIRAGA *et al.*, 1999; HIRAGA *et al.*, 2001). Segundo os autores destes trabalhos uma alta resistência à erosão nestes recobrimentos foi obtida devido à combinação de dois fatores: a superelasticidade da fase austenítica NiTi e a alta taxa de encruamento quando se tinha um excesso de soluto Ni dissolvido. Observou-se que a adição de Ni, em maiores teores, na liga Ni-Ti causou um decréscimo na temperatura de transformação de austenita para martensita. De acordo com as propriedades de resistência à erosão desta liga, a fase austenítica da solução Ni-Ti apresentou maior resistência à erosão do que a fase martensítica, devido ao efeito de superelasticidade encontrado na liga como austenítica, segundo esses autores.

3.4.2.4 - Conjugados Monocamada e Dúplex de Cr-N

Estudos recentes (BATISTA, 2001a; MUNSTERER *et al.*, 1995; HAN *et al.*, 2002) têm identificado propriedades adequadas ao uso de Cr-N, depositados por PAPVD, para aplicação em erosão por cavitação.

Em geral, recobrimentos de Cr-N são caracterizados por apresentarem uma estrutura de grãos finos e possuírem tensões residuais compressivas de baixa intensidade (MUNSTERER *et al.*, 1995). Estes dois aspectos, característicos deste recobrimento, têm possibilitado a sua deposição com espessuras muito maiores (~10-25 μm) em relação às espessuras usuais em processos de PVD (~3-6 μm). Estudos realizados por Batista *et al.* (2001a; 2001b) utilizando conjugados monocamada e dúplex (substrato nitretado + recobrimento) de Cr-N em testes de microabrasão, em testes de impacto e de corrosão, apontam os mesmos como recobrimentos com potencial de uso para resistência à erosão cavitacional.

A deposição de Cr-N aumentou a dureza tanto no conjugado monocamada quanto no dúplex (Figura 3.37 - dureza Knoop). Medidas de microdureza Vickers usando cargas de 25mN, mostradas na Tabela III-12, indicaram um aumento de dureza devido a nitretação do aço e não diferenciou significativamente a dureza do conjugado monocamada da do dúplex (BATISTA, 2001a).

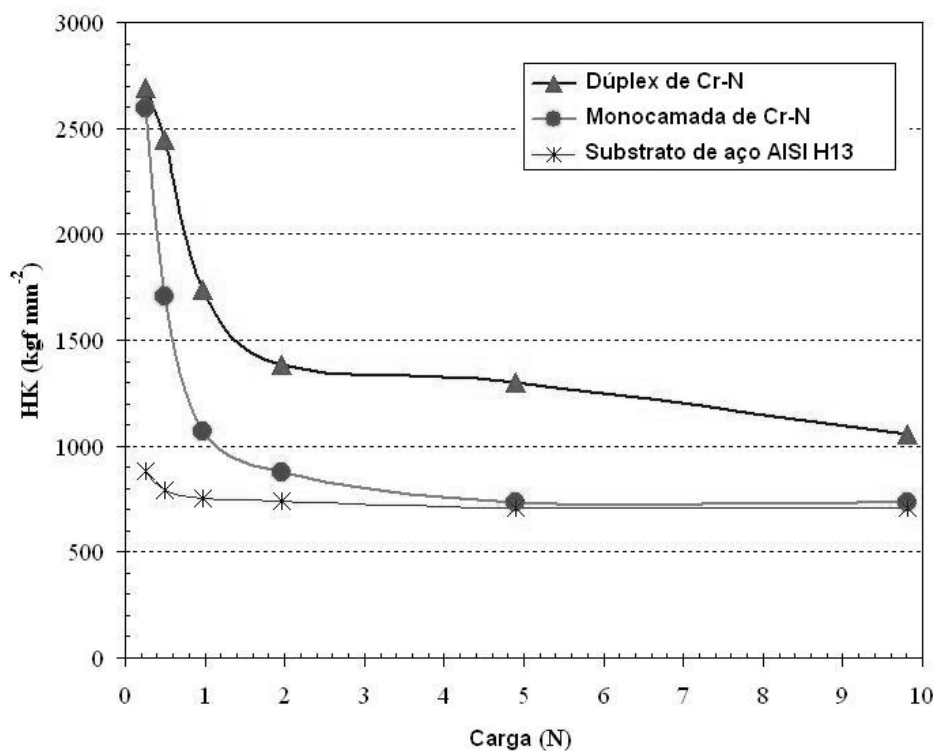


Figura 3.37 - Dureza Knoop para o substrato de aço AISI H13 e para os conjugados monocamada e dúplex de Cr-N (BATISTA, 2001a).

Tabela III-12 - Dureza Vickers com carga de 25mN (BATISTA, 2001a).

| Amostra | H_{0,025} | I.C. (95%) |
|--------------------|--------------------------|-------------------|
| Aço H13 endurecido | 719 | [699,799] |
| Aço H13 nitretado | 1387 | [1348,1426] |
| Monocamada de Cr-N | 2053 | [1907,2199] |
| Dúplex de Cr-N | 2084 | [1958,2210] |

Por outro lado, medidas de nanodureza (Tabela III-13), realizadas com carga de 15mN, indicaram o aumento de dureza do aço nitretado em relação ao endurecido e, indicou também, um valor superior de dureza do conjugado monocamada em relação ao dúplex (BATISTA, 2001a). Com o uso de tal carga, a penetração máxima não excedeu uma profundidade de 0,2 μ m, isto é, em torno de 10% da espessura do recobrimento.

Tabela III-13 - Valores de dureza H, módulo de elasticidade E para os conjugados (dúplex e monocamada) e para os substratos (endurecido e nitretado), utilizando a carga de 15mN (BATISTA, 2001a).

| Amostra | H (GPa) | E (GPa) |
|--------------------|----------------|----------------|
| Aço H13 endurecido | 9,0 \pm 0,2 | 229 \pm 5 |
| Aço H13 nitretado | 17,2 \pm 1,2 | 243 \pm 5 |
| Monocamada de Cr-N | 34,5 \pm 2,8 | 323 \pm 11 |
| Dúplex de Cr-N | 27,4 \pm 2,0 | 281 \pm 6 |

Em testes de impacto, esses conjugados apresentaram uma boa resposta com o conjugado dúplex apresentando o melhor desempenho. Este conjugado apresentou o menor módulo de elasticidade atribuído à presença de uma fase metálica α -Cr na estrutura. A presença da camada nitretada garantiu tensões residuais compressivas na superfície do substrato que, juntamente com a presença das tensões compressivas do recobrimento de Cr-N, contribuíram para minimizar as tensões trativas introduzidas durante testes de impacto (BATISTA, 2001a).

O comportamento quanto à corrosão foi testado em testes potenciodinâmicos utilizando uma solução de H_2SO_4 a 1N. O conjugado monocamada de Cr-N apresentou uma melhor resposta em relação ao conjugado dúplex e isto foi atribuído primeiro a uma estrutura de duas camadas monofásicas (CrN e Cr_2N) ao longo da espessura do recobrimento e, principalmente, a menor rugosidade apresentada por este conjugado (BATISTA, 2001a). A produção da camada nitretada anterior ao recobrimento produziu uma superfície mais rugosa, que foi responsável pela diferença da resposta à corrosão em dois conjugados que possuem o mesmo recobrimento na superfície. A Tabela III-14 resume alguns parâmetros de rugosidade (S_a , S_q , SP_c , S_{mmr}). Os parâmetros S_a e S_q do conjugado monocamada são menores do que os do dúplex. Estes resultados influenciaram significativamente a resposta dos conjugados em corrosão (SILVA, 2004). No entanto, em relação ao substrato de aço AISI H13 ambos apresentaram uma resposta muito superior à corrosão. A introdução da camada de Cr-N garantiu uma melhor resistência à corrosão (BATISTA, 2001a).

Tabela III-14 - Parâmetros de rugosidade para os recobrimentos monocamada e dúplex de Cr-N (BATISTA, 2001a).

| Parâmetros | Monocamada de Cr-N | Dúplex de Cr-N |
|-------------------------|---------------------------|-----------------------|
| S_a (μm) | 0,0098 | 0,0147 |
| S_q (μm) | 0,0169 | 0,0240 |
| SP_c (picos/ mm^2) | 215 | 266 |

As diferentes texturas superficiais observadas para os conjugados monocamada e dúplex de Cr-N, que determinaram diferentes respostas quanto à corrosão, sugerem também respostas diferenciadas quanto à erosão cavitacional. Um trabalho de correlação entre textura superficial e resistência à erosão cavitacional poderá resultar na definição de uma textura “desejada ou adequada” para aplicações em cavitação.

Han *et al.* (2002) estudaram o comportamento em erosão cavitacional de um conjugado Cr-N/(aço AISI 4140) utilizando água destilada. A deposição de Cr-N foi realizada por processo de deposição catódica a plasma por arco produzindo conjugados com uma camada intermediária de cromo duro eletrodepositado Cr-N/Cr/(AISI 4140) e conjugados Cr-N/(AISI 4140). Ambos apresentaram uma perda de massa por erosão inferior ao substrato (Figura 3.38). Um maior parâmetro de rugosidade R_a foi encontrado para o sistema Cr-N/Cr/(AISI 4140) e menor para o substrato de aço. Com a adi-

ção da camada intermediária de cromo duro, obteve-se um conjugado com maior aderência.

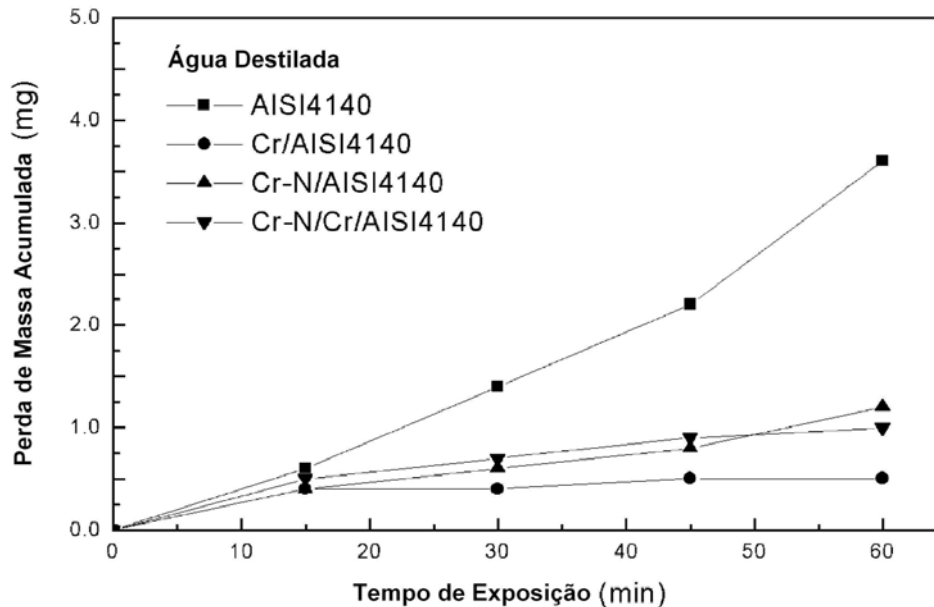


Figura 3.38 - Perda de massa acumulada em função do tempo de exposição em água destilada (HAN *et al.*, 2002).

Têm-se vários registros da melhoria do desempenho de componentes que sofreram o processo de deposição de recobrimentos posterior à nitretação, em aplicações que se necessita uma alta dureza superficial (BATISTA, 2001a). A Tabela III-15, produzida por Batista (2001a), reúne resultados relativos ao teste de microabrasão em diferentes conjugados monocamada e dúples. Observa-se a menor taxa de desgaste (k) para todos os conjugados dúples em relação aos seus sistemas monocamada. Estes estudos confirmam e indicam uma direção promissora na aplicação de conjugados dúples em erosão por cavitação.

Ainda nenhum trabalho foi publicado sobre erosão cavitacional utilizando-se conjugados dúples formados a partir de uma camada nitretada a plasma e depois recobertos (no mesmo reator).

Tabela III-15 - Valores de taxa de desgaste (k) e de dureza Vickers para alguns recobrimentos ($HV_{0,025}$) (BATISTA, 2001a).

| Amostra | k ($\times 10^{-13}$) ($m^3N^{-1}m^{-1}$) | C.I. (95%) ($\times 10^{-13}$) ($m^3N^{-1}m^{-1}$) | $HV_{0,025}$ | C.I. (95%) |
|--------------------|--|---|--------------------------------|-------------------|
| Substrato (H13) | 9,40 | [9,00; 9,82] | 789 | [699;739] |
| (Ti,Al)-N - mono | 2,36 | [2,20; 2,55] | 3069 | [2971; 3166] |
| (Ti,Al)-N - dúplex | 1,44 | [1,34; 1,54] | 3023 | [2925; 3121] |
| Ti-N - mono | 7,27 | [7,15; 7,39] | 2509 | [2422; 2595] |
| Ti-N - dúplex | 3,86 | [3,81; 3,90] | 2498 | [2452; 2544] |
| Cr-N - mono | 27,79 | [22,13; 38,09] | 2084 | [1958; 2210] |
| Cr-N - dúplex | 18,11 | [16,63; 19,86] | 2053 | [1907; 2199] |

CAPÍTULO 4 - METODOLOGIA

Neste capítulo serão apresentados:

- os materiais;
- os equipamentos;
- e os procedimentos experimentais utilizados neste trabalho.

4.1 - Materiais Utilizados

O substrato usado em todos os experimentos deste trabalho foi o aço ABNT 1045. Este aço foi adquirido em forma de barras cilíndricas, com diâmetro de 17,5mm (11/16”). Este aço foi escolhido por ser de baixo custo e, principalmente, por ser muito usado em indústrias petrolíferas e em muitos outros componentes industriais.

O material escolhido para a deposição foi o Cr-N. O cromo foi evaporado numa câmara de deposição por PVD cuja atmosfera era de nitrogênio.

As resinas utilizadas para embutimento a frio para preparação dos corpos de prova e para o corte transversal destas amostras foram a EPOFIX da Struers e a resina Cristal com o endurecedor MEK.

As lixas e pastas de diamante utilizadas na preparação metalográfica foram produzidas pela 3M e pela Struers.

4.2 - Equipamentos Utilizados

Os principais equipamentos utilizados foram os seguintes:

Lixamento e Polimento: Lixadeira manual Struers DPU-10;

Serra de Precisão: Isomet 1000;

Ensaio de Dureza: Veb Werkstoffprufmaschinen Leipzig;

Ensaio de Microdureza: Future-Tech Tester FM;

Ensaio de Nanodureza: Nanoindenter II e Nanoindenter XP;

Ensaio de Adesão Rockwell-C: Zwick - Z 302;

Perfilometria Tridimensional: Hommel Tester T8000;
Ensaio de Erosão Cavitação: Telsonic Power System SG-32-1000G;
Balança de Precisão: Sartorius BA 210 S;
Microscópio Óptico com Câmera CCD: LEITZ Labor Lux;
Microscópio Eletrônico de Varredura: JEOL JSM 6360LV;
Microsonda: Thermo Noram - Quest;
Difratômetro de Raios-X: Philips PW1710;
EEOC: Shimadzu GDLS 9950.

4.3 - Procedimentos Experimentais

4.3.1 - Produção dos Substratos

Os corpos de prova para os ensaios de erosão cavitação e também para os outros testes foram usinados conforme desenho mostrado na Figura 4.1. Este esquema foi fornecido pelo fabricante do equipamento (TELSONIC, sem data).

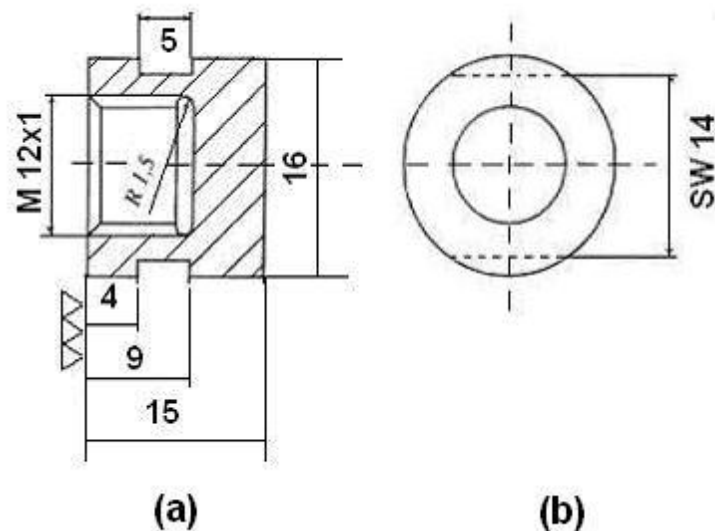


Figura 4.1 - Corpo de prova para ensaio de erosão cavitação.
As dimensões estão em mm. (TELSONIC, sem data).

Em torno de 200 amostras foram confeccionadas. Este grande número se deve às dificuldades que este tipo de ensaio (erosão cavitacional vibratória) pode acarretar. Muitas vezes não ocorre o acoplamento adequado da amostra ao sonotrodo e, assim, o teste não pode prosseguir, pois acarreta danos ao equipamento.

4.3.2 - Preparação dos Substratos

Para esta etapa do trabalho foram necessárias a utilização de resinas, lixas e pastas de diamante. A resina utilizada foi a Cristal com o catalisador MEK com uma relação de 200ml de resina para 150 gotas de catalisador.

O lixamento foi feito manualmente na lixadeira manual DPU-10 da Struers (Figura 4.2). Foram utilizadas lixas de SiC da 3M com granulometrias de 100, 120, 220, 400, 600 e 1000 mesh, nesta ordem.



Figura 4.2 - Struers DPU-10, equipamento utilizado para lixar e polir.

Após o lixamento veio a etapa de polimento. Este polimento também foi feito manualmente. Nesta etapa usaram-se pastas de diamante com granulometrias de 15 μ m, 9 μ m, 3 μ m e 1 μ m da Struers e foi alcançado um polimento do tipo “espelho” e de muito boa qualidade (baixa rugosidade). Foi usado durante o lixamento o Lubrificante Azul, também da Struers, e tido o cuidado de se manter as amostras sempre úmidas para

que não aquecesse suas superfícies, pois isto geraria um tipo de problema na superfície conhecido como “casca de laranja”. A politriz utilizada foi a DPU-10 da Struers (mesmo modelo da lixadeira), mostrada na Figura 4.2.

Esta preparação da superfície foi necessária, pois a baixa rugosidade é um requisito para a boa aderência de recobrimentos depositados por PVD e, também, é recomendada para uma melhor resposta frente à erosão cavitacional.

4.3.3 - Produção dos Sistemas

O primeiro sistema a ser estudado foi o aço e este, após as etapas de lixamento e polimento já se encontrava pronto para os teste de erosão cavitacional vibratória.

Os outros sistemas foram enviados à TecVac Limited (Inglaterra), uma empresa de recobrimentos finos, que utilizou o processo de *Ion Plating* (Item 3.1.3) na produção de sistemas conjugados. A nitretação a plasma também foi realizada na TecVac. Os sistemas produzidos foram:

- Aço ABNT 1045;
- Aço ABNT 1045 nitretado;
- Conjugado monocamada de Cr-N;
- Conjugado dúplex de Cr-N.

Para o sistema aço nitretado, o aço lixado e polido foi submetido a uma nitretação iônica. Os parâmetros utilizados neste processo estão indicados na Tabela IV-1.

Para o sistema conjugado monocamada de Cr-N, o aço lixado e polido foi submetido a uma deposição do recobrimento de Cr-N. Os parâmetros utilizados neste processo estão indicados na Tabela IV-2. Neste processo o cromo é evaporado em uma câmara com atmosfera controlada de nitrogênio.

Para o sistema conjugado dúplex de Cr-N, o aço lixado e polido foi submetido, primeiramente, a uma nitretação iônica e, logo após, a uma deposição do recobrimento de Cr-N, na mesma câmara. Os parâmetros utilizados neste processo estão indicados na Tabela IV-3.

Tabela IV-1 - Parâmetros da nitretação a plasma (BATISTA *et al.*, 2001a).

| Parâmetros | Valores |
|----------------------------|-------------------------|
| Pressão Total | $5,0 \times 10^{-1}$ Pa |
| Corrente de Filamento | 80A |
| Tensão do Substrato (Bias) | 250V |
| Corrente do Substrato | 1,8A |
| Fluxo de Argônio | 11ml/min |
| Fluxo de N ₂ | 7ml/min |
| Temperatura | 703-723K |
| Tempo de Deposição | 120 min |

Tabela IV-2 - Parâmetros de deposição para os conjugados monocamada de Cr-N (BATISTA *et al.*, 2001a).

| Parâmetros | Valores |
|----------------------------|-------------------------|
| Pressão Total | $5,0 \times 10^{-1}$ Pa |
| Corrente de Filamento | 72A |
| Tensão do Substrato (Bias) | 50V |
| Corrente do Substrato | ~5,0A |
| Fluxo de Argônio | 27ml/min |
| Fluxo de N ₂ | 75ml/min |
| Temperatura | 723-773K |
| Tempo de Deposição | 60 min |

Tabela IV-3 - Parâmetros de deposição para os conjugados dúplex de Cr-N (BATISTA *et al.*, 2001a).

| Parâmetros | Valores |
|----------------------------|-------------------------|
| Pressão Total | $4,0 \times 10^{-1}$ Pa |
| Corrente de Filamento | 80A |
| Tensão do Substrato (Bias) | 50V |
| Corrente do Substrato | 1,2A |
| Fluxo de Argônio | 22ml/min |
| Fluxo de N ₂ | 49ml/min |
| Temperatura | 663-715K |
| Tempo de Deposição | 60 min |

A diferença dos conjugados monocamada e dúplex de Cr-N está na nitretação, que é produzida antes da deposição do recobrimento no sistema conjugado dúplex. Este processo de nitretação a plasma tem suma importância na elevação da dureza da camada superficial do substrato oferecendo, assim, um suporte mecânico muito maior.

O processo de nitretação e deposição seguiram a metodologia descrita por Batista *et al.* (2001a) para se evitar a formação da camada preta (de α -Fe) na interface entre a camada nitretada e o recobrimento de Cr-N.

Os recobrimentos foram produzidos de modo a ter uma espessura de aproximadamente 5 μ m (duas corridas sucessivas) e a camada nitretada de aproximadamente 40 μ m.

4.3.4 - Caracterização Estrutural dos Sistemas

4.3.4.1 - Análise Química dos Substratos

A análise química do aço ABNT 1045 foi feita na Açominas, no laboratório OTQL-I. A finalidade foi a de se determinar e confirmar o teor de carbono e possíveis presenças de outros elementos no aço.

4.3.4.2 - Difratomia de Raios-X

A Difratomia de Raios-X (DRX) foi usada para identificação de:

- Fases presentes no aço;
- Fases que foram criadas com a nitretação;
- Fases dos recobrimentos de Cr-N;

Esta técnica também foi utilizada para se calcular parâmetros de rede de fases cristalinas presentes nos recobrimentos produzidos e no substrato de aço utilizado.

Esta análise foi feita na Escola de Engenharia da UFMG e o equipamento utilizado foi o PW1710. As características desta técnica foram:

- Radiação: Cu $k\alpha$, $\lambda_1=1,54056\text{\AA}$, $\lambda_2=1,54439\text{\AA}$;
- Corrente: 20mA;
- Tensão: 40kV;
- Faixa de varredura (2θ): 10° a 110° ;
- *Step size*: $0,02^\circ/\text{s}$.

Foi utilizado um banco de dados para a identificação das fases e para comparação com os parâmetros de rede.

4.3.4.3 - Microscopia Eletrônica de Varredura (INICIAL)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) no estado inicial, ou seja, antes de se realizar os testes de erosão cavitacional vibratória, foi utilizada para:

- Geração de imagens topográficas superficiais dos sistemas estudados com o objetivo de mostrar as diferenças entre suas texturas;
- Geração de imagens topográficas transversais do recobrimento e da camada nitretada, com o objetivo de se determinar, aproximadamente, suas espessuras e de visualizar a presença de nitretos formados durante o processo de nitretação.

Estas análises foram realizadas na Escola de Engenharia da UFMG. O microscópio eletrônico de varredura utilizado foi o JEOL 6360LV.

Para geração das imagens transversais as amostras foram cortadas em um equipamento de corte de precisão, a ISOMET (Figura 4.3), que utiliza uma serra de diamante. Após o corte, as amostras foram atacadas com nital 2% a fim de se revelar a microestrutura do aço, da camada nitretada e também do recobrimento de Cr-N depositado.

Este procedimento deve ser conduzido de forma a não destacar o recobrimento na sua borda, região esta que será observada no MEV. Para se realizar com sucesso este procedimento foi preciso, primeiramente, embutir a amostra com uma resina especial e posicioná-la de maneira adequada, ou seja, com a serra pressionando o lado do reco-

brimento no substrato (Figura 4.4). Mas, mesmo com todo o cuidado, apenas a espessura do recobrimento de Cr-N do conjugado dúples foi estimada.



Figura 4.3 - Serra de precisão Isomet.

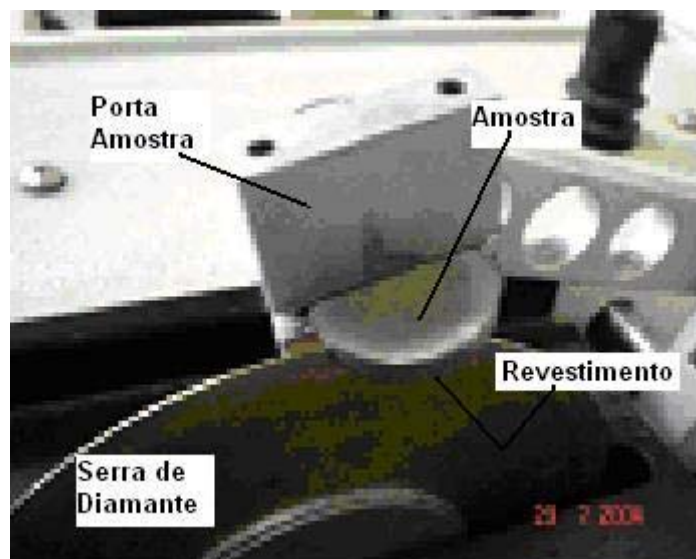


Figura 4.4 - Posicionamento adequado para o corte transversal da amostra.

4.3.4.4 - Testes de Dureza

Os testes de dureza foram divididos em três tipos que são:

- Dureza;
- Microdureza;
- Nanodureza.

Esta metodologia teve como objetivo demonstrar a respostas dos sistemas e do recobrimento, como também da região nitretada frente a aplicação de diferentes cargas.

Dureza de Topo dos Sistemas

Avaliou-se a dureza dos sistemas empregando o durômetro (Leipzig) pertencente a Escola de Engenharia da UFMG. Utilizou-se para este teste um penetrador Vickers com uma carga aplicada de 49N (5kgf) e com tempo de aplicação da carga de 30 segundos.

O objetivo deste teste não é a de se obter a dureza do recobrimento, mas sim a dureza dos sistemas.

Microdureza dos Sistemas

Os testes de microdureza Vickers e Knoop foram realizados na Escola de Engenharia da UFMG e o equipamento utilizado foi o TESTER da FUTURE-TECH (Figura 4.5). Todas as cargas do equipamento foram usadas (0,098N, 0,245N, 0,49N, 0,98N, 1,96N, 2,94N, 4,9N e 9,8N) com o objetivo de se fazer um gráfico de carga versus dureza que mostra a partir de qual carga o substrato passa a influenciar a dureza dos sistemas. Foram usados dois penetradores, Knoop e Vickers.

Microdureza Transversal dos Sistemas

Os testes de microdureza transversal para o sistema aço nitretado e para o sistema conjugado dúplex de Cr-N também foram realizados no microdurômetro TESTER da FUTURE-TECH (Figura 4.5) com as cargas de 0,245N e de 0,49N e utilizando um penetrador Knoop. Estas pequenas cargas foram definidas por causa da pequena espessura da camada nitretada.

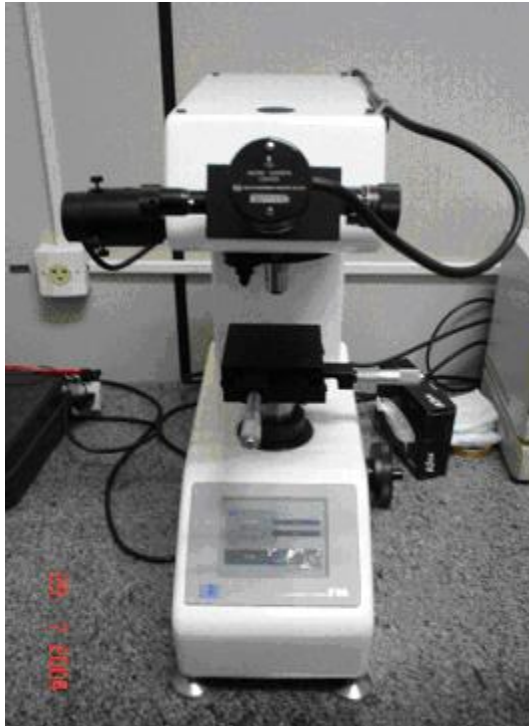


Figura 4.5 - Equipamento de microdureza Tester da Future-Tech.

Este teste tem como objetivo determinar a espessura da camada nitretada mostrando o gradiente de dureza em relação à profundidade.

Nanodureza de Topo dos Sistemas

Com o objetivo de obter resultados de nanodureza e de módulo de elasticidade dos sistemas citados, assim como as profundidades atingidas pelas penetrações, foram realizados no Laboratório de Propriedades Nanomecânicas da Divisão de Cerâmica do NIST (USA), ensaios de penetração instrumentada nas escalas micro e nanométrica, a fim de determinar propriedades, tanto do revestimento isoladamente, quanto dos materiais conjugados. Os equipamentos utilizados foram o Nanoindenter II e Nanoindenter XP com penetradores Berkovich. As cargas escolhidas foram de 8N, 4N, 2N, 1N, 0,2N, 0,1N, 0,05N, 0,03N e 0,015N.

4.3.4.5 - Testes de Adesão Rockwell-C dos Sistemas Conjugados

Uma abordagem prática para se medir, comparativamente, a adesão de revestimentos finos produzidos por PVD é o teste Rockwell-C. Este teste utiliza um indentedor cônico

de diamante e o padrão de dureza Rockwell-C com a máxima força aplicada (1471N ou 150Kgf) o que causa danos na camada próximos à penetração. Estes danos são comparados com o padrão da Figura 4.6 (HEINKE *et al.*, 1995).

Este padrão mostra a qualidade da adesão do recobrimento ao substrato. As situações mostradas em HF1–HF4 definem uma adesão suficiente do recobrimento ao substrato, pois nestes casos só apareceram trincas. As situações HF5 e HF6 representam uma adesão insuficiente. Nestes casos, além das trincas, aparecem regiões com delaminação do recobrimento (HEINKE *et al.*, 1995). Este teste de adesão foi desenvolvido na Alemanha e padronizado na VDI *guidelines* 3198 (1991) e fará parte das normas DIN no futuro.

Estes testes foram realizados na Escola de Engenharia da UFMG nos sistemas conjugados monocamada e dúplex de Cr-N com o intuito de comparar a adesão entre eles. O equipamento utilizado foi Durômetro Zwick - Z 302.

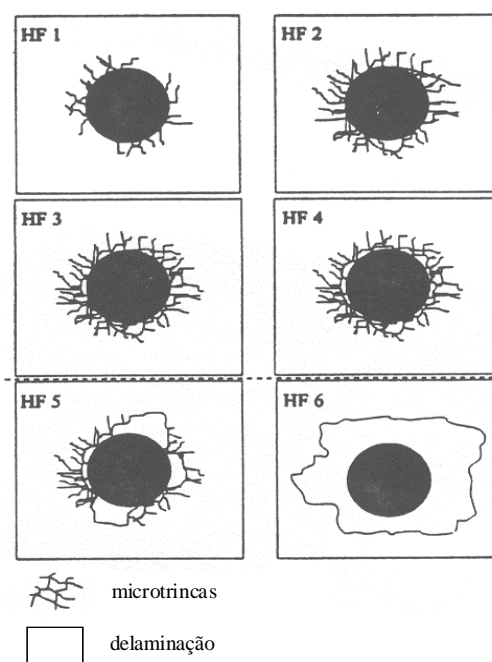


Figura 4.6 - Esquema de qualidade da adesão de recobrimentos finos pela técnica Rockwell-C (HEINKE *et al.*, 1995).

A finalidade deste teste foi, principalmente, comparar a adesão entre os dois sistemas conjugados, monocamada e dúplex de Cr-N. Optou-se por uma abordagem diferente.

Estes sistemas conjugados foram testados em todas as cargas do equipamento (196N, 303N, 607,6N, 980N, 1225N e 1470N) e as trincas e delaminações foram comparadas. Este procedimento foi adotado por que, para a maior carga, como indica a norma, os dois sistemas apresentaram grandes trincas radiais e circulares, sendo difícil de se determinar qual deles é o mais aderente.

Após os testes, os corpos de prova foram observados no microscópio óptico LEITZ Labor Lux, da Escola de Engenharia da UFMG, e as imagens foram registradas em um computador utilizando-se uma câmera CCD e em software específico.

4.3.4.6 – Espectroscopia de Emissão Óptica por Centelhamento (EEOC)

A técnica de Espectroscopia de Emissão Óptica por Centelhamento (*Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy - GDOES*) foi utilizada nos sistemas conjugados para avaliar a variação da composição dos elementos cromo (Cr), nitrogênio (N) e ferro (Fe) ao longo de suas profundidade. Esta análise foi feita na Escola de Engenharia da UFMG e o equipamento utilizado foi o Shimadzu GDLS 9950, equipado com uma fonte de radiofreqüência.

Selecionou-se uma região na superfície da amostra (um círculo de 5mm de diâmetro) onde uma erosão foi realizada por bombardeamento de íons de argônio de alta pureza (99,999%). A calibração foi realizada utilizando-se padrões de aços e, também, um recobrimento de Cr-N produzido na Inglaterra e utilizado no trabalho de Batista (2001a).

Um gráfico da composição química dos sistemas conjugados, monocamada e dúplex de Cr-N, em função da profundidade foi obtido com o intuito de se medir a espessura do recobrimento de Cr-N.

Como no recobrimento, a princípio não existe a presença do elemento ferro, a espessura dos recobrimentos foi estimada usando o critério que considerou o ponto a partir do qual a detecção do Fe passa a ser constante, logo após uma região de crescimento do mesmo.

A partir da curva obtida, foi estimada a composição química média dos recobrimentos de Cr-N, para os conjugados monocamada e dúplice, através da relação entre a quantidade média de cromo e de nitrogênio existentes.

4.3.5 - Teste de Erosão Cavitação dos Sistemas

Os testes de erosão por cavitação vibratória foram realizados na Escola de Engenharia da UFMG. O equipamento utilizado foi o TELSONIC (Figura 4.7) e as características dos ensaios estão indicadas no Item 3.2.3.

A base das amostras foi lixada com uma lixa de 1000 mesh para que tivessem o melhor contato possível com o sonotrodo (parte do equipamento - Figura 4.8) e, antes de se prender as amostras a esta peça, elas foram limpas com álcool para que não houvesse nenhum tipo de sujeira ou contaminante.



Figura 4.7 - Equipamento Telsonic com a montagem para o teste de erosão cavitação vibratória.

Estes testes foram realizados em água destilada e à temperatura ambiente. Para se manter esta temperatura estável utilizou-se uma montagem especial que usava gelo

em um recipiente, onde um béquer contendo a água destilada ficava em banho-maria. O esquema desta montagem está indicado na Figura 4.8. À medida que o tempo ia passando acrescentava-se gelo e media-se a temperatura da água destilada com um termômetro. A água destilada não foi trocada, ou seja, manteve-se o mesmo recipiente, apenas completando o volume da água destilada.

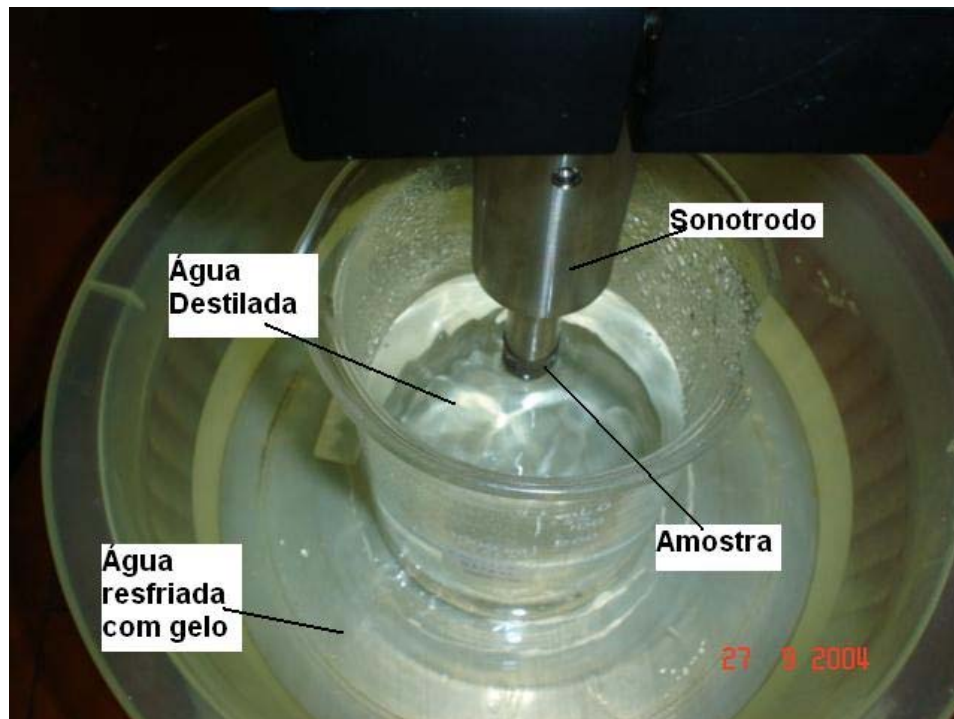


Figura 4.8 - Detalhes da montagem do teste de erosão cavitacional vibratória.

O procedimento adotado para a realização dos testes é descrito como se segue:

Primeiro pesou-se a amostra, usando uma balança de precisão de 0,1mg (Sartorius BA 210 S - Figura 4.9), e então, executava-se o teste. Após o teste, pesou-se novamente a amostra e obteve-se a diferença de peso. Os intervalos de tempo para cada parada para se pesar a amostra foram variados.

Intervalos de tempo pequenos demais não são aconselháveis, pois geram uma insignificante perda de massa e, assim, a balança, mesmo com grande precisão, pode não conseguir detectar esta variação. Mas, por outro lado, a perfilometria é capaz de detectar variações na superfície! Então, tomou-se, inicialmente, tempos curtos de teste

iguais a cinco minutos, depois aumentou-se gradativamente, sendo os intervalos de 30 minutos, até o tempo de 3 horas e depois de 60 minutos até o final dos testes.



Figura 4.9 - Balança de precisão Sartorius BA 210 S.

Foram feitas réplicas para cada sistema com o objetivo de verificar a reprodutibilidade do teste. Estas réplicas tiveram um número menor de intervalos de tempo, mas os tempos totais dos testes foram os mesmos.

De posse destes dados foram feitas análises estatísticas para determinação do tempo de incubação utilizando-se três metodologias diferentes:

- Distribuição cumulativa de Weibull;
- Metodologia proposta por Meged (2002);
- Regressão linear segmentada contínua.

4.3.6 - Avaliação Perfilométrica das Superfícies dos Sistemas Erodidos

As medidas de perfilometria foram feitas na Escola de Engenharia da UFMG. O equipamento utilizado foi o perfilômetro Hommel Tester T8000 da Hommelwerke, o qual permite medidas bi e tridimensionais. A Figura 4.10 mostra este equipamento. O software de aquisição de dados utilizado foi o Turbo *Roughness*.

Antes de se definir as características do equipamento, alguns testes foram feitos. Foram usadas duas pontas diferentes, a TK 100 e a TKU 300 sendo a primeira mais precisa, pois tem um menor diâmetro da ponta. Embora a TK 100 seja mais precisa, a escolha ficou com a ponta TKU 300, pois é uma ponta mais robusta e teria, assim, melhor desempenho para varrer as amostras após tempos longos de erosão cavitacional onde os danos da superfície são muito grandes.

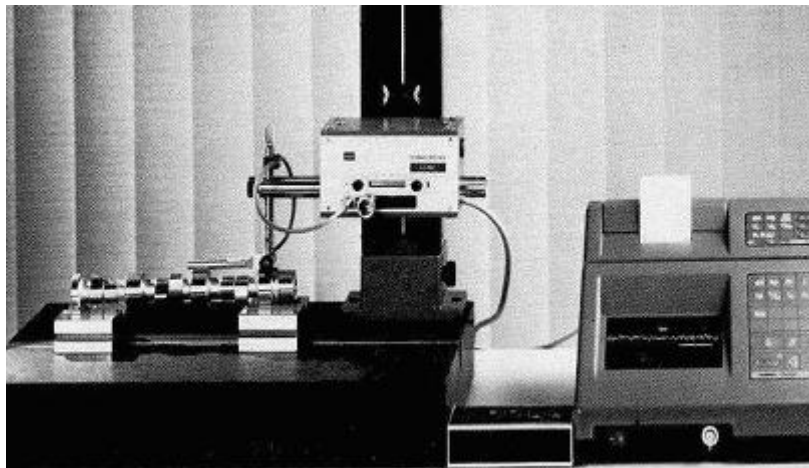


Figura 4.10 - Perfilômetro Tester T8000 da Hommelwerke.

Foi escolhida a maior área possível na superfície da amostra para que se pudesse usar um filtro maior, o que permitiria ter maior sensibilidade do equipamento frente à rugosidade da superfície. Como a amostra possui 16mm de diâmetro e o equipamento só consegue medir regiões quadradas ou retangulares, a área determinada foi um quadrado de 64mm^2 (8mmX8mm) como mostrado na Figura 4.11. Determinada esta área, o próximo passo foi o de escolher o número de medições e a distância entre cada passo. Foram estudados três números de medição diferentes, 150, 75 e 50 com espaçamentos de $50\mu\text{m}$, $100\mu\text{m}$ e $160\mu\text{m}$. Para se fazer a escolha analisou-se os parâmetros do perfil de rugosidade gerados com cada um destes valores e o escolhido foi o menor número, pois os parâmetros de rugosidade se mostraram muito próximos, não justificando um número muito grande de medições, o que acarretaria um tempo de teste muito maior.

As características do equipamento utilizado foram as seguintes:

- Apalpador móvel TKU 300 - TS1 ($5\mu\text{m}$; 90°);
- Área de varredura: 64mm^2 ($8\text{mm}\times 8\text{mm}$);
- Número de medições: 50;
- Passo: $160\mu\text{m}$;
- Velocidade de medição: $0,5\text{mm/s}$;
- $L_c=0,8\text{mm}$ (filtro);
- *Range*: $800\mu\text{m}$.

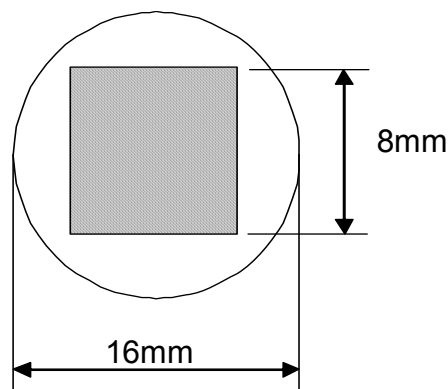


Figura 4.11 - Área da amostra que foi monitorada por perfilometria.

Para se fazer as medidas de perfilometria, faz-se, inicialmente, uma calibração do equipamento para garantir que toda a varredura esteja na faixa adequada para uma determinada ponta, no caso $800\mu\text{m}$ para a TKU 300. Também foi determinada uma área de $8\text{mm}\times 8\text{mm}$, como dito antes, na região central. Esta região foi escolhida por ser a mais fácil de se monitorar. Para isto fez-se um pequeno molde de $8\text{mm}\times 8\text{mm}$ em um pedaço de papel para ser colocado em cima da amostra para poder prendê-la e iniciar o teste. Foram feitas marcas nas amostras a fim de se garantir a mesma direção de medição ao longo de todo o teste (Figura 4.12).

A obtenção dos dados captados pelo software é definida da maneira indicada na Figura 4.13. A ponta desliza na direção X continuamente, mas os pontos são lidos discretamente com intervalos de $\Delta X=1\mu\text{m}$, ou seja, são coletados 8.000 pontos em cada linha de X. Quando a ponta chega ao final do percurso determinado, que é de 8mm , ela retorna à posição 0 (zero), em X, e desloca de $\Delta Y=160\mu\text{m}$ na direção Y. Sendo assim, o número de pontos coletados na área determinada de 64mm^2 é de 400.000 pontos.

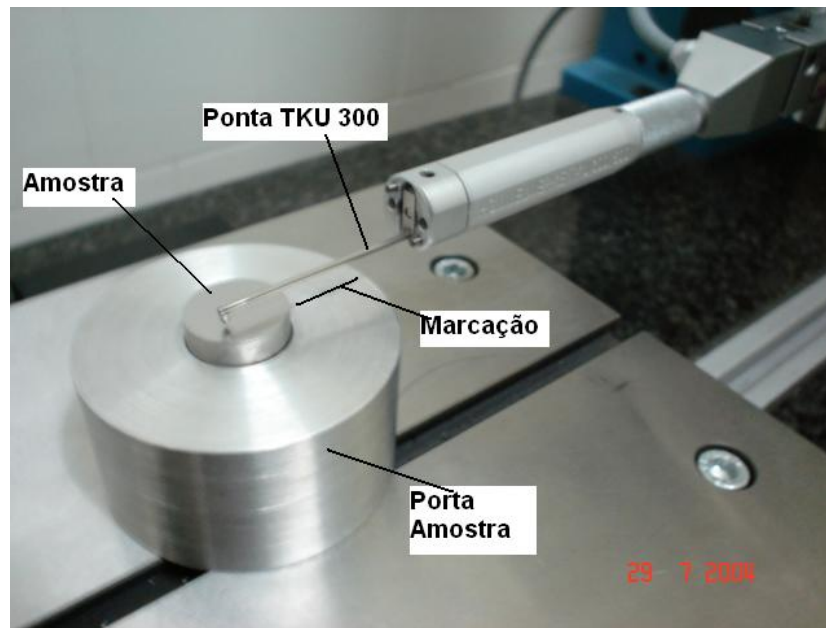


Figura 4.12 - Detalhes da montagem do equipamento de perfilometria.

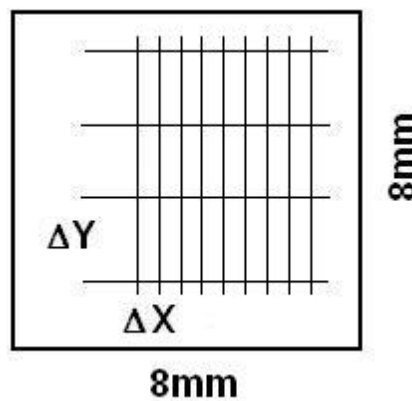


Figura 4.13 - Esquema de coleta de dados pelo software na área selecionada.

4.3.6.1 - Análise Perfilométrica Inicial dos Sistemas

O objetivo da análise perfilométrica inicial foi de se comparar as texturas superficiais entre os quatro sistemas e verificar a influência da rugosidade na resposta à erosão cavitacional. Isto foi feito gerando-se as superfícies topográficas 3-D do perfil de rugosidade e estudando os parâmetros obtidos através destas superfícies. Como as rugosidades iniciais dos sistemas são muito baixas, devido ao polimento e devido aos processos de modificação superficial (nitretação iônica e deposição por PAPVD), a componente da superfície que é importante é a de rugosidade.

A geração de parâmetros do perfil de rugosidade da superfície é um passo muito importante. Para se fazer um bom controle foi determinado uma metodologia de geração de parâmetros, não muito complexa, pois o número de medições feitas foi muito grande (levando-se em conta as medidas durante os testes de erosão cavitacional). Para esta geração de parâmetros utilizou um software específico de tratamento de dados chamado MountainsMap 3.0. A metodologia determinada foi a seguinte:

- Fazer a medição;
- Gerar uma imagem tridimensional com escalas e com os mesmos ângulos (45° e 30°);
- Retirar a forma da superfície usando um polinômio de segundo grau;
- Filtrar, usando o filtro de 0,8mm, a superfície sem a sua forma e separar as superfícies de rugosidade e de ondulação;
- Gerar a superfície de rugosidade;
- Gerar, a partir dos perfis de rugosidade obtidos, os parâmetros tridimensionais das superfícies.

Após as varreduras, as imagens topográficas 3-D do perfil de rugosidade foram obtidas e, juntamente com elas, foram obtidos seus parâmetros tridimensionais. Os parâmetros escolhidos para se fazer este estudo de perfilometria inicial foram:

- R-Sa, R-Sq;
- R-Sp, R-Sv, R-St, R-Sz;
- R-Ssk;
- R-Sku;
- R-SPc, R-Sds;
- R-Sk, R-Spk, R-Svk.

A letra R, anterior a cada parâmetro, indica que estes foram obtidos a partir do perfil de rugosidade. A descrição destes parâmetros está no Anexo A.

4.3.6.2 - Avaliação Perfilométrica Temporal das Superfícies dos Sistemas Erodidos

Estas medidas foram utilizadas para monitorar e comparar as texturas das superfícies dos sistemas durante os testes de erosão cavitacional vibratória. Um ponto importante é que a perfilometria é uma técnica que permite verificar as variações da superfície bem no início dos testes de erosão cavitacional, quando nenhuma perda de massa ainda é detectável.

Como o teste tem o objetivo principal de monitorar a evolução da erosão cavitacional, estas medidas foram repetidas todas as vezes que se fez uma parada para se detectar a perda de massa de uma amostra.

Sendo assim, em menores tempos de teste, quando os danos causados à superfície ainda são pequenos, a componente da superfície original mais importante é a rugosidade. Então, as características da técnica descritas para a perfilometria inicial, também foram utilizadas aqui.

Foram obtidas superfícies originais para mostrar a evolução do desgaste com o tempo de teste. Mas os parâmetros utilizados foram originários dos perfis de rugosidade e de ondulação. Pois, embora em menores tempos de teste a rugosidade seja muito importante, para tempos mais longos a ondulação afeta de forma significativa a forma da superfície original.

Os parâmetros utilizados para se avaliar os danos causados pela erosão cavitacional foram os seguintes:

R - Perfil de Rugosidade

- R-Sa, R-Sq;
- R-Sk, R-Spk, R-Svk;
- R-Ssk;
- R-Sku;
- R-SPc.

O - Perfil de Ondulação

- O-Sa, R-Sq;
 - O-Sk, R-Spk, R-Svk;
 - O-Ssk;
 - O-Sku;
 - O-SPc.
-

4.3.6.3 - Monitoramento da Profundidade de Erosão nos Testes de Erosão Cavitação Vibratória

Como no processo de erosão cavitação o que acontece é um arrancamento de partículas da superfície do material, desenvolveu-se uma metodologia para monitorar os vales gerados na superfície, que consistiu em gerar imagens tridimensionais destes vales e quantificá-los. Esta metodologia específica foi realizada a partir da superfície original obtida.

Esta metodologia só foi possível por causa da versatilidade do software de tratamento de dados, que nos permite criar várias possibilidades de trabalho. A metodologia adotada foi a seguinte:

- A partir do perfil original gerar a curva da família Sk, que consiste em valores de Sk, Spk, Svk, Sr1 e Sr2;
- Fazer um corte de 0% até Sr1 e outro de Sr1 até 100% usando a ferramenta *threshold* para mostrar a região de picos que estava sendo retirada e também a superfície total sem esta região de picos;
- Gerar uma superfície invertida, da superfície obtida anteriormente, que agora conterá os vales nos lugares dos picos;
- Usar a ferramenta de contagem de picos nesta última superfície (histograma).

O corte em Sr1, retirando a região de picos foi definida porque os picos existentes inicialmente são picos discrepantes, o que não é relevante para a superfície como um todo.

4.3.7 - Microscopia Eletrônica de Varredura (TEMPORAL)

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) foi utilizado para:

- Geração de imagens topográficas por elétrons secundários, com o objetivo de mostrar a evolução da superfície com os danos causados pela erosão cavitação;
 - Geração de imagens de Raios-X de elementos (Cr e N) para o acompanhamento da evolução dos danos cavitação;
-

Utilizou-se o mesmo equipamento do Item 4.3.4.3, MEV inicial, e a microsonda EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) Thermo Noran, modelo Quest, da Escola de Engenharia da UFMG.

CAPÍTULO 5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados. A discussão tem dois enfoques principais, o primeiro é a comparação entre os quatro sistemas que estão sendo estudados e, posteriormente, são comparados com resultados encontrados em literatura.

5.1 - Caracterização dos Sistemas

5.1.1 - Análise Química do Substrato

O resultado da análise química do aço ABNT 1045, utilizado como substrato para todos os sistemas, está mostrado na Tabela V-1.

Tabela V-1 - Composição química do aço ABNT 1045.

| Elemento | (% peso) |
|-----------------|-----------------|
| C | 0,45 |
| Mn | 0,75 |
| P (máx) | 0,017 |
| S (máx) | 0,020 |
| Cr (máx) | 0,029 |
| Cu (máx) | 0,064 |
| Ni (máx) | 0,032 |
| Si (máx) | 0,240 |

Esta análise mostrou a presença de outros elementos como, por exemplo, manganês, fósforo, enxofre, cromo, cobre, níquel e silício (Tabela V-1), que estão em teores residuais e a detecção dos mesmos foi importante na compreensão dos parâmetros de rede calculados.

5.1.2 - Difractometria de Raios-X dos Sistemas

As Figuras 5.1, 5.2, 5.5 e 5.7 mostram os difratogramas obtidos para os sistemas aço, aço nitretado, conjugados monocamada de Cr-N e dúplex de Cr-N, respectivamente.

As fases encontradas para cada sistema estão indicadas nestas figuras e resumidas na Tabela V-2.

Para o sistema aço a única fase encontrada foi a ferrita (α -Fe ou Fe-CCC) com o pico mais intenso para o plano (110) como mostrado na Figura 5.1. O parâmetro de rede encontrado foi igual a 0,2863nm, valor este menor que o da ficha (0,2866nm). A Tabela V-1 mostra que foram detectados elementos de menor raio atômico que do ferro (ex. S - enxofre, P - fósforo), permitindo, assim, que o parâmetro de rede do ferro diminuísse, pois estes elementos podem estar na rede do ferro como elementos substitucionais. Não foi encontrada a fase cementita (Fe_3C), presente em aços-carbono, uma vez que esta fase está presente neste aço em quantidades previstas em torno de 8%, o que representa um valor inferior aos valores determinados pela difratometria de raios-X. A ficha utilizada na determinação da fase ferrita foi a de número 06-0696 da JCPDS. Esta ficha foi utilizada para todos os sistemas estudados.

Inicialmente fez-se um estudo, em literatura, para se determinar as fases mais comumente encontradas no aço nitretado quando a nitretação é feita ionicamente (O'BRIEN, 1996; SPALVINS, 1990; KRAUSS, 1993). As fases apontadas em literatura são α -Fe, ϵ - Fe_2N e γ' - Fe_4N . Com base nestas informações, estas fases foram investigadas e determinadas no difratograma do aço nitretado, como indicado na Figura 5.2. A presença destas fases, a nível microestrutural, indica que, além da zona de difusão de nitrogênio, tem-se a presença da *compound layer* ou "camada de compostos". Análises realizadas no MEV indicaram que a nitretação iônica produziu esta "camada bifásica de compostos" e que ela possui uma espessura entre 1 μm a 3 μm .

A fase ferrita (α -Fe, CCC) teve o parâmetro de rede encontrado, para o sistema nitretado, igual a 0,2868nm, valor este também menor que o da ficha (0,2867nm) e maior que do aço determinado anteriormente (0,2863nm). Este fato evidencia a presença de nitrogênio em solução sólida na rede do α -Fe.

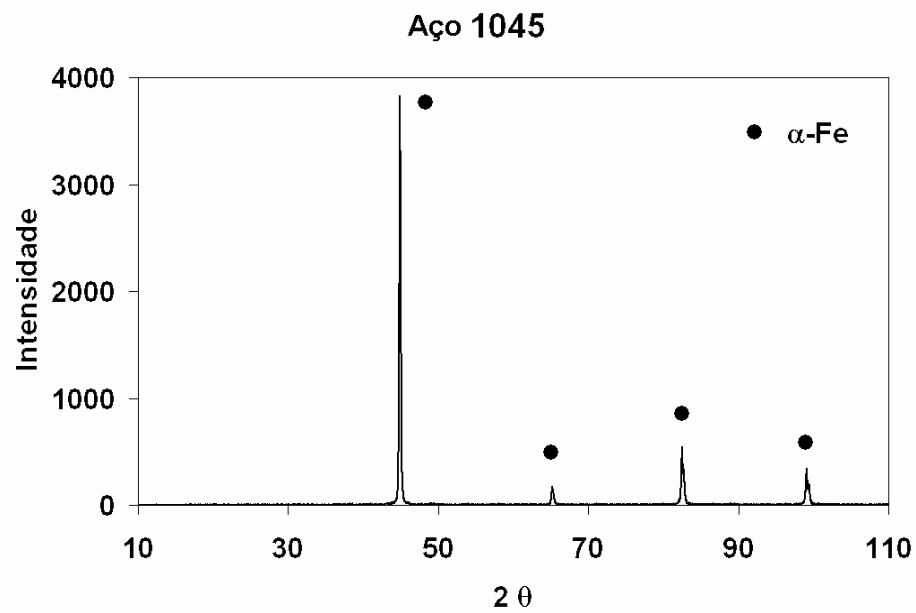


Figura 5.1 - Difratoograma obtido para o sistema aço 1045.

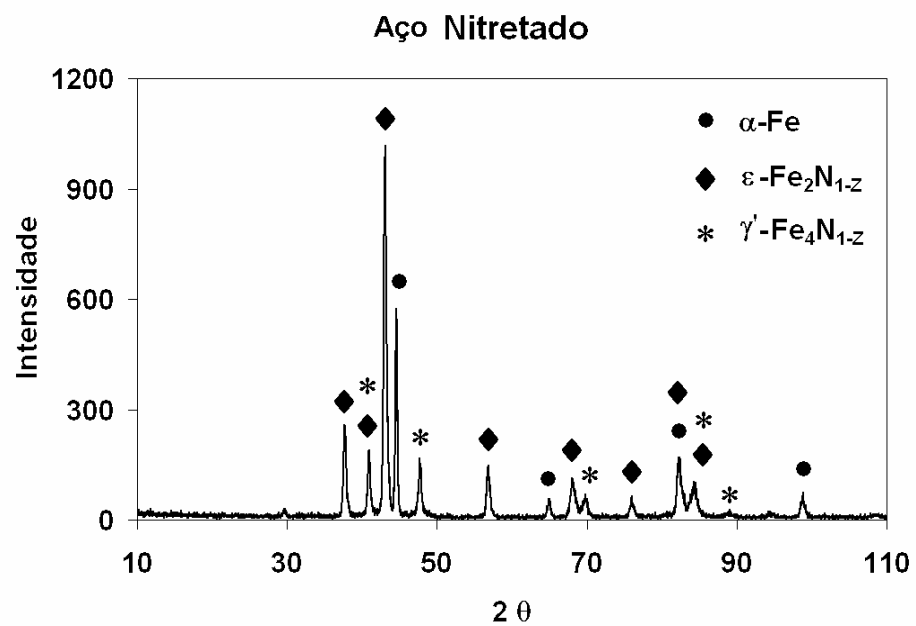


Figura 5.2 - Difratoograma obtido para o sistema aço nitretado.

A fase ϵ - Fe_2N é constituída por uma estrutura hexagonal, que contém átomos de ferro em solução sólida, com átomos de nitrogênio ocupando interstícios octaédricos desta estrutura (Figura 5.3). Uma observação importante a se fazer é de que os picos cor-

respondentes a esta fase estão deslocados em 2θ em comparação com os valores da ficha desta fase. Este resultado sugere a presença de uma fase do tipo $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{N}_{1-z}$ com estequiometria diferente de Fe_2N , ou seja, com parâmetros de rede diferentes da tabelada na ficha utilizada na identificação desta fase, que foi a de número 72-2126 da JCPDS (SOMERS, 1996). Os parâmetros de rede determinados para esta fase foram $a=0,2752\text{nm}$ e $c=0,4464\text{nm}$ e os indicados pela ficha são $a=0,2765\text{nm}$ e $c=0,441\text{nm}$.

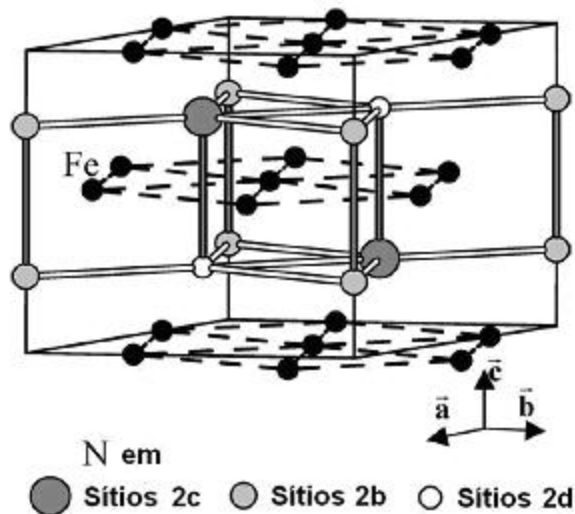


Figura 5.3 - Rede cristalina da fase $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ e $\beta\text{-Cr}_2\text{N}$ (LIAPINA *et al.*, 2004).

A fase $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ é CFC, com nitrogênio ocupando sítios octaédricos (Figura 5.4), mas também, como a fase anterior, em processos PAPVD, esta fase aparece do tipo $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}_{1-z}$ (SOMERS, 1996). A ficha utilizada na identificação da mesma foi a de número 86-0231 da JCPDS, que indica um parâmetro de rede igual a $0,379\text{nm}$ e o valor encontrado para esta fase foi de $0,3810\text{nm}$.

As diferenças determinadas nas estruturas dos sistemas aço e aço nitretado evidenciam diferentes propriedades do substrato, levando a diferentes respostas frente à erosão cavitacional. A presença de nitretos de ferro e de nitrogênio em solução sólida causa mudanças na resistência mecânica e na capacidade de suporte de carga.

Para o conjugado monocamada de Cr-N, a literatura relata a presença das fases $\alpha\text{-Cr}$ ou Cr-CCC, $\gamma\text{-CrN}$ e $\beta\text{-Cr}_2\text{N}$. Além destas fases, determinou-se a presença da fase $\alpha\text{-Fe}$ do aço, pois a espessura do recobrimento é muito pequena e permite que os raios-

X penetrem até o substrato. O difratograma do conjugado monocamada de Cr-N está mostrado na Figura 5.5.

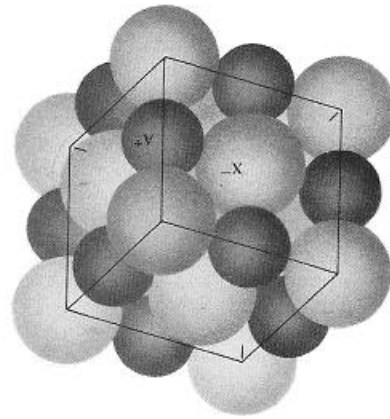


Figura 5.4 - Rede cristalina da fase γ' -Fe₄N e γ -Cr-N (VAN VLACK *et al.*, 1970).

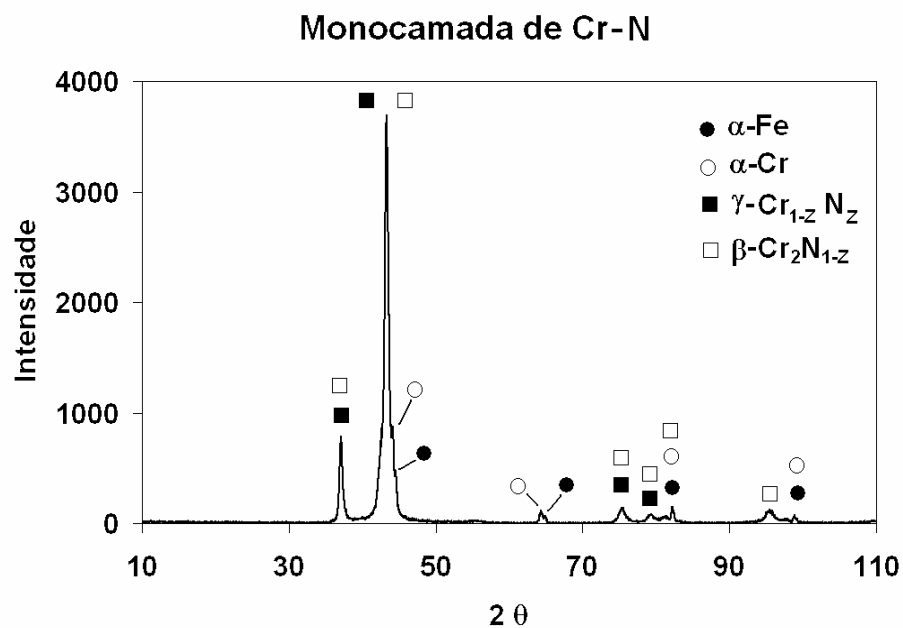


Figura 5.5 - Difratograma obtido para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

As fases α -Cr (CCC) e α -Fe (CCC) possuem seus picos muito próximos, sendo difícil a diferenciação entre as mesmas. A ficha utilizada na determinação da fase α -Cr (06-0694) indica um parâmetro de rede igual a 0,2884nm e o determinado foi de 0,2894nm, com picos presentes em 2θ iguais a 44,39; 64,57; 81,71 e 98,14, enquanto

a ficha do α -Fe (06-0696) indica um parâmetro de rede igual a 0,2866nm e o determinado de 0,2869nm, com picos em 44,67; 65,01; 82,32 e 98,94. Baseado nestas diferenças identificou-se as fases α -Cr e α -Fe.

As fases α -Fe determinadas nos sistemas aço (0,2863nm) e conjugado monocamada de Cr-N (0,2869nm) possuem parâmetros de rede similares, indicando que nenhuma mudança ocorreu durante a deposição do recobrimento de Cr-N.

Os picos da fase γ -CrN também estão deslocados em 2θ , e então representou-se por γ -Cr_{1-z}N_z. Esta fase cristalina é CFC, similar a fase γ' -Fe₄N_{1-z} (Figura 5.4), com nitrogênio ocupando sítios octaédricos, e apresentou orientação preferencial em (200). O parâmetro de rede encontrado para esta fase foi de 0,4181nm, enquanto que o da ficha é de 0,414nm. A ficha utilizada na identificação da fase γ -CrN foi a de número 11-0065 da JCPDS.

Os picos correspondentes a fase β -Cr₂N, novamente, estão deslocados em 2θ e, então, representou-se esta fase por β -Cr₂N_{1-z}. Esta fase é hexagonal, similar a fase ϵ -Fe₂N_{1-z} (Figura 5.3), e tem o pico de maior intensidade em (111). Os parâmetros de rede encontrados para esta fase foram a=0,4844nm e c= 0,4133nm, enquanto os valores da ficha são a=0,4811nm e c= 0,4484nm. A ficha utilizada na identificação desta fase foi a de número 35-0803 da JCPDS.

De acordo com Leyland *et al.* (2000) e Rebholz *et al.* (1999), as três fases (α -Cr, γ -Cr_{1-z}N_z e β -Cr₂N_{1-z}) não coexistem ao mesmo tempo em recobrimentos de Cr-N, desde que a presença da fase γ -Cr_{1-z}N_z implica em altos teores de nitrogênio presente no recobrimento, maiores que 30%, ou seja, neste caso apenas as fases β -Cr₂N_{1-z} e γ -Cr_{1-z}N_z estariam presentes (Figura 5.6). Na análise por MEV (Figura 5.10-b) e por EEOC (Figura 5.20-a) foi identificada uma interface no meio do recobrimento, provavelmente, devido ao procedimento de realização de duas “corridas” para se obter a espessura desejada do mesmo. A análise utilizada por EEOC indicou a presença de um maior teor de α -Cr no meio da espessura do recobrimento. Esta análise indica que a presença da fase α -Cr nestes recobrimentos se deve, provavelmente, a este procedimento específico de sua produção.

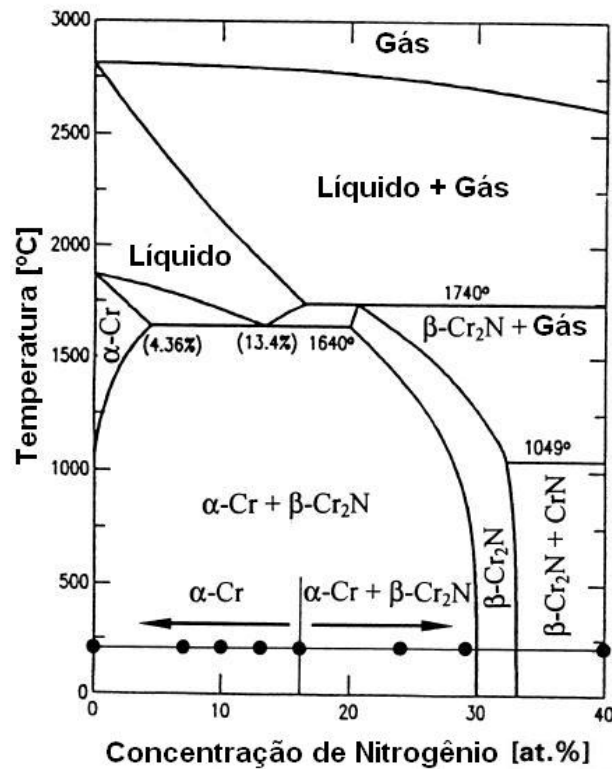


Figura 5.6 - Diagrama de fase para o sistema Cr-N com suas correspondentes microestruturas (REBHOLZ *et al.*, 1999).

O conjugado dúples de Cr-N possui a soma de todas as fases cristalinas dos sistemas anteriores, já que, além do recobrimento de Cr-N, este conjugado também possui a camada nitretada. O difratograma do sistema conjugado dúples de Cr-N está mostrado na Figura 5.7.

Foram determinadas as fases α -Cr, γ -Cr_{1-z}N_z e β -Cr₂N_{1-z}, correspondentes ao recobrimento de Cr-N e as fases α -Fe, ϵ -Fe₂N_{1-z} e γ' -Fe₄N_{1-z}, correspondentes as fases determinadas no aço nitretado.

A presença da fase α -Fe é oriunda do substrato de aço utilizado. No entanto, sabendo-se da possibilidade de ocorrência desta fase em processos de produção por PAPVD, como uma camada superior e isolada, ("camada preta" ou *black layer*), uma análise microestrutural se faz necessária para identificação da mesma. Esta análise será apresentada posteriormente no Item 5.1.3.

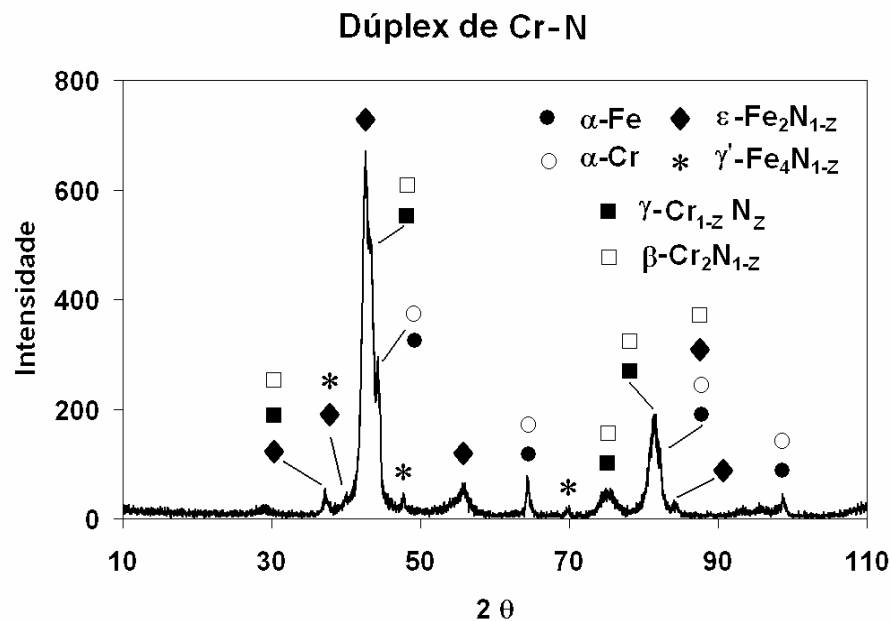


Figura 5.7 - Difratoograma obtido para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

Esta fase, α -Fe para o sistema dúplex de Cr-N, possui um parâmetro de rede igual a 0,2890nm, que é maior que o parâmetro de rede do aço (0,2863nm) e do aço nitretado (0,2869nm). Esta diferença é devido a nitretação iônica e ao processo de recobrimento, que também eleva a temperatura do aço e pode, assim, causar uma variação no parâmetro de rede desta fase.

A fase metálica α -Cr apresentou um maior parâmetro de rede para o sistema conjugado monocamada de Cr-N do que para o dúplex (0,2894nm e 0,2870nm, respectivamente). Isto pode ser uma indicação de que em um sistema conjugado tenha maior quantidade de nitrogênio em solução sólida nesta fase do que no outro sistema.

As fases γ -CrN e β -Cr₂N apresentaram um deslocamento em 2θ em comparação com os valores de suas ficha, como no sistema conjugado monocamada de Cr-N e, desta forma, também foram representados como γ -Cr_{1-z}N_z e β -Cr₂N_{1-z}, respectivamente.

Tabela V-2 - Fases encontradas para cada sistema conjugado.

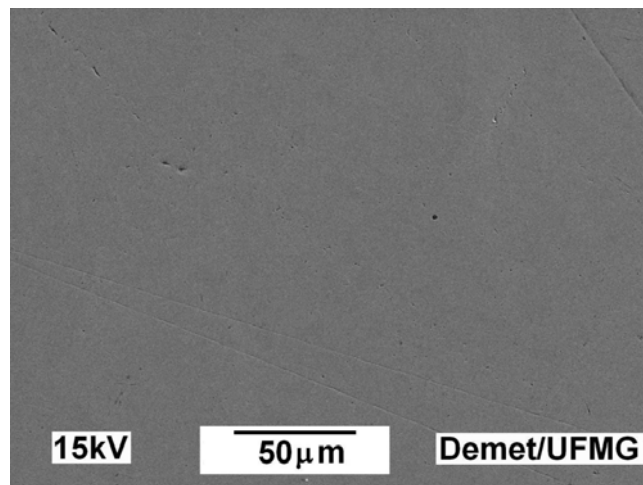
| Sistemas | Fases |
|---------------|---|
| Aço | <ul style="list-style-type: none"> • α-Fe (CCC) (110), (200), (211), (220). |
| Aço Nitretado | <ul style="list-style-type: none"> • α-Fe (CCC) (110), (200), (211), (220). • ε-Fe₂N_{1-z} (hexagonal) (100), (002), (012), (110), (103), (112), (201). • γ'-Fe₄N_{1-z} (CFC) (111), (200), (220), (311), (222). |
| Cr-N – Mono | <ul style="list-style-type: none"> • α-Fe (CCC) (110), (200), (211), (220) • αCr (CCC) (110), (200), (211), (220). • γ-Cr_{1-z}N_z (CFC) (110), (200), (211), (220). • β-Cr₂N_{1-z} (hexagonal) (110), (113), (302), (211), (322). |
| Cr-N -Dúplex | <ul style="list-style-type: none"> • α-Fe (CCC) (110), (200), (211), (220). • ε-Fe₂N_{1-z} (hexagonal) (100), (002), (012), (110), (103), (112), (201). • γ'-Fe₄N_{1-z} (CFC) (111), (200), (220), (311), (222). • αCr (CCC) (110), (200), (211), (220). • γ-Cr_{1-z}N_z (CFC) (110), (200), (211), (220). • β-Cr₂N_{1-z} (hexagonal) (110), (113), (302), (211), (322). |

5.1.3 - Microscopia Eletrônica de Varredura dos Sistemas (INICIAL)

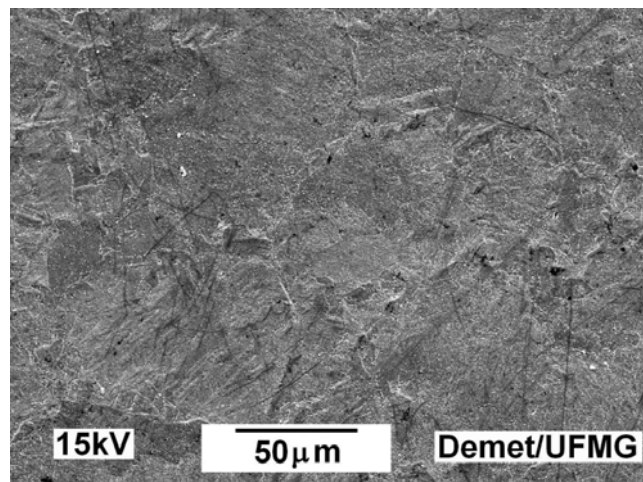
A técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada:

- Na obtenção de imagens superficiais dos quatro sistemas antes dos testes de erosão cavitacional vibratória;
- Na determinação das microestruturas do aço, do aço nitretado e do recobrimento de Cr-N;
- Na determinação da espessura dos recobrimentos.

As Figuras 5.8 e 5.9 mostram as fotomicrografias superficiais iniciais, ou seja, antes dos testes de erosão cavitação vibratória, obtidas por microscopia eletrônica de varredura, para os quatro sistemas estudados. As amostras não sofreram nenhum tipo de ataque químico, pois, mais adiante, elas foram utilizadas nos testes de erosão cavitação vibratória. Estas figuras mostram que existem diferenças nas texturas superficiais dos sistemas estudados, sugerindo maior rugosidade nos sistemas nitretado e conjugado dúplex de Cr-N.

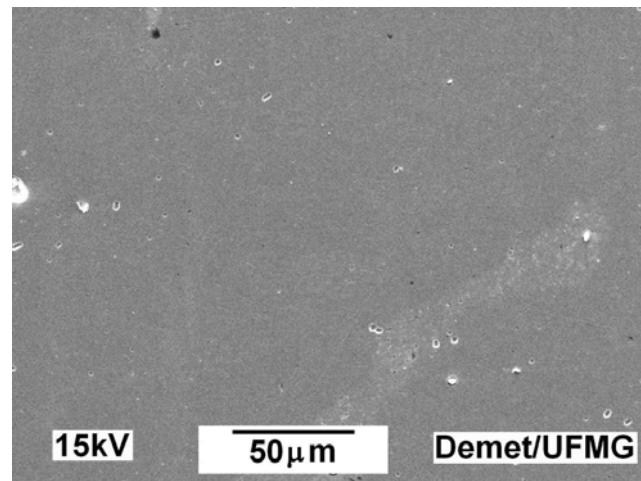


a) Sistema aço

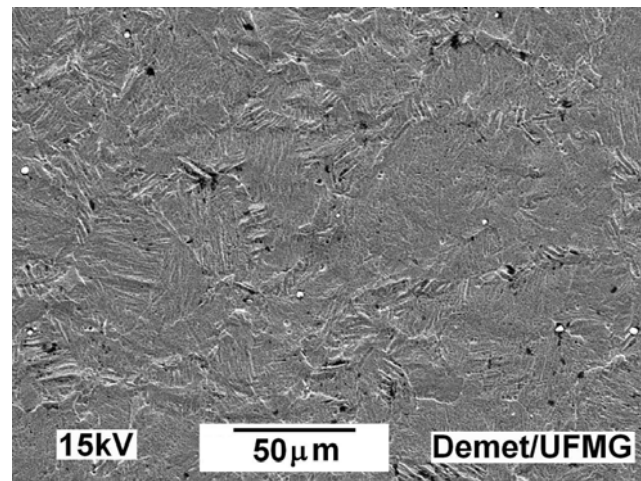


b) Sistema nitretado

Figura 5.8 - Fotomicrografias das superfícies dos sistemas obtidas por MEV.



a) Conjugado monocamada de Cr-N



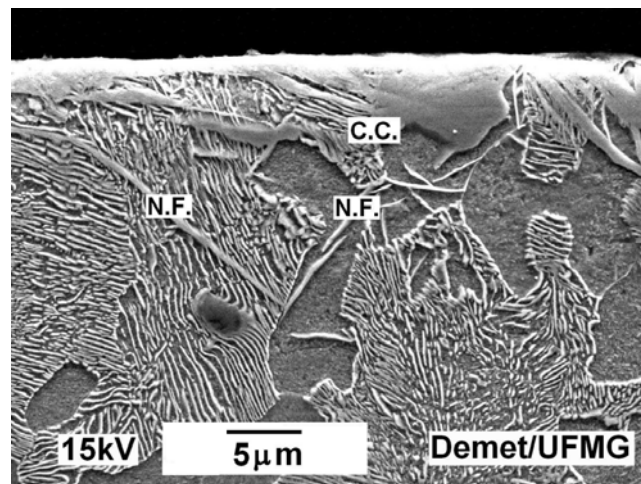
b) Conjugado dúplex de Cr-N

Figura 5.9 - Fotomicrografias das superfícies dos conjugados obtidas por MEV.

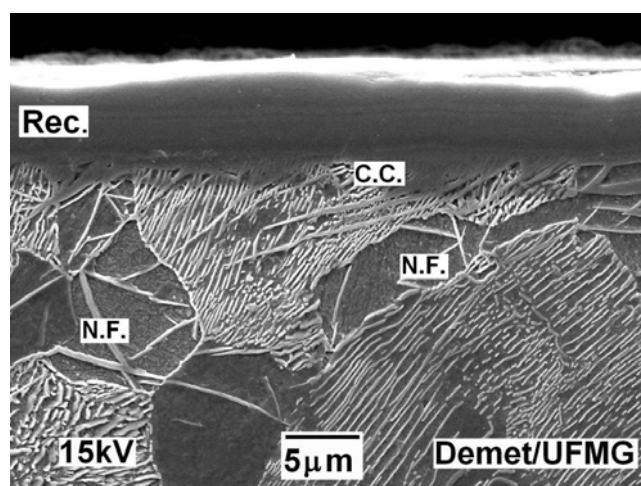
A Figura 5.10 mostra as fotomicrografias transversais dos sistemas nitretado e conjugado dúplex de Cr-N, que foram atacadas com nital 4%. A Figura 5.10-a mostra a região do aço que sofreu a nitretação iônica (camada de compostos e camada de difusão). Isto é comprovado pela presença dos nitretos de ferro, que são as grandes e finas agulhas atravessando a ferrita e a perlita e uma região de camada de compostos. Também pode-se observar a ferrita, em baixo relevo, e a perlita, características do aço ABNT 1045.

Na Figura 5.10-b pode-se ver o recobrimento de Cr-N, a camada de compostos logo abaixo dele, e a camada de difusão, que é evidenciada pela presença dos nitretos de

ferro, como na Figura 5.10-a. A faixa branca em cima da figura é causada pelo efeito de borda, é só um efeito causado pelo equipamento. O recobrimento de Cr-N é estimado possuir $5\mu\text{m}$ de espessura, para o conjugado dúplex, e está caracterizado pela sua não-continuidade, indicada por uma faixa no centro da espessura do mesmo, provavelmente, causado por uma seqüência de corridas no reator. Como o corte transversal da amostra é muito delicado quando existe um recobrimento fino, não foi possível fazer esta observação para o sistema monocamada, pois o recobrimento se destacava e não era possível fazer a observação junto ao MEV. Sendo assim, não foi possível estimar a espessura do recobrimento de Cr-N para o sistema monocamada por esta técnica.



a) Sistema nitretado



b) Conjugado dúplex de Cr-N

Figura 5.10 - Fotomicrografias transversais obtidas por MEV. Ataque com nital 4%. (C.C. - camada de compostos; N.F. - nitretos de ferro; Rec. - recobrimento de Cr-N).

Aqui se faz necessária uma observação. Na produção de sistemas conjugados dúplex existe um procedimento após a nitretação iônica chamado de *sputtering*. Este procedimento existe para se fazer uma “limpeza” na superfície que será posteriormente recoberta, neste caso com Cr-N. Esta limpeza tem como objetivo retirar a camada de nitretos de ferro (camada de compostos), pois uma baixa aderência do recobrimento depositado é atribuída à presença desta camada quando a mesma se desestabiliza na etapa de deposição do recobrimento, originando uma camada preta (de α -Fe), que possui uma dureza inferior ao aço nitretado (HEINKE *et al.*, 1995).

Mesmo com a presença dos nitretos formados durante a nitretação do substrato, a deposição de Cr-N não desestabilizou esta camada e, assim, não se formou a fase α -Fe da camada preta (Figura 5.10-b). A presença da fase α -Fe, detectada na difração de raios-X (Figura 5.7), neste sistema é, provavelmente, oriunda do substrato.

5.1.4 - Testes de Dureza

Os quatro sistemas foram submetidos a testes de dureza Vickers de topo e os resultados estão mostrados na Figura 5.11. Estes valores indicam uma diferença entre as durezas superficiais de cada sistema, sendo que o conjugado dúplex de Cr-N apresentou o valor mais elevado de dureza. O sistema nitretado apresentou um valor de dureza superior ao sistema aço e próximo ao sistema conjugado monocamada de Cr-N. Estes resultados indicam o importante papel do recobrimento de Cr-N na resistência mecânica dos conjugados. Este teste, com uma carga consideravelmente elevada (49N), tem como resposta a dureza do sistema, ou seja, a dureza resultante dos processos que eles foram submetidos (nitretação e recobrimento) mais a dureza do substrato.

Os quatro sistemas foram submetidos ao teste de microdureza, no qual foram utilizadas todas as cargas do equipamento e dois penetradores diferentes, Vickers e Knoop e, com isto, foram construídos gráficos de dureza versus carga que estão indicados na Figura 5.12-(a e b).

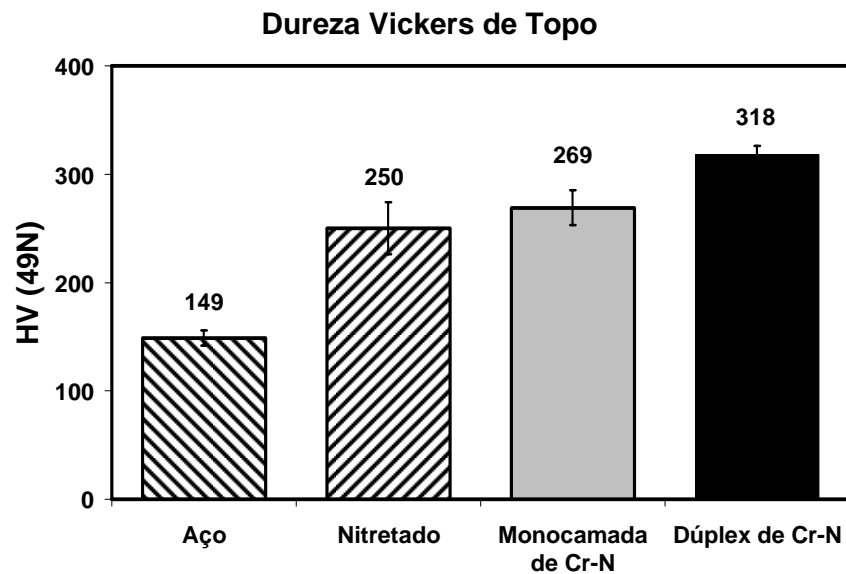
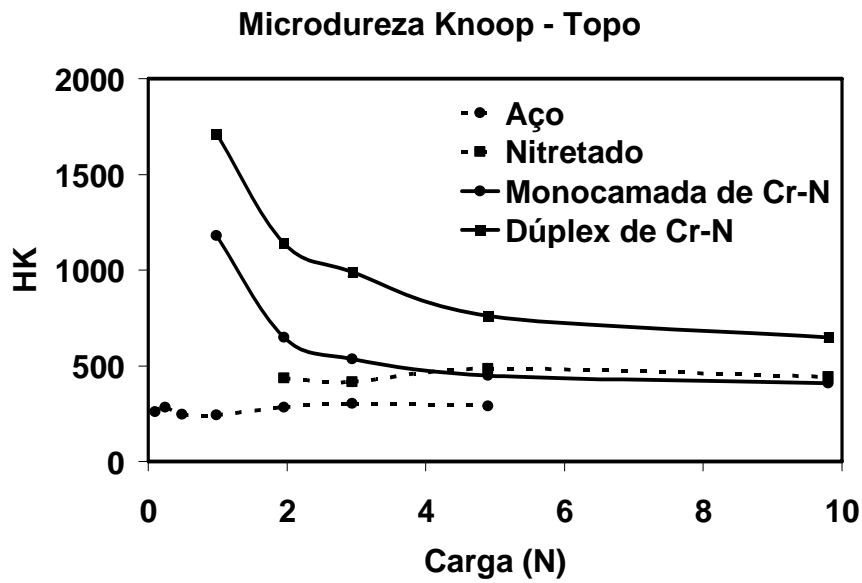


Figura 5.11 - Dureza Vickers de topo dos quatro sistemas estudados (Carga de 49N).

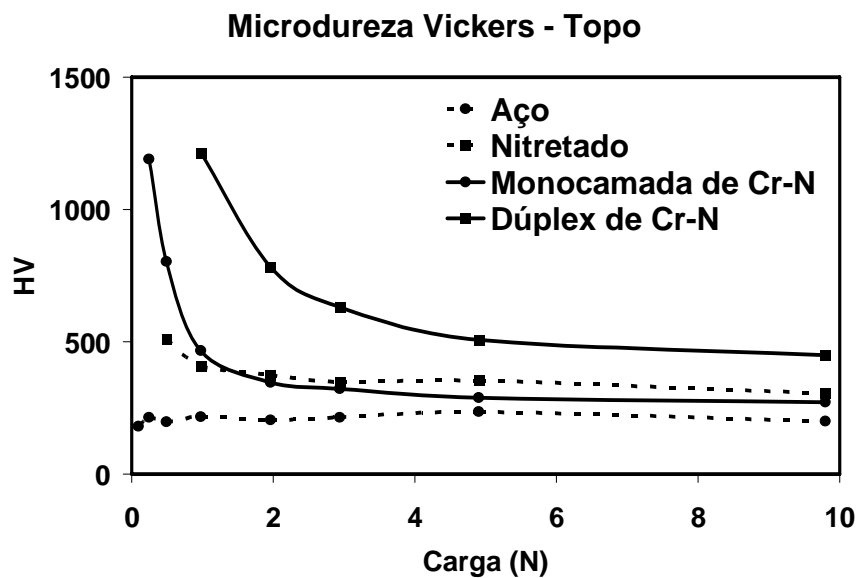
Os limites de carga (superior e inferior) utilizados nestes testes indicaram a partir de qual valor de carga os sistemas responderam como sendo um valor de dureza global (dos sistemas) ou como sendo um valor de dureza superficial, indicando que as camadas mais inferiores não contribuíram para este determinado valor.

Para recobrimentos finos o penetrador Knoop é mais comumente utilizado, pois ele causa uma menor penetração na superfície e a dureza do recobrimento é mais bem determinada, com uma menor influência do substrato. Mas, como foi utilizada toda a faixa de carga do equipamento, decidiu-se utilizar os dois penetradores e verificar, também, esta suspeita.

Nos gráficos da Figura 5.12, nem todas as cargas estão indicadas para todos os sistemas, principalmente as menores, pois para estes valores de carga a impressão gerada pelos penetradores foi muito pequena, criando uma grande dificuldade na sua medição. Optou-se então por não utilizar estes valores, pois eles trariam grandes erros associados.



a) Microdureza Knoop



b) Microdureza Vickers

Figura 5.12 - Testes de microdureza de topo para os quatro sistemas estudados. Gráficos de dureza versus carga.

Pode-se notar nos dois gráficos da Figura 5.12-(a e b) que o comportamento da dureza para todos os sistemas, utilizando-se os dois penetradores diferentes, foi o mesmo. Este fato evidencia que o método de se fazer gráficos de dureza versus carga é eficiente na determinação das faixas de cargas adequadas para se medir valores de dure-

za, referentes ao conjugado (dureza global) e referentes à superfície ou, neste caso, ao recobrimento.

Quando o material a ser testado é homogêneo, ou seja, possui um só constituinte ao longo de sua profundidade, como é o caso do aço ABNT 1045, os valores de dureza associados a cada carga são, praticamente, os mesmos, havendo apenas uma pequena variação para cargas menores. Esta variação é justificável, pois a microestrutura do aço apresenta nódulos de perlita e regiões de ferrita, que possuem valores diferentes de dureza que influenciam na resposta, pois apresentam nódulos maiores que a impressão causada pelo penetrador.

Para materiais que não são homogêneos ao longo de sua profundidade, ou seja, materiais que sofreram uma mudança superficial, seja por nitretação ou por uma deposição de algum recobrimento, o comportamento é diferente do descrito anteriormente.

A nitretação iônica cria um gradiente de dureza junto da superfície do material nitretado, pois insere átomos de nitrogênio em solução sólida na estrutura do material e favorece o aparecimento de nitretos de ferro de alta dureza (mais próximos à superfície, onde a concentração de nitrogênio é maior). Mas, a medida que a profundidade aumenta, menores quantidades de nitrogênio são inseridos e a dureza tende a diminuir gradativamente. Este comportamento é mostrado para o sistema nitretado na Figura 5.12-b, onde se usou o penetrador Vickers. Era de se esperar que usando-se o penetrador Knoop este comportamento fosse mantido, mas neste caso houve uma pequena elevação no valor de dureza utilizando-se a carga de 4,9N. Este comportamento é mascarado quando se usa o penetrado Knoop, pois as menores cargas não puderam ser medidas. No caso do penetrador Vickers, que possui uma maior penetração na superfície, este comportamento foi mais visível, pois a camada nitretada possui uma espessura maior que a dos recobrimentos de Cr-N, sendo mais indicado para estes casos.

O conjugado monocamada de Cr-N não apresentou o mesmo comportamento para os dois penetradores. Neste conjugado não existe um gradiente de dureza, sendo assim, nota-se uma diferença de dureza quando o substrato é exigido. Para o penetrador Vickers, com maior profundidade de penetração, nota-se uma queda abrupta de dureza até atingir um valor constante. Para o penetrador Knoop, que possui uma menor pene-

tração, esta queda de dureza ocorre mais suavemente. Esta diferença se dá porque o recobrimento de Cr-N possui uma espessura muito fina.

Diferentemente do conjugado monocamada, o conjugado dúplex de Cr-N apresenta o mesmo comportamento para os dois penetradores. No dúplex existe um gradiente de dureza mais suave, a qual vai diminuindo de valor à medida que a profundidade aumenta. Sendo assim, quando o substrato passa a ser exigido ele ainda tem um valor de dureza maior que a do aço, pois foi nitretado.

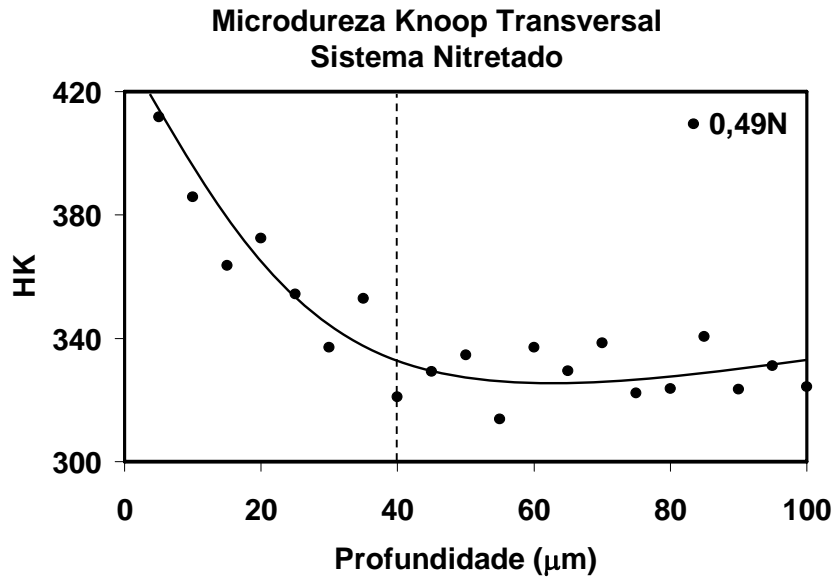
Para os sistemas nitretado, conjugado monocamada e conjugado dúplex de Cr-N pode-se definir o maior valor de dureza como sendo a dureza superficial. No caso dos conjugados esta é a dureza do recobrimento.

O teste de microdureza também foi utilizado para se avaliar a espessura da camada nitretada. Para isto, os sistemas que sofreram nitretação foram cortados transversalmente (aço nitretado e conjugado dúplex de Cr-N) e, então, testes de microdureza com cargas de 0,245N (25gf) e 0,49N (50gf) foram feitos desde a superfície até uma profundidade de 100 μ m em intervalos de 5 μ m. Os gráficos da Figura 5.13 apresentam o comportamento da dureza transversal destes dois sistemas.

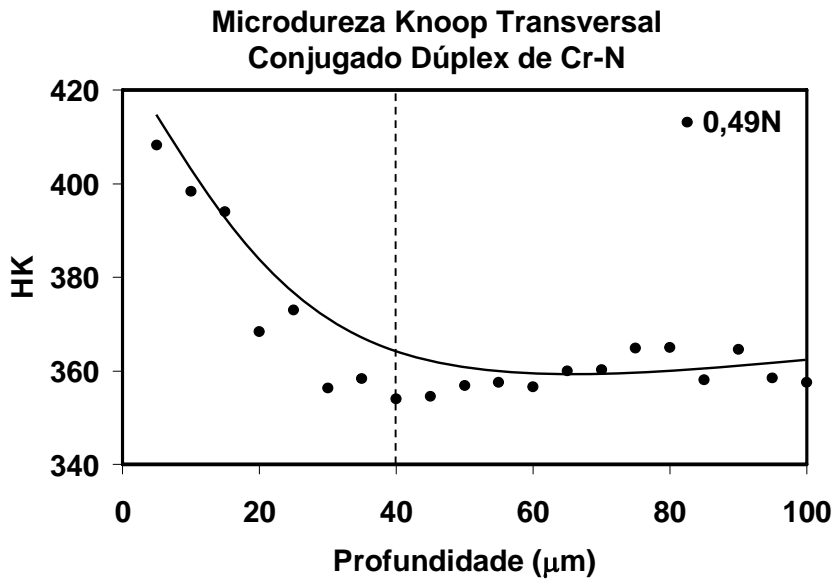
Pode-se notar que a nitretação iônica influenciou na dureza do aço, pois os valores de dureza mais superficiais se apresentaram maiores do que os valores para uma distância maior da superfície. Pelos gráficos da Figura 5.13, pode-se estimar o valor da profundidade até onde a nitretação foi eficiente. Os valores de dureza no gráfico estão variando, mas apresentam uma tendência. Esta tendência é uma indicação de que a dureza decai até uma profundidade média de 40 μ m e depois se mantém constante. Este comportamento é apresentado tanto para o sistema nitretado quanto para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

A variação apresentada nas medidas de microdureza transversal pode ser explicada pela microestrutural do aço ABNT 1045. Este aço apresenta nódulos de perlita (de dureza mais elevada) e regiões de ferrita (dureza inferior a da perlita). Como se tem a necessidade de se usar um baixo valor de carga, para que apenas uma pequena impressão seja feita na superfície do material, e assim, se possa monitorar a dureza

transversal em intervalos menores de distância as impressões podem atingir, diferentemente, um ou outro constituinte desta microestrutura.



a) Microdureza transversal do sistema nitretado.



b) Microdureza transversal do sistema conjugado dúplex de Cr-N.

Figura 5.13 - Microdureza transversal dos sistemas que sofreram nitretação.

Testes de nanodureza também foram realizados em todos os sistemas estudados e gráficos de profundidade de penetração, dureza e módulo de elasticidade, associados a cada carga, estão mostrados nas Figuras 5.15, 5.16 e 5.17. Os sistemas aço e aço nitretado não foram testados com todas as cargas do equipamento, pois os sistemas mais sensíveis aos testes de dureza são os conjugados, como mostrado na Figura 5.13 de microdureza.

O gráfico da profundidade de penetração, indicado na Figura 5.14, possui uma linha tracejada horizontal em $5\mu\text{m}$, que é a espessura aproximada dos recobrimentos de Cr-N, que indica que para pequenas cargas o substrato não é atingido, sendo ele o aço, para o conjugado monocamada de Cr-N, ou o aço nitretado, para o conjugado dúples de Cr-N. Possui outra linha tracejada horizontal, em $0,5\mu\text{m}$, ou seja, 10% da espessura do recobrimento, que é para indicar que para as menores cargas, a profundidade máxima não atinge nem este valor!

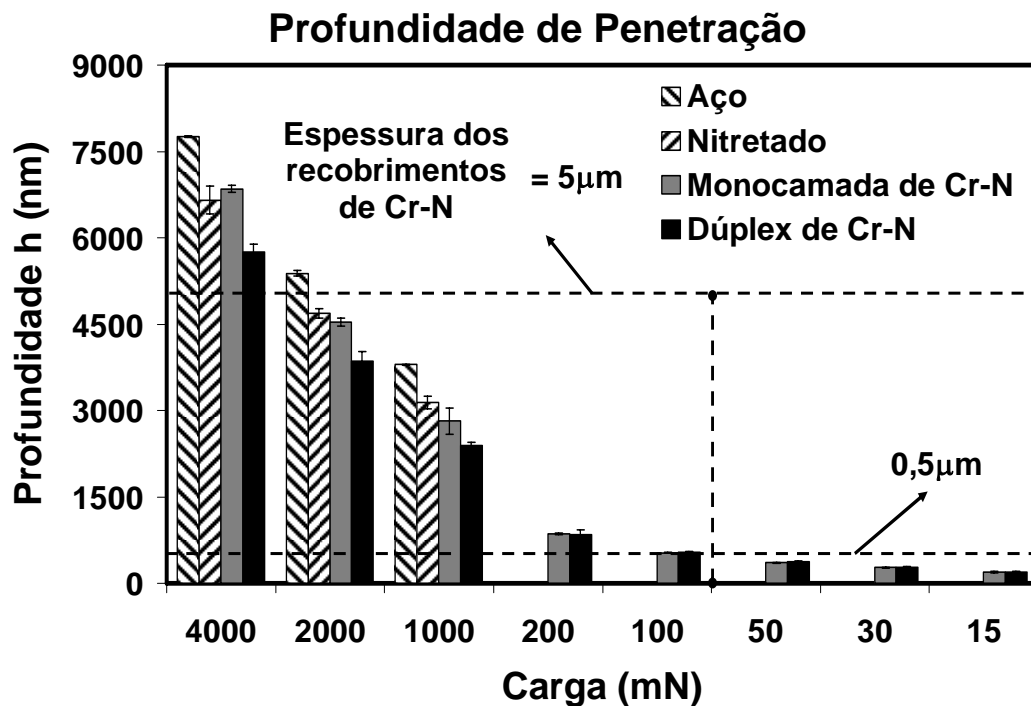


Figura 5.14 - Profundidade de penetração nos testes de nanodureza.

A espessura da camada nitretada é da ordem de $40\mu\text{m}$ (Figura 5.13), então, como indicado na Figura 5.14, nenhuma carga atingiu esta profundidade. A maior profundi-

dade atingida foi para o sistema aço, da ordem de $7,5\mu\text{m}$ com a carga máxima de 4000mN .

Os resultados de dureza obtidos pela técnica de nanodureza, que estão indicados na Figura 5.15, utilizando-se a carga mais alta (4N ou 4000mN), estão de acordo com os resultados obtidos em dureza Vickers (Figura 5.11), quando se utilizou a carga de 49N . Para ambas as cargas o conjugado dúples de Cr-N apresentou uma dureza mais elevada, devido a etapa de nitretação anterior à deposição do recobrimento de Cr-N, ou seja, para este nível de carga e penetração, a dureza final refletiu ao incremento de dureza causado pela nitretação. Para menores valores de carga (de 15mN a 50mN), a dureza reflete, somente, a dureza do recobrimento de Cr-N. O valor determinado para os recobrimentos de Cr-N dos sistemas conjugados monocamada e dúples foi encontrado similar, ou seja, em torno de 26GPa .

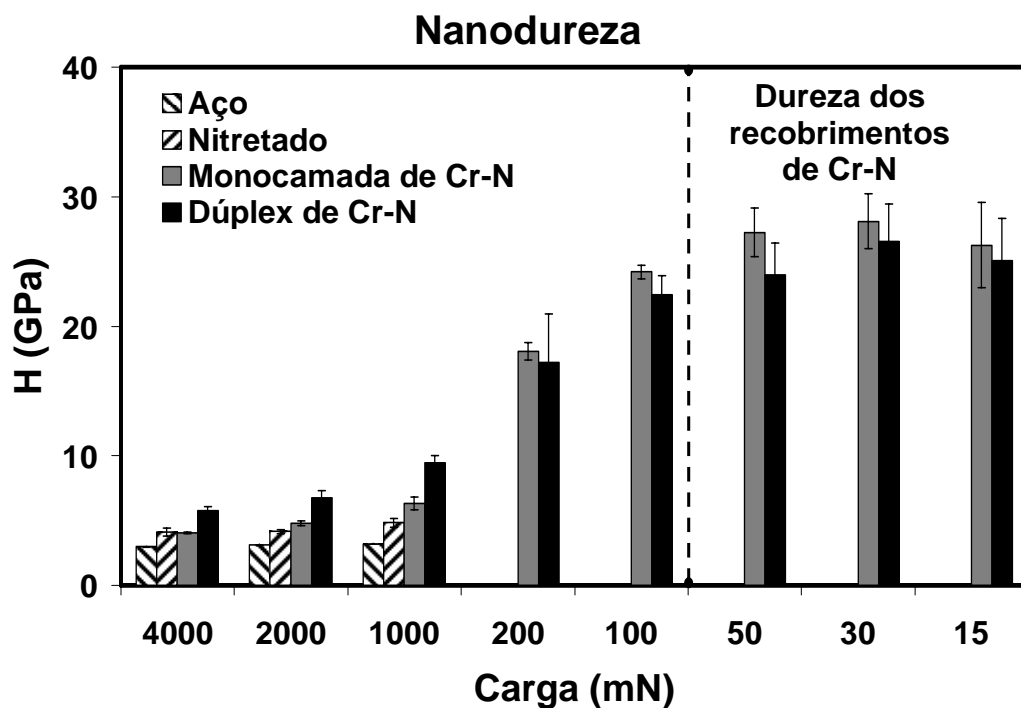


Figura 5.15 - Valores de dureza relativos aos ensaios de nanodureza.

As durezas do conjugado monocamada de Cr-N e do sistema nitretado, para as cargas mais altas (4000mN e 2000mN - Figura 5.15), foram similares, ou seja, nitretar um aço carbono comum, sem temperar antes da nitretação, forneceu o mesmo nível de

resistência mecânica superficial que revestir o aço com um recobrimento de Cr-N. Isto não quer dizer que estes dois sistemas possuam as mesmas propriedades. Eles provavelmente possuem tensões residuais diferentes entre si, assim como tenacidade e rugosidade.

Para as menores cargas (15mN, 20mN e 50mN - Figura 5.15), a dureza medida corresponde a medida da dureza intrínseca do recobrimento de Cr-N. Como, estruturalmente, os recobrimentos dos conjugados monocamada e dúplex de Cr-N são similares (mesmas estruturas cristalinas), esperavam-se durezas similares, o que de fato foi observado.

A Figura 5.16 mostra o módulo de elasticidade (E) para os sistemas estudados em cargas baixas (15mN, 30mN e 50mN) e em cargas altas (100mN, 200mN, 1000mN, 2000mN e 4000mN). Para as menores cargas os valores determinados para o módulo de elasticidade (E) dos dois conjugados foram bem próximos, o que indica, provavelmente, de se tratar do valor do módulo de elasticidade do recobrimento sem influência do substrato. Podemos apontar um valor médio para o recobrimento Cr-N igual a $(35 \pm 2) \times 10 \text{ GPa}$.

Para maiores cargas (4000mN e 2000mN) observa-se que o valor do módulo de elasticidade do sistema monocamada aproxima-se do valor do módulo do aço (Figura 5.16). Neste nível de carga, a profundidade da penetração é tal que atinge, neste sistema, o aço (Figura 5.14) e, por isso, o valor final do módulo de elasticidade deste sistema reflete o do aço. Para os sistemas nitretado e dúplex, observa-se que a presença do recobrimento mais a presença de uma camada nitretada de até $40 \mu\text{m}$ modifica o módulo de elasticidade, aumentando-o. Este resultado implica que conjugados nitretados e recobertos irão apresentar uma resiliência mais alta desde que estes sistemas possuam maior dureza e maior módulo de elasticidade.

5.1.5 - Teste de Adesão Rockwell-C dos Conjugados

O teste Rockwell-C foi utilizado para avaliar, comparativamente, a aderência dos dois sistemas conjugados, o monocamada de Cr-N e o dúplex de Cr-N. As Figuras 5.18 à 5.20 mostram, lado a lado, as imagens das impressões, obtidas por microscopia ópti-

ca, para cada carga. Foram utilizadas todas as cargas do durômetro a fim de monitorar a evolução dos danos causados pela penetração do indentador Rockwell.

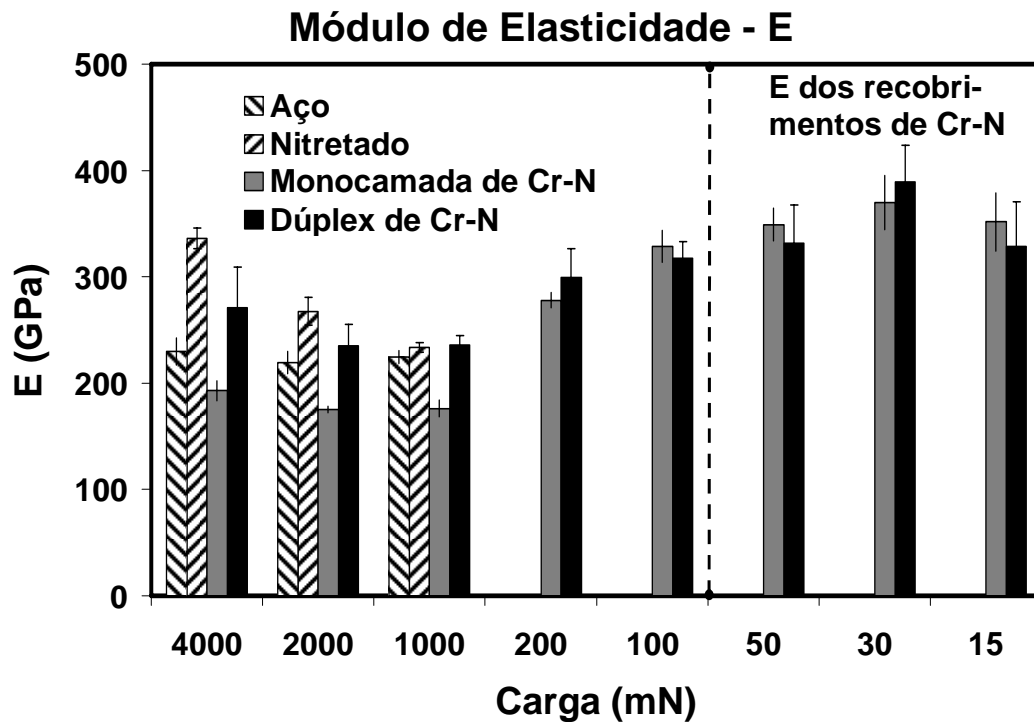


Figura 5.16 - Módulos de elasticidade obtidos através de nanodureza.

Pode-se notar que as superfícies dos dois sistemas conjugados são diferentes, como mostradas também na Figura 5.9 de MEV. A superfície do sistema conjugado monocamada de Cr-N é mais brilhante, permitindo assim uma melhor visualização. Esta diferença é causada pela nitretação iônica, que aumenta a rugosidade da superfície, diminuindo o brilho da mesma. Como apenas o sistema conjugado dúplex de Cr-N sofre a nitretação, então sua superfície fica mais rugosa e, conseqüentemente, menos brilhante.

As duas primeiras cargas, de 196N (20kgf) e 303N (31kgf), apenas mostraram pequenas trincas radiais (Figura 5.17-a, b, d e e). No conjugado dúplex as imagens destas trincas estão prejudicadas por causa da rugosidade da superfície, que as deixam menos visíveis. Uma outra imagem com aumento maior permite esta visualização (Figura 5.17-c e f).

Para a carga de 607,6N (62kgf), estas pequenas trincas radiais são o principal dano causado pela penetração do indentador, mas para o sistema conjugado monocamada aparece também uma deformação plástica ao redor da penetração (Figura 5.18-a e b).

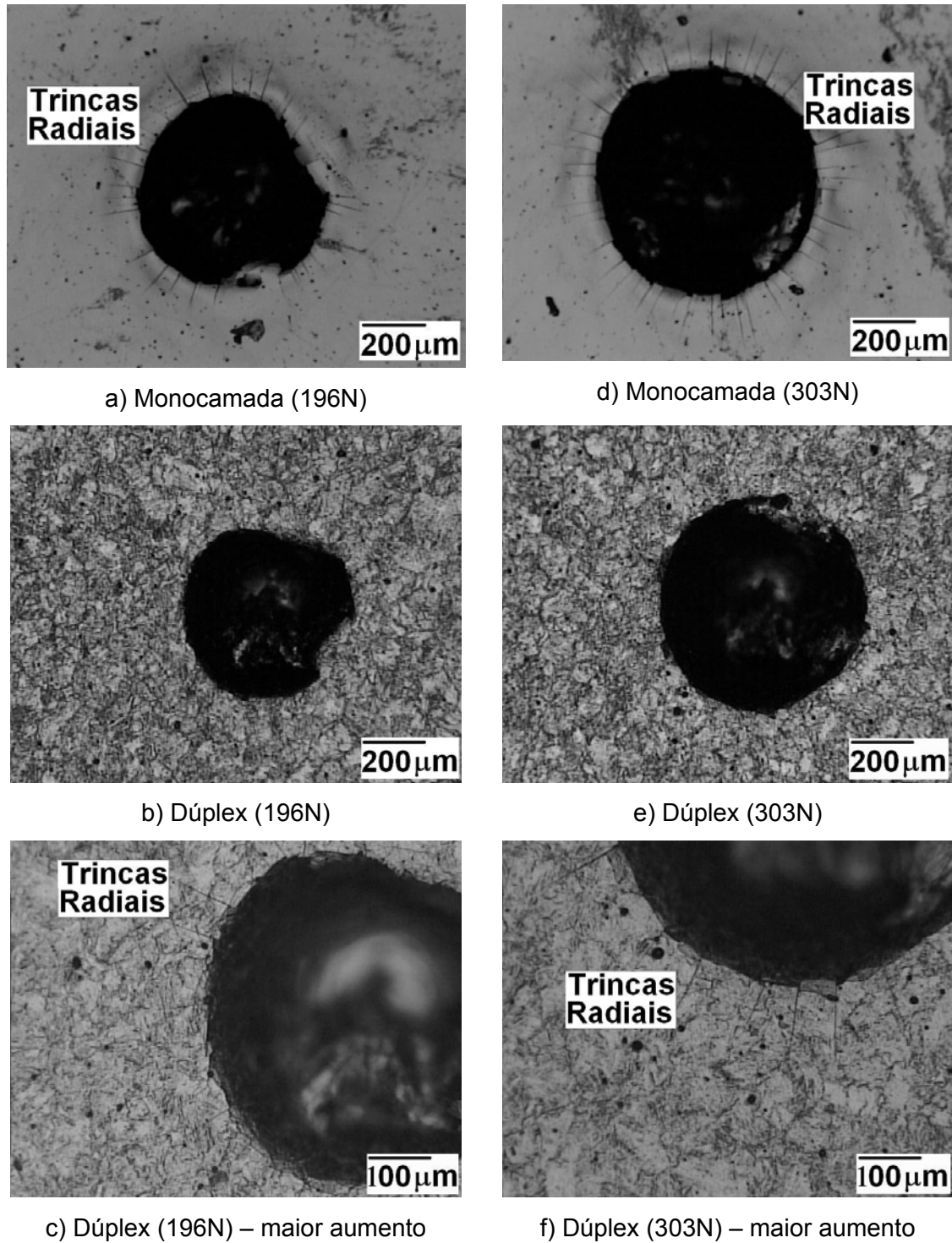


Figura 5.17 - Imagens de microscopia óptica para carga de 196N (a, b e c) e 303N (d, e e f).

Para a carga de 980N (100kgf), as pequenas trincas radiais ainda são o principal dano causado pela penetração do indentador. No conjugado monocamada tem-se o início das deformações plásticas e no dúplex já aparece uma pequena trinca circular (Figura 5.18-c e d).

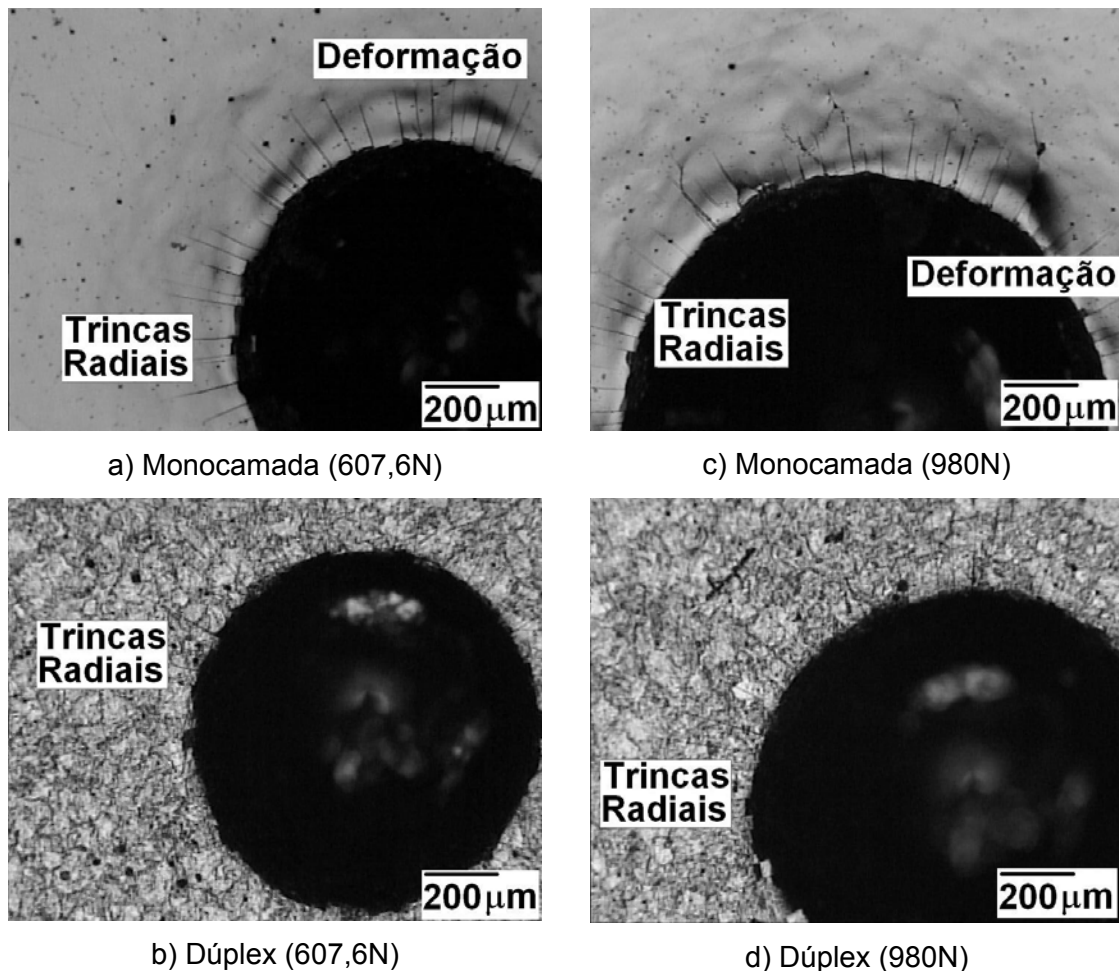


Figura 5.18 - Imagens de microscopia óptica para carga de 607,6N (a e b) e 980N (c e d).

Para as cargas de 1225N (125kgf) e 1470N (150kgf) as pequenas trincas radiais não são mais o principal dano. Para estas cargas as trincas circulares são dominantes (Figura 5.19).

A Figura 5.19-(a e b) mostra as diferenças entre as trincas circulares dos conjugados monocamada e dúplex. O conjugado monocamada já apresenta grandes trincas circulares e o conjugado dúplex estas trincas estão apenas no início.

A Figura 5.19-(c e d) mostra que os dois conjugados apresentam trincas radiais e grandes trincas circulares nesta carga. Nos padrões do teste de adesão Rockwell-C (Item 4.3.4.6, Figura 4.6), estes danos não atingem os padrões HF5 e HF6 indicando boa adesão.

Numa visão geral destas imagens pode-se concluir que os dois sistemas conjugados apresentam boa adesão do recobrimento ao substrato, com uma ligeira superioridade para o sistema conjugado dúplex. Então, respostas diferentes nos testes de erosão cavitação vibratória não podem ser atribuídas à falta de adesão de nenhum dos recobrimentos.

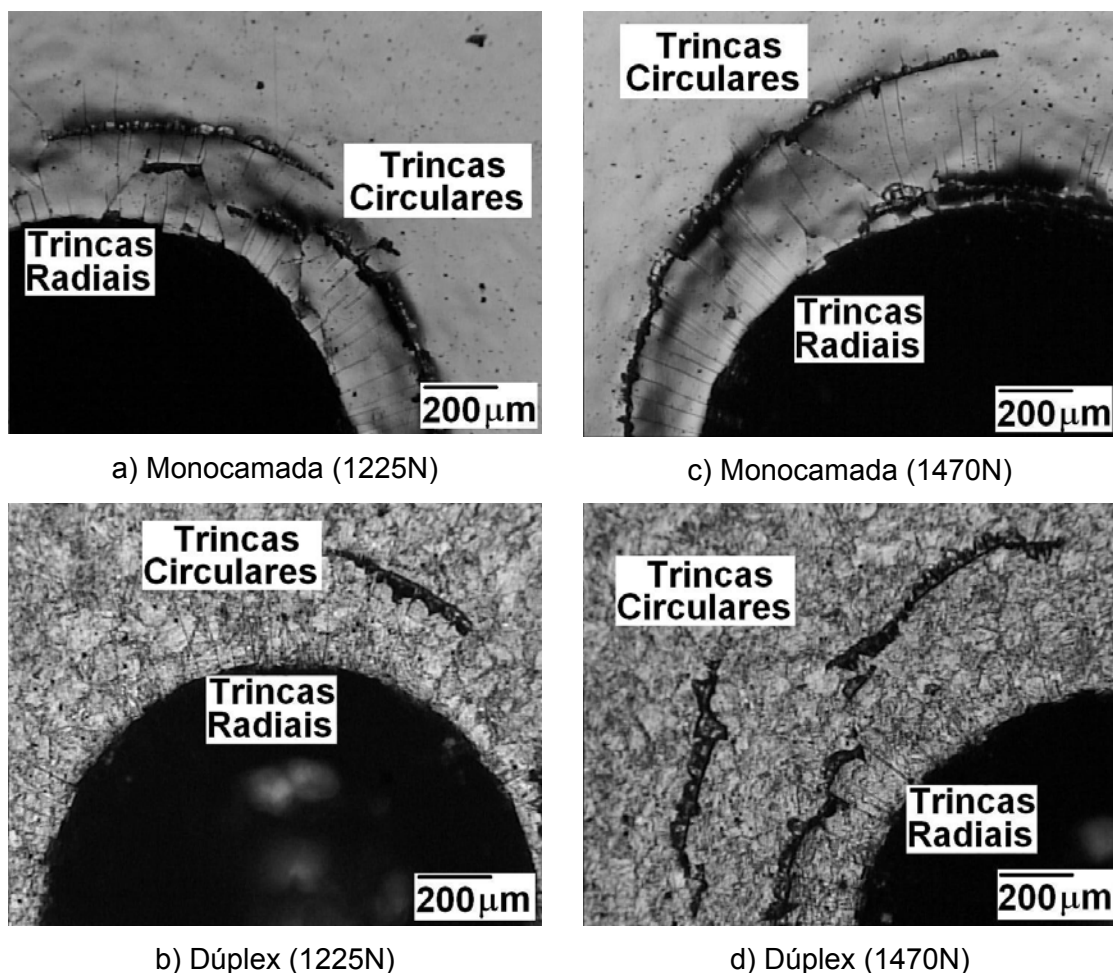


Figura 5.19 - Imagens de microscopia óptica para carga de 1225N (a e b) e 1470N (c e d).

5.1.6 - Espectroscopia de Emissão Óptica por Centelhamento

A Figura 5.20 mostra as curvas obtidas por Espectroscopia de Emissão Óptica por Centelhamento (EEOC) para os sistemas conjugados monocamada e dúples de Cr-N. Estas curvas representam as variações das porcentagens atômicas dos elementos cromo, nitrogênio e ferro com a profundidade.

Pode-se notar, na Figura 5.20, que as concentrações de cromo e de nitrogênio são mais altas que a do ferro para profundidades pequenas, ou seja, até 3 μm para o sistema monocamada e até 5 μm para o sistema dúples. Estas altas concentrações de cromo e de nitrogênio correspondem ao recobrimento de Cr-N.

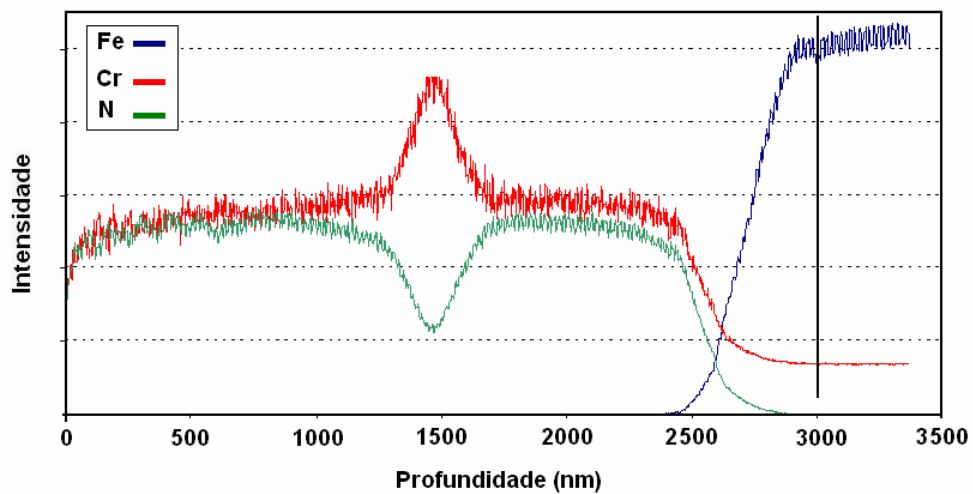
Quando a erosão atinge uma região próxima à interface, as concentrações destes elementos passam a ter um comportamento diferente do anterior. Eles invertem as concentrações, ou seja, o cromo e o nitrogênio começam a diminuir e o ferro passa a aumentar.

Quando o substrato é atingido pela erosão a concentração de ferro passa a ser constante e desaparecem os elementos cromo e nitrogênio que eram pertencentes ao recobrimento de Cr-N.

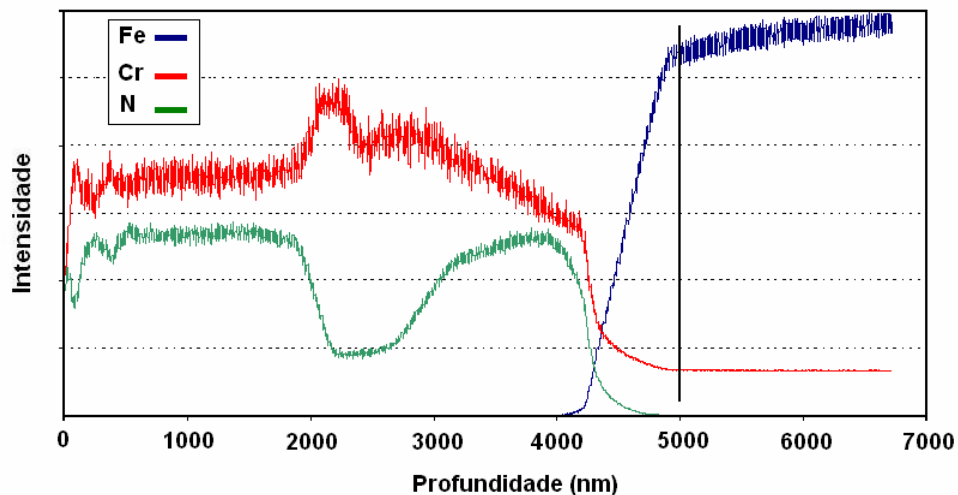
Nota-se, nestas curvas (Figura 5.20), que os recobrimentos de Cr-N apresentam variações nas quantidades de cromo e de nitrogênio, ou seja, as concentrações destes elementos não são constantes durante toda a espessura dos recobrimentos. Na metade da espessura a concentração de cromo aumenta e a de nitrogênio diminui. Isto é explicado pelo fato de que os recobrimentos foram produzidos em duas “corridas” sucessivas.

A presença da fase metálica α -Cr em ambos os conjugados, detectada na análise de difratometria por raios-X (Figuras 5.5 e 5.7), pode estar associada a esta região de “ruptura” de composição química, que corresponde ao menor fluxo ou concentração de nitrogênio, o que favorece a formação de α -Cr metálico (Figura 5.6) (REBHOLZ *et al.*, 1999). O maior valor de parâmetro de rede, determinado para esta fase, que o tabelado na Ficha Padrão, pode ser assim atribuído ao nitrogênio em solução sólida nesta fase.

De acordo com a razão entre cromo e nitrogênio de cada recobrimento, que foram obtidas através das Figura 5.20-(a e b), pode-se estimar as composições químicas médias dos recobrimentos de Cr-N, para ambos os conjugados. Para o recobrimento do conjugado monocamada de Cr-N, Figura 5.20-a, estimou-se uma composição química média igual a CrN (razão média Cr/N =1). Para o recobrimento do conjugado dúplice de Cr-N, Figura 5.20-b, estimou-se então, uma composição química média igual a CrN_{0,79} (razão média Cr/N =1,27).



a) Conjugado monocamada de Cr-N



b) Conjugado dúplice de Cr-N

Figura 5.20 - Variação da composição com profundidade para os sistemas conjugados.

Estes resultados indicaram uma composição química mais rica em cromo para o conjugado dúplex de Cr-N. Este fato aponta, assim, possíveis diferenças nas propriedades dos recobrimentos de Cr-N para os dois conjugados.

5.2 - Ensaio de Erosão Cavitaçãoal Vibratória

5.2.1 - Aspectos Gerais

Nota-se que as respostas frente à erosão cavitaçãoal vibratória para os quatro sistemas estudados são diferentes entre si e que os danos são diferenciados em cada região dos corpos de prova. A Figura 5.21 mostra as diferentes respostas para cada sistema e os danos causados nos corpos de prova que são na (MARQUES, 1996):

- Periferia;
- Região intermediária;
- Região central.

Para cada região existe um dano característico. A região da periferia (borda do corpo de prova) sofre pouco ou nenhum dano, a região intermediária dos corpos de prova é caracterizada por crateras mais alongadas na direção radial e a região central possui danos circulares mais profundos. Estes danos só são perceptíveis em tempos muito elevados de exposição dos corpos de prova ao teste de erosão cavitaçãoal.

Às vezes os corpos de prova sofrem ataques localizados, como no caso do sistema aço (Figura 5.21-a) que apresentou uma região na periferia do corpo de prova onde ele foi mais danificado. Como o restante do corpo de prova não sofreu este nível de erosão, isto sugere que seja um efeito das condições geométricas do teste, ou seja, o posicionamento do corpo de prova dentro do recipiente contendo o líquido de teste (Figura 4.11) (MARQUES, 1996; AHMED, 1991).

No sistema aço (Figura 5.21-a) nota-se uma uniformidade na erosão causada pelo teste de erosão cavitaçãoal vibratória, ou seja, uma característica homogênea dos defeitos na superfície. Este comportamento é característico de um material homogêneo em sua espessura, ou seja, um material que não possui nenhum tipo de recobrimento ou tratamento superficial, mantendo sempre a mesma resistência à erosão em toda a sua profundidade.

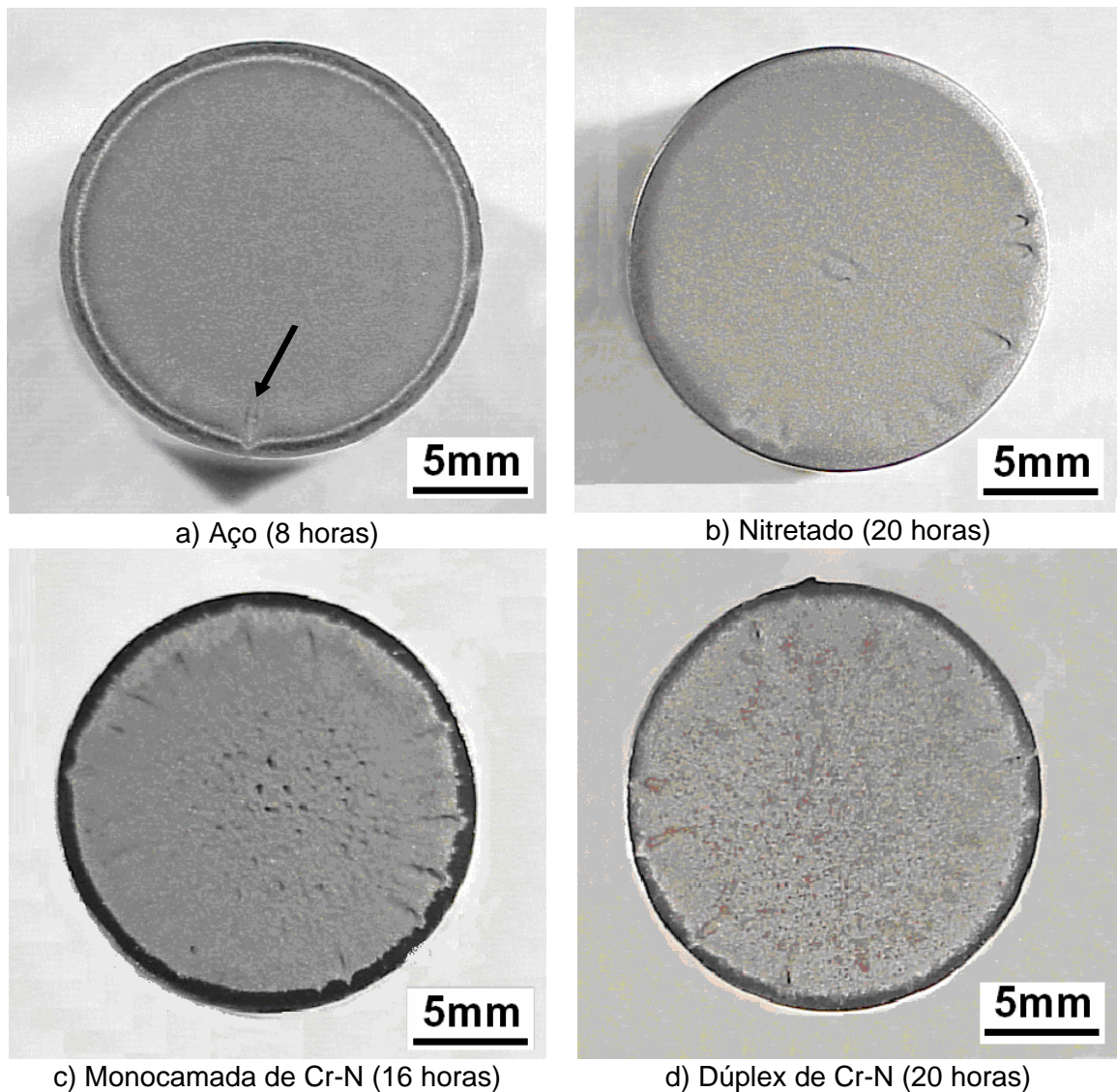


Figura 5.21 - Superfícies erodidas dos sistemas estudados nos tempos máximos de teste (fotos digitais).

Os outros sistemas: nitretado (Figura 5.21-b), conjugado monocamada de Cr-N (Figura 5.21-c) e conjugado dúplex de Cr-N (Figura 5.21-d), apresentam uma outra característica para os danos, com regiões onde a erosão foi mais profunda. Este comportamento surge por causa das diferentes “camadas” com diferentes propriedades mecânicas que são oriundas dos tratamentos superficiais de nitretação e de recobrimento. A princípio o comportamento é o mesmo do sistema aço, mas a medida que o tempo de teste avança e a erosão danifica a superfície retirando material da mesma, outras camadas vão surgindo. Se estas novas camadas expostas tiverem uma característica diferente da anterior, possuindo, por exemplo, uma menor resistência à erosão cavitacional.

cional, os danos passam a ser concentrados nestes pontos, que agora passaram a ser expostos.

5.2.2 - Perda de Massa Acumulada

A Figura 5.22 mostra os gráficos de perda de massa acumulada para os quatro sistemas estudados e suas réplicas. As amostras definidas com a letra A foram testadas com menores intervalos de tempo e, para cada intervalo, se fez uma medida topográfica, com o perfilômetro, para obtenção dos parâmetros tridimensionais de rugosidade. As outras amostras foram testadas com maiores intervalos de tempo e com o objetivo de verificar a reprodutibilidade das curvas de perda de massa acumulada. Pode-se notar que os testes de erosão cavitacional vibratória, para as diferentes amostras de cada sistema, foram bem reprodutivos.

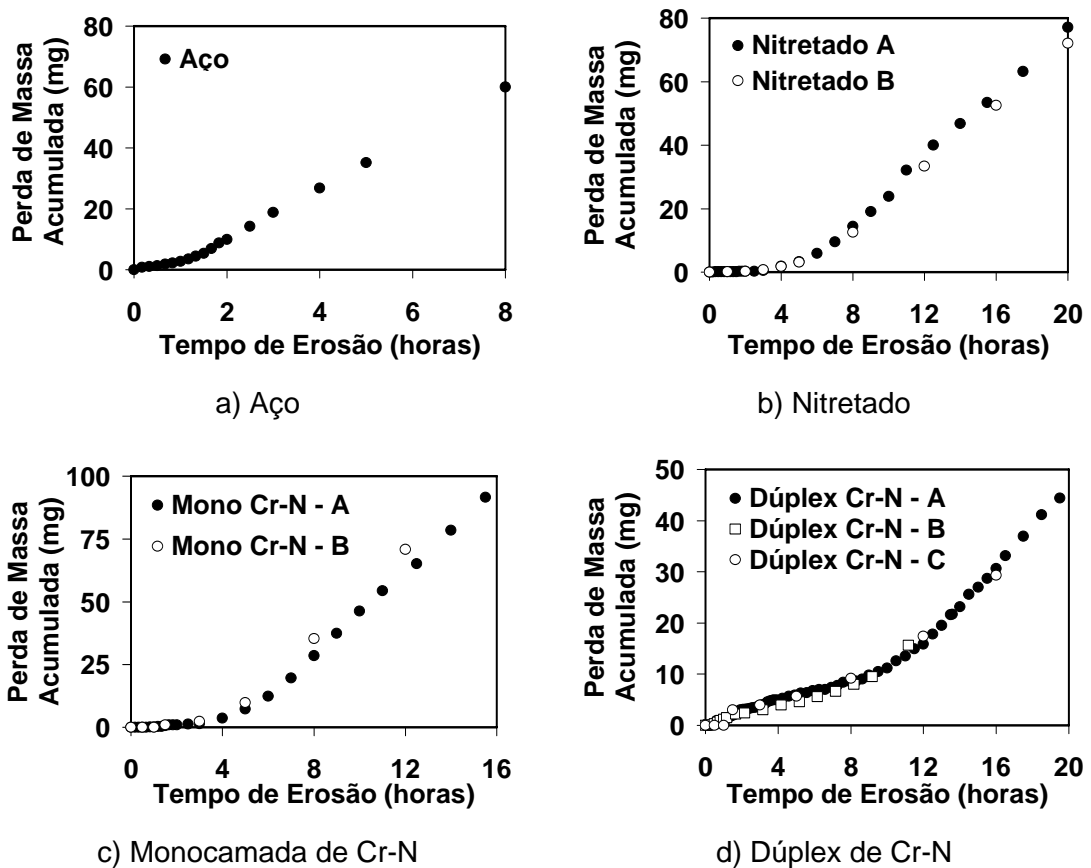


Figura 5.22 - Curvas de perda de massa acumulada versus tempo de teste para os sistemas estudados e suas réplicas.

A Figura 5.23 mostra o gráfico de perda de massa acumulada para os quatro sistemas. Aqui foram utilizados os dados das amostras A de cada sistema, pois para estas amostras foram produzidos mais pontos experimentais. Pode-se notar o melhor desempenho para o sistema conjugado dúplex de Cr-N, que apresentou uma menor perda de massa para um tempo de exposição maior. O segundo melhor desempenho foi para o sistema nitretado, seguido pelo conjugado monocamada de Cr-N e pelo aço.

Também nota-se, nesta Figura 5.23, que as curvas de perda de massa acumulada com o tempo não apresentam um comportamento linear ao longo de todo o tempo analisado como indicado no Item 3.2.1 (HANSSON *et al.*, 1992).

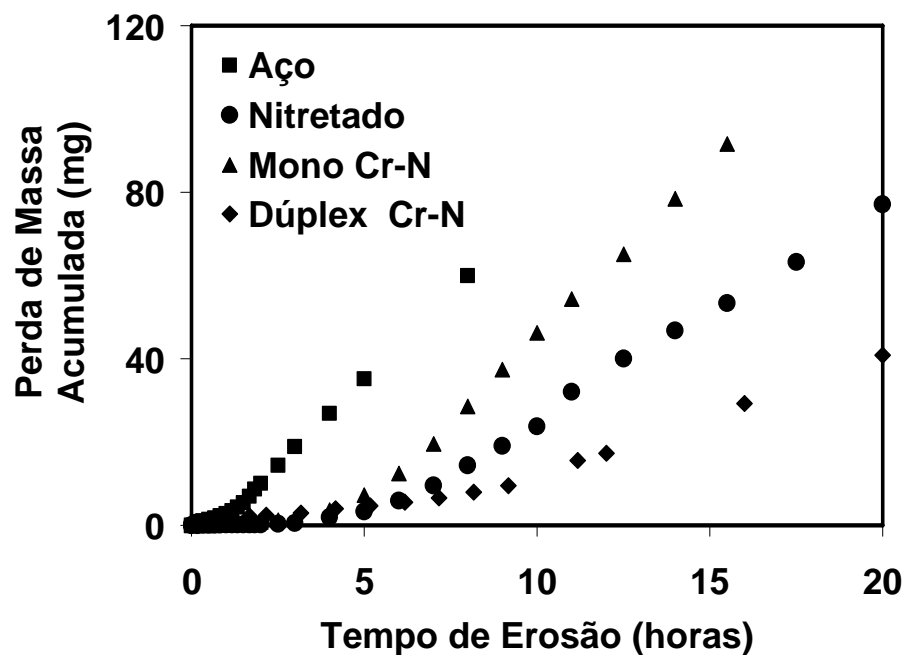


Figura 5.23 - Curvas de perda de massa acumulada (comparativa) para os quatro sistemas estudados.

5.2.3 - Análise Estatística de Regressão Linear Segmentada

Convencionalmente, as curvas de perda de massa acumulada versus tempo de exposição à erosão cavitacional apresentam dois regimes de taxa de erosão: um período de incubação (*running-in*), durante o qual a taxa de erosão é zero ou desprezível se comparados a outros estágios, e um estágio acelerado. Se o teste for continuado, até que a taxa de erosão alcance um máximo, pode-se observar que esta taxa começa a

diminuir (ASTM, 1985). Os gráficos obtidos neste trabalho, Figuras 5.26, 5.36, 5.31 e 5.43, apresentaram comportamento distintos dos descritos para materiais convencionais pela Norma G-32-85 (ASTM, 1985), a menos do aço. Uma análise estatística de regressão linear segmentada realizada indicou a presença de diferentes regimes de desgaste, além do período de incubação.

Esta análise estatística de regressão linear segmentada (GODOY *et al.*, 1999; MONTGOMERY *et al.*, 1992), utilizada para descrição da evolução da perda de massa com o tempo, é usualmente aplicada para análise de resultados experimentais em que se observam regimes de comportamento diferentes ao longo do tempo, sendo, neste caso, a taxa de desgaste. A mudança da taxa de desgaste com o tempo indica que diferentes mecanismos de desgaste estão atuando ao longo do processo de erosão.

Quando uma função se comporta de forma distinta em diferentes faixas de valores de x , pode-se ajustar diferentes modelos de regressão linear em diferentes partes do conjunto de dados. Supondo que exista um ponto de segmentação conhecido, onde ocorre uma mudança de inclinação e/ou descontinuidade da função, o modelo linear segmentado é assim proposto. Estas análises estatísticas foram realizadas utilizando-se o software STATISTICA for Windows, versão 4.2 (1993).

Para todos os sistemas estudados foram observados dois ou mais regimes (Figuras 5.26, 5.36, 5.31 e 5.43), sendo que o primeiro regime foi identificado como sendo correspondente ao estágio de incubação e, os outros regimes, correlacionados a estágios de erosão cavitacional. As inclinações destes regimes (taxas de erosão) e os tempos onde há mudança de inclinação entre eles estão mostrados em cada gráfico destas figuras e na Tabela V-3.

As Figuras 5.26, 5.36, 5.31 e 5.43 mostram os dados experimentais e os modelos propostos depois da análise estatística (regressão linear segmentada) para os sistemas estudados. A adequação do modelo aos pontos experimentais foi avaliada pelo valor do coeficiente R^2 , pela variância, pelo teste do p -valor para cada parâmetro estimado e pelas análises residuais que estão mostradas no Anexo B.

O modelo de regressão linear segmentado adotado pode ser descrito de acordo com a Equação 5.1:

$$M = \beta_1 t + \beta_2 (t - \beta_3)_+^1 + \beta_4 (t - \beta_5)_+^1 + \beta_6 (t - \beta_7)_+^1 + \beta_8 (t - \beta_9)_+^1 \quad (5.1)$$

Onde os significados dos termos $(t - \beta_3)_+^1$, $(t - \beta_5)_+^1$, $(t - \beta_7)_+^1$ e $(t - \beta_9)_+^1$ são respectivamente:

$$(t - \beta_3)_+^1 = \begin{cases} (t - \beta_3)1, & \text{se } t > \beta_3 \\ 0, & \text{se } t \leq \beta_3 \end{cases} \quad (t - \beta_7)_+^1 = \begin{cases} (t - \beta_7)1, & \text{se } t > \beta_7 \\ 0, & \text{se } t \leq \beta_7 \end{cases}$$

$$(t - \beta_5)_+^1 = \begin{cases} (t - \beta_5)1, & \text{se } t > \beta_5 \\ 0, & \text{se } t \leq \beta_5 \end{cases} \quad (t - \beta_9)_+^1 = \begin{cases} (t - \beta_9)1, & \text{se } t > \beta_9 \\ 0, & \text{se } t \leq \beta_9 \end{cases}$$

Para $t \leq \beta_3$, o modelo é dado pela Equação 5.2:

$$M = \beta_1 t \quad (5.2)$$

onde β_1 , é a inclinação do primeiro segmento, o qual é associado ao tempo de incubação.

Para $t > \beta_3$, o modelo passa a ser representado pela Equação 5.3 a seguir.

$$M = (\beta_1 + \beta_2)t - \beta_2\beta_3 \quad (5.3)$$

onde, neste modelo de regressão linear contínuo:

- β_3 é o ponto de separação entre o primeiro e segundo segmentos;
- $\beta_2\beta_3$ é o intercepto do segundo segmento;
- $(\beta_1 + \beta_2)$ é a inclinação do segundo segmento.

Para $t > \beta_5$, o modelo passa a ser representado pela Equação 5.4 a seguir.

$$M = (\beta_1 + \beta_2 + \beta_4)t - (\beta_2\beta_3 + \beta_4\beta_5) \quad (5.4)$$

onde, neste modelo de regressão linear contínuo:

- β_5 é o ponto de separação entre o segundo e terceiro segmentos;
- $(\beta_2\beta_3 + \beta_4\beta_5)$ é o intercepto do terceiro segmento;
- $(\beta_1 + \beta_2 + \beta_4)$ é a inclinação do terceiro segmento.

Para $t > \beta_7$, o modelo passa a ser representado pela Equação 5.5 a seguir.

$$M = (\beta_1 + \beta_2 + \beta_4 + \beta_6)t - (\beta_2\beta_3 + \beta_4\beta_5 + \beta_6\beta_7) \quad (5.5)$$

onde, neste modelo de regressão linear contínuo:

- β_7 é o ponto de separação entre o terceiro e quarto segmentos;
- $(\beta_2\beta_3 + \beta_4\beta_5 + \beta_6\beta_7)$ é o intercepto do quarto segmento;
- $(\beta_1 + \beta_2 + \beta_4 + \beta_6)$ é a inclinação do quarto segmento.

Para $t > \beta_9$, o modelo passa a ser representado pela Equação 5.6 a seguir.

$$M = (\beta_1 + \beta_2 + \beta_4 + \beta_6 + \beta_8)t - (\beta_2\beta_3 + \beta_4\beta_5 + \beta_6\beta_7 + \beta_8\beta_9) \quad (5.6)$$

onde, neste modelo de regressão linear contínuo:

- β_9 é o ponto de separação entre o quarto e quinto segmentos;
 - $(\beta_2\beta_3 + \beta_4\beta_5 + \beta_6\beta_7 + \beta_8\beta_9)$ é o intercepto do quinto segmento;
 - $(\beta_1 + \beta_2 + \beta_4 + \beta_6 + \beta_8)$ é a inclinação do quinto segmento.
-

Para o sistema nitretado e o conjugado dúplex de Cr-N, a análise de resíduos do ajuste entre o modelo proposto (Equação 5.1) e os dados experimentais não apresentaram, para β_1 , um p-valor < 0,025 para uma confiabilidade de 95%. Como este parâmetro está associado à fase inicial do processo (etapa de incubação), significa que, para este intervalo de tempo, não se obteve uma correlação linear significativa entre perda de massa e tempo de erosão cavitacional.

O tempo de incubação mede a resistência à erosão cavitacional da superfície inicialmente exposta ao fenômeno de cavitação. Esta resistência é diferente da encontrada para o material localizado logo abaixo da superfície inicial, e geralmente esta parte da superfície é denominada de “camada de contorno” (*boundary layer*). Esta camada incorpora as asperezas contidas na zona de pico do perfil topográfico. Um mecanismo similar ao “regime transiente” (*running-in*) do desgaste abrasivo pode ser proposto aqui para o processo de desgaste cavitacional (THOMAS, 1982).

Segundo Thomas (1982), o modo como se dará a deformação da superfície inicial depende:

- Da pressão nominal;
- Da rugosidade da superfície;
- Das propriedades do material (módulo de elasticidade, módulo de Poisson e dureza).

O perfil topográfico pode mudar de forma se apenas deformações plásticas estão envolvidas. Para o caso de desgaste abrasivo envolvendo dois corpos, as asperezas do perfil de rugosidade da superfície contidas nesta camada de contorno, sofrerão, se houver deformações plásticas, um abaixamento por fluxo plástico, abaixo da linha do contra-corpo Figura 5.24, aumentando a área real da superfície que sofre desgaste, como indicado na Figura 5.25-a. Se apenas deformações elásticas estão envolvidas, o formato das asperezas será recuperado após as solicitações cessarem. Podem ocorrer também fraturas isoladas destas asperezas, se o material não for tenaz. Estes mecanismos de degradação superficial que levam à modificações do perfil superficial, não levam a uma perda mensurável de material. O tempo de incubação pode ser compreendido como um período do fenômeno no qual não se observa um comportamento “volumétrico” do material solicitado, um período onde não se observa um comporta-

mento homogêneo em relação às solicitações mecânicas externas. Não se tem material suficiente para dar uma resposta homogênea (macro), desta forma não se tem uma taxa constante de desgaste (medição macro). Donde, não se espera obter uma correlação linear entre perda de massa e tempo de erosão cavitacional no estágio de incubação.

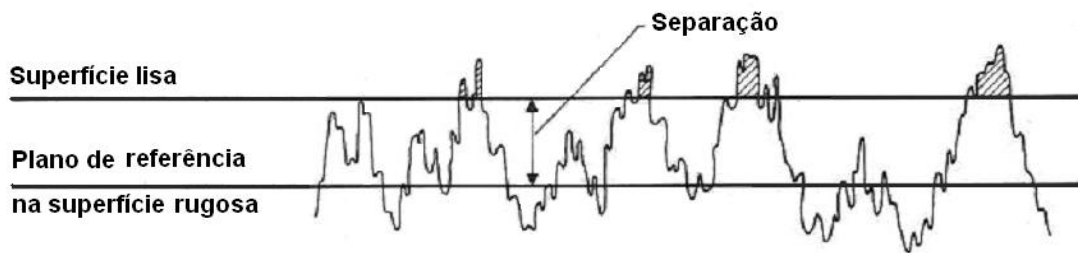


Figura 5.24 - Contato de superfícies rugosas (THOMAS, 1982).

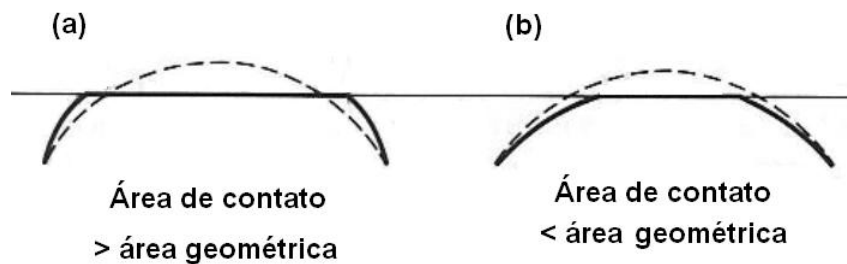


Figura 5.25 - Área de contato versus área geométrica (THOMAS, 1982).

Resumidamente, pode-se concluir que a falta de um bom ajuste do modelo proposto (Equação 5.2) aos dados experimentais de perda de massa versus tempo de erosão cavitacional, para a etapa de incubação, refletido no parâmetro β_1 , que apresentou um p -valor $< 0,025$ (5% de confiança/2) para uma confiabilidade de 95%, está condizente com o mecanismo de desgaste esperado para este período.

Os demais parâmetros: β_2 , β_3 , β_4 , β_5 , β_6 , β_7 , β_8 e β_9 , apresentaram um bom ajuste, de acordo com o p -valor (menor que 0,025), indicando que tais parâmetros explicam bem os dados experimentais. Além disso, o bom ajuste entre os dados experimentais e o modelo proposto foi confirmado com a análise de resíduos (Anexo B). O gráfico de probabilidade normal dos resíduos indica que eles têm uma distribuição normal em todos os sistemas. O gráfico dos resíduos versus valores preditos mostra que todos os

sistemas têm uma variância constante e confirmam um bom ajuste para o modelo proposto (Anexo B).

Para o aço ABNT 1045 o modelo empregado conteve apenas os primeiro e segundo termos da Equação 5.1. Para o sistema nitretado e o conjugado monocamada o modelo empregado englobou os primeiro, segundo e terceiro termos desta equação. Apenas o conjugado dúplex utilizou todos os seus termos para descrever os dados experimentais.

5.2.3.1 - Sistema Aço

Para o sistema aço ABNT 1045, o modelo de regressão linear segmentada usado apresentou os dois primeiro termos da Equação 5.1, o que corresponde aos dois regimes (período de incubação e erosão acelerada do aço). A Equação 5.2 determina o período de incubação e a Equação 5.3 corresponde ao regime de erosão acelerada do aço. Para este sistema (Figura 5.26), uma taxa de erosão de 2,82mg/h foi estimada para o período de incubação, o qual durou 1,23 hora (o tempo de incubação foi determinado pelo ponto de quebra obtido das análises estatísticas) e a taxa de erosão estimada para o estágio de erosão acelerado do aço foi de 8,4mg/h (Tabela V-3).

A Figura 5.27 mostra as imagens obtidas por MEV, em escalas iguais, para os tempo de erosão Inicial, 0,5 hora, 1 hora, 1,5 hora, 3 horas e 5 horas, com o objetivo de ilustrar a evolução dos danos causados pela erosão. No tempo de teste de 0,5 hora, Figura 5.27-b, a grande mancha que aparece na imagem é oriunda do processo de secagem.

Nota-se que, dentro do intervalo de tempo do período de incubação, os danos são imperceptíveis neste aumento. A Figura 5.27-(a, b e c) corresponde ao tempos de teste inicial, 0,5 hora e 1 hora.

Para o regime de erosão acelerado de desgaste do aço, os danos causados são mais profundos, indicando assim uma grande perda de massa. Este fato pode ser percebido no tempo de teste de 5 horas (Figura 5.27-f).

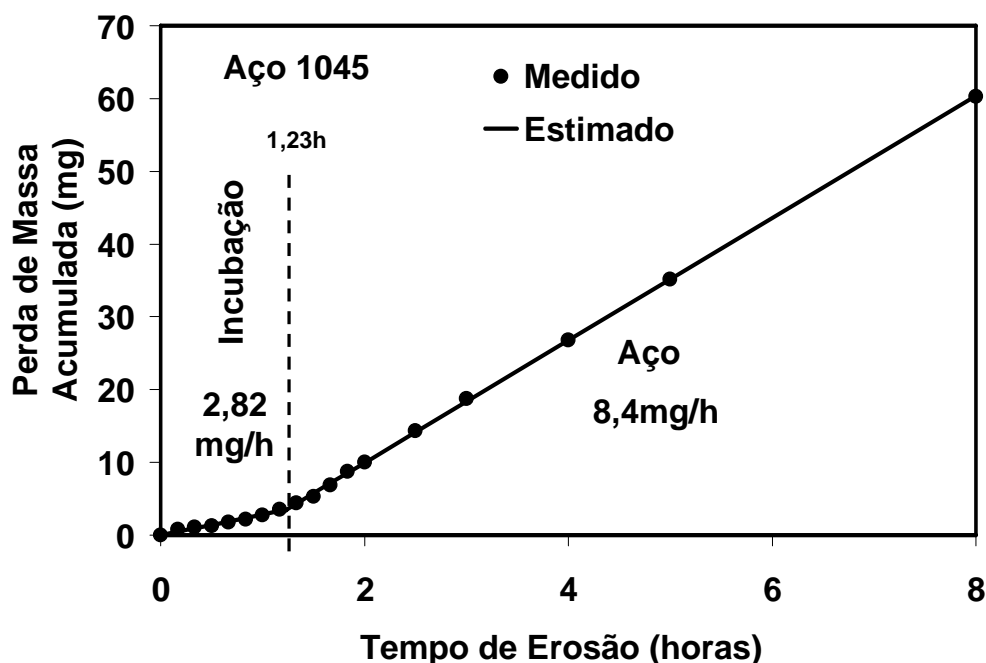


Figura 5.26 - Regressão linear segmentada contínua para o sistema aço.

Imagens obtidas por MEV em aumentos maiores são apresentadas com o intuito de visualizar estes danos e compará-los com os diferentes regimes de erosão estabelecidos pela regressão linear segmentada (Figuras 5.28 e 5.29).

A Figura 5.28 apresenta imagens com um aumento maior, o que facilita a identificação dos danos e sua evolução com os tempos de teste. Nota-se uma sutil elevação destes danos com o passar do tempo, indicando que para 1 hora de teste (Figura 5.28-a) os danos são menores e assim pertencentes ao período de incubação. Para o tempo de 5 horas os danos se apresentam maiores, o que caracteriza uma grande perda de massa (Figura 5.28-d).

Investigando-se estas superfícies erodidas em um aumento ainda maior (Figura 5.29) nota-se, mais claramente, o que está acontecendo com a superfície do sistema aço nos diferentes regimes determinados pela regressão linear segmentada. Para o tempo de 1 hora (Figura 5.29-a), o qual corresponde ao tempo de incubação, já é apresentada perda de massa, mas em uma pequena taxa. Analisando esta figura nota-se que, até este tempo, a erosão atinge predominantemente a ferrita no aço, ou seja, a perlita, que é a parte que está saliente, não é atingida. Então, pode-se dizer que o período de incubação é definido pela perda de massa apenas da ferrita. Um aumento ainda maior

(Figura 5.30) mostra, em detalhe, a perlita exposta e ao seu redor o restante da superfície erodida.

Para maiores tempos de teste a superfície erodida apresenta uma característica diferente, ou seja, não possui regiões de menor resistência à erosão, como no período de incubação (Figura 5.29-b c e d).

Resumidamente, pode-se observar que os danos na superfície do sistema aço não são gerados de maneira homogênea, existindo, inicialmente, áreas preferenciais de desgaste.

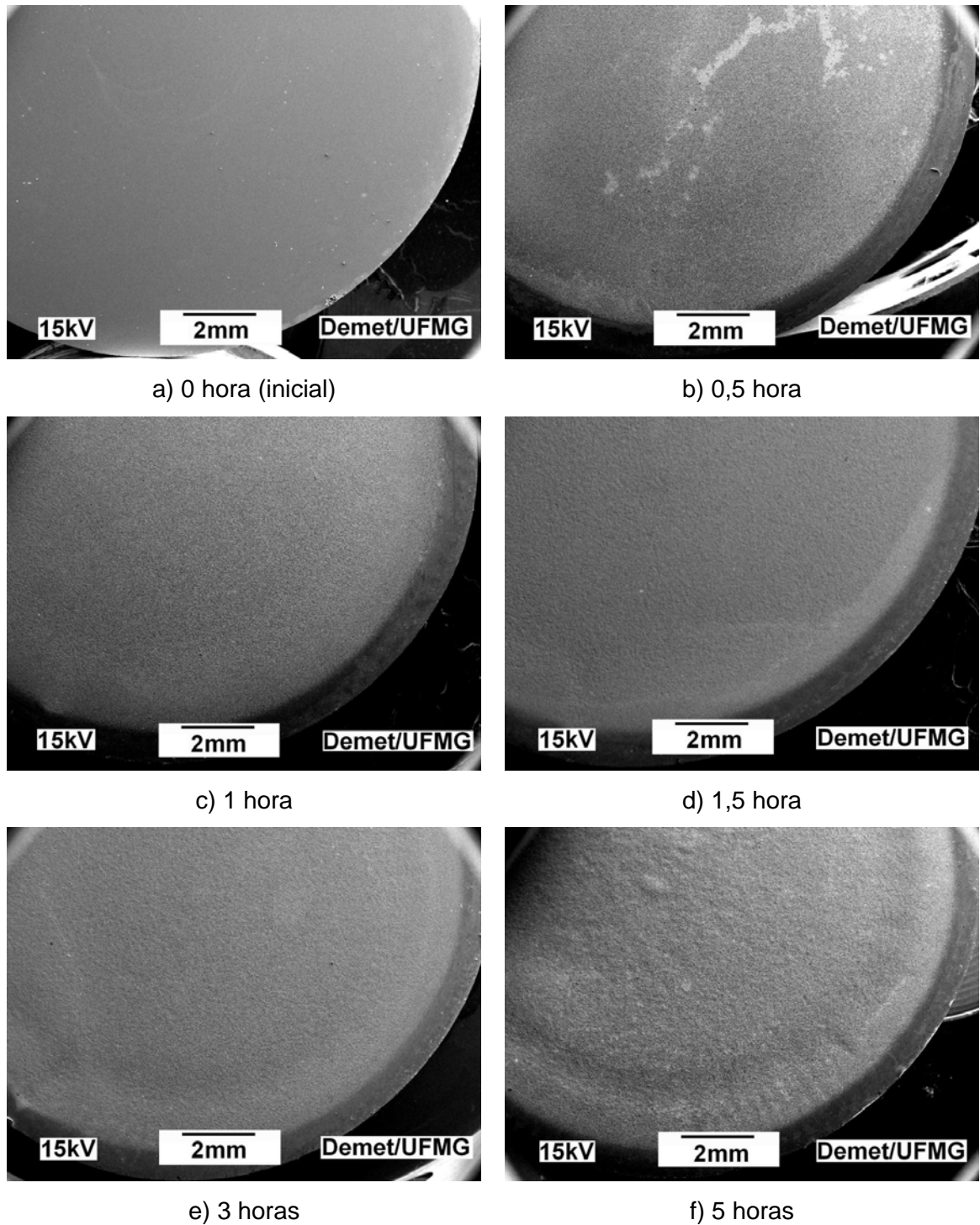


Figura 5.27 - Imagens obtidas por MEV, para o sistema aço, mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste.

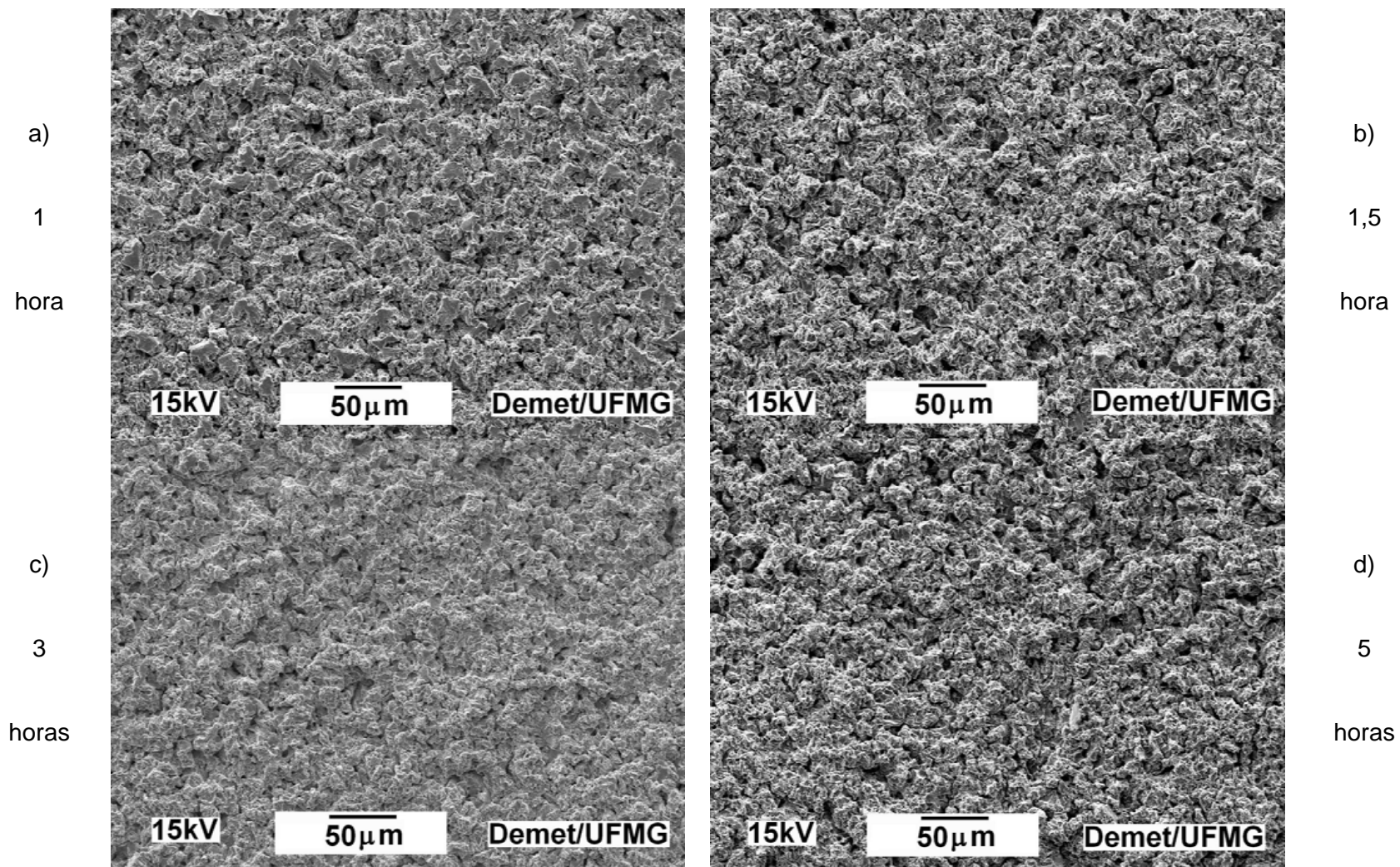


Figura 5.28 - Detalhes da superfície do aço ABNT 1045 para diferentes tempos de teste.

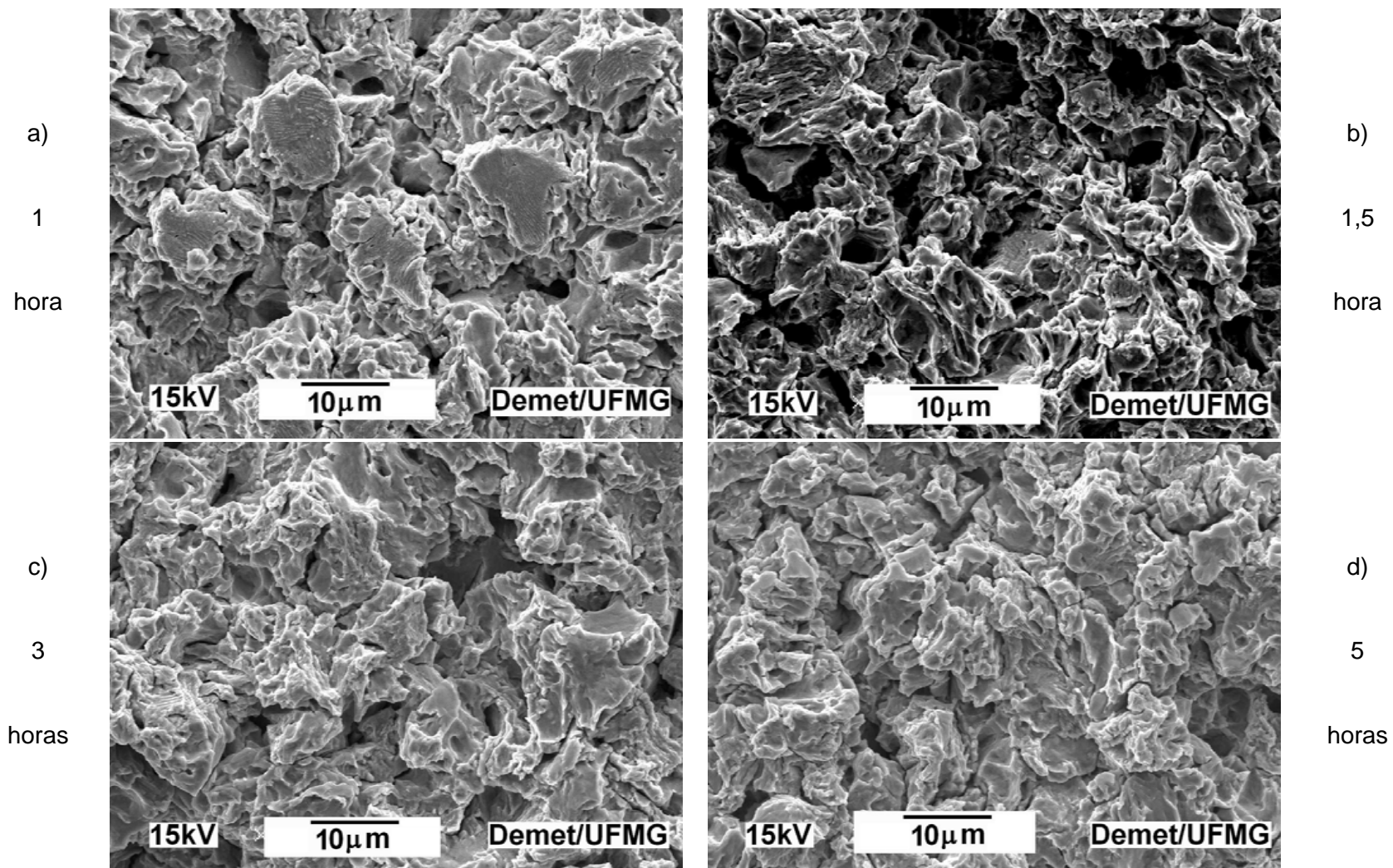


Figura 5.29 - Detalhes da superfície do aço ABNT 1045 para diferentes tempos de teste.

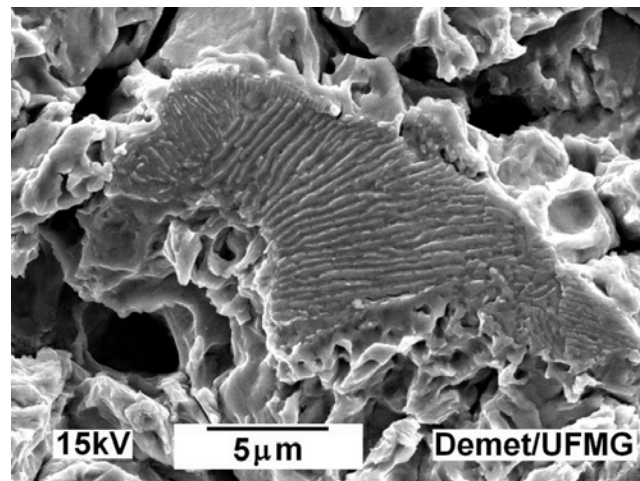


Figura 5.30 - Detalhe da perlitita exposta, em 1 hora de teste, para o sistema aço.

5.2.3.2 - Sistema Nitretado

Para o sistema nitretado as análises estatísticas, mostraram a existência de três regimes de desgaste (Figura 5.31). A Equação 5.2 descreve o período de incubação; a Equação 5.3, o regime de erosão na região nitretada e a Equação 5.4 corresponde ao regime de erosão acelerada do aço ABNT 1045, modificado pelo processo de nitretação. O primeiro regime corresponde ao período de incubação e o segundo regime de desgaste foi associado com a camada nitretada, a qual promoveu uma redução na taxa de erosão cavitacional (Tabela V-3). Durante o terceiro regime (estágio acelerado), a taxa de erosão estimada seria esperada similar à do aço ABNT 1045. Contudo, a taxa de erosão determinada para este regime (5,2mg/h) foi ainda menor do que a do aço ABNT 1045 (8,4mg/h). Este resultado indica que, em tempos de erosão acima de 20 horas, o desgaste causado pela erosão cavitacional estava ainda dentro da camada nitretada. É provável que este terceiro regime esteja associado com a região interna (mais profunda) da camada nitretada, onde a presença de nitretos e nitrogênio em solução sólida ainda são encontrados. Conseqüentemente, a camada nitretada, que possui aproximadamente 40 μ m de profundidade (Figura 5.14), reduziu efetivamente a taxa de erosão cavitacional em períodos de tempo prolongados (Tabela V-3).

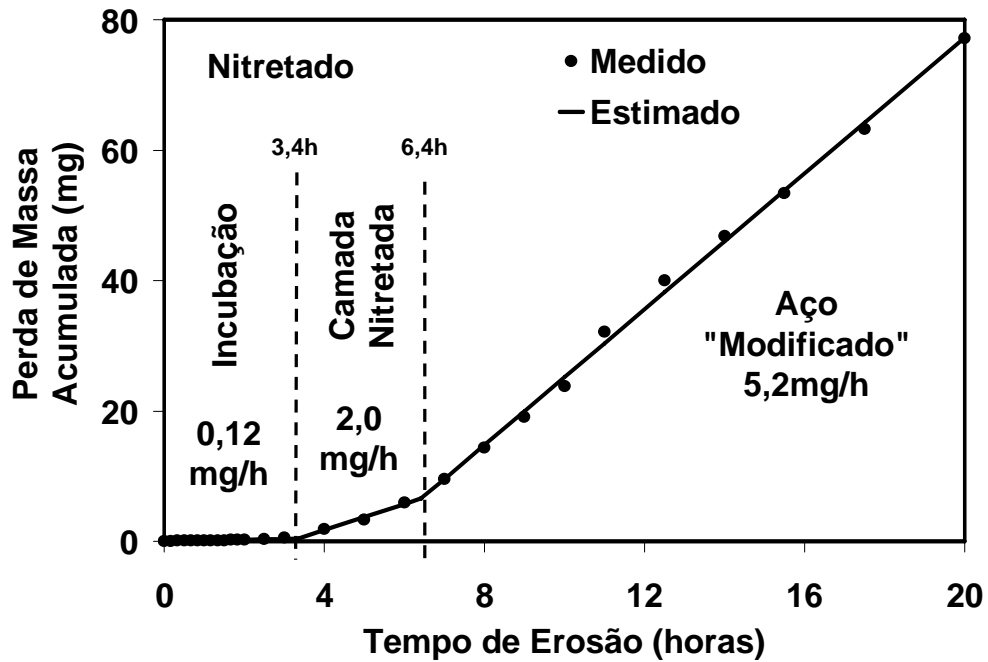


Figura 5.31 - Regressão linear segmentada contínua para os sistemas nitretado.

A Figura 5.32 mostra as imagens obtidas por MEV, em mesmo aumento, para os tempos de erosão de 0,5 hora, 1 hora, 3 horas, 5 horas, 12 horas e 20 horas, com o objetivo de ilustrar a evolução dos danos causados pela erosão cavitação.

Nota-se um início dos danos em 0,5 hora, 1 hora e 3 horas de teste (período de incubação), que são os pontos distribuídos na superfície e a região mais clara na borda da amostra (Figura 5.32-a, b e c).

Para o período associado à camada nitretada, de 3,4 horas até 6,4 horas, observa-se que os danos se estenderam por quase toda a superfície, sem a tendência de causar algum dano localizado. A maior característica deste regime é a baixa profundidade dos danos (Figura 5.32-d).

O regime de erosão acelerado do aço “modificado”, acima de 6,4 horas, apresentou os maiores danos evidenciados pela Figura 5.32-(e e f). Nota-se relevos na superfície da amostra, o que não aconteceu em menores tempos. Neste regime, a taxa de erosão é maior, mas devido ao fato de a nitretação atingir uma profundidade elevada, a superfície não possui áreas de diferentes durezas, fazendo que os danos sejam mais uniformes.

Os danos causados pelos testes de erosão cavitacional, no período de incubação, foram observados junto ao MEV utilizando-se maiores aumentos (Figuras 5.33 e 5.34-a). Fica claro o início dos danos para a escala de $50\mu\text{m}$, à esquerda das figuras, onde os danos foram aumentando até 3 horas de teste. Este fato pode ser percebido também na escala de $10\mu\text{m}$, que está à esquerda.

A região de erosão da camada nitretada pode ser vista na Figura 5.34-b, ela é caracterizada por uma erosão sem regiões preferenciais de danos sendo toda a superfície desgastada de maneira similar. A Figura 5.35 mostra os danos no regime de erosão acelerado do aço “modificado”. Em comparação com as outras imagens (de 0,5 hora até 5 horas) nota-se nestas uma maior ondulação.

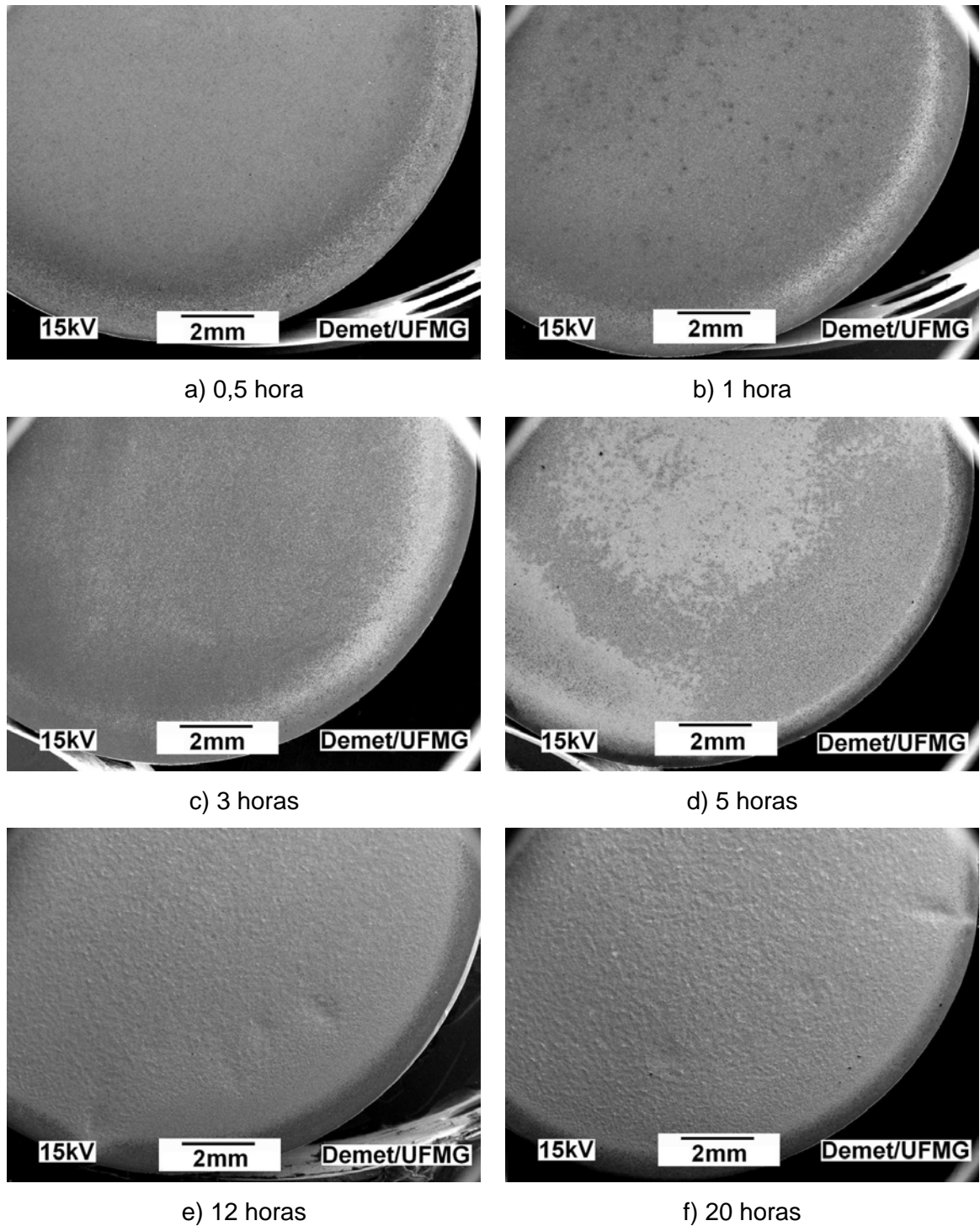


Figura 5.32 - Imagens obtidas no MEV para o sistema nitretado mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste.

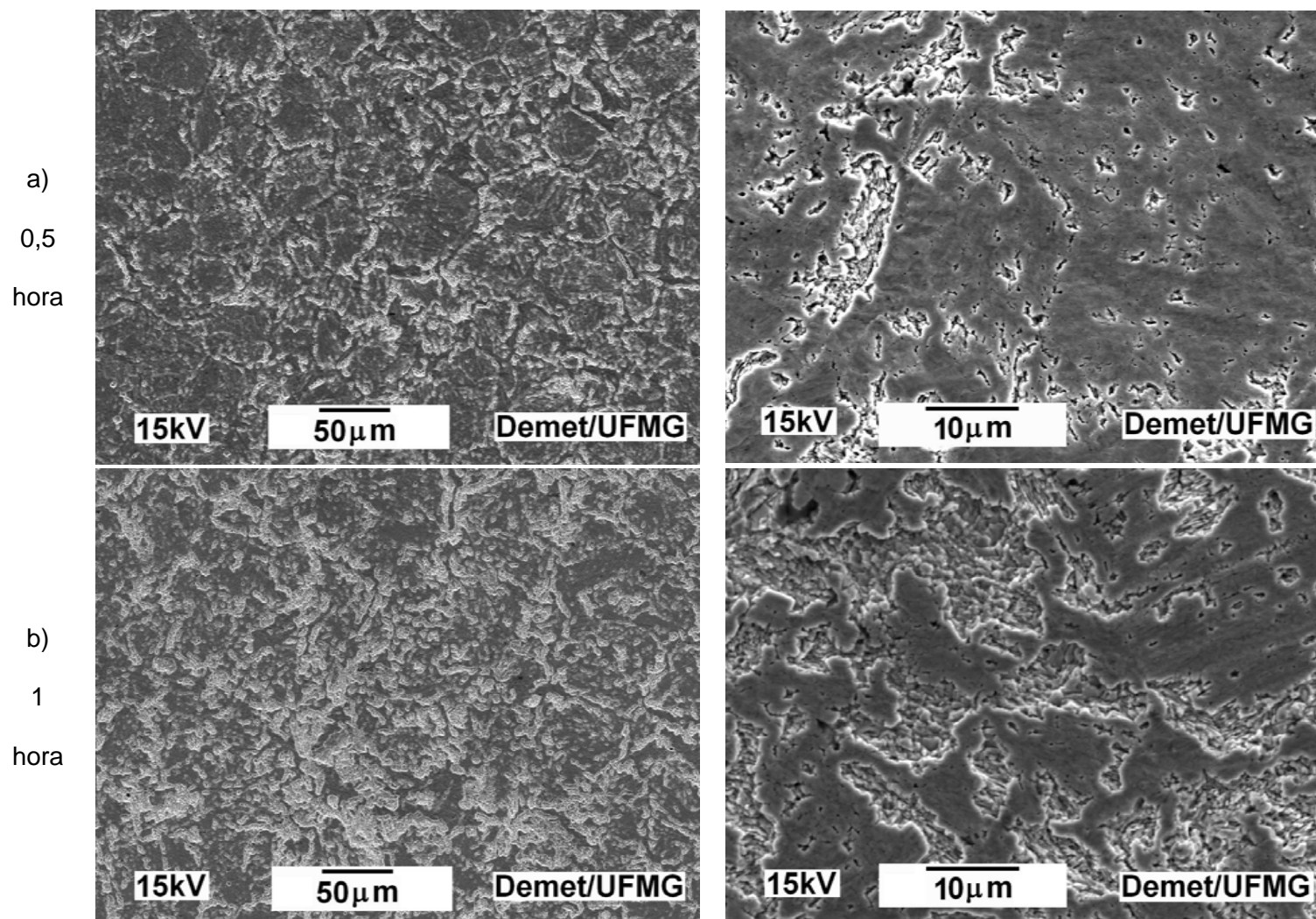


Figura 5.33 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no sistema nitretado.

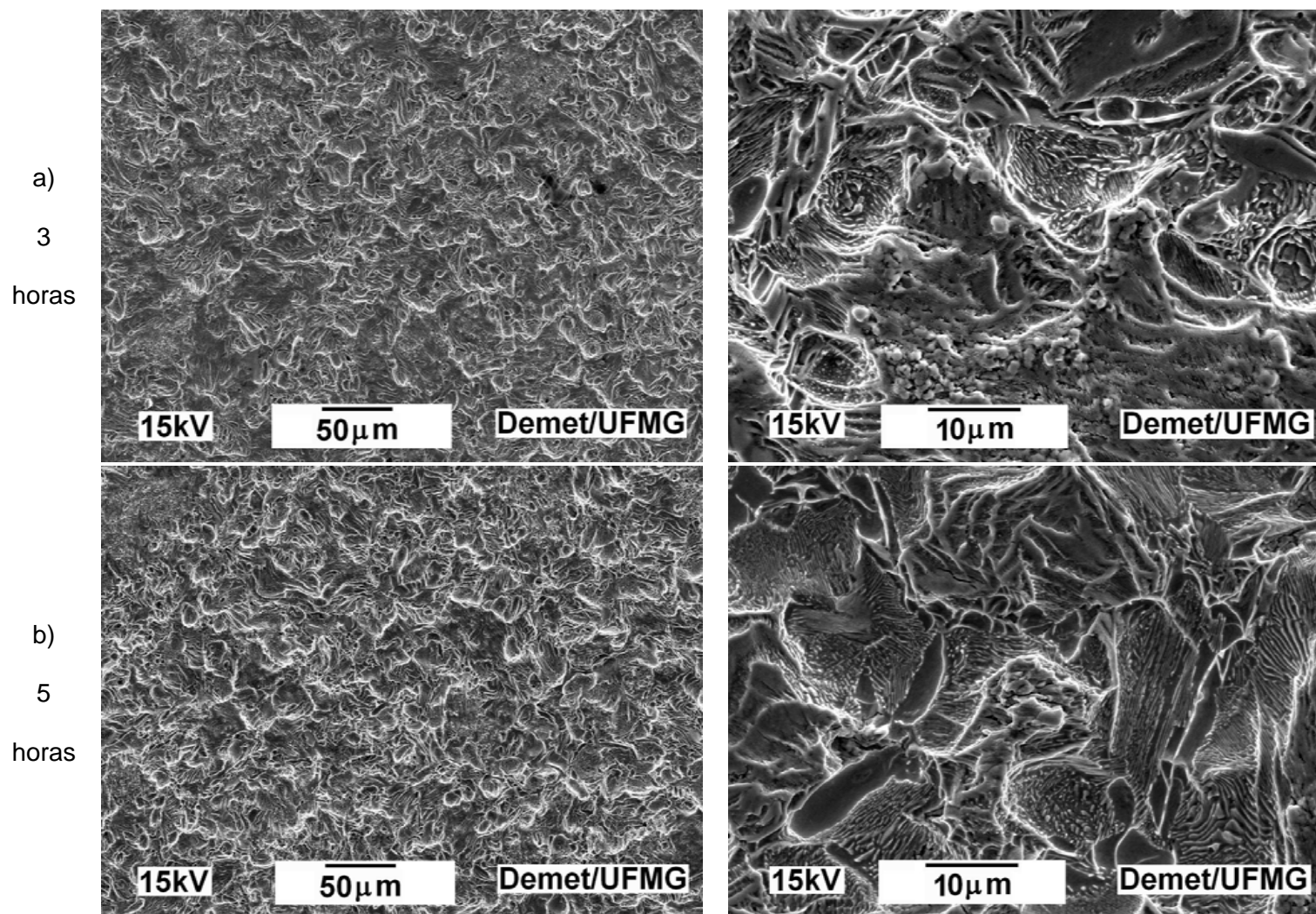


Figura 5.34 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no sistema nitretado.

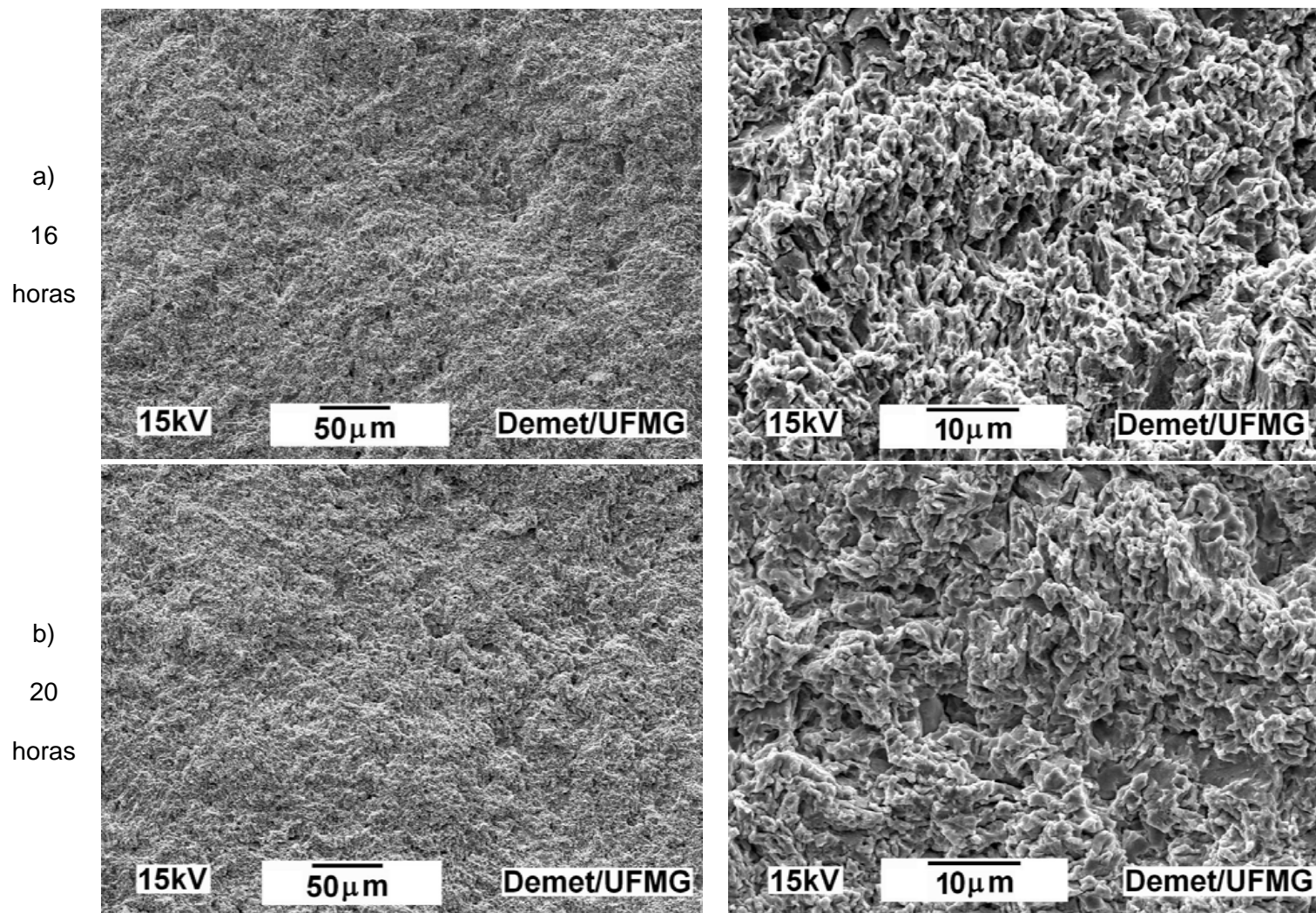


Figura 5.35 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no sistema nitretado.

5.2.3.3 - Sistema Conjugado Monocamada de Cr-N

A deposição de um revestimento de Cr-N sobre um substrato de aço ABNT 1045 (conjugado monocamada de Cr-N) mudou o comportamento frente à erosão cavitacional, como evidenciou o gráfico de perda de massa acumulada versus tempo de exposição (Figura 5.23 e 5.36). Três regimes foram determinados, com um estágio intermediário claramente presente entre o período de incubação (primeiro regime) e o estágio de erosão acelerado (terceiro regime, ver Tabela V-3). Estes regimes foram determinados pela análise estatística de regressão segmentada contínua. A Equação 5.2 descreve o período de incubação, a 5.3 o regime de erosão do revestimento de Cr-N e a Equação 5.4 corresponde à erosão cavitacional do aço ABNT 1045 propriamente dito.

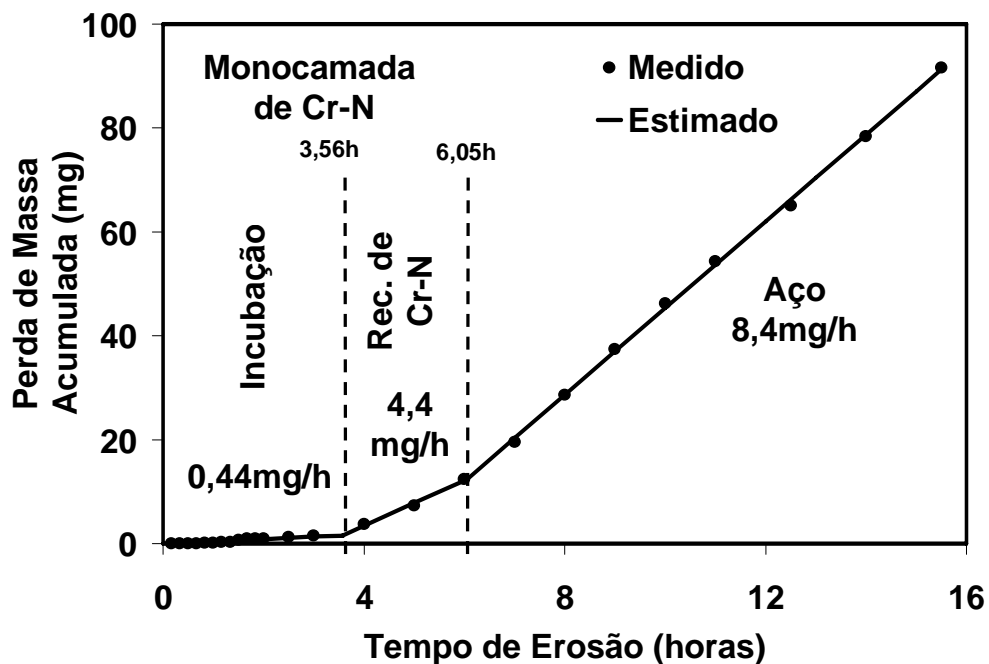


Figura 5.36 - Regressão linear segmentada contínua para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

A taxa de erosão cavitacional obtida para o estágio intermediário foi de 4,4mg/h sendo menor que a do estágio acelerado (8,4mg/h). Este estágio durou de 3,56 horas até 6,05 horas (Tabela V-3).

As Figuras 5.37 e 5.38 mostram as imagens obtidas por MEV, em mesma escala, para os tempos de erosão de 0,5 hora, 1 hora, 1,5 hora, 3 horas, 5 horas, 8 horas e 12 horas, com o objetivo de ilustrar a evolução dos danos causados pela erosão cavitacional.

Os danos mostrados pelas Figuras 5.37 e 5.38, conjugado monocamada de Cr-N, são mais visíveis do que para o sistema aço, na Figura 5.27. Analisando esta figura pode-se observar as diferenças apresentadas no tipo de erosão de cada regime. O período de incubação, que dura até 3,56 horas, apresenta apenas alguns pontos (arranamentos) como danos causados pela erosão. A Figura 5.39 mostra o início dos danos causados pela erosão cavitacional no recobrimento de Cr-N. Nota-se que, primeiramente, há danos causados por falha coesiva do recobrimento, em 0,5 hora, ou seja, uma descamação bem fina, que atinge somente o recobrimento. Nota-se também que os pontos que aparecem na Figura 5.37, em 1,5 hora, são mais profundos, fazendo com que a análise de EDS mostre a presença de Fe mesmo com pouco tempo de erosão (Figura 5.42).

Quando o regime de erosão do recobrimento de Cr-N é atingido, ou seja, no intervalo que vai de 3,56 horas até 6,05 horas, nota-se um desgaste quase que igual para toda a superfície (Figura 5.37-e). Neste período, os danos mais profundos começam a ser concentradores de desgaste, fazendo com que estas áreas sejam preferencialmente danificadas pela erosão cavitacional. Este fato é característico de uma superfície não homogênea, onde os danos passam a ocorrer em regiões de menor resistência à erosão, que neste caso é o substrato de aço (ABNT 1045).

Ao se ultrapassar o tempo de 6,05 horas, quando o processo dominante de erosão é o desgaste acelerado do aço, notam-se crateras muito profundas e danos espalhados por toda a superfície da amostra, indicando que o recobrimento não está mais presente (Figuras 5.37-f e 5.38).

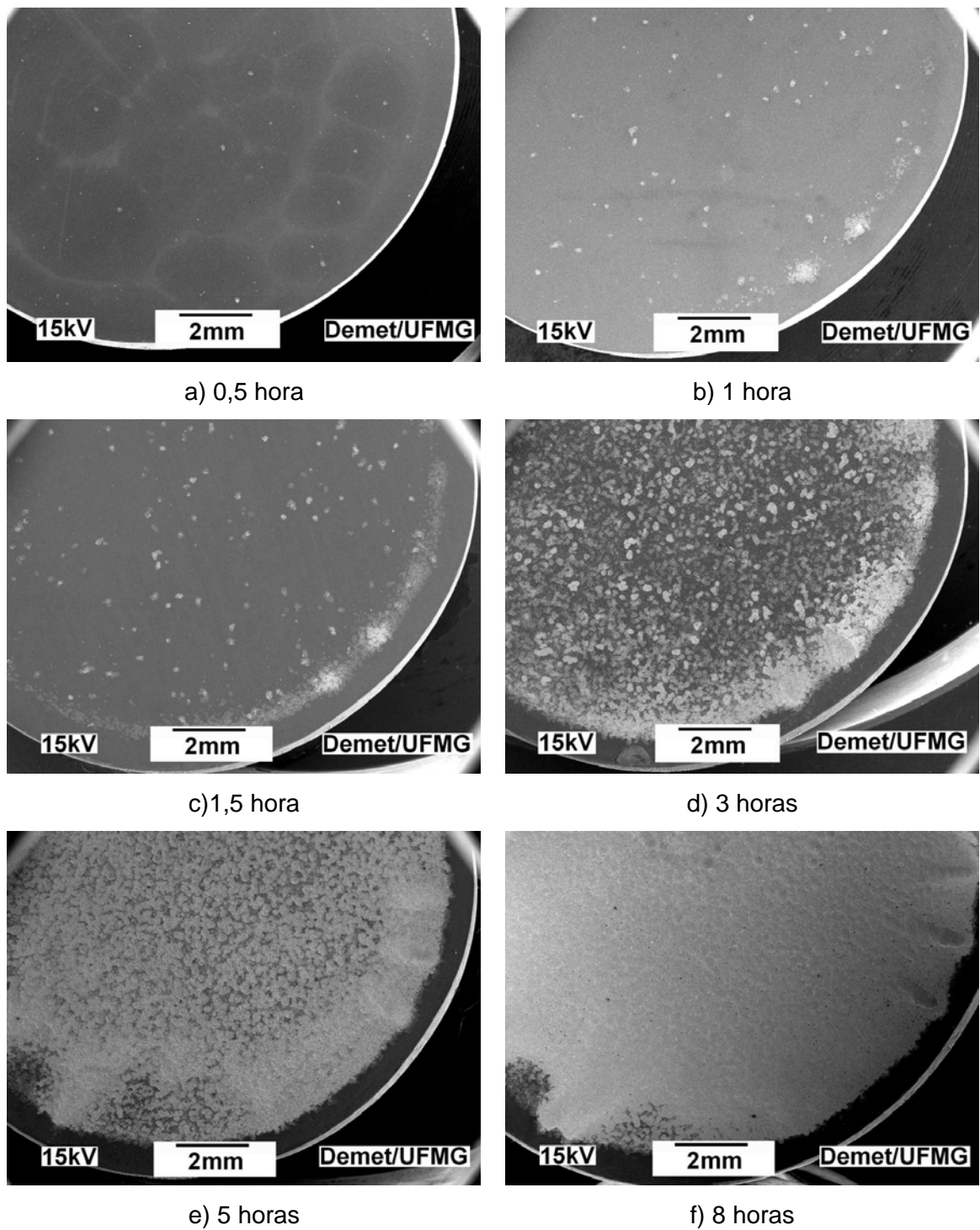


Figura 5.37 - Imagens obtidas no MEV para o conjugado monocamada de Cr-N mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste.

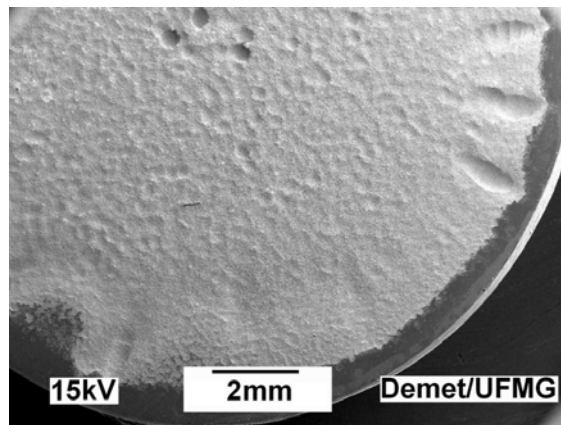
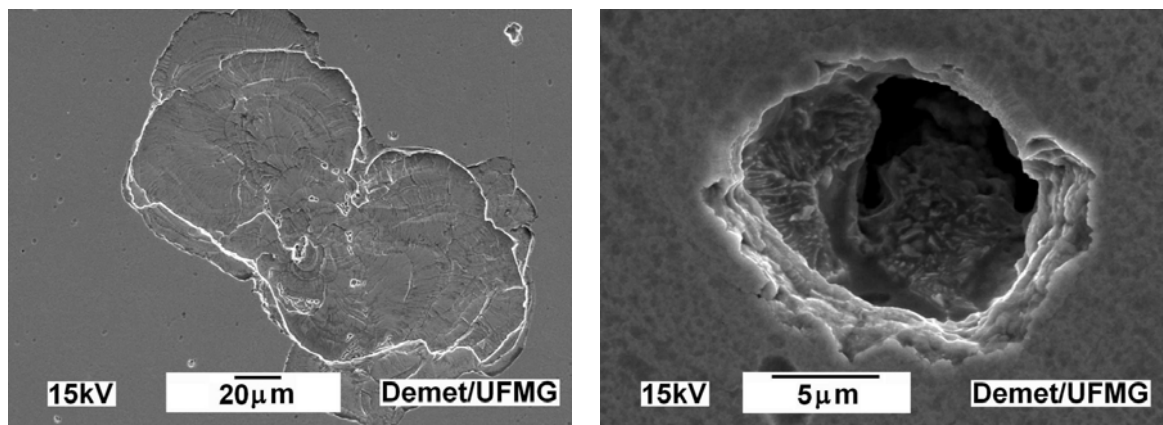


Figura 5.38 - Imagem obtida no MEV para o conjugado monocamada de Cr-N mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste (Cont. 12 horas).



a) Falha coesiva do recobrimento de Cr-N - 0,5 hora

b) Pequena cratera atingindo o substrato - 1,5 hora

Figura 5.39 - Detalhe do início dos danos causados pela erosão no conjugado monocamada de Cr-N.

A Figura 5.40 mostra, em um maior aumento, a evolução dos danos causados pela erosão na superfície do conjugado monocamada de Cr-N. Pode-se perceber que os danos ao recobrimento de Cr-N foram aumentando com o passar do tempo de teste. Os tempos de 1 hora e 1,5 hora são referentes ao período de incubação, claramente os danos estão na sua fase inicial. O tempo de 5 horas se refere ao regime de erosão do recobrimento de Cr-N e o tempo de 12 horas ao regime acelerado do aço, onde os danos são diferenciados por causa da sua menor resistência a erosão.

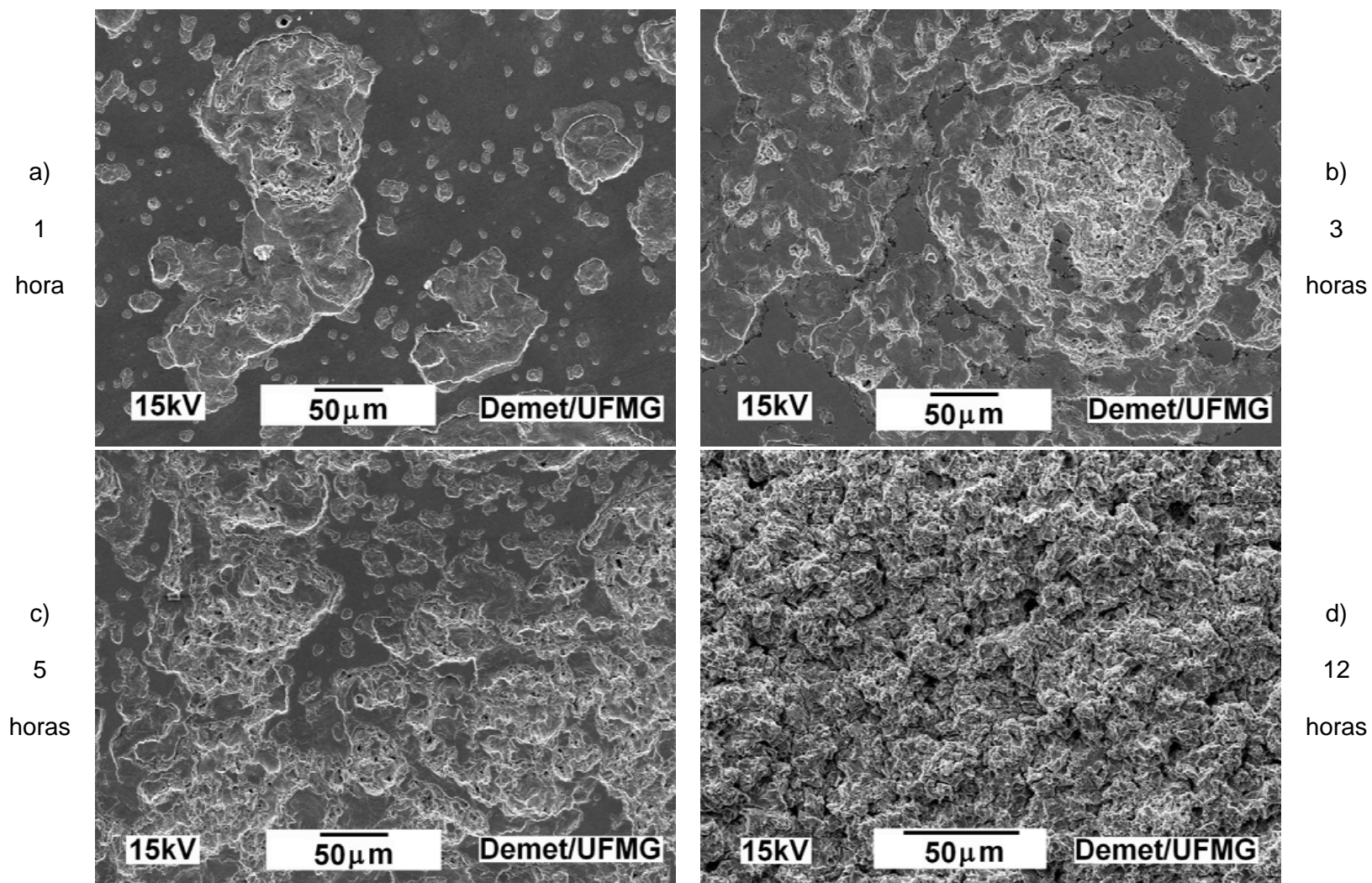


Figura 5.40 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no conjugado monocamada de Cr-N.

Imagens de raios-X da superfície do conjugado monocamada de Cr-N foram realizadas nos tempos de 1,5 hora, 5 horas e 8 horas, com o intuito de demonstrar a presença ou não do recobrimento de Cr-N, o que é confirmado com a presença do elemento Cr. Nota-se na Figura 5.41-a que para o período de incubação (1,5 hora) o cromo está presente quase em sua totalidade. A presença de ferro neste tempo se deve ao tipo de dano causado pela erosão neste conjugado, que é de uma maneira localizada e mais profunda (Figura 5.39-b), atingindo assim o substrato de aço, mas em uma quantidade muito pequena. Isto pode ser confirmado com as análises EDS feitas para a área escolhida na obtenção das imagens de raios-X (Figura 5.42-a).

Uma elevada quantidade de cromo foi ainda detectada pela análise de composição por MEV após 5 horas, indicando que o recobrimento de Cr-N não foi completamente desgastado pelo processo de erosão cavitação (Figuras 5.41-b e 5.42-b). Uma boa correlação entre os resultados de MEV (EDS) e os de análise de regressão linear segmentada contínua foi obtida, e o regime de desgaste intermediário foi associado com o desgaste do recobrimento de Cr-N. A menor taxa de erosão registrado para este estágio confirmou a efetividade do recobrimento de Cr-N no aumento da resistência à erosão cavitação do aço ABNT 1045.

Para tempos de erosão cavitação maiores que 6,05 horas, a taxa de erosão cavitação (8,4mg/h) foi similar à do aço ABNT 1045 (Tabela V-3). Análises de composição para tempos superiores à 5 horas indicaram que o recobrimento foi totalmente desgastado (Figuras 5.41-c e 5.42-c), pois não apresentou a presença do elemento Cr.

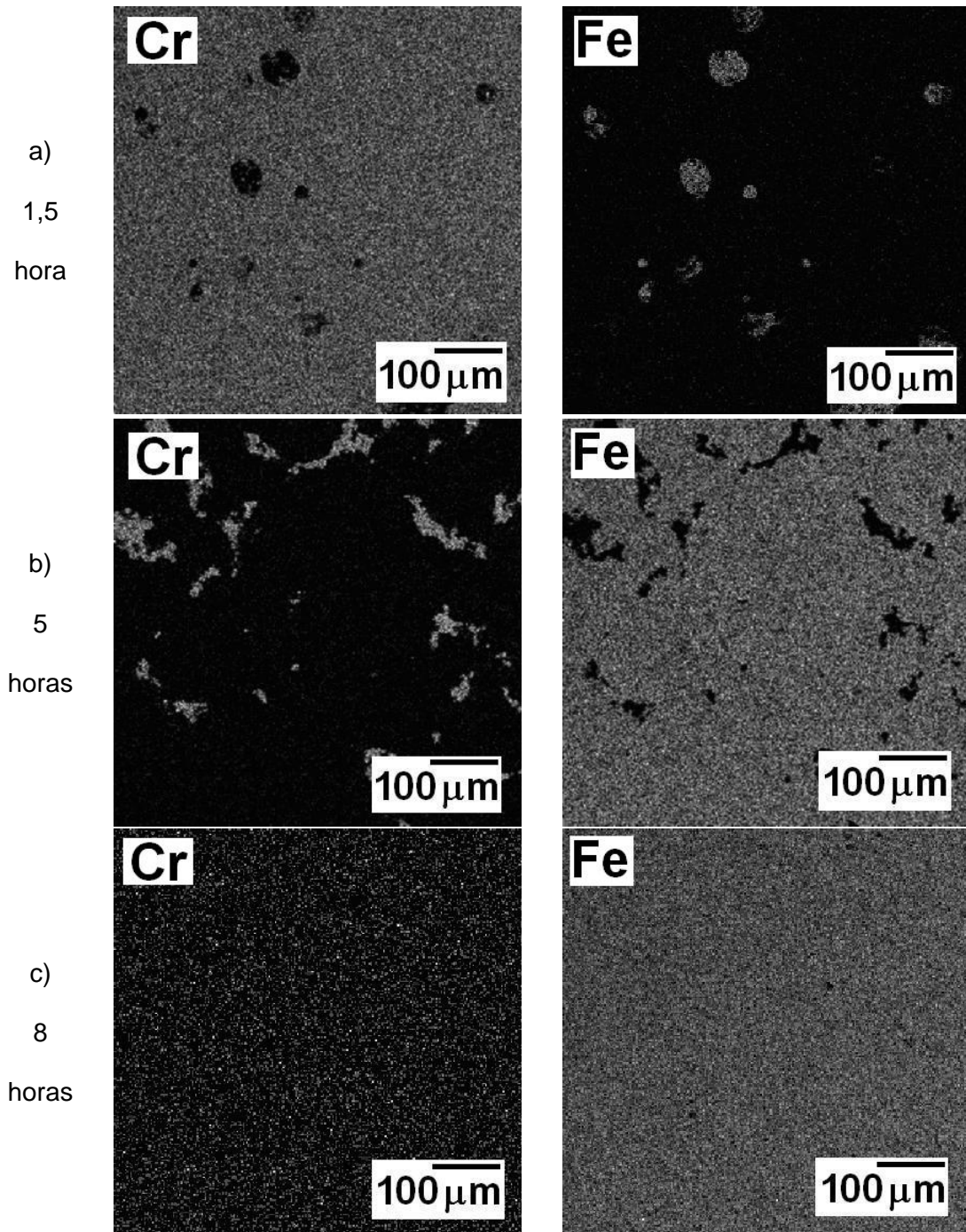


Figura 5.41 - Imagens de raios-X dos elementos Cr e Fe para o conjugado monocamada de Cr-N em 1,5 hora, 5 horas e 8 horas de teste.

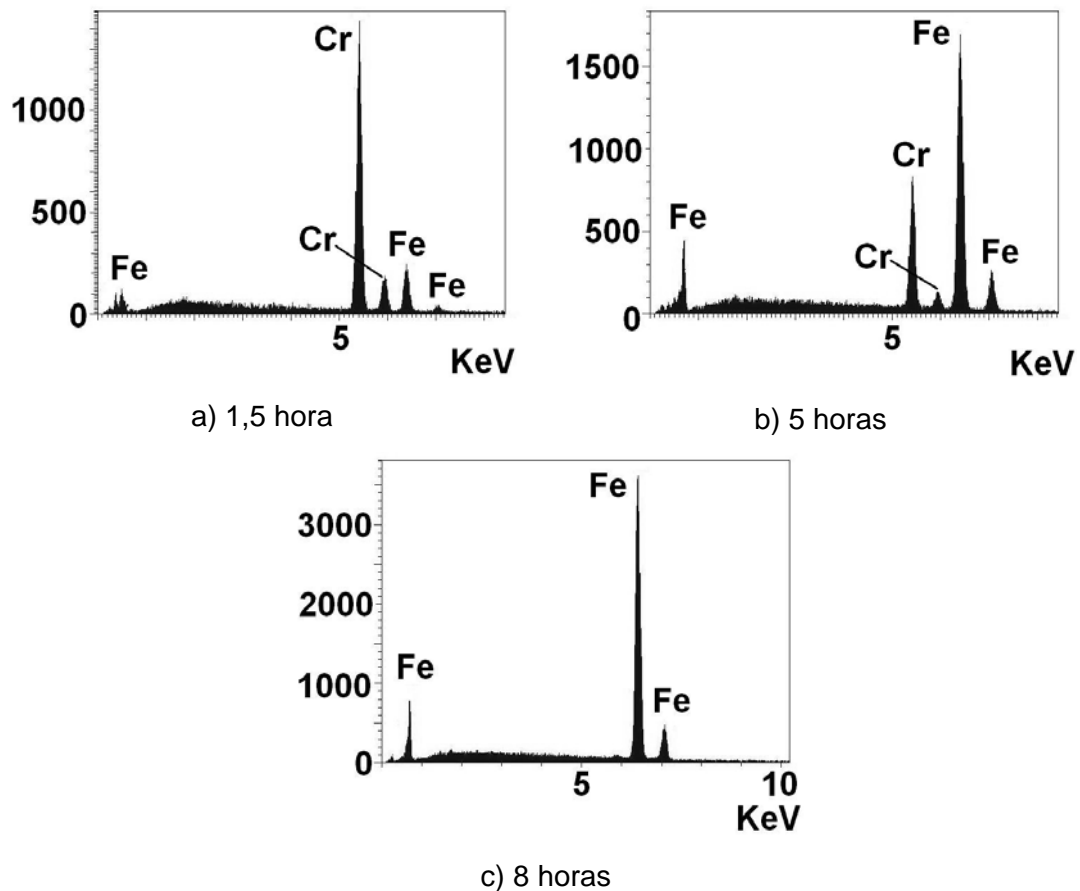


Figura 5.42 - Análises de EDS, feitas nas regiões escolhidas para as imagens de raios-X, para o conjugado monocamada de Cr-N em 1,5 hora, 5 horas e 8 horas.

5.2.3.4 - Sistema Conjugado Dúplex de Cr-N

Para o conjugado dúplex de Cr-N, as análises estatísticas corroboraram a existência de cinco regimes distintos (Figuras 5.23 e 5.43), o que poderia ser atribuído a uma estrutura mais complexa compreendendo as camadas de recobrimento por PAPVD e nitrada. Assim, todos os termos mostrados na Equação 5.1 foram incluídos neste modelo. O período de incubação (primeiro regime) foi dividido em dois estágios, pois com este procedimento um melhor ajuste do modelo proposto aos pontos experimentais foi obtido. Esta aproximação permitiu calcular o tempo de incubação com uma melhor precisão estatística.

Como o período de incubação é caracterizado por uma pequena e/ou desprezível perda de massa, é esperado que o desgaste não aconteça homogeneamente nas superfícies contendo asperezas a nível microscópico, mas somente em picos isolados ou

plasticamente deformados ou removidos dela durante o estágio inicial do processo de erosão.

Desta forma, para o conjugado dúplex, as Equações 5.2 e 5.3 descrevem o período de incubação, a Equação 5.4 a erosão cavitacional do recobrimento de Cr-N, a Equação 5.5 a erosão da região correspondente ao aço nitretado e a Equação 5.6 ao regime de erosão acelerada do aço “modificado” devido a nitretação.

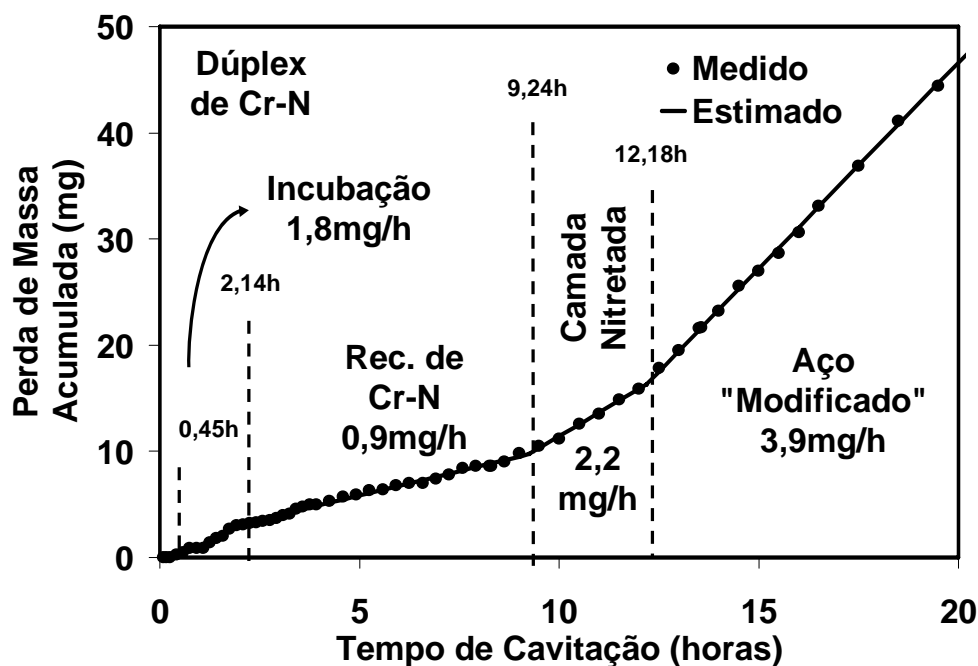


Figura 5.43 - Regressão linear segmentada contínua para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

As Figuras 5.45 e 5.46 mostram as imagens obtidas por MEV para a evolução dos danos causados pela erosão ao conjugado dúplex de Cr-N. Nota-se que, nos tempos de 0,5 hora, 1 hora e 1,5 hora, os danos estão em sua fase inicial (período de incubação) e que não apresentam nenhuma região preferencial para a criação de outros danos. Ou seja, este conjugado possui o mesmo comportamento inicial do sistema nitretado (Figura 5.44-a, b e c).

Para o regime de erosão do recobrimento (3 horas, 5 horas e 8 horas) observa-se que os danos cavitacionais vão se espalhando por toda a superfície até cobri-la quase que completamente (Figura 5.44-d, e e f).

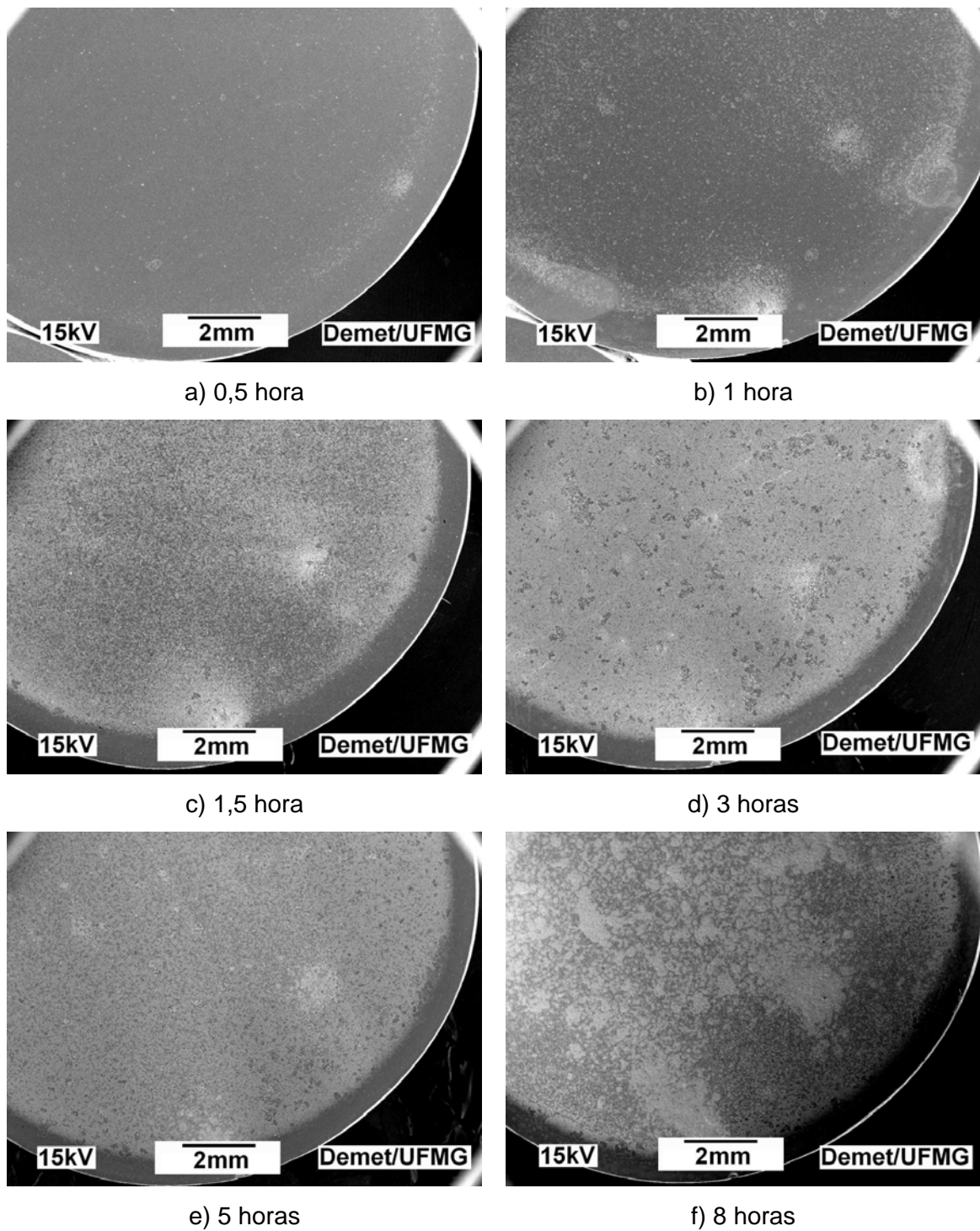


Figura 5.44 - Imagens obtidas no MEV para o conjugado dúplex de Cr-N mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste.

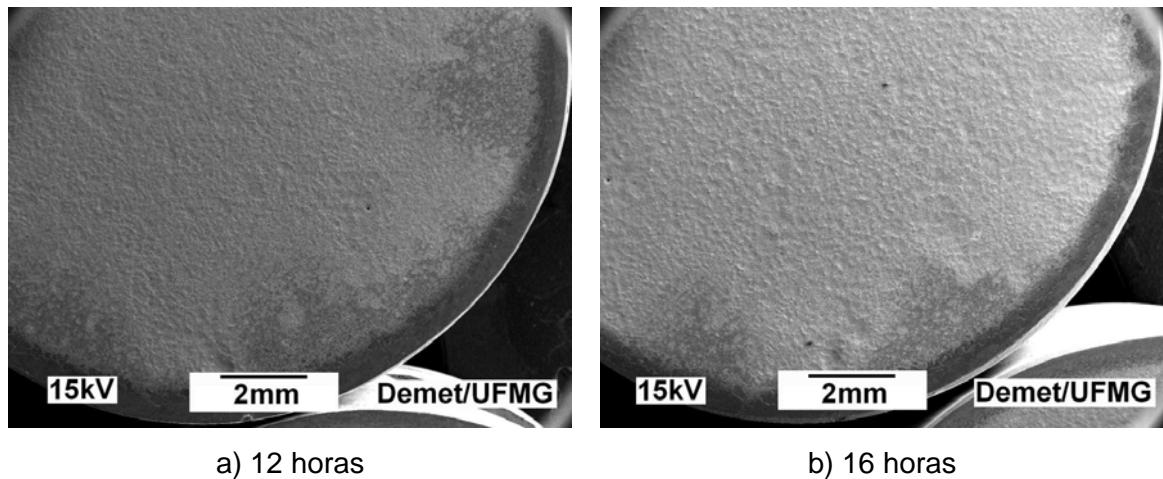


Figura 5.45 - Imagens obtidas no MEV para o conjugado dúplex de Cr-N mostrando a evolução dos danos com o tempo de teste (Cont.).

Para o tempo de 12 horas, cujo regime dominante é o da camada nitretada, pode-se perceber a ausência do recobrimento e os primeiros danos mais profundos na superfície (Figura 5.45-a).

Finalmente, para o tempo de 16 horas de teste (Figura 5.45-b), onde se tem o regime dominante do aço "modificado", nota-se a maior presença de defeitos, mas não tão profundos quanto nos outros sistemas como o aço e o conjugado monocamada.

Para uma melhor visualização a Figura 5.46 mostra os detalhes dos danos causados ao recobrimento de Cr-N e à superfície para o período de incubação. Estes danos iniciais do recobrimento apresentam-se de maneira análoga ao conjugado monocamada de Cr-N, ou seja, este é um comportamento característico do recobrimento de Cr-N. Os primeiros danos são os de falha coesiva do recobrimento. Nota-se um aumento dos danos de 0,5 hora para 1,5 hora de teste, isto pode ser visualizado nas imagens à direita desta figura, que estão em mesma escala. À direita desta figura estão imagens com aumento ainda maior para mostrar os detalhes destas falhas coesivas no recobrimento de Cr-N.

A região de erosão do recobrimento de Cr-N também é mostrada em detalhes na Figura 5.47. É perceptível o aumento dos danos cavitacionais no recobrimento de 3 horas para 5 horas. As imagens à esquerda estão em mesma escala e à direita em escalas deferentes, aumentos maiores. Nota-se, nas figuras à esquerda que o substrato já é atingido pela erosão, pois a estrutura do aço é exibida, pode-se notar a presença de

perlita no fundo das crateras criadas. É interessante ressaltar que os danos, mesmo alcançando o substrato, não são profundos.

Imagens de MEV de maior aumento, para o regime de erosão do aço nitretado, são mostradas na Figura 5.48-a. Nota-se a presença de relevos e de algumas crateras mais profundas.

Para tempos mais longos de teste o tipo de dano causado pela erosão é análogo a outro sistema, mas neste caso ao sistema nitretado. Ou seja, quando o aço “modificado” é atingido ele ainda possui uma certa resistência em relação à erosão não apresentando regiões preferenciais para criação de novos danos (Figura 5.48-b).

O período total de incubação (dois regimes) teve a duração de 2,14 horas no conjugado dúplex de Cr-N com uma taxa de 1,18mg/h (Figura 5.43 e Tabela V-3). As imagens de raios-X para os elementos Cr e Fe mostram, para 2 horas, a alta concentração de Cr, confirmando a presença quase que total do recobrimento de Cr-N (Figuras 5.49 e 5.51).

Para tempos superiores ao período de incubação (entre 2,14 horas e 9,24 horas), uma taxa de erosão muito baixa foi determinada (0,9mg/h) (Figura 5.43 e Tabela V-3). As imagens de raios-X, para o tempo de erosão de 5 horas, ainda indicaram a presença muito elevada de Cr (Figuras 5.49 e 5.51). Este segundo regime de desgaste foi atribuído ao recobrimento de Cr-N. Como a taxa de erosão cavitação exibida pelo recobrimento de Cr-N no conjugado monocamada foi muito mais alta (4,4mg/h), esta taxa muito baixa de erosão obtida no sistema dúplex (0,9mg/h) indicou que o tratamento de nitretação a plasma, antes do recobrimento por PAPVD, foi efetivo na redução da taxa de erosão cavitação do recobrimento de Cr-N. A camada nitretada aumentou a resistência mecânica do sistema e resultou em uma taxa de erosão cavitação mais baixa para períodos longos de tempo, confirmando que o tratamento de nitretação a plasma anterior a deposição do recobrimento aumentou a resistência a erosão cavitação.

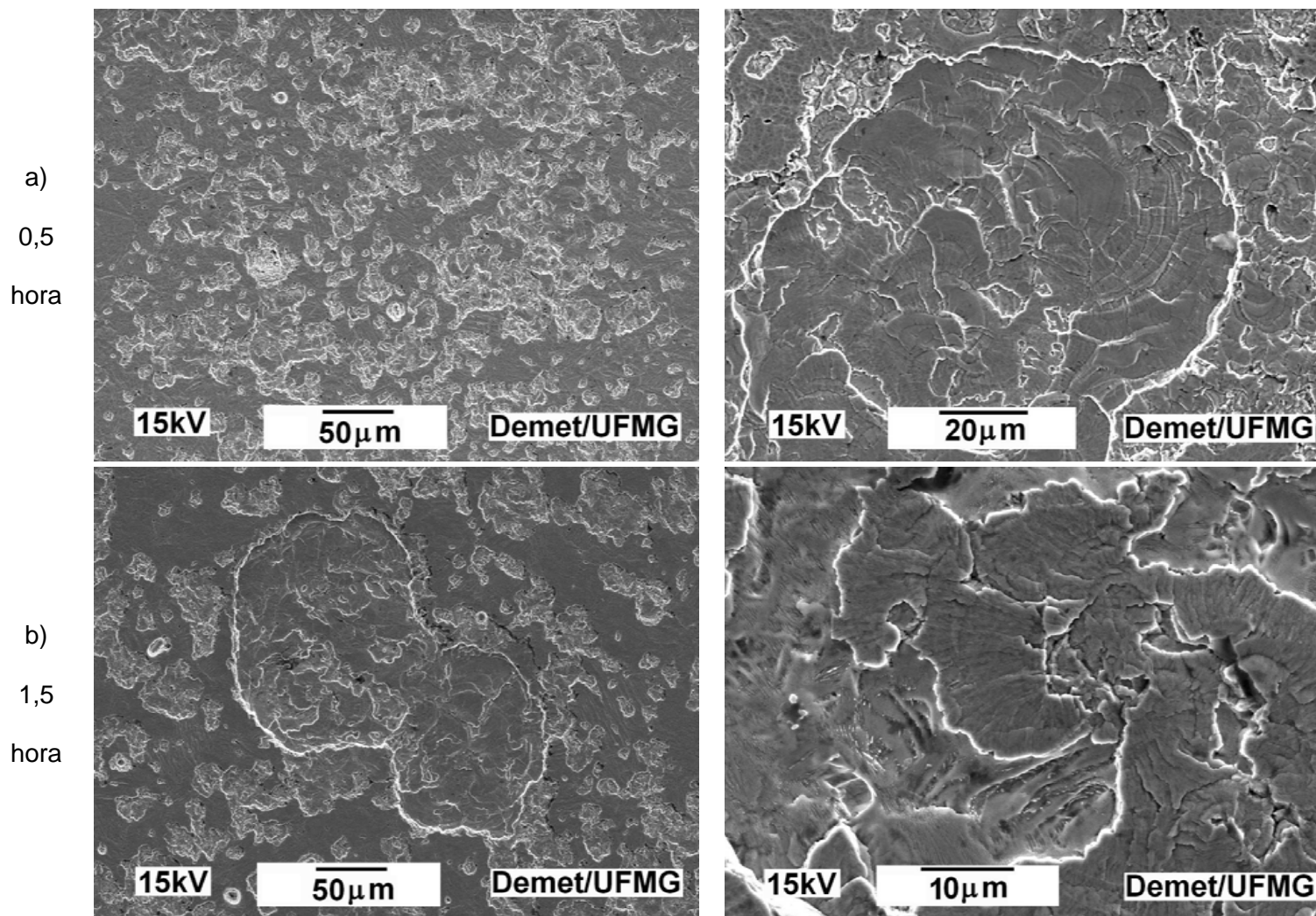


Figura 5.46 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no conjugado dúplex de Cr-N.

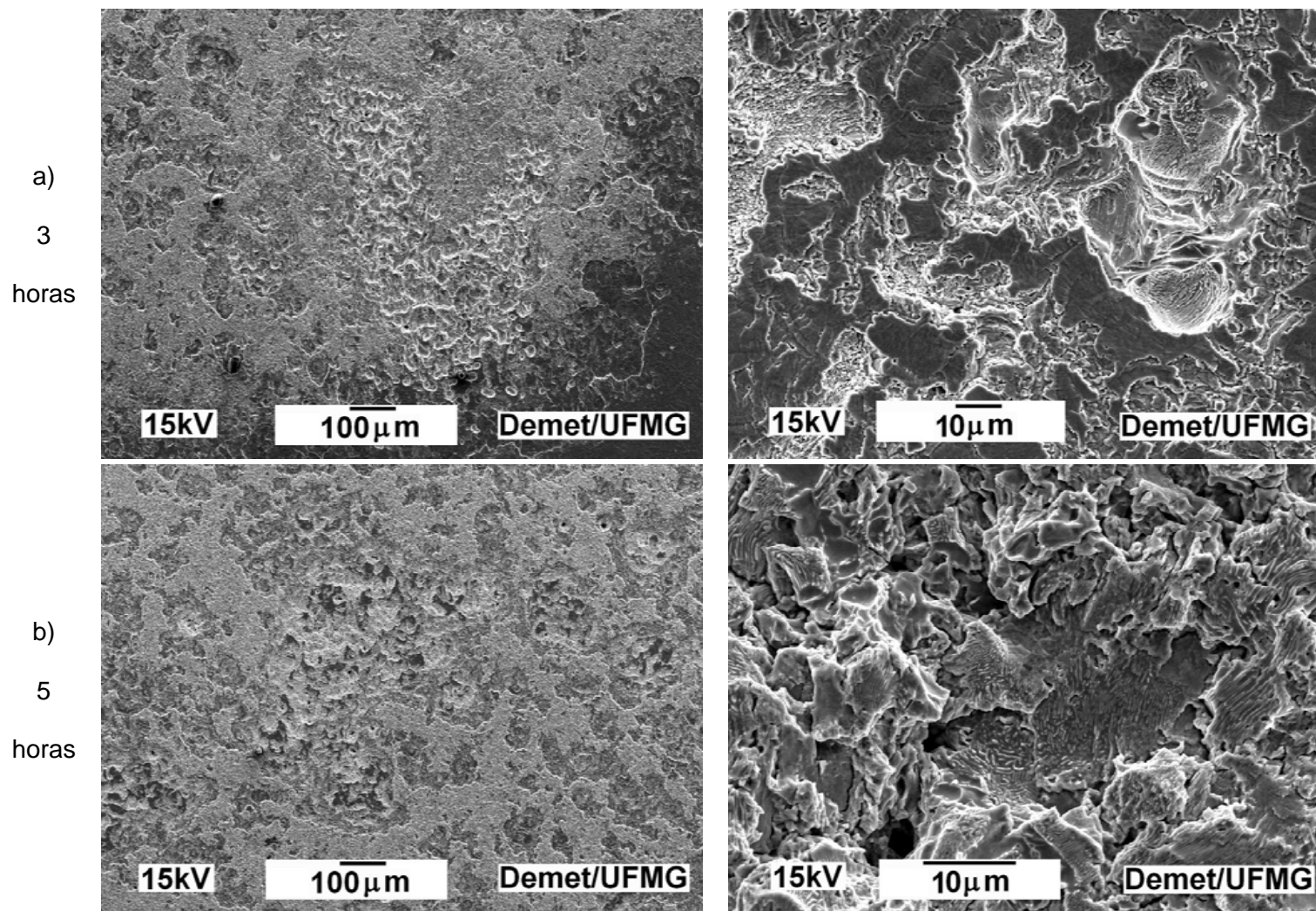


Figura 5.47 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no conjugado dúplex de Cr-N.

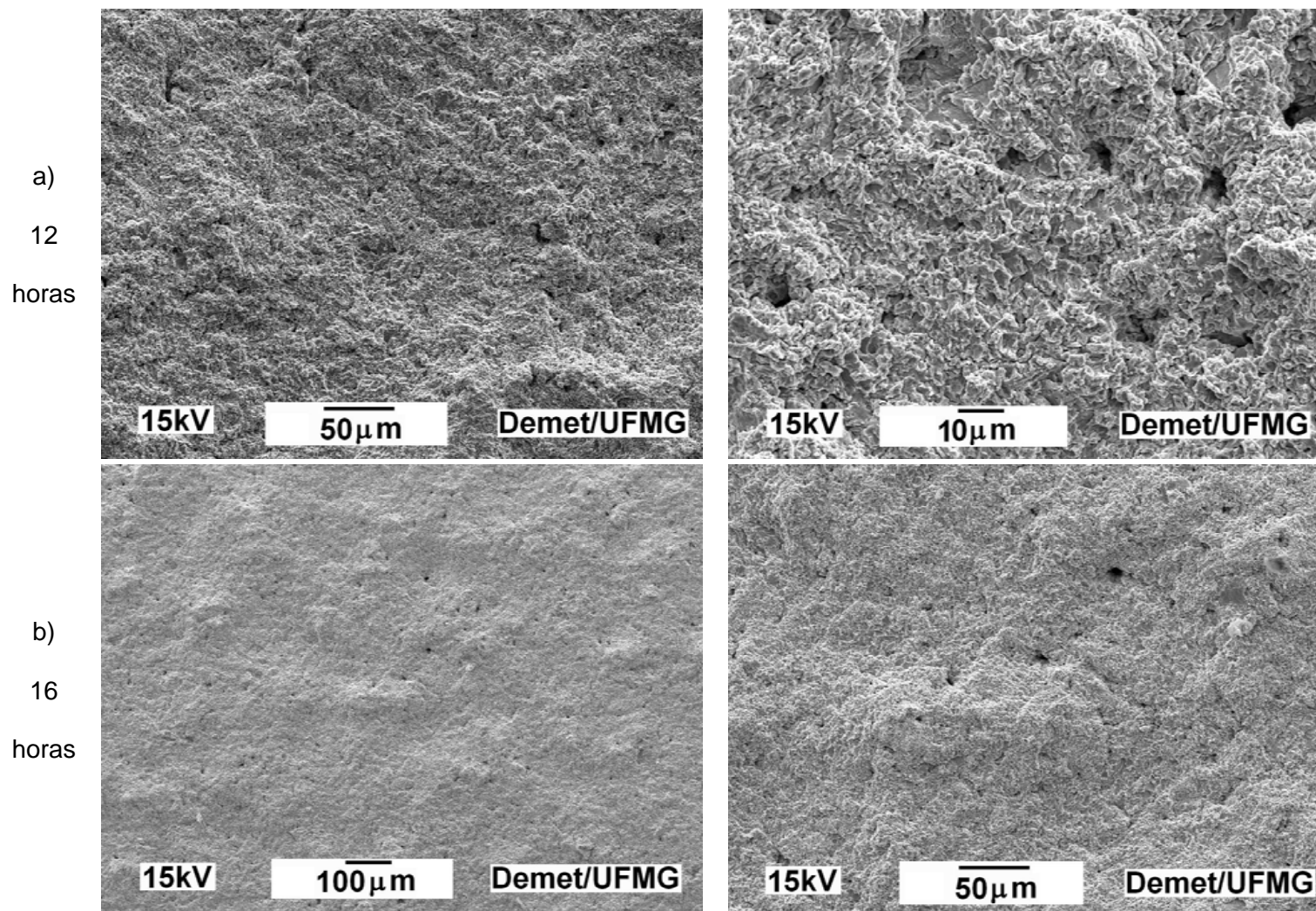


Figura 5.48 - Detalhes dos danos causados pela erosão cavitacional no conjugado dúplex de Cr-N.

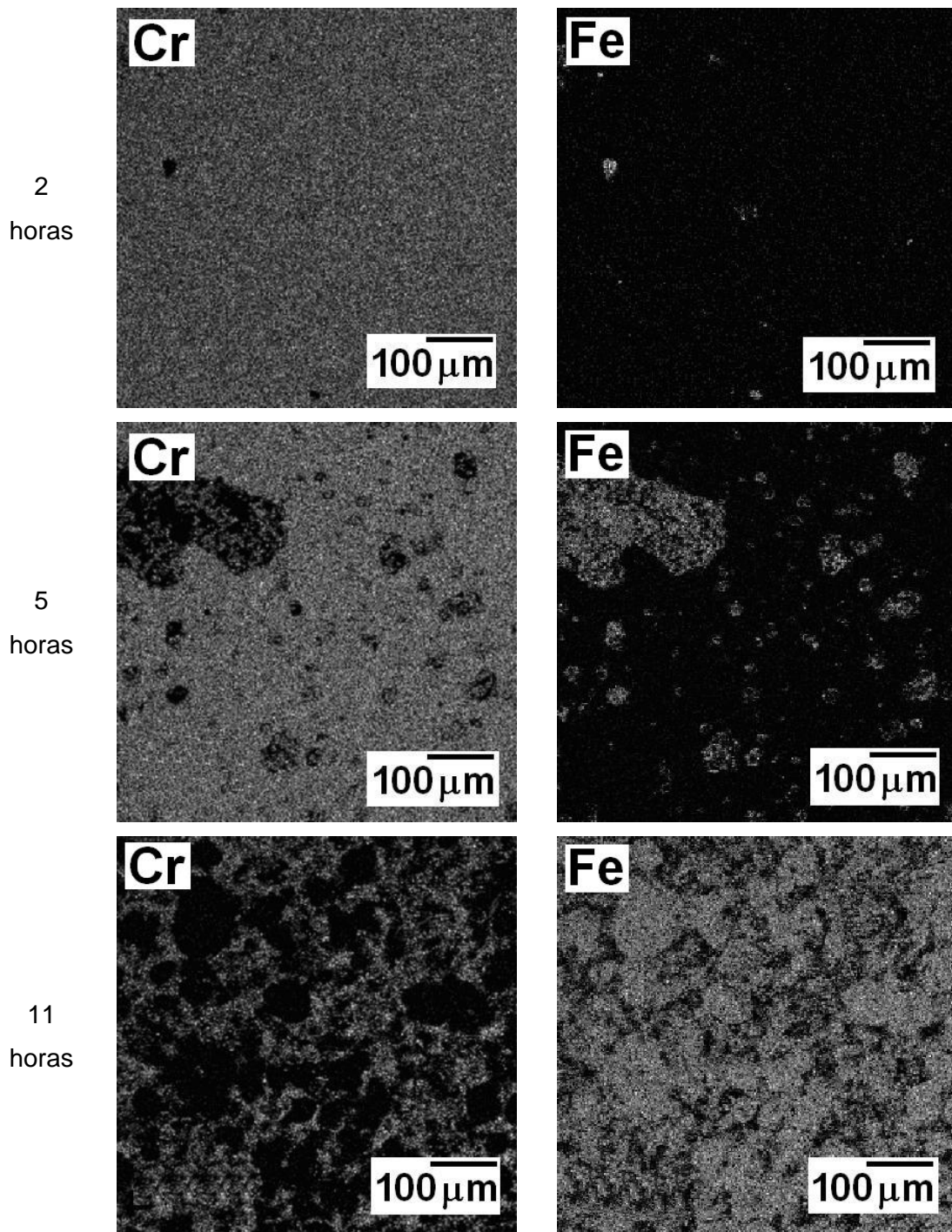


Figura 5.49 - Imagens de raios-X de Cr e Fe para o conjugado dúplex de Cr-N.

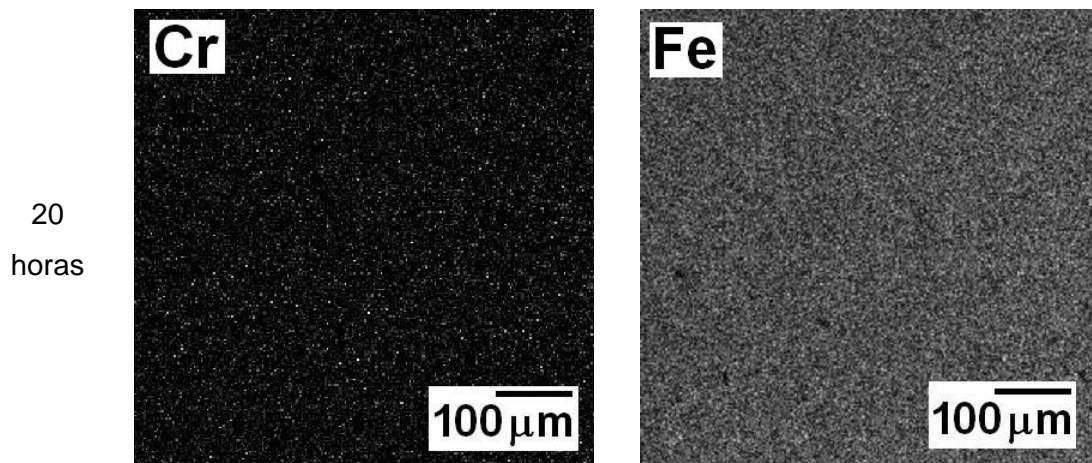


Figura 5.50 - Imagens de raios-X de Cr e Fe para o conjugado dúplex de Cr-N (Cont.).

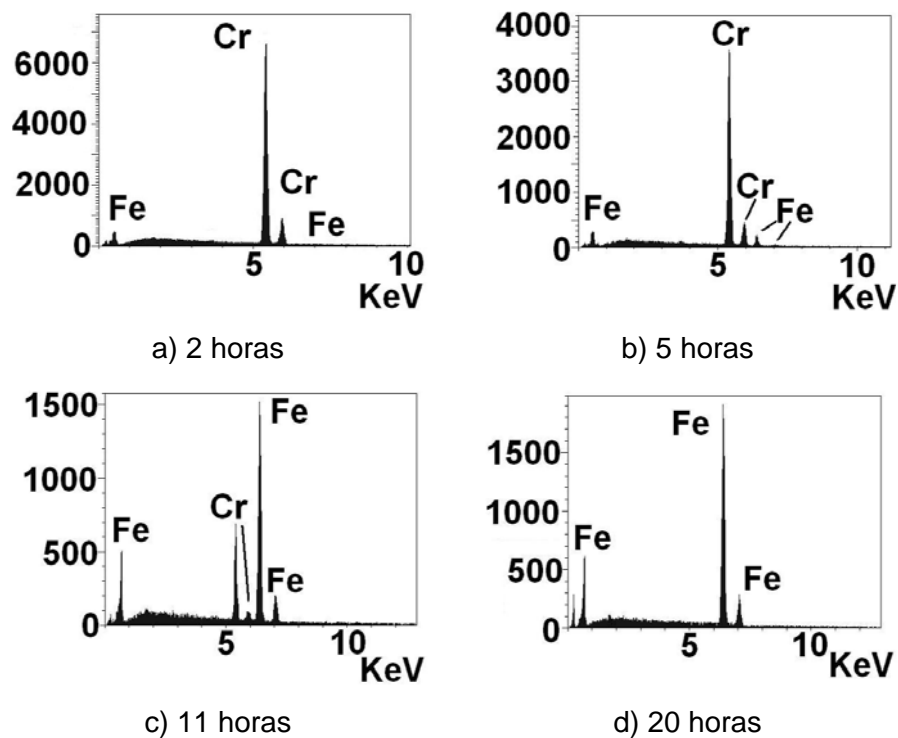


Figura 5.51 - Análises de EDS, feitas nas regiões escolhidas para as imagens de raios-X, para o conjugado monocamada de Cr-N em 1,5 hora, 5 horas e 8 horas.

De maneira semelhante ao sistema nitretado, o conjugado dúplex também revelou um terceiro regime de desgaste. A taxa de erosão determinada para este regime (2,2mg/h) foi similar ao obtido para o aço nitretado a plasma (Figura 5.43 e Tabela V-3), mas este regime se estendeu de 9,24 horas até 12,18 horas para o conjugado dúplex, contra 3,4 horas até 6,4 horas para o monocamada. Imagens de raios-X (Figuras 5.49 e 5.51) obtidas após um tempo de erosão de 11 horas mostraram somente

uma pequena quantidade de Cr, indicando que a superfície exposta era principalmente do substrato nitretado. A baixa taxa de erosão do terceiro regime poderia ser atribuída assim a pequenas quantidades do recobrimento de Cr-N e a dureza da camada nitretada.

Depois disto, um estágio acelerado de erosão (quarto regime) ocorreu no conjugado dúplex, sendo caracterizado por uma alta taxa de erosão (3,9mg/h) (Figura 5.43 e Tabela V-3). Somente o Fe foi detectado depois de um tempo de 20 horas de erosão (Figuras 5.50 e 5.51). A taxa de erosão registrada para este último regime foi ainda menor que a do aço ABNT 1045 e do sistema monocamada (ambos 8,4mg/h), sugerindo que o desgaste cavitacional ainda esteja restrito à camada nitretada, como previamente registrado para o sistema nitretado. A presença de nitretos e nitrogênio em solução sólida, aumentando a resistência mecânica, provavelmente reduziu o desgaste da erosão cavitacional do substrato de aço nesta quarta fase.

Embora a taxa de erosão cavitacional determinada para o período de incubação (segundo estágio) no revestimento Cr-N do conjugado dúplex tenha sido mais alta do que as obtidas para os outros sistemas, é interessante notar o longo tempo associado ao regime de desgaste seguido após o período de incubação (até 9,24 horas) o qual teve uma taxa de erosão muito baixa (0,9mg/h, Figura 5.43 e Tabela V-3). Tendo em mente que o teste de erosão cavitacional vibratória simula um processo de erosão acelerado, o conjugado dúplex de Cr-N parece ser um conjugado promissor a ser usado em aplicações reais. Este recobrimento também exibiu as mais baixas taxas de erosão em regimes subseqüentes de desgaste, até mesmo no final (estágio de erosão acelerado).

Comparando o processo de deposição de Cr-N com o de nitretação, conclui-se da importância dos dois procedimentos, desde que em relação ao aço, ambos levaram a um melhor desempenho. No entanto, comparando a nitretação com a deposição do recobrimento de Cr-N, conclui-se que a nitretação aumentou mais a resistência à erosão cavitacional, conclusão esta baseada nas inferiores taxas de desgaste determinadas para o sistema nitretado relativo ao conjugado monocamada de Cr-N. Tem-se a mesma conclusão considerando o tempo de incubação.

Tabela V-3 - Taxas de erosão cavitação e intervalos de tempo dos diferentes regimes para os quatro sistemas estudados.

| Sistemas | | Aço | Aço | Mono | Dúplex |
|-----------|-------------------|-----------|-----------|-------------|--------------|
| | | ABNT 1045 | Nitretado | de Cr-N | de Cr-N |
| 1º Regime | Taxa (mg/h) | 2,82±0,06 | 0,12±0,05 | 0,44±0,04 | 0,46±0,06 |
| | Intervalo (horas) | 0 a 1,23 | 0 a 3,4 | 0 a 3,56 | 0 a 0,45 |
| 2º Regime | Taxa (mg/h) | 8,4±0,1 | 2,0±0,3 | 4,4±0,2 | 1,8±0,1 |
| | Intervalo (horas) | 1,23 a 8 | 3,4 a 6,4 | 3,56 a 6,05 | 0,45 a 2,14 |
| 3º Regime | Taxa (mg/h) | *** | 5,2±0,6 | 8,4±0,3 | 0,9±0,2 |
| | Intervalo (horas) | *** | 6,4 a 20 | 6,05 a 20 | 2,14 a 9,24 |
| 4º Regime | Taxa (mg/h) | *** | *** | *** | 2,2±0,2 |
| | Intervalo (horas) | *** | *** | *** | 9,24 a 12,18 |
| 5º Regime | Taxa (mg/h) | *** | *** | *** | 3,9±0,3 |
| | Intervalo (horas) | *** | *** | *** | 12,18 a 20,5 |

Incubação

Camada nitretada

Recobrimento de Cr-N

Aço

O grande ganho em relação à erosão cavitação foi, entretanto, obtido com a mistura dos dois procedimentos: nitretação a plasma e recobrimentos de Cr-N processado por PAPVD. Isto se deveu a dois principais fatores: além de se alcançar maiores durezas na superfície, obteve-se uma profundidade maior de endurecimento (Item 5.1.5). E, em acréscimo a estes fatores, provavelmente tensões compressivas foram introduzidas durante a nitretação, o que garantiu a superioridade deste conjugado relativo aos demais.

Para os sistemas que sofreram nitretação, ou seja, o sistema nitretado e o sistema conjugado dúplex de Cr-N, o último regime, que é o estágio acelerado de erosão do aço, nestes casos, foi chamada de estágio de erosão acelerado do aço “modificado”. Nota-se que as taxas de erosão para os regimes de desgaste “nitretado” estão muito próximas; 2,0mg/h para o sistema nitretado e de 2,23mg/h para o conjugado dúplex de Cr-N. Ainda, para os regimes de erosão dos “aços modificados” a taxa é de 5,2mg/h

para o sistema nitretado e de 3,88mg/h para o conjugado dúplex de Cr-N, também são próximas (Tabela V-3).

As taxas de erosão para os estágios acelerados de erosão no aço, em sistemas onde não houve a nitretação a plasma, ou seja para os sistemas aço e conjugado monocamada de Cr-N, foram iguais a 8,4 mg/h para ambos, ou seja, maiores que para o regime de erosão dos “aços modificados”. É interessante notar que o comportamento do sistema conjugado de Cr-N, neste regime, é bastante similar ao do sistema aço, pois suas taxas de erosão foram iguais, mas a deposição aumentou o tempo para o qual o sistema está sujeito a taxas de erosão muito baixas, de aproximadamente 6 horas (Tabela V-3).

Todos os regimes, de todos os sistemas, foram relacionados com estágios de erosão cavitacional e, alguns deles se equivaleram, como no caso dos estágios nitretados, dos estágios do aço e do aço “modificado”. Para os sistemas conjugados monocamada e dúplex de Cr-N, os estágios acelerados de erosão cavitacional referente ao recobrimento foram surpreendentemente diferentes. Observa-se que a taxa de erosão cavitacional correspondente ao regime de erosão do recobrimento para o sistema conjugado dúplex de Cr-N (0,9mg/h) é menor do que deste mesmo regime para o sistema conjugado monocamada de Cr-N (4,4mg/h) (Tabela V-3). O fato do recobrimento de Cr-N estar apoiado sobre um substrato nitretado modificou a resposta deste regime de desgaste.

5.2.4 – Determinação do Tempo de Incubação

A Norma ASTM-G32 (ASTM, 1995) define o tempo de incubação (t_i) como sendo o tempo inicial no processo de erosão cavitacional no qual a taxa de erosão é igual a zero ou desprezível, comparado com outros estágios. Esta norma também estabelece o tempo de incubação nominal (t_{in}), como o intercepto ao eixo tempo de uma linha reta tangente à inclinação máxima da curva. Utiliza-se o gráfico de perda de massa acumulada versus tempo de exposição na determinação destes parâmetros. Mas, como discutido no Item 3.2.4, este procedimento pode proporcionar erros muito grandes, pois a determinação da taxa máxima de erosão é problemática (MEGED, 2002).

Meged (2002) propôs utilizar a função distribuição cumulativa de Weibull (Equação 3.2) para a descrição da curva de profundidade de erosão com o tempo de incubação. Os resultados estão indicados na Tabela V-4. Para a construção destes dados utilizou-se apenas a densidade do aço ($\rho=7,85\text{g/cm}^3$). Análises estatísticas desta função para todos os dados experimentais mostraram que não houve um bom ajuste desses dados ao modelo proposto (Equação 3.2), uma vez que a análise de resíduos não apresentou uma distribuição constante dos resíduos com média zero e variância σ^2 (Anexo B). Observa-se que este resultado decorre principalmente para tempos maiores. Este fato pode ser observado na Figura 5.52.

A partir da função de Weibull ajustada aos pontos experimentais, determinou-se o tempo de incubação nominal (t_{in} - Equações 3.2 e 3.3) e definiu-se uma nova metodologia de determinação do tempo de incubação, definido como sendo o tempo associado a uma profundidade média de erosão (PME) igual a $1\mu\text{m}$ (TLE, tempo limite de erosão). Os resultados obtidos estão indicados na Tabela V-4.

Nota-se nos resultados da Tabela V-4 que todos os valores encontrados para os tempos de incubação, utilizando-se as diversas metodologias propostas, indicaram que os valores dos tempos de incubação (TLE) foram menores do que os valores t_{in} , definidos a partir do intercepto ao eixo tempo da inclinação máxima da curva perda de massa versus tempo de cavitação. Isto também pode ser visto na Figura 5.52 onde mostra as distribuições de Weibull ajustadas para os valores experimentais.

As análises estatísticas de regressão linear segmentada contínua utilizadas neste trabalho, para a descrição da curva perda de massa versus tempo de erosão cavitacional (Item 5.2.3), também possibilitaram o desenvolvimento de uma nova abordagem para se determinar o tempo de incubação (Tabela V-4). Como esta análise estatística foi capaz de determinar e separar as taxas de erosão cavitacional para os diversos regimes e os respectivos pontos onde estas taxas variavam, o tempo de incubação, correspondente ao primeiro regime de desgaste, foi determinado com maior precisão, desde que este tempo foi definido estatisticamente.

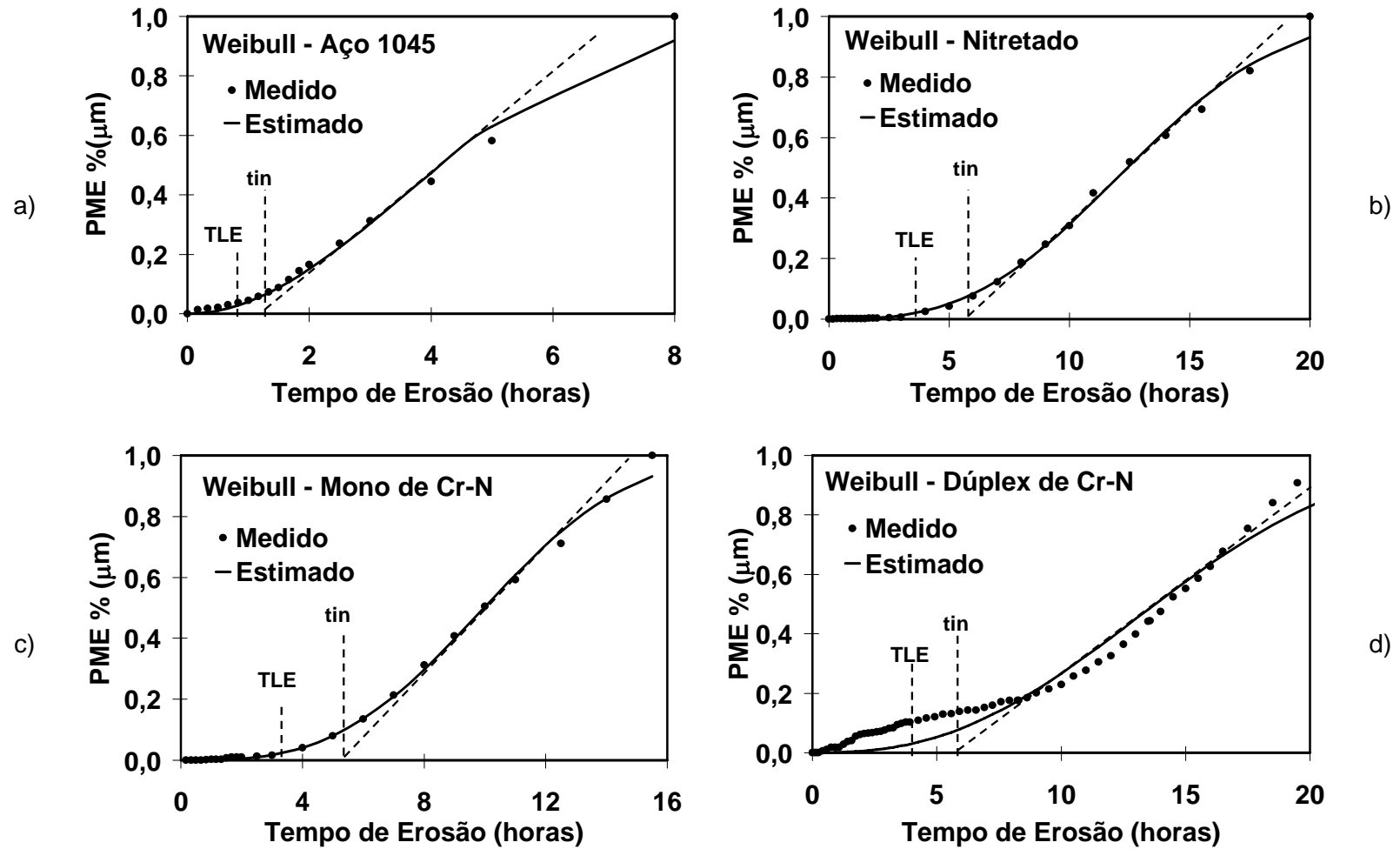


Figura 5.52 - Gráficos para a determinação do tempo de incubação utilizando-se a distribuição de Weibull e a abordagem de Meged (2002). (a) Sistema aço, (b) Sistema nitretado, (c) Conjugado monocamada de Cr-N e (d) Conjugado dúplex de Cr-N.

Comparando-se os valores dos tempos de incubação, determinados pela regressão linear segmentada, com os outros valores determinados, nota-se uma maior proximidade com os valores determinados para TLE (Tabela V-4-verde), com exceção do sistema aço, que ficou mais próximo do valor determinado pela distribuição cumulativa de Weibull (Tabela V-4-amarelo). Para o aço, observou-se que no tempo de incubação obteve-se uma maior perda de massa. Provavelmente, este fato levou o tempo de incubação TLE ser menor, desde que a profundidade de $1\mu\text{m}$ é definida em termos do volume desgastado (perda de massa/densidade) por uma determinada área.

Tabela V-4 - Resultados dos tempos de incubação nominal (t_{in}), tempo limiar de erosão (TLE), tempo de incubação (t) propostos por Meged (2002) e obtidos pela análise de regressão linear segmentada contínua.

| | | Sistemas | | Conjugados | |
|-------------------------------|-----------------|-----------|-----------|------------|-------------|
| | | Aço | Nitretado | Mono Cr-N | Dúplex Cr-N |
| Weibull | t_{in} (h) | 1,21±0,07 | 6,1±0,3 | 5,3±0,3 | 5,9±0,3 |
| Meged (em $1\mu\text{m}$) | TLE (h) | 0,79±0,04 | 3,6±0,2 | 3,0±0,2 | 4,1±0,2 |
| Regressão Segmentada | t-regressão (h) | 1,23±0,02 | 3,4±0,3 | 3,56±0,07 | 2,14±0,1 |

Como indicado no Anexo B, os ajustes dos dados experimentais a um modelo de regressão segmentada, para os conjugados em estudo, mostraram-se mais adequados para a determinação do tempo de incubação do que aqueles realizados para a distribuição de Weibull.

Observando-se a Tabela V-4, nota-se que os valores determinados para os tempos de incubação, calculados a partir de todos os modelos, foram maiores quando o substrato recebeu algum tipo de modificação superficial, seja nitretação ou recobrimento de Cr-N, ou uma combinação de ambos. O menor tempo de incubação foi encontrado para o sistema aço, seguido do conjugado dúplex, do sistema nitretado e do conjugado monocamada de Cr-N.

Para se aumentar o tempo de incubação do aço ABNT 1045 qualquer tratamento superficial foi eficiente. A nitretação aumentou em quase três vezes este tempo, o mesmo acontecendo se no caso da deposição de um recobrimento de Cr-N. As modificações superficiais assim, além de aumentar o tempo de incubação, diminuíram as taxas de erosão associadas a este regime e a dos regimes subsequentes.

Pode-se concluir que a resistência à erosão cavitacional de aços pode ser melhorada através de dois tratamentos: nitretação a plasma e recobrimento por PAPVD. Embora o tratamento de nitretação a plasma aumente a rugosidade da superfície, a resistência à erosão cavitacional não foi adversamente afetada. Além disso, os resultados mostraram claramente que a deposição de revestimentos PAPVD somente forneceu uma melhoria limitada no desempenho da erosão do substrato de aço. A nitretação a plasma foi mais eficiente em aumentar a resistência à erosão cavitacional, mostrando que não somente camadas duras mas também a produção de um endurecimento com profundidade são exigidas para reduzir o desgaste promovido pelo processo de erosão cavitacional.

5.3 - Monitoramento por Perfilometria 3-D do Processo de Erosão por Cavitação Vibratória dos Sistemas

Esta etapa de perfilometria foi dividida em três partes:

- Perfilometria inicial dos sistemas - para caracterização das texturas topográficas iniciais dos sistemas estudados e a influência da mesma no desempenho destes sistemas na erosão cavitacional;
- Perfilometria temporal - para avaliar e comparar os danos causados pela erosão cavitacional com o tempo de teste, utilizando-se os parâmetros de rugosidade e de ondulação, e também estimar os tempos de incubação para os sistemas a partir desta análise e compará-los aos outros métodos utilizados anteriormente;
- Monitoramento dos vales criados pela erosão cavitacional e associação dos mesmos com os regimes de erosão determinados pelos modelos de análise de estatística de regressão linear segmentada, assim como com a profundidade de endurecimento determinada por medidas de dureza instrumentada.

5.3.1 - Perfilometria Inicial

Foram obtidas imagens topográficas tridimensionais iniciais (antes dos testes de erosão cavitacional vibratória) para os quatro sistemas estudados (Figuras 5.53, 5.54, 5.55 e 5.56). A rugosidade inicial é muito baixa para todos os sistemas estudados e foi observado que a presença de qualquer pico discrepante pode influenciar as respostas obtidas, podendo até omitir a característica geral da superfície. Este fato foi levado em conta nos estudos realizados e quando havia a existência de um pico isolado influenciando a resposta, este foi desconsiderado.

As imagens mostradas nas Figuras 5.54, 5.55, 5.56 e 5.57 correspondem ao perfil topográfico de rugosidade obtidos com a utilização do filtro de 0,8mm, conforme indicado no Item 4.3.9, sem o corte de picos discrepantes. Os parâmetros de perfilometria obtidos a partir destas superfícies e correspondentes ao perfil de rugosidade estão indicados na Tabela V-5.

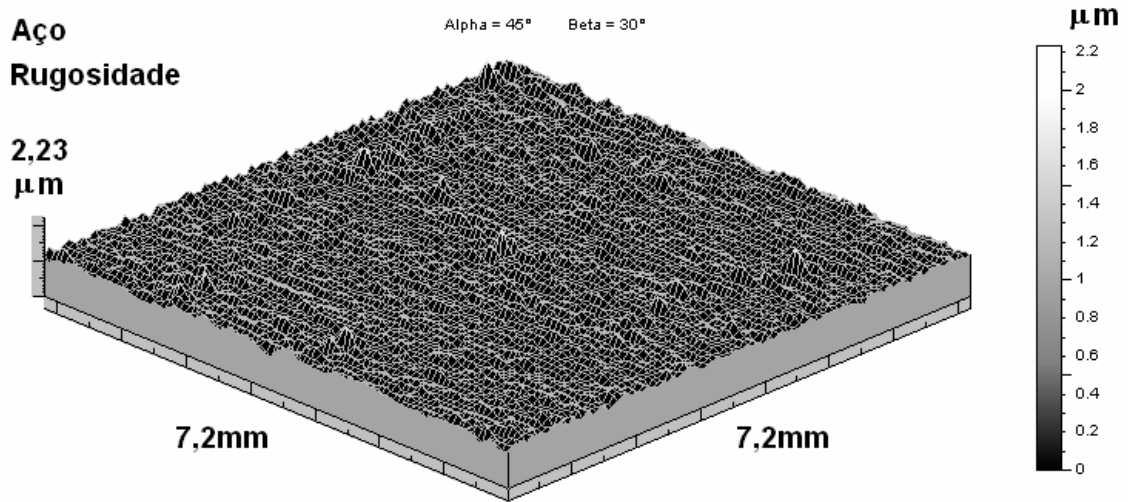


Figura 5.53 - Imagem topográfica 3-D (perfil de rugosidade) do sistema aço.

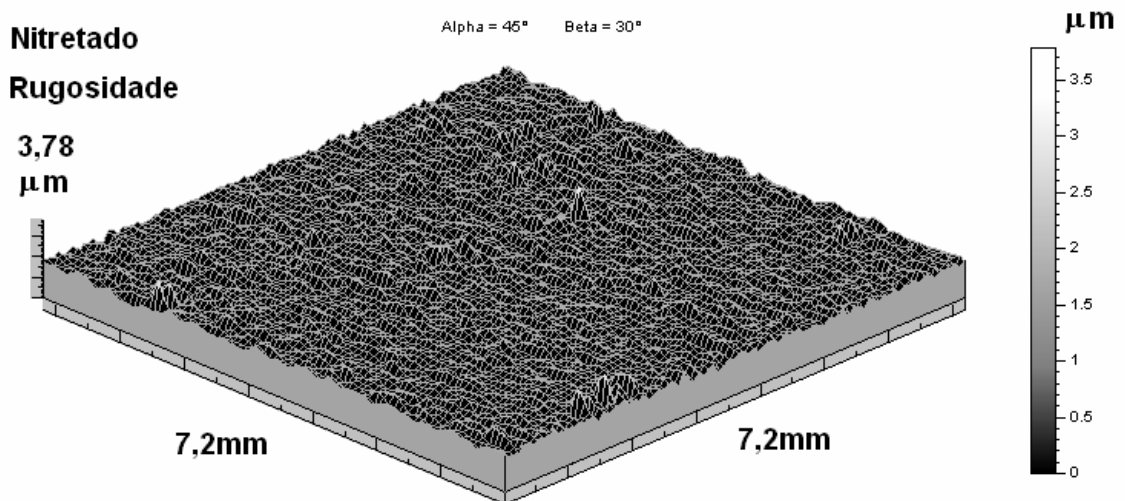


Figura 5.54 - Imagem topográfica 3-D (perfil de rugosidade) do sistema nitretado.

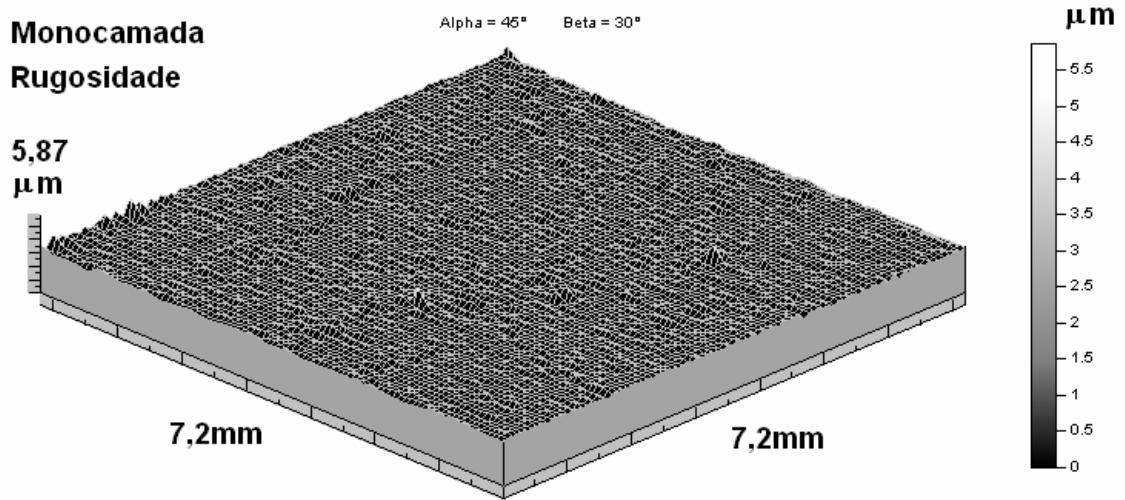


Figura 5.55 - Imagem topográfica 3-D (perfil de rugosidade) do sistema conjugado monocamada de Cr-N.

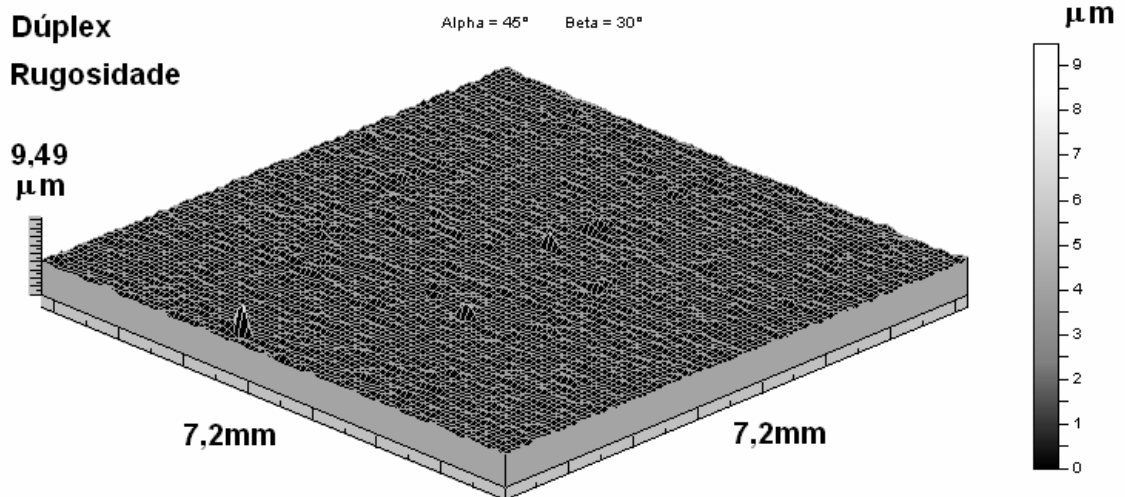


Figura 5.56 - Imagem topográfica 3-D (perfil de rugosidade) do sistema conjugado dúplex de Cr-N.

Tabela V-5 - Parâmetros tridimensionais[†], do perfil de rugosidade, dos sistemas estudados no estado inicial.

| Parâmetros | Aço | IC** | Nitretado | IC | Mono | IC | Dúplex | IC |
|--------------------------------|-------|---------------|-----------|---------------|-------|---------------|--------|---------------|
| *R-Sa (nm) | 64,6 | [61,9-67,2] | 119,0 | [112,6-125,4] | 69,0 | [63,5-74,5] | 111,5 | [107,5-115,5] |
| R-Sq (nm) | 95,0 | [91,8-98,2] | 158,5 | [152,9-164,1] | 102,5 | [106,5-98,5] | 158,5 | [156,1-160,9] |
| R-Sp (µm) | 1,07 | [1,01-1,13] | 2,07 | [1,95-2,19] | 2,51 | [2,37-2,65] | 5,43 | [5,12-5,74] |
| R-Sv (µm) | 1,16 | [1,09-1,23] | 1,71 | [1,61-1,81] | 3,36 | [3,17-3,55] | 4,06 | [3,83-4,29] |
| R-St (µm) | 2,23 | [2,10-2,36] | 3,78 | [3,57-3,99] | 5,87 | [5,54-6,20] | 9,49 | [8,95-10,03] |
| R-Sz (µm) | 1,92 | [1,81-2,03] | 3,54 | [3,34-3,74] | 4,03 | [3,80-4,26] | 5,49 | [5,18-5,80] |
| R-Ssk | -0,06 | [-0,16-0,04] | 0,37 | [0,27-0,47] | 0,11 | [-0,20-0,42] | 4,07 | [4,01-4,13] |
| R-Sku | 14,5 | [3,1-25,8] | 7,7 | [3,7-11,6] | 33,4 | [28,52-38,28] | 103,0 | [98,2-107,8] |
| R-SPc (picos/mm ²) | 19,75 | [19,19-20,31] | 23,15 | [22,75-23,55] | 17,20 | [14,64-19,76] | 22,85 | [22,29-23,41] |
| R-Sds (picos/mm ²) | 493 | [461-525] | 736 | [722-749] | 295 | [277-313] | 486 | [459-513] |
| R-Sk (nm) | 195 | [171-219] | 360 | [337-382] | 191 | [169-213] | 327 | [323-331] |
| R-Spk (nm) | 115 | [99-131] | 194 | [177-210] | 126 | [113-139] | 203 | [200-206] |
| R-Svk (nm) | 103 | [89-116] | 151 | [142-160] | 105 | [91-119] | 133 | [133-133] |

*A letra R, anterior aos parâmetros, indica que estes foram obtidos a partir do perfil de rugosidade.

**IC - Intervalo de confiança (95%).

Os parâmetros indicados na Tabela V-5 podem ser analisados em grupos, como descritos no Anexo A. Os mais importantes parâmetros de amplitude são R-Sa (rugosidade média) e R-Sq (desvio padrão) e eles estão representados na Figura 5.57-a. Pode-se notar que existem duas faixas de valores para R-Sa e para R-Sq, uma para os sistemas aço e conjugado monocamada de Cr-N e outro para os sistemas nitretado e conjugado dúplex de Cr-N. Isto evidencia as mudanças na rugosidade da superfície causada pelos processos de nitretação e de recobrimento. Com base na faixa de valores dos parâmetros e nos intervalos de confiança obtidos, conclui-se que a deposição de um recobrimento por PAPVD tende a manter praticamente a mesma amplitude média das asperezas, e que o processo de nitretação é muito mais agressivo à superfície, modificando de forma mais acentuada a amplitude média das asperezas do perfil de

[†] Os parâmetros de perfilometria utilizados neste trabalho estão descritos no Anexo A.

rugosidade, considerando o fato de que todas as superfícies têm uma rugosidade muito baixa relativa a outros componentes de engenharia.

Os parâmetros R-Sp (pico mais alto, em relação ao plano de referência), R-Sv (vale mais profundo, em relação ao plano de referência), R-St (altura total do perfil de rugosidade) e R-Sz (altura média de 10 pontos), que não são valores médios e sim valores extremos, devem ser analisados com cuidado. Nota-se o mesmo comportamento entre os sistemas aço e conjugado monocamada, ou seja, vale mais profundo do que o pico mais alto, e entre os sistemas nitretado e conjugado dúplex, com o pico mais alto que o vale mais profundo (Figura 5.57-b).

A Figura 5.57-(c e d) mostra os gráficos de R-Ssk (*skewness* ou assimetria) e R-Sku (curtose) associados a distribuição de amplitudes de rugosidade. O valor de R-Ssk apresentado para o conjugado dúplex de Cr-N é maior que 1 (um) que, juntamente com o valor da curtose maior que 3, indica uma superfície caracterizada por picos, que podem ser associados ao processo de produção do mesmo, o qual inclui nitretação, ataque iônico (*sputtering*) e a deposição propriamente dita.

Os valores de R-Ssk para os outros sistemas estão entre -1 e 1, indicando assim uma superfície do tipo gaussiana (Figura 5.57-c). Uma superfície deste tipo apresenta a mesma distribuição de picos e vales com uma maior rugosidade na região central da superfície.

Por outro lado pode-se notar, na Figura 5.57-d e na Tabela V-5, que todos os sistemas apresentam curtoses diferentes de 3 e maiores que 5. Estes valores de curtose associados a R-Ssk, entre -1 e 1, indicam que os sistemas estudados apresentam uma frequência mais alta de asperezas com amplitudes próximas do valor médio da distribuição. Provavelmente, isto é proveniente de um processo de polimento realizado em todas as amostras, tornando-as muito homogêneas em relação às asperezas presentes no perfil topográfico.

A Figura 5.58-(a e b) mostra que a densidade de picos, R-Sds, é maior para os sistemas nitretado e conjugado dúplex. O número de picos por área, R-SPc, segue esta mesma tendência, ou seja, os sistemas nitretado e dúplex apresentam valores superiores. Isto confirma as observações anteriores de que a realização de deposição de um

recobrimento por PAPVD tende a manter as características da superfície original (substrato), enquanto o processo de nitretação tende a produzir picos.

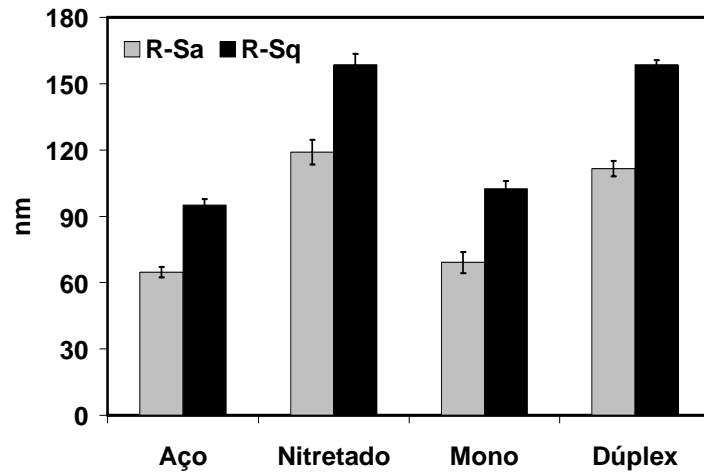
Os parâmetros da família R-Sk, que incluem R-Sk, R-Spk e R-Svk, que são a rugosidade do núcleo, a altura reduzida de picos (média) e a profundidade reduzida de vales (média), respectivamente, estão indicados na Figura 5.58-c.

Pode-se notar que a rugosidade do núcleo, R-Sk, onde se retiram os picos e vales, possui duas faixas de valores (Figura 5.58-c). Uma faixa de valores mais altos para os sistemas nitretado e conjugado dúplex de Cr-N e outra faixa de valores mais baixos para os sistemas aço e conjugado monocamada de Cr-N. Isto confirma a maior rugosidade dos sistemas nitretado e conjugado dúplex de Cr-N e também que o recobrimento tende a manter as características iniciais da superfície.

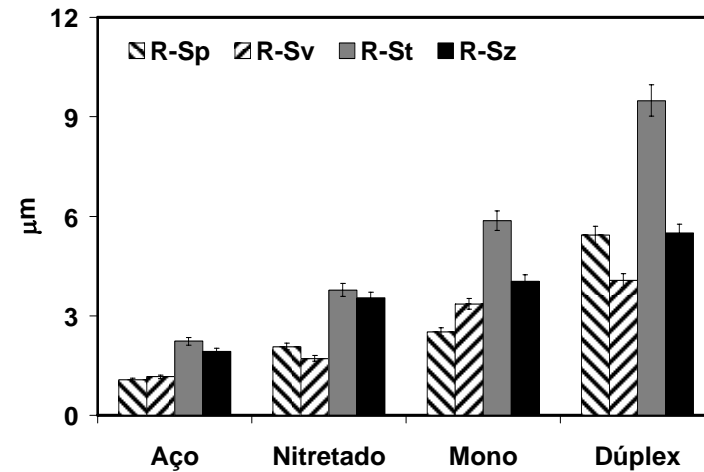
Nota-se que as diferenças entre os parâmetros R-Spk e R-Svk são mais acentuadas para os sistemas que sofreram nitretação, ou seja, o processo de nitretação tende a criar mais picos do que vales.

Analisando as superfícies dos sistemas estudados por perfilometria, nota-se uma correlação com os brilhos destes sistemas. Os sistemas aço e conjugado monocamada de Cr-N possuem um brilho mais intenso, justificado pelo fato de possuírem uma menor rugosidade superficial. Os sistemas nitretado e conjugado dúplex de Cr-N possuem uma superfície bastante opaca, pelo fato de apresentarem uma maior rugosidade superficial.

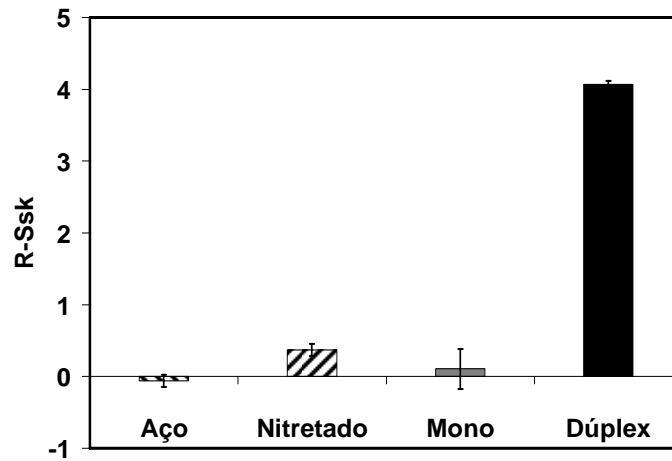
Estas afirmações podem ser feitas também pelos parâmetros de perfilometria. Os sistemas aço e conjugado monocamada de Cr-N, embora apresentam diferença nas maiores amplitudes, são bem semelhantes. A diferença é causada por picos discrepantes isolados que não influenciam a rugosidade destas superfícies, mas que se justificam pelo fato de se ter recoberto uma superfície com a técnica de PAPVD que, embora agrida pouco a superfície, não está isenta de mudá-la.



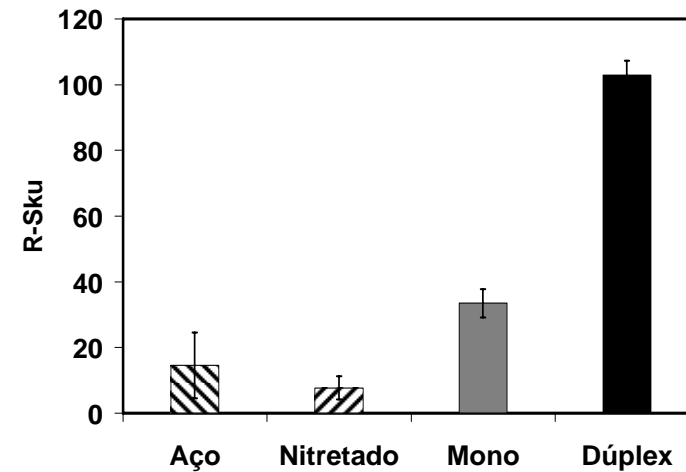
a) Parâmetros de amplitude - médios



b) Parâmetros de amplitude – extremos



c) Assimetria (*skewness*)



d) Curtose

Figura 5.57 - Parâmetros de amplitude do perfil de rugosidade - estado inicial.

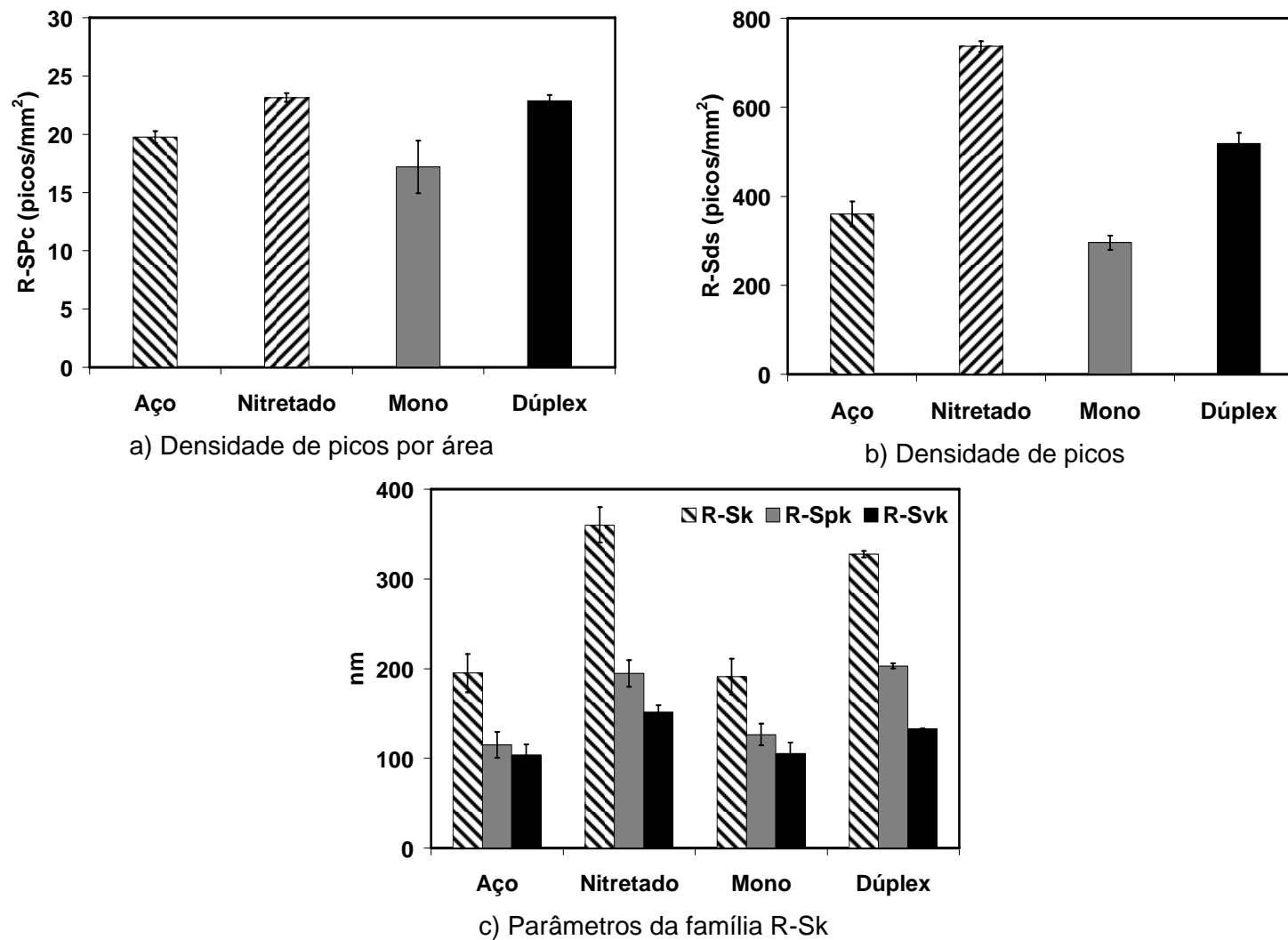


Figura 5.58 - Parâmetros espaciais e funcionais do perfil de rugosidade - estado inicial.

Ao se comparar os sistemas aço e nitretado nota-se uma diferença causada pela nitretação do aço. Esta diferença é mais perceptível entre os sistemas aço e nitretado do que entre os sistemas aço e conjugado monocamada de Cr-N, isto porque a nitretação é mais agressiva à superfície do que a técnica de recobrimento em si.

Também pode-se notar que os sistemas nitretado e conjugado dúplex de Cr-N apresentam maiores rugosidades superficiais, sendo o conjugado dúplex o mais rugoso. Além da superfície ter sofrido uma mudança na sua rugosidade superficial pelo fato de se ter aplicado uma nitretação iônica, ela também sofreu mudanças em função da deposição do recobrimento.

Para confirmar estes resultados obtidos através do estudo dos parâmetros iniciais, as superfícies de rugosidade apresentadas no início desta seção, Figuras 5.53 até 5.56, foram trabalhadas a fim de se evidenciar estas diferenças em suas texturas. Para tal, os picos e os vales discrepantes foram retirados, com auxílio de uma ferramenta do software MountainsMap (*threshold*), e colocadas em mesma escala para fins de comparação. Pode-se notar que, sem estes valores discrepantes das cotas de amplitude, as superfícies dos sistemas que não sofreram nitretação são bem próximas, o mesmo acontecendo para os sistemas que sofreram nitretação. Estas imagens confirmam o que foi discutido aqui (Figuras 5.59 até 5.62).

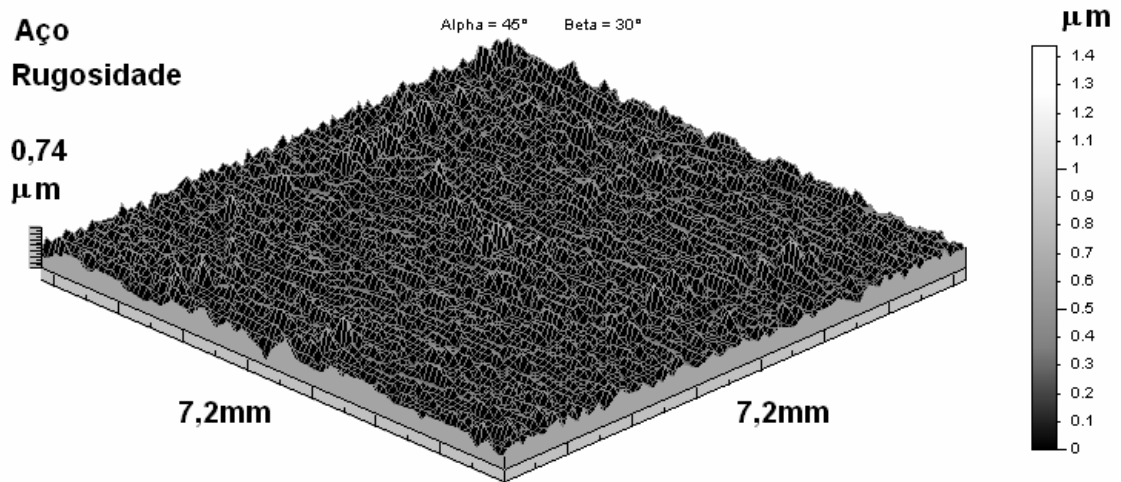


Figura 5.59 - Imagem topográfica do perfil de rugosidade (sem picos e vales discrepantes) do sistema aço.

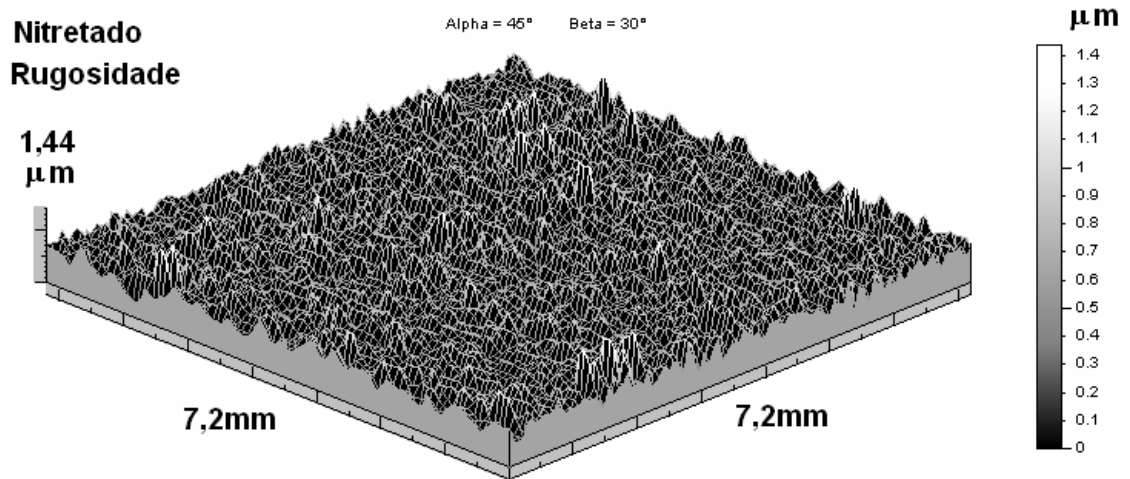


Figura 5.60 - Imagem topográfica do perfil de rugosidade (sem picos e vales discrepantes) do sistema nitretado.

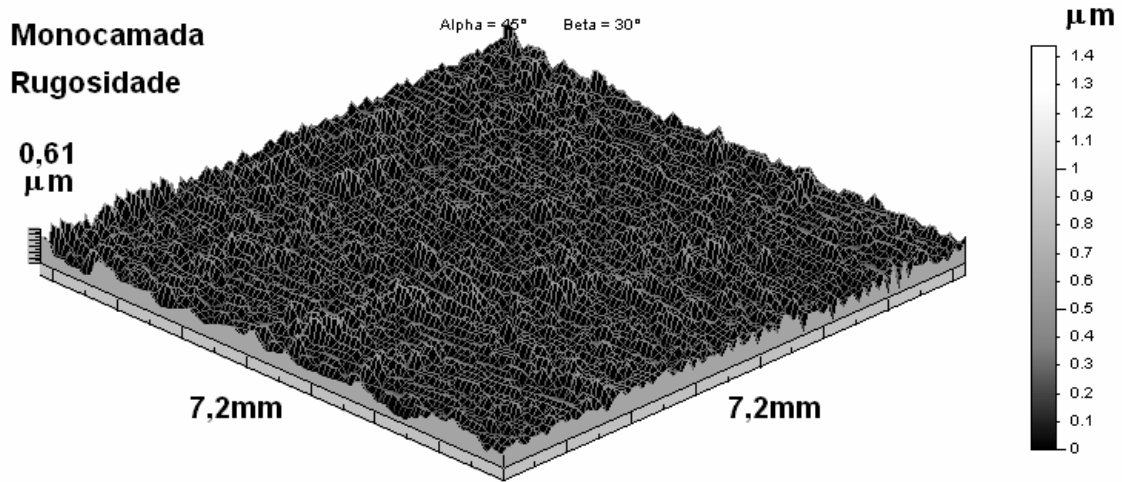


Figura 5.61 - Imagem topográfica do perfil de rugosidade (sem picos e vales discrepantes) do conjugado monocamada de Cr-N.

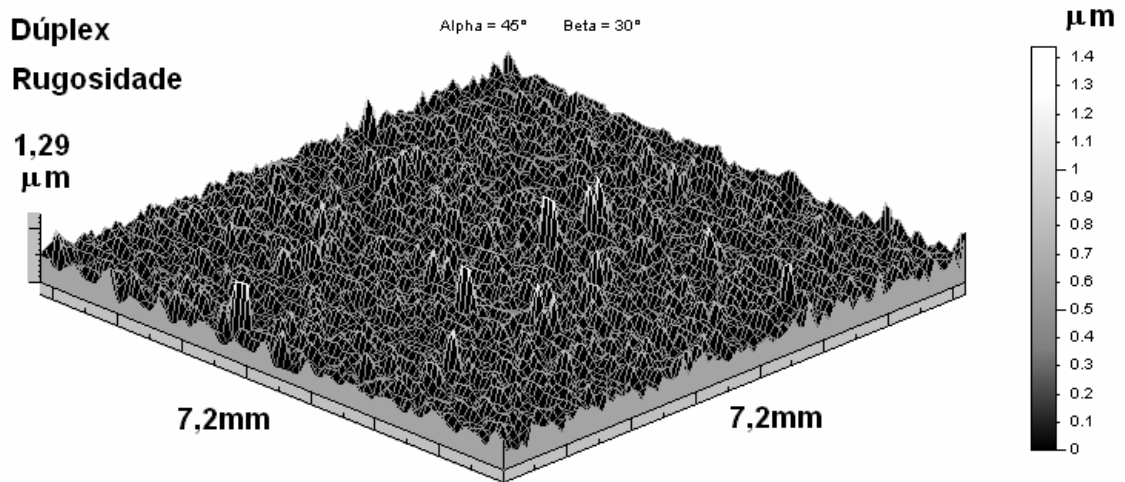


Figura 5.62- Imagem topográfica do perfil de rugosidade (sem picos e vales discrepantes) do conjugado dúplex de Cr-N.

5.3.2 - Monitoramento por Perfilometria 3-D

Os sistemas foram monitorados por perfilometria 3-D durante a execução dos testes de erosão cavitacional, ou seja, para cada parada para se medir a perda de massa e construir a curva de perda de massa acumulada versus o tempo de exposição ao teste de erosão, se fez uma “varredura” na superfície da amostra. Através destas varreduras imagens superficiais e parâmetros tridimensionais foram obtidos.

As imagens das superfícies originais obtidas tiveram o objetivo de avaliar, comparativamente, a evolução dos danos causados pela erosão nos diferentes sistemas e, também, de visualizar a intensidade destes danos e associá-los com os gráficos de perda de massa acumulada, por isto estas imagens estão em mesma escala.

Parâmetros tridimensionais de perfilometria foram obtidos através do perfil de rugosidade e de ondulação, utilizando-se o filtro de 0,8mm. Estes parâmetros foram utilizados para se determinar, com uma maior precisão, o instante limiar onde se inicia a criação de vales. O procedimento está descrito no Item 4.3.5.

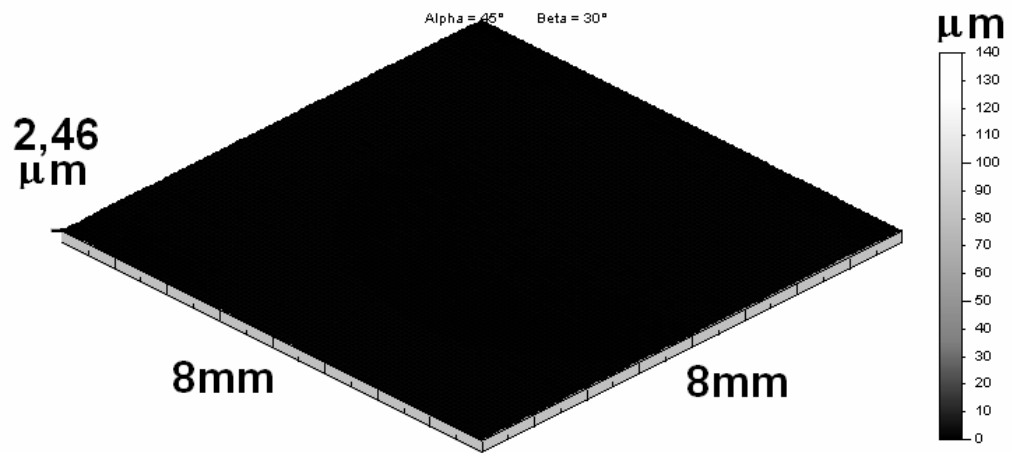
As superfícies topográficas de rugosidade e de ondulação estão indicadas como “Rugosidade” e “Ondulação” diretamente nas figuras e a superfície original não possui nenhuma identificação. Da mesma maneira, os parâmetros de perfilometria atribuídos às superfícies de rugosidade estão indicados com a letra “R-“ e às de ondulação com a letra “O-“. Este procedimento foi utilizado para demonstrar que quando a superfície da amostra está ainda em um estado inicial de erosão, onde poucos danos atingiram esta superfície, a ondulação embutida na superfície original não tem grande influência sobre ela. Quando o tempo de exposição ao teste de erosão aumenta, a componente de ondulação da superfície original passa a interferir nesta superfície original.

5.3.2.1 - Sistema Aço

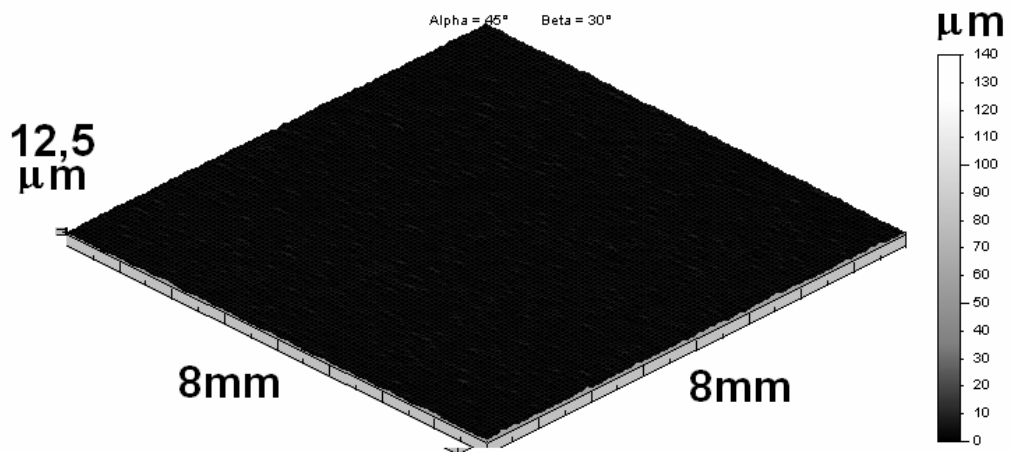
As Figuras 5.64 e 5.65 mostram as imagens superficiais originais, ou seja, sem utilização do filtro para a separação de perfis de rugosidade e de ondulação, para o sistema aço nos tempos inicial, 0,5h, 1h, 1,5h, 3h e 5h. Nestas imagens foram mantidas a mesma escala com o objetivo de mostrar a evolução dos danos de acordo com o tempo de exposição da amostra. Neste caso, os três primeiros tempos estão no período de incubação (Figura 5.63) e os três últimos ao regime de erosão acelerado do aço ABNT 1045 (Figura 5.64), de acordo com o ajuste estatístico do gráfico de perda de massa acumulada (Figura 5.65).

De acordo com este gráfico de perda de massa acumulada versus tempo de exposição e com o ajuste estatístico de regressão segmentada contínua, nota-se que, durante o tempo de incubação (até 1,23h - Figura 5.63) os danos são muito pequenos se comparados aos ocorridos em maiores tempos de erosão (Figura 5.64). Ou seja, as imagens topográficas originais podem, por si só, mostrar este fato, pois estas, para os três primeiros tempos de erosão, se apresentaram praticamente lisas.

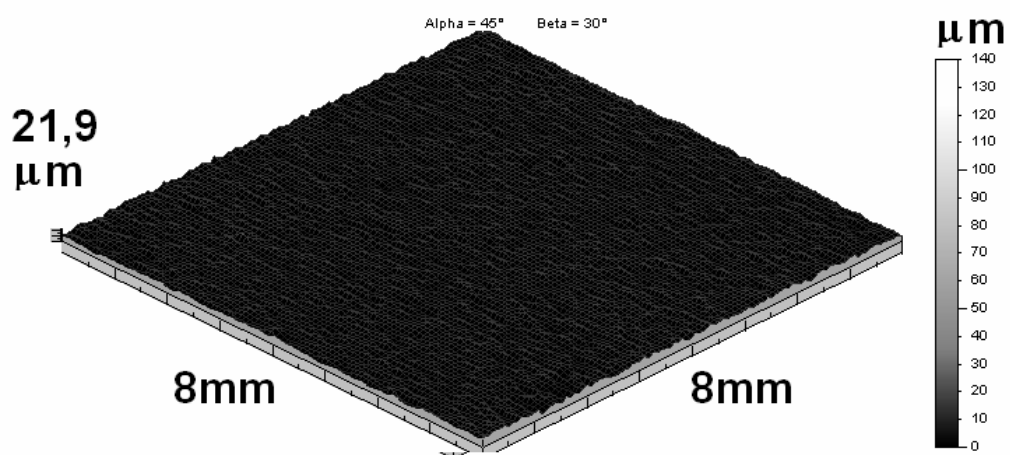
Uma linha vertical tracejada, indicando o tempo de incubação obtido através da análise estatística de regressão linear segmentada, foi colocada no gráfico de perda de massa acumulada, Figura 5.65, e também nos gráficos obtidos dos parâmetros de rugosidade e de ondulação.



a) 0 hora (inicial)

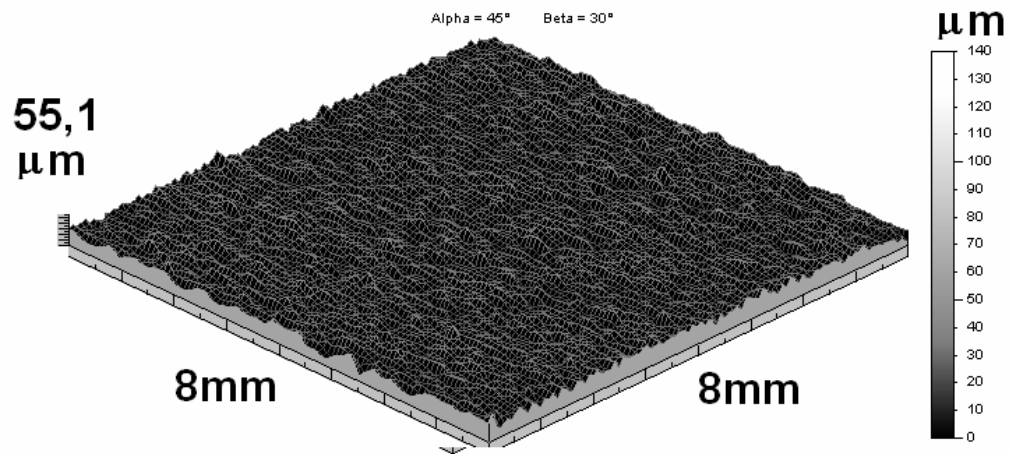


b) 0,5 hora

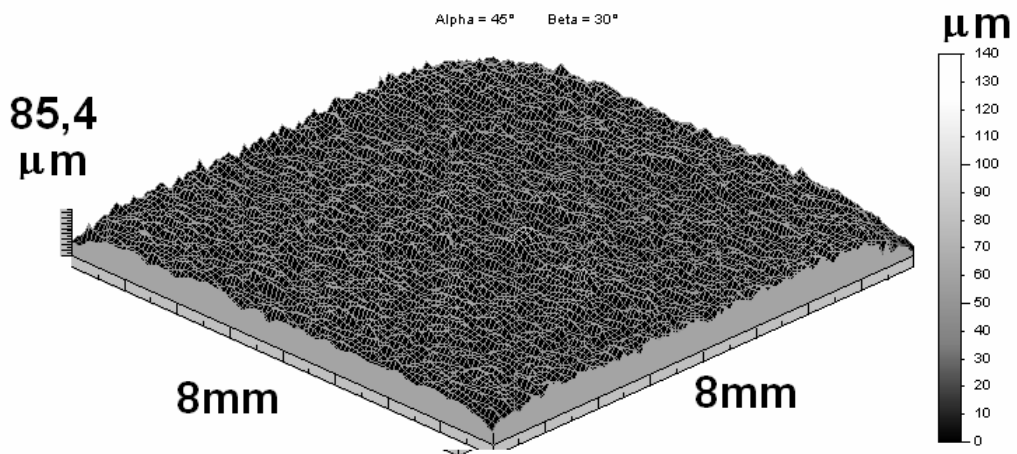


c) 1 hora

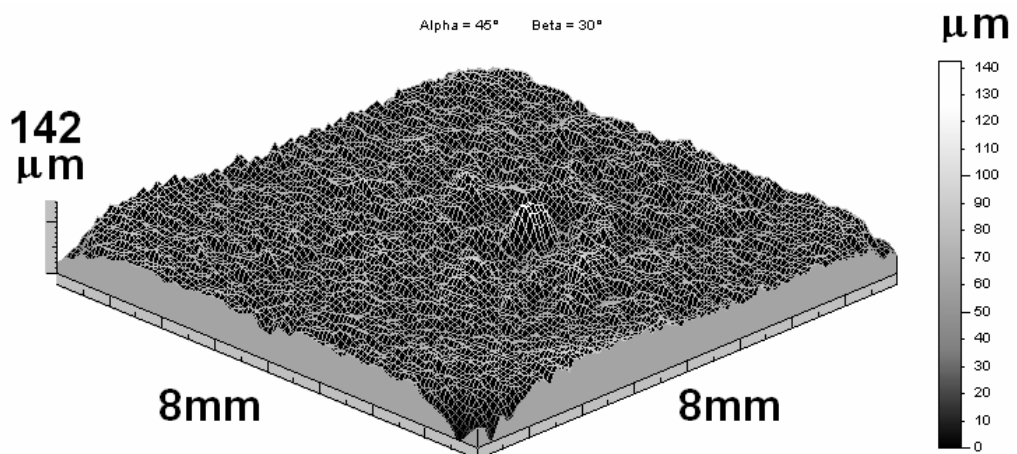
Figura 5.63 - Superfícies originais do sistema aço, obtidas por perfilometria.



a) 1,5 hora



b) 3 horas



c) 5 horas

Figura 5.64 - Superfícies originais do sistema aço, obtidas por perfilometria.

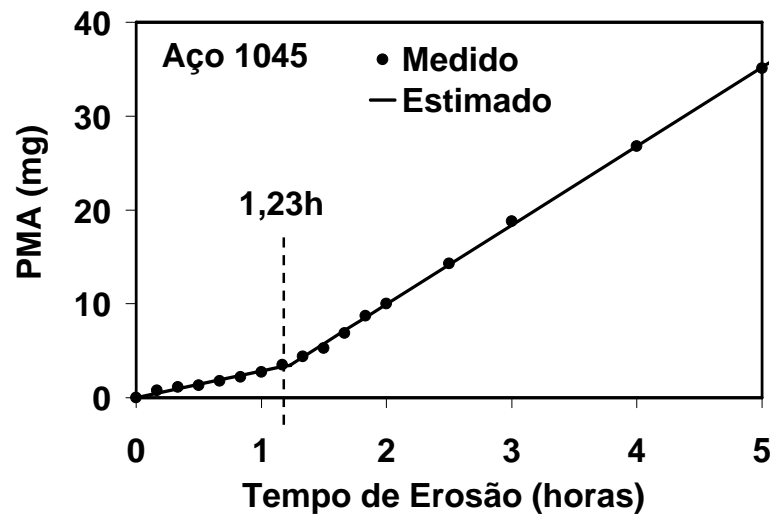
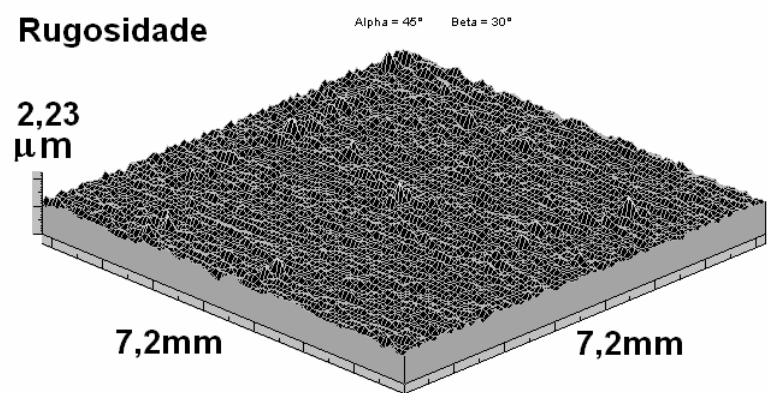
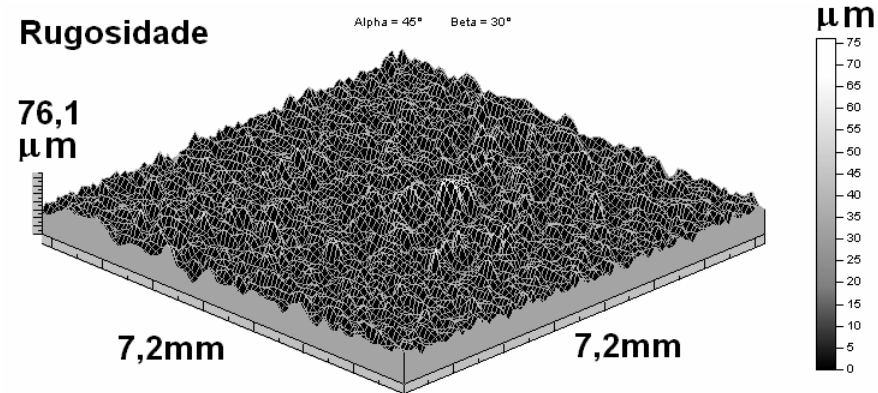


Figura 5.65 - Curva de perda de massa acumulada com o tempo de exposição para o sistema aço.

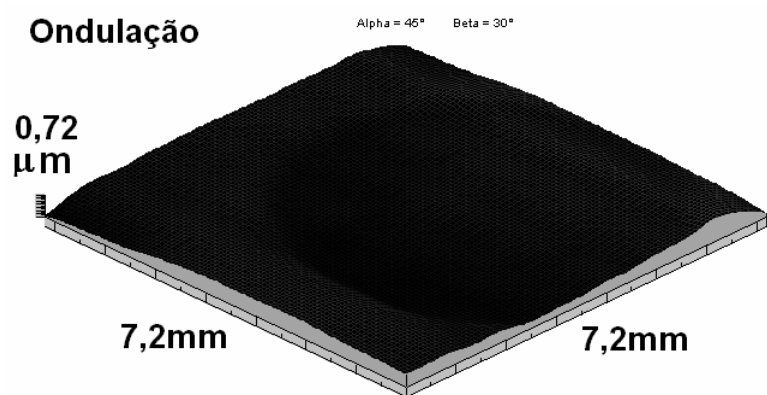
Para visualizar a importância de se trabalhar com as duas superfícies topográficas, rugosidade e ondulação, foram analisados dois tempos distintos para se apresentar estas duas superfícies. A Figura 5.66-(a e b) mostra as imagens de rugosidade e de ondulação para o estado inicial do sistema aço e a Figura 5.66-(c e d) mostra estas mesmas imagens para o estado final. Estas imagens foram obtidas utilizando um filtro de 0,8mm e colocadas em mesma escala. Pode-se notar a evolução do perfil de ondulação. No estado inicial a ondulação é quase imperceptível e no estado final (após 5 horas de teste) ela passa a se apresentar com a mesma intensidade da rugosidade. Este fato pode, ou não, influenciar nas respostas de rugosidade para tempos mais elevados.



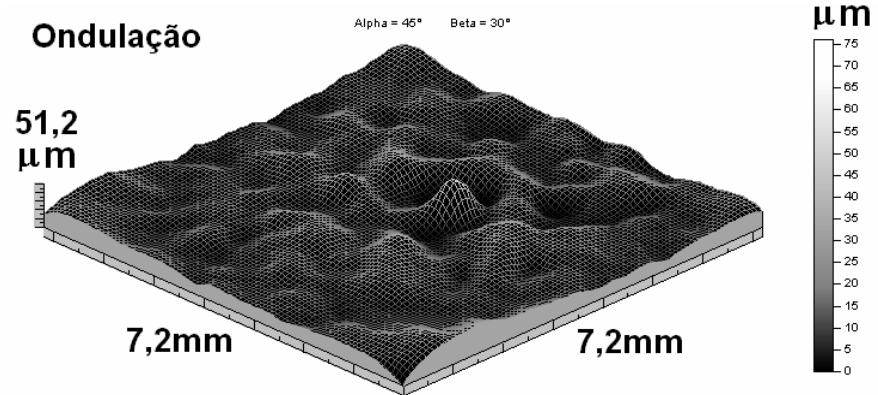
a) Perfil de rugosidade – inicial



c) Perfil de rugosidade – final (5 horas)



b) Perfil de ondulação – inicial



d) Perfil de ondulação – final (5 horas)

Figura 5.66 - Perfis de rugosidade e de ondulação para o sistema aço.

Os parâmetros R-Sa e R-Sq (Figura 5.68-a) crescem durante o período de incubação, definido estatisticamente a partir das curvas de perda de massa. O crescimento da média das amplitudes das asperezas do perfil de rugosidade indica uma mudança na textura de rugosidade, ou seja, aumento nas amplitudes de vales e picos.

Após um certo tempo (1h), o crescimento destes parâmetros se torna mais lento (Figura 5.68-a). Este tempo significa, provavelmente, uma mudança no perfil topográfico que, analisada juntamente com a curva de perda de massa, implica que mecanismos de perda de massa começam a ficar operativos. Este tempo onde há crescimento de R-Sa e R-Sq é ligeiramente inferior ao tempo de incubação definido na curva de perda de massa (1,23h), considerando o filtro utilizado.

Os parâmetros O-Sa e O-Sq (Figura 5.68-b) permanecem inicialmente constantes e com valores bem próximos de zero. Este resultado indica que neste período não há formação de crateras, ou seja, que mecanismos de fratura que levam a remoção de material não estão operativos. A partir de um certo tempo, 0,5hora, estes parâmetros começam a crescer. A Figura 5.67 mostra o perfil de ondulação indicando que neste tempo as crateras começam a aparecer na superfície e a afetar o perfil de ondulação.

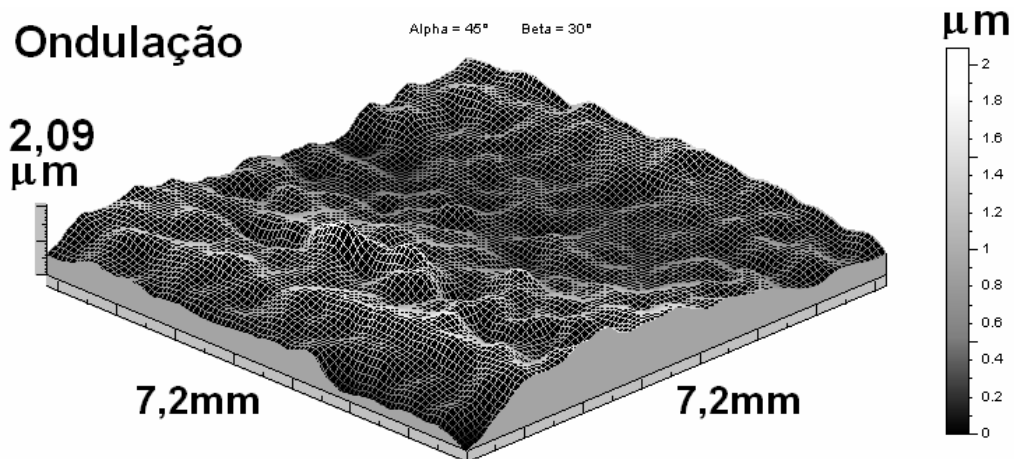


Figura 5.67 - Perfil de ondulação do sistema aço, em 0,5h de teste, mostrando o início das formações de crateras.

O início de crescimento de O-Sa e O-Sq deve corresponder ao início de formação de crateras e ao início de perda de massa, ainda não detectável na balança de precisão. O tempo em que se inicia a mudança nos parâmetros de ondulação foi denominado de "t-cratera" (Figura 5.68-b).

Esta variação dos parâmetros de amplitudes, tanto da rugosidade quanto da ondulação, indicam que, provavelmente, há um processo de deformação plástica inicial criando picos e vales. Esta hipótese é confirmada no gráfico dos parâmetros da família R-Sk (Figura 5.68-c). Os parâmetros R-Sk e R-Svk crescem continuamente até um certo tempo, 1 hora, ligeiramente inferior ao tempo de incubação.

No entanto, R-Spk cresce com uma taxa maior até o tempo denominado “t-cratera” para, em seguida, diminuir sua taxa de crescimento inicial. Provavelmente, a deformação plástica presente no início do processo de erosão cavitacional, como suposto no modelo proposto para o período de incubação diminui R-Spk por espalhamento de material em uma camada sub-superficial. A partir deste tempo, t-cratera, onde se observa a diminuição de R-Spk, tem-se os parâmetros de ondulação da família Sk crescentes (O-Sk, O-Spk, O-Svk), confirmando o início de formação de crateras (Figura 5.68-d).

O gráfico R-SPc, Figura 5.70, também indica a formação de maior número de picos apenas para um tempo curto, antes do tempo de início de formação de crateras (t-cratera).

As curvas de Ssk e de Sku, de rugosidade e de ondulação, indicados na Figura 5.69, confirmam estes resultados. Antes do tempo “t-cratera” R-Ssk é positivo com $R-Sku > 5$, indicando uma tendência de um perfil de rugosidade com picos, após este período R-Ssk será sempre negativo, no entanto com valores próximos de zero após o tempo de incubação. A amplitude das crateras formadas possui um valor suficiente para ser identificado no perfil de ondulação. Neste caso, O-Ssk é um parâmetro de maior significância na detecção dos fenômenos que estão ocorrendo.

Então, nota-se nos gráficos dos parâmetros de perfilometria que existe um tempo de criação de vales, definido como “t-cratera”, para qual os parâmetros de ondulação não sofrem mudança. A partir deste tempo, começa a formação de crateras, onde mecanismos de fratura operam (seja fratura dúctil ou seja fratura frágil).

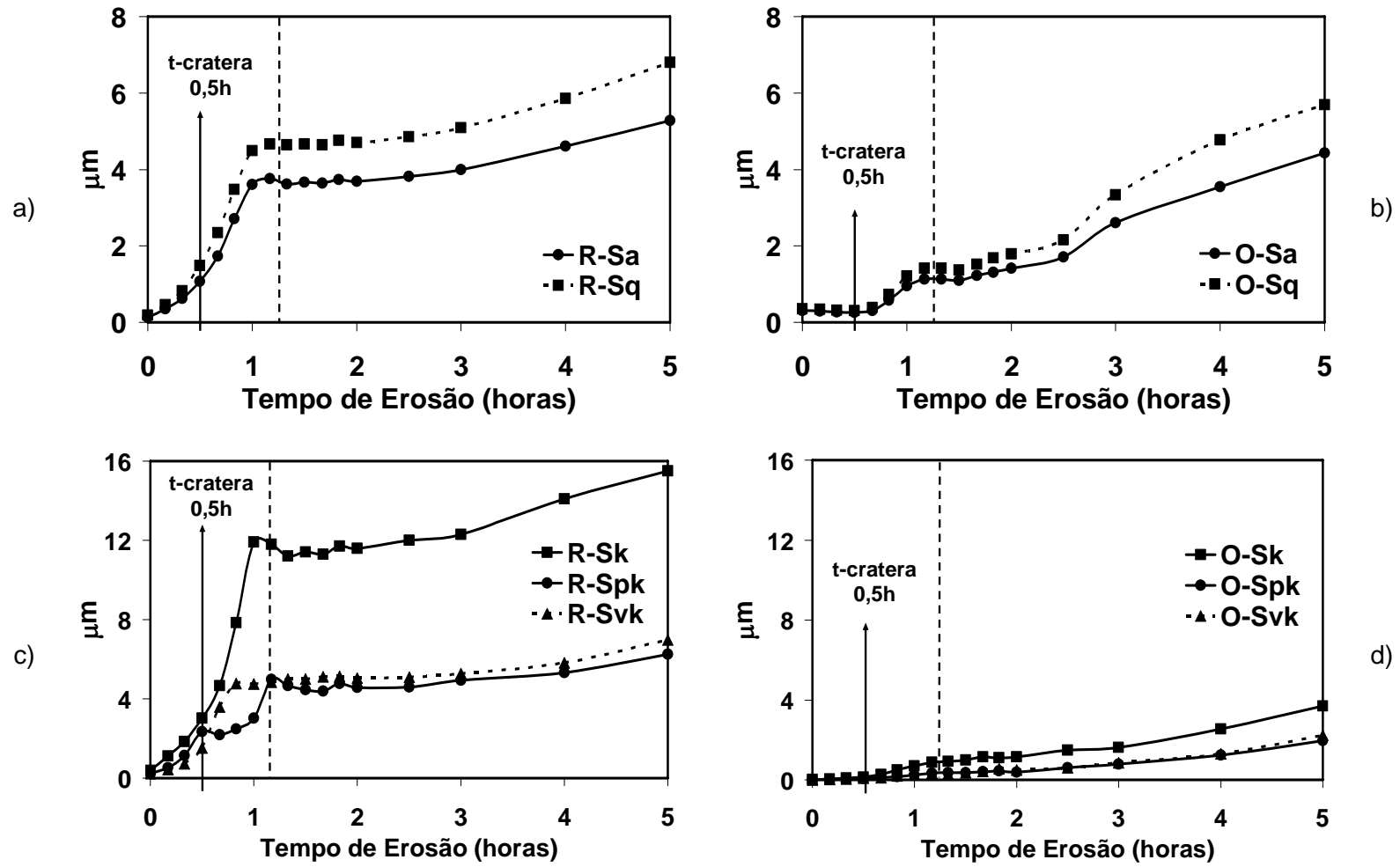


Figura 5.68 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema aço.

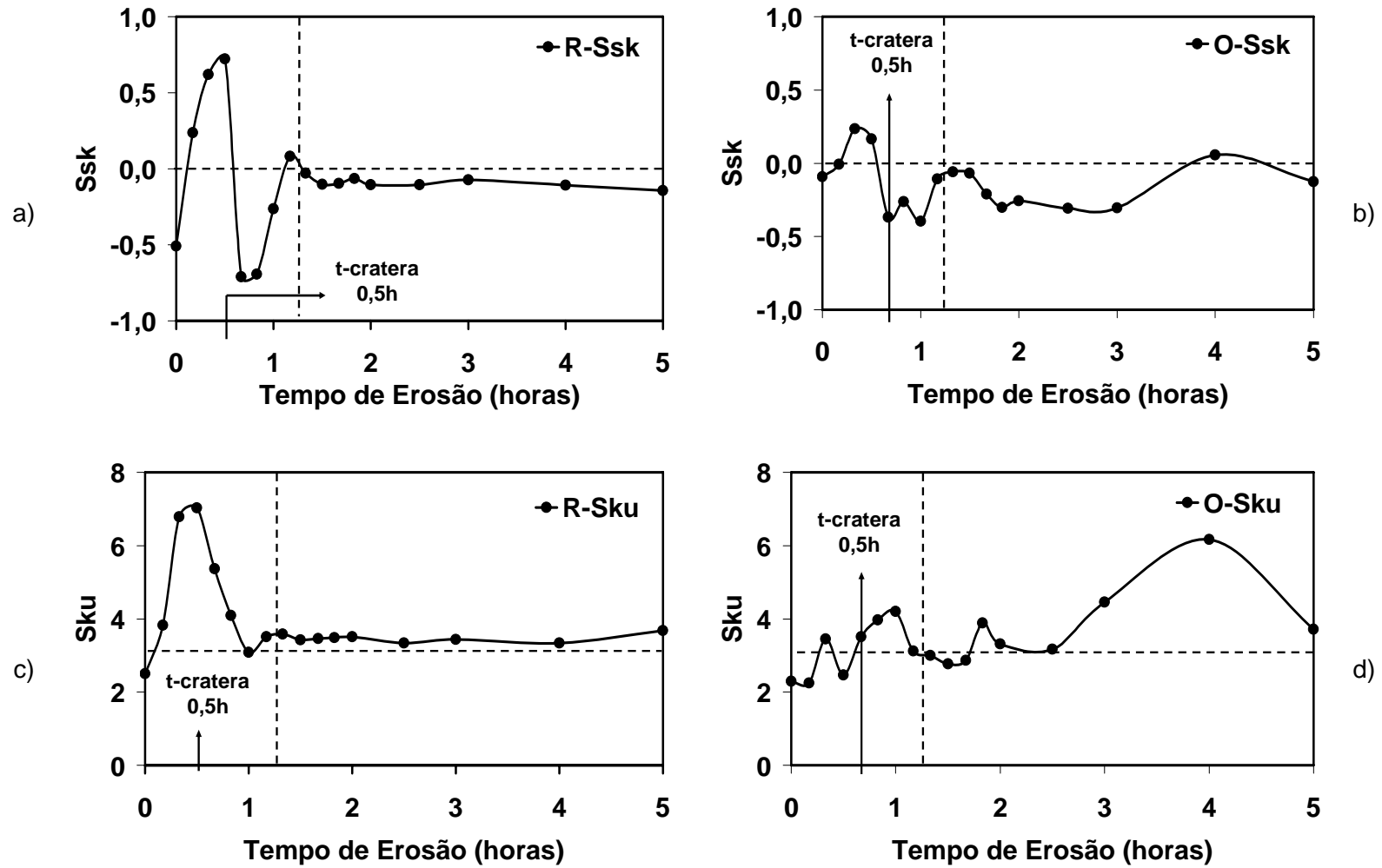


Figura 5.69 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema aço.

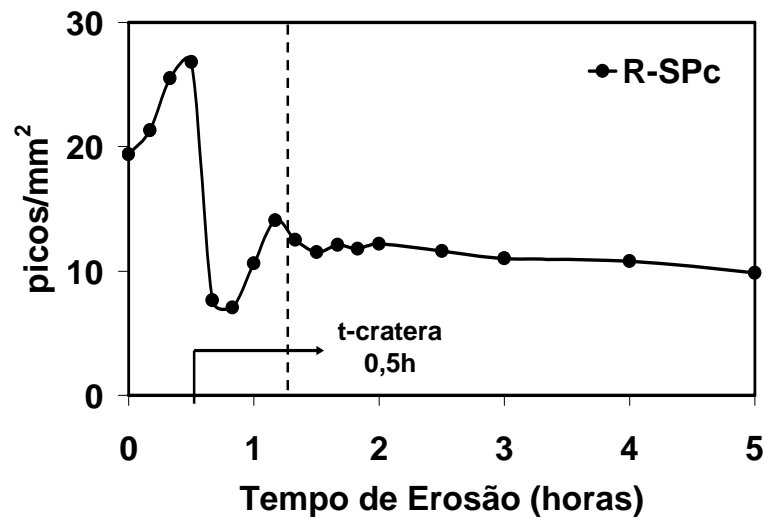


Figura 5.70 - Parâmetro de rugosidade R-SPc (densidade de picos) para o sistema aço.

5.3.2.2 - Sistema Nitretado

As Figuras 5.71 à 5.74 mostram as imagens superficiais originais para o sistema nitretado nos tempos inicial, 1h, 2h, 3h, 4h, 5h, 8h, 12h, 16h e 20h. As imagens de 0h até 3h pertencem ao período de incubação, as de 4h e 5h ao regime de erosão da camada nitretada e as de 8h, 12h, 16h e 20h ao regime de erosão acelerado do aço “modificado”, de acordo com o ajuste estatístico do gráfico de perda de massa acumulada, que está indicado na Figura 5.75.

Nota-se que os danos causados à superfície até 3,4h (Figuras 5.71 e 5.72-a), que pertencem ao tempo de incubação, são muito pequenos se comparados aos demais tempos, pois se apresentam lisas.

As imagens que representam o regime de erosão da camada nitretada, Figura 5.72-(b e c), aparecem com uma rugosidade intermediária e as imagens que representam o regime de erosão do aço “modificado”, Figuras 5.73 e 5.74, se apresentam com o maior nível de rugosidade.

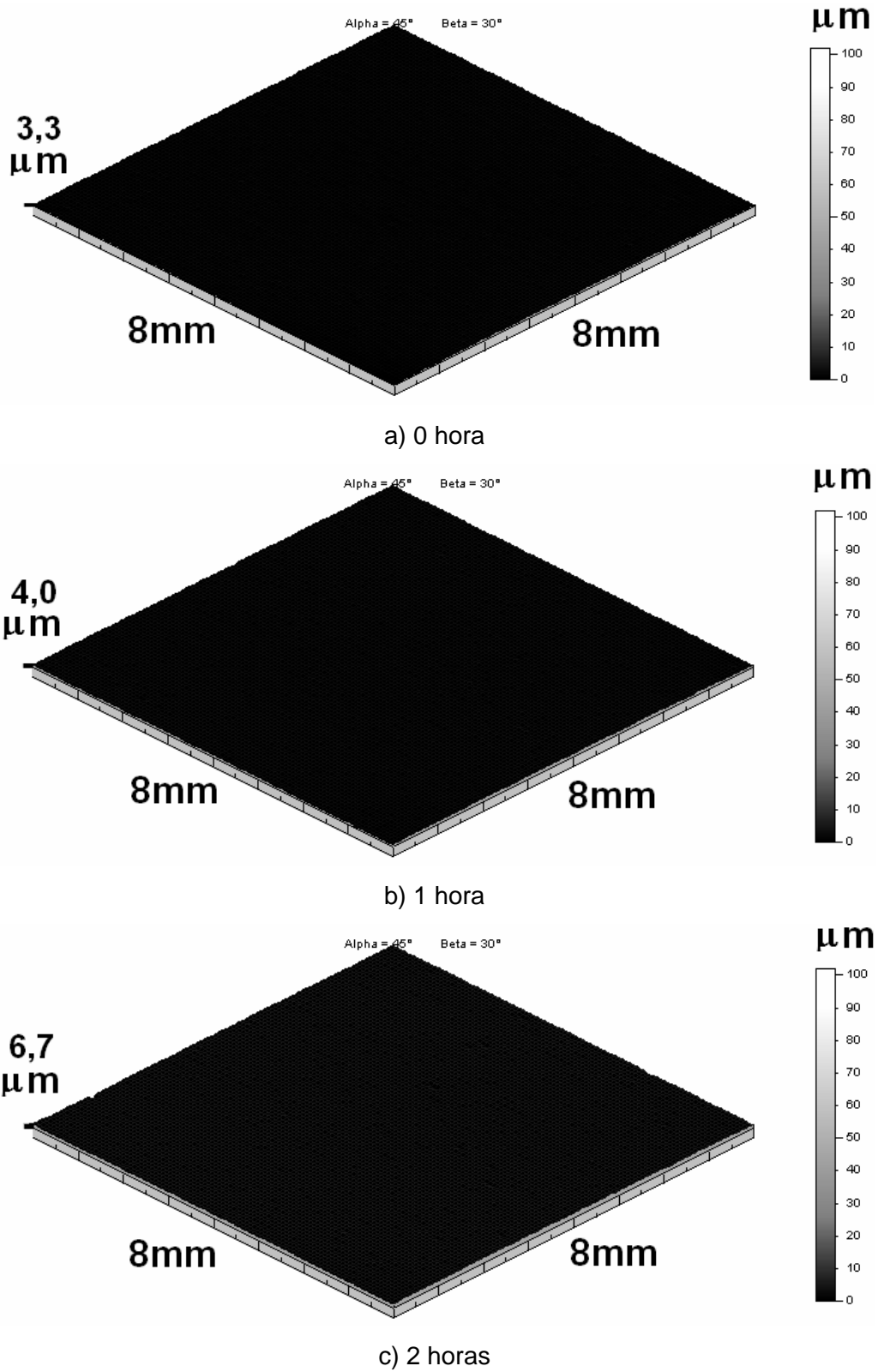
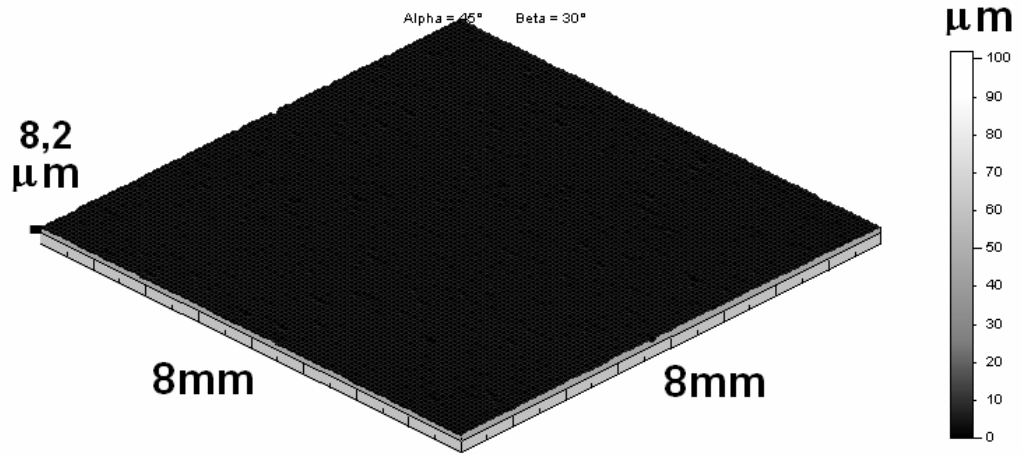
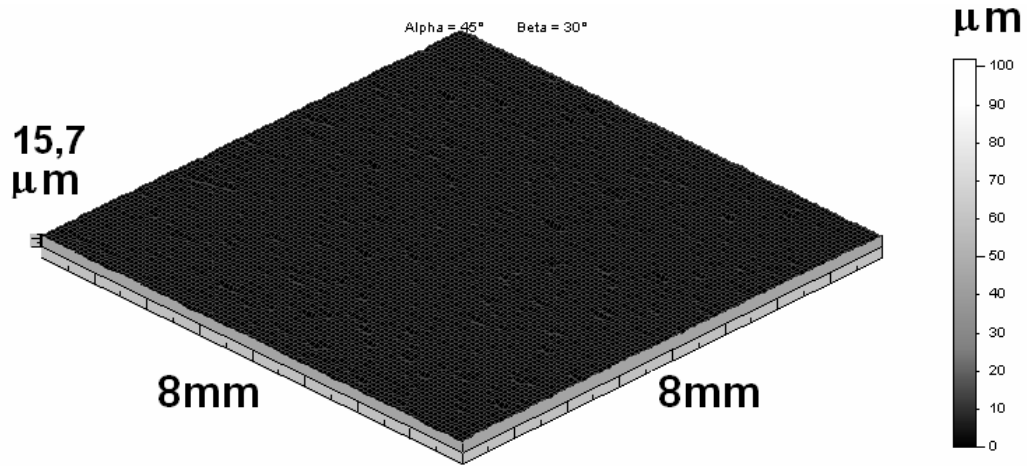


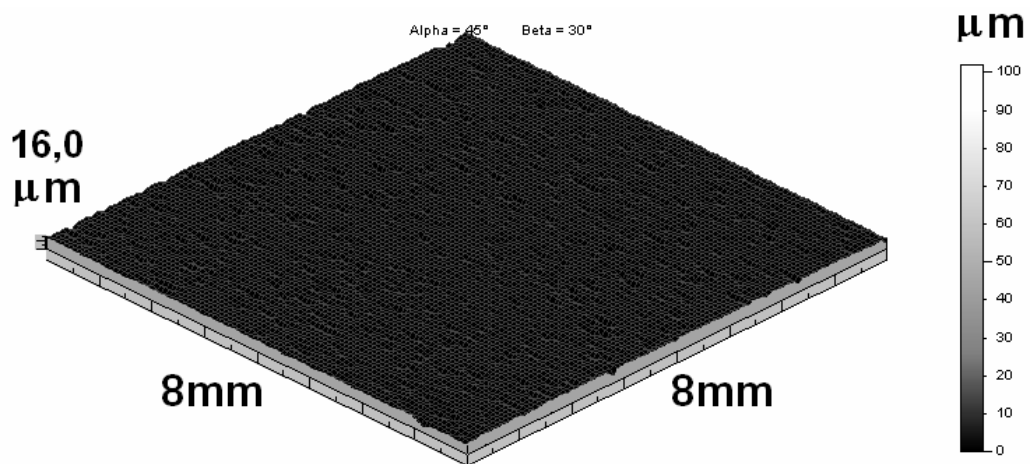
Figura 5.71 - Superfícies originais do sistema nitretado, obtidas por perfilometria.



a) 3 horas



b) 4 horas



c) 5 horas

Figura 5.72 - Superfícies originais do sistema nitretado, obtidas por perfilometria.

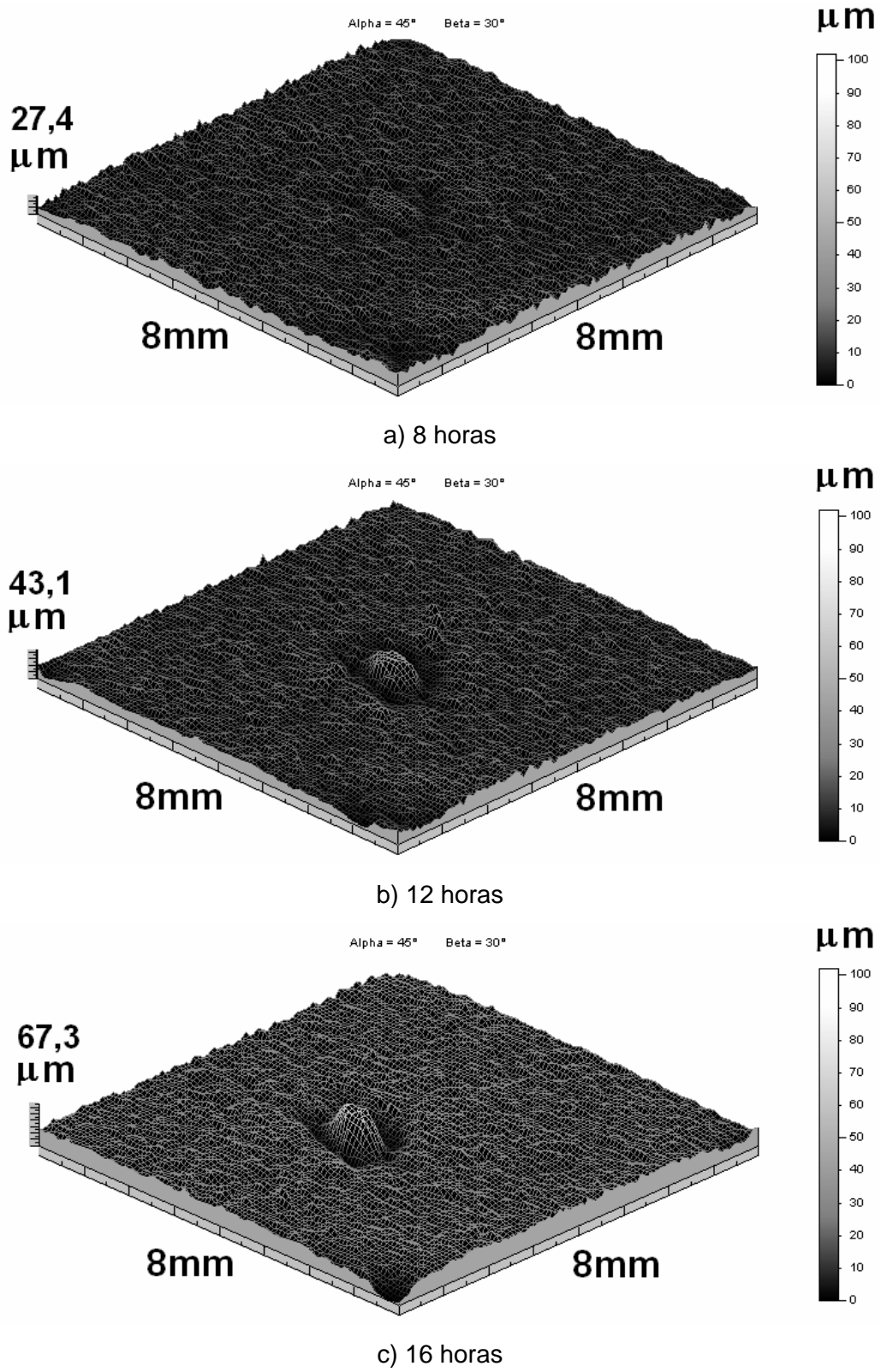


Figura 5.73 - Superfícies originais do sistema nitretado, obtidas por perfilometria.

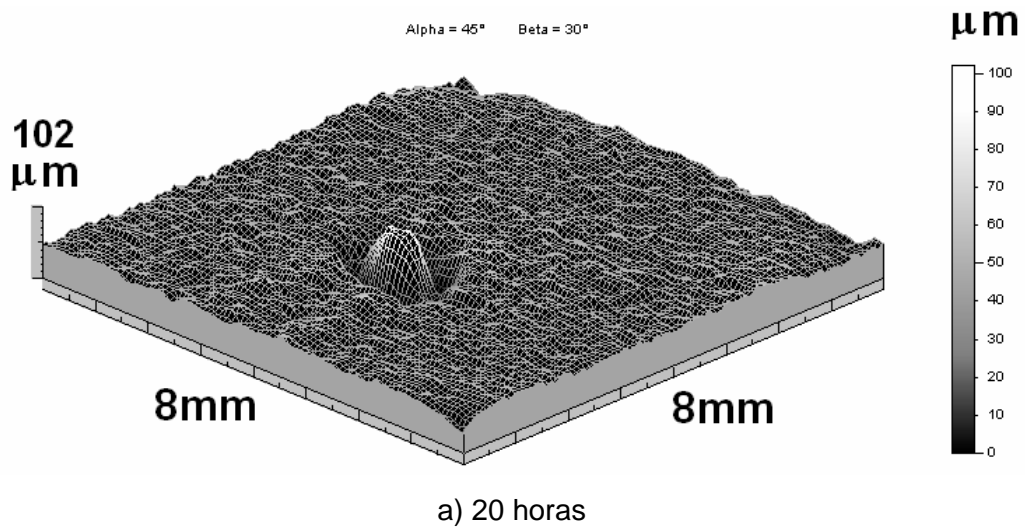


Figura 5.74 - Superfícies originais do sistema nitretado, obtidas por perfilometria.

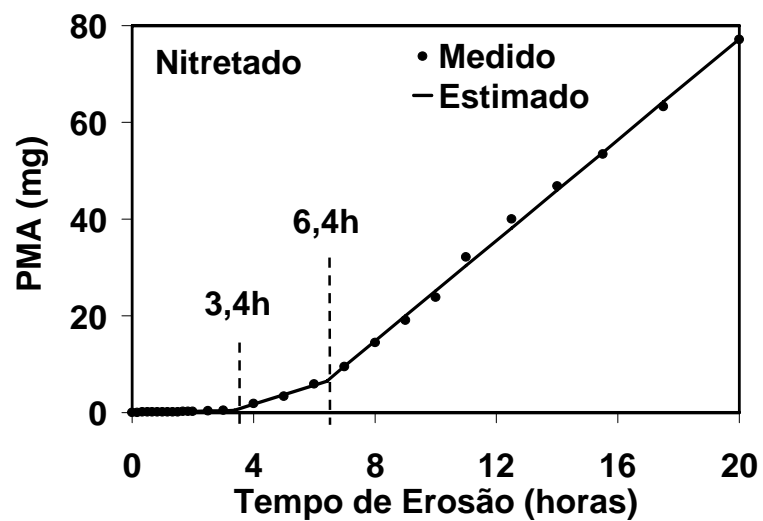


Figura 5.75 - Curva de perda de massa acumulada com o tempo de exposição para o sistema nitretado

Uma linha vertical tracejada, indicando o tempo de incubação, e outra, indicando o início do regime de erosão acelerado do aço “modificado”, foram colocadas no gráfico de perda de massa acumulada, Figura 5.75, e também nos gráficos obtidos dos parâmetros de rugosidade e de ondulação para se identificar todos os regimes de desgaste deste sistema.

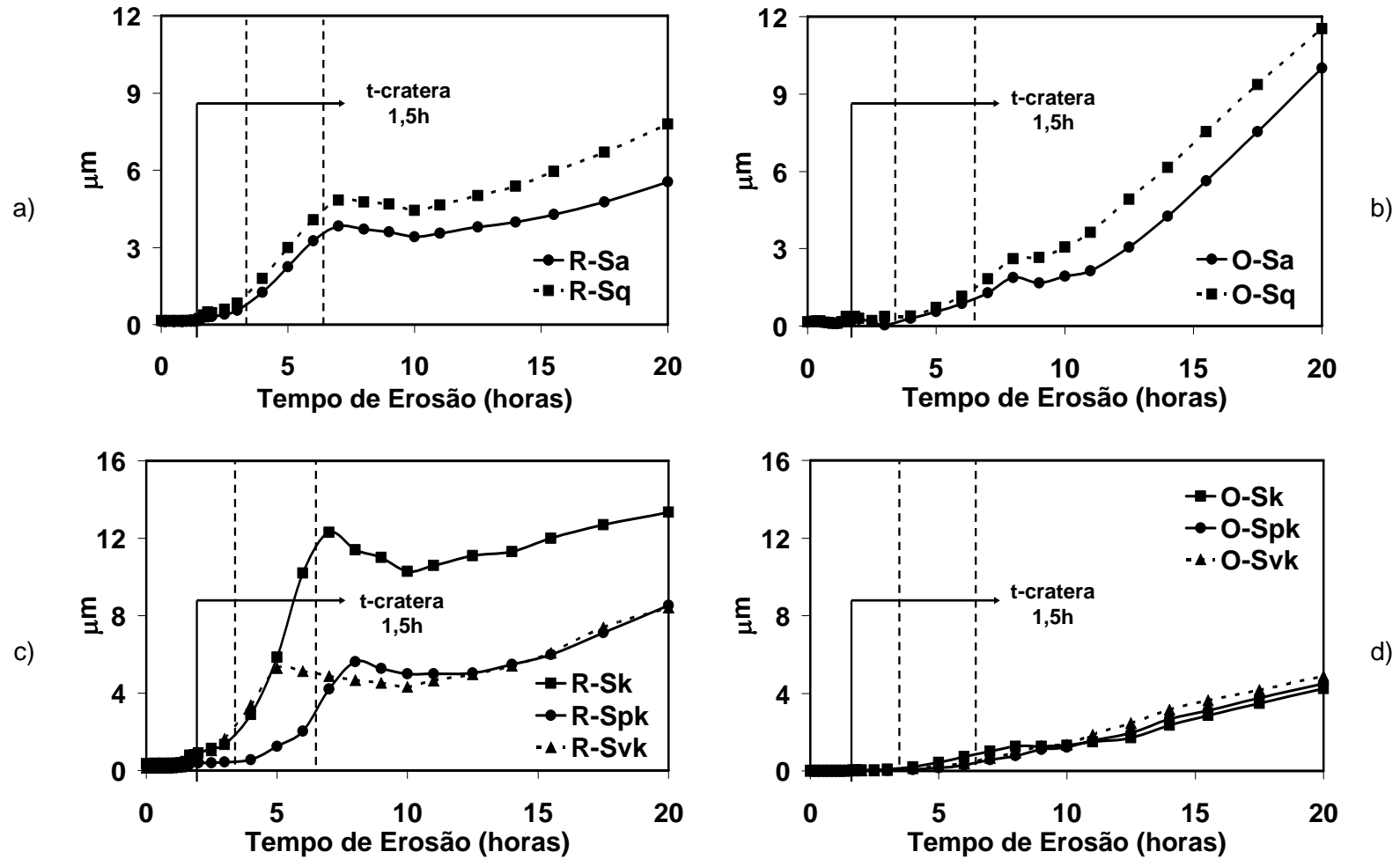


Figura 5.76 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema nitretado.

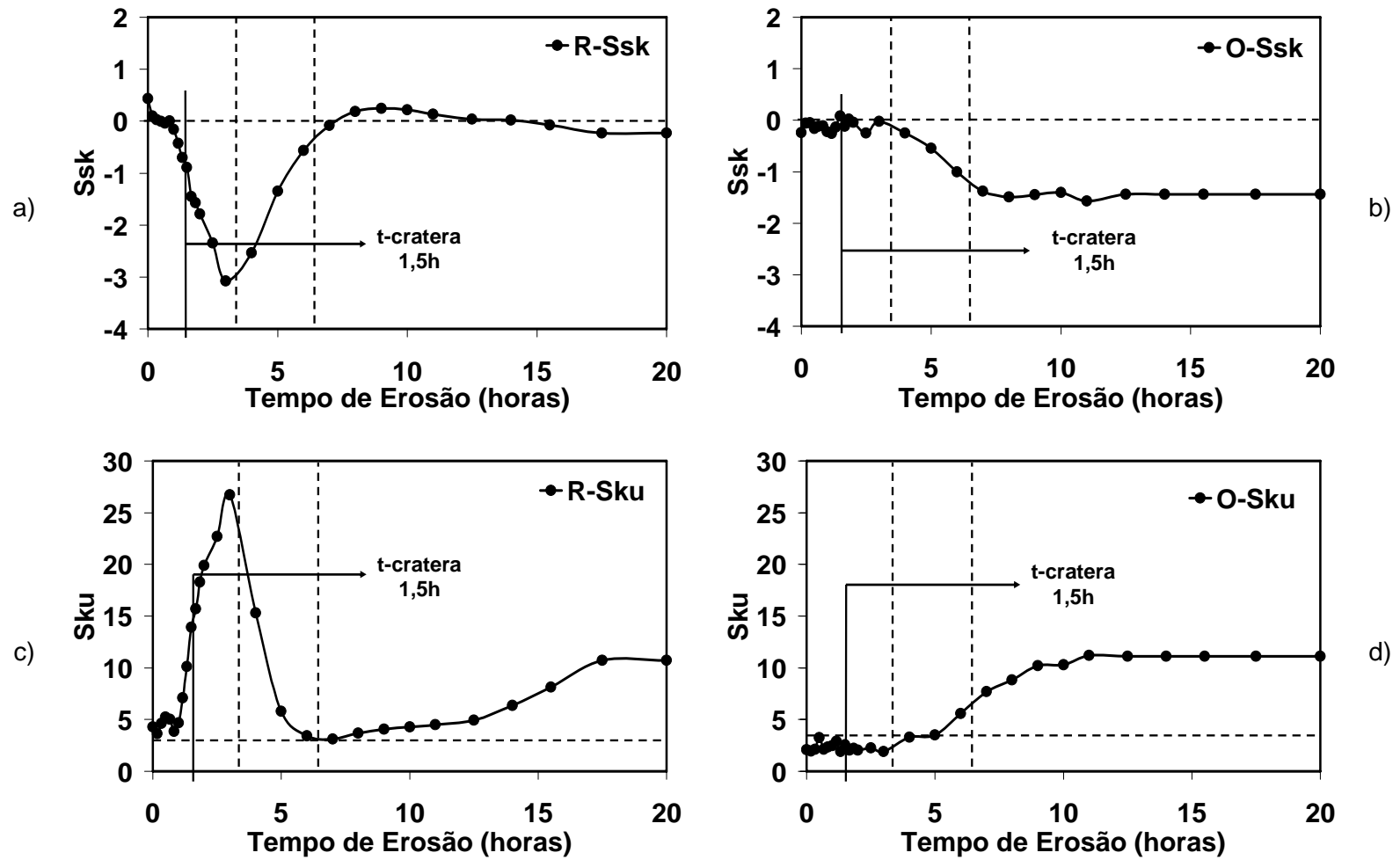


Figura 5.77 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema nitretado.

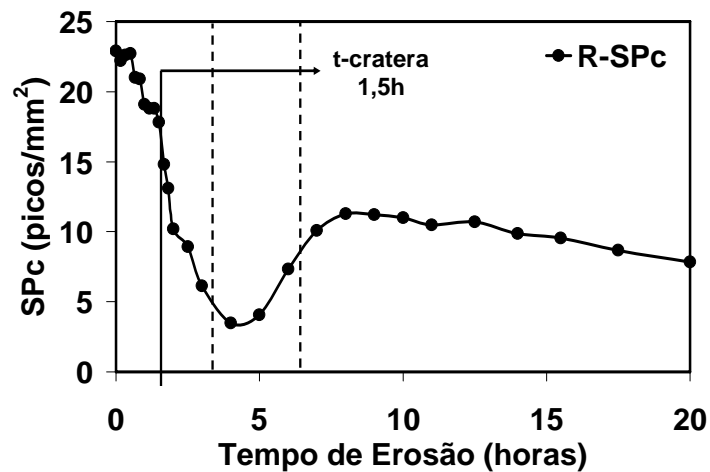


Figura 5.78 - Parâmetros de rugosidade R-SPc (densidade de picos) para o sistema nitretado.

Observando-se a curva de perda de massa nota-se que a detecção de materiais arrancados da superfície do aço nitretado se inicia em 3,4 horas (Figura 5.75). Como no sistema aço, o sistema nitretado também possui um t-cratera, onde se inicia a perda de massa e onde os parâmetros de ondulação iniciam suas mudanças. O “t-cratera” pode ser estimado para este sistema em 1,5 hora, ou seja, metade do tempo de incubação determinado por perda de massa.

Antes deste tempo, t-cratera, algumas mudanças foram observadas na superfície. R-Ssk permaneceu maior que zero e R-Sku foi maior que 3, indicando que inicialmente era uma superfície contendo picos (Figura 5.77). Isto é uma evidência de que a nitretação iônica cria uma superfície com uma textura diferente da do substrato utilizado, pois o aço utilizado inicialmente possuía uma superfície do tipo platô.

Analisando os parâmetros de perfilometria até o tempo de incubação, nota-se que já existem indícios de formação de cavidades indicando perda de massa, mas que não foi detectada pela balança até este tempo. Variações neste período foram observadas em R-Sa, R-Sq, R-Ssk, R-Sku e nos parâmetros da família R-Sk, que mostram um maior surgimento de vales do que de picos, indicado o arrancamento de material da superfície (Figuras 5.77 e 5.78).

Durante o período de erosão da camada nitretada nota-se uma grande variação dos parâmetros de rugosidade, ou seja, a rugosidade da superfície muda de maneira radi-

cal, indicando uma diferença nos mecanismos de erosão. É interessante perceber que os parâmetros da família R-Sk indicam uma evolução no surgimento de vales (crateras) neste regime. R-Ssk negativo e R-Sku maior que 3 indicam uma grande concentração de vales, confirmado também com os mais baixos valores de R-SPc (Figura 5.78). Neste regime a perda de massa contribui com o maior aumento da rugosidade o que faz com que os parâmetros de ondulação passem a ficar mais perceptíveis a partir deste período.

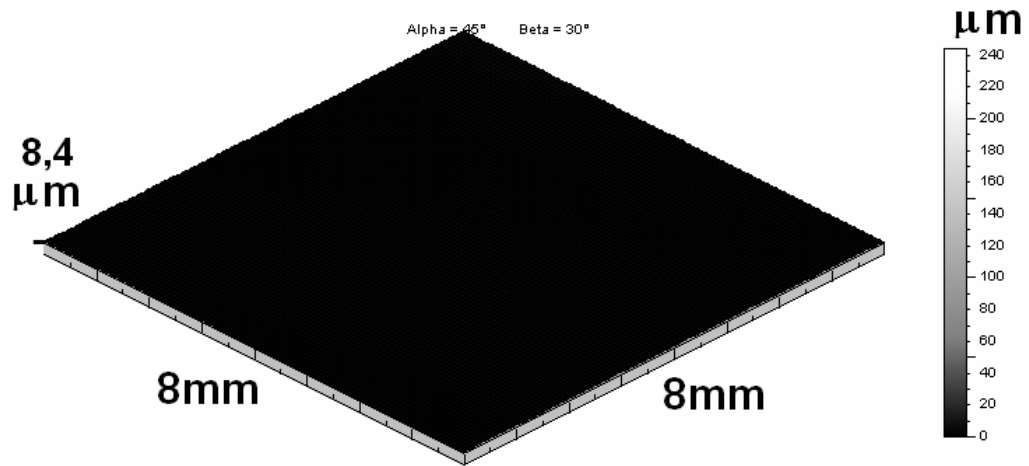
O regime de erosão acelerado é indicado por uma maior amplitude das asperezas sendo possível detectar este tempo utilizando-se principalmente os parâmetros de ondulação. Neste caso, os parâmetros de rugosidade também foram sensíveis e se apresentaram nítidos para se determinar o regime de erosão acelerado devido, possivelmente, a uma menor perda de massa durante o teste, causado por uma maior resistência à erosão deste sistema do que do aço.

Os parâmetros de perfilometria foram sensíveis aos diferentes regimes de desgaste atuando ao longo do tempo de teste, sendo então uma ferramenta útil para diferenciá-los.

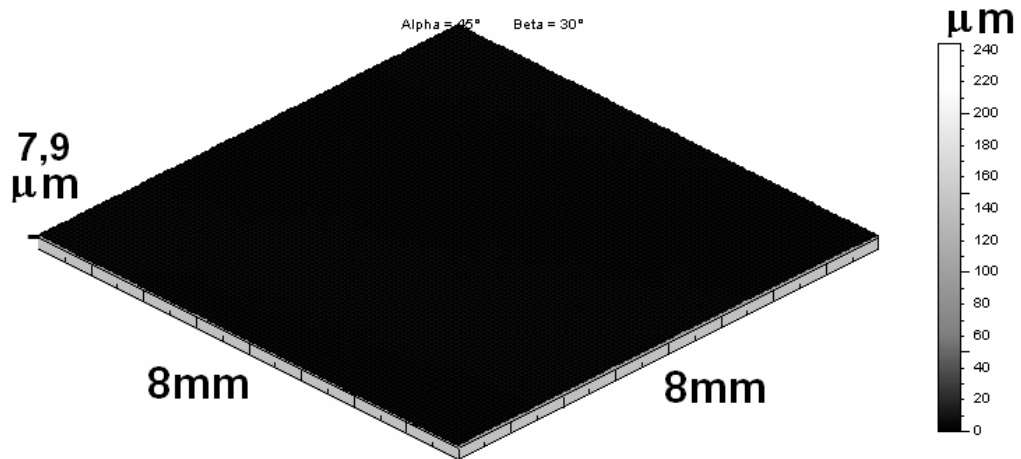
5.3.2.3 - Sistema Conjugado Monocamada de Cr-N

As Figuras 5.79 até 5.81 mostram as imagens superficiais originais para o sistema conjugado monocamada de Cr-N nos tempos inicial, 0,5h, 1h, 1,5h, 3h, 5h, 8h e 12h. As imagens de 0h até 3h pertencem ao período de incubação, a de 5h ao regime de erosão do recobrimento de Cr-N e as de 8h e 12h ao regime de erosão acelerado do aço ABNT 1045, de acordo com o ajuste estatístico do gráfico de perda de massa acumulada (Figura 5.82).

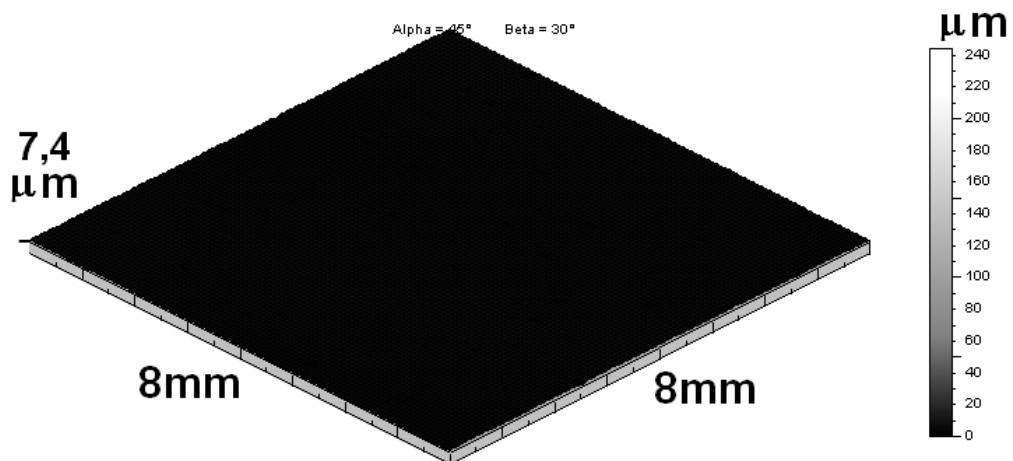
Os danos causados à superfície até 3,56h (Figuras 5.79 e 5.80-a e b), que pertencem ao tempo de incubação, apresentam-se mais lisas. A imagem de 5h, representando o regime de erosão do recobrimento de Cr-N, na Figura 5.80-c, possui rugosidade intermediária e as imagens que representam o regime de erosão do aço, Figura 5.81 apresentam maior rugosidade.



a) 0 hora (inicial)

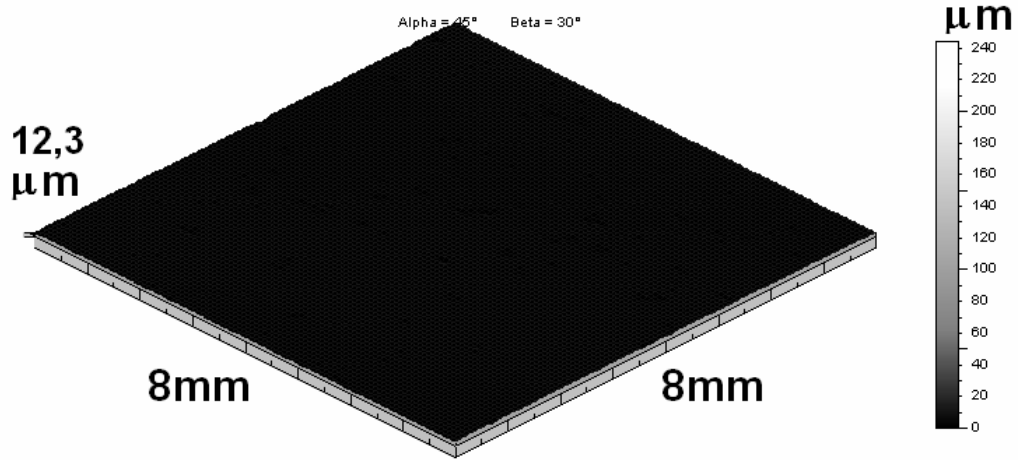


b) 0,5 hora

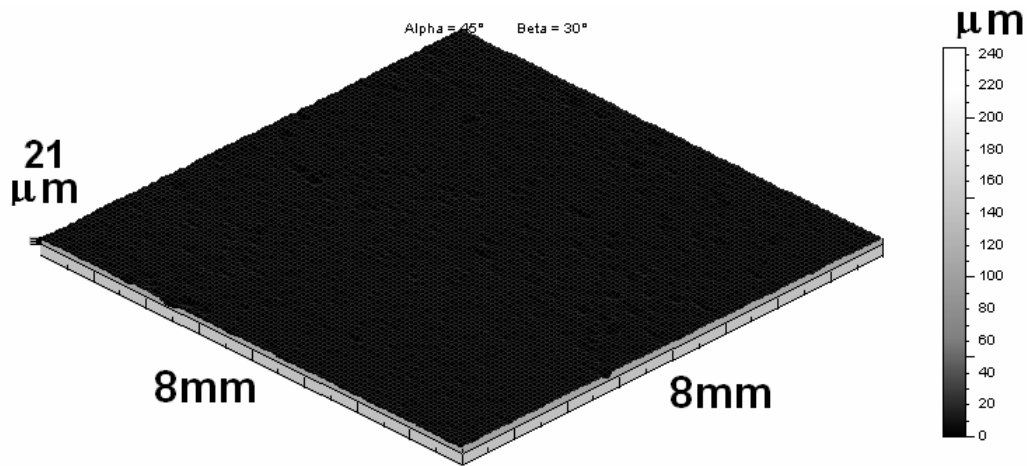


c) 1 hora

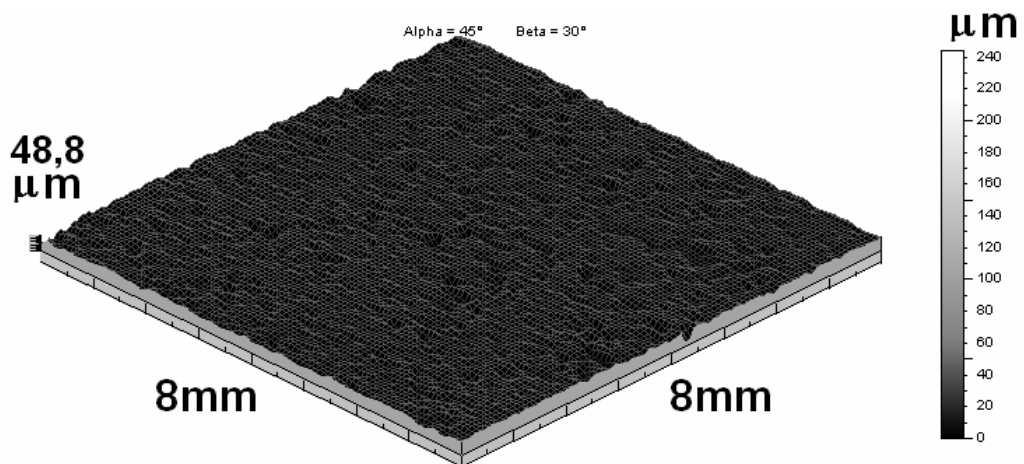
Figura 5.79 - Superfícies originais do sistema conjugado monocamada de Cr-N, obtidas por perfilometria.



a) 1,5 hora



b) 3 horas



c) 5 horas

Figura 5.80 - Superfícies originais do sistema conjugado monocamada de Cr-N, obtidas por perfilometria.

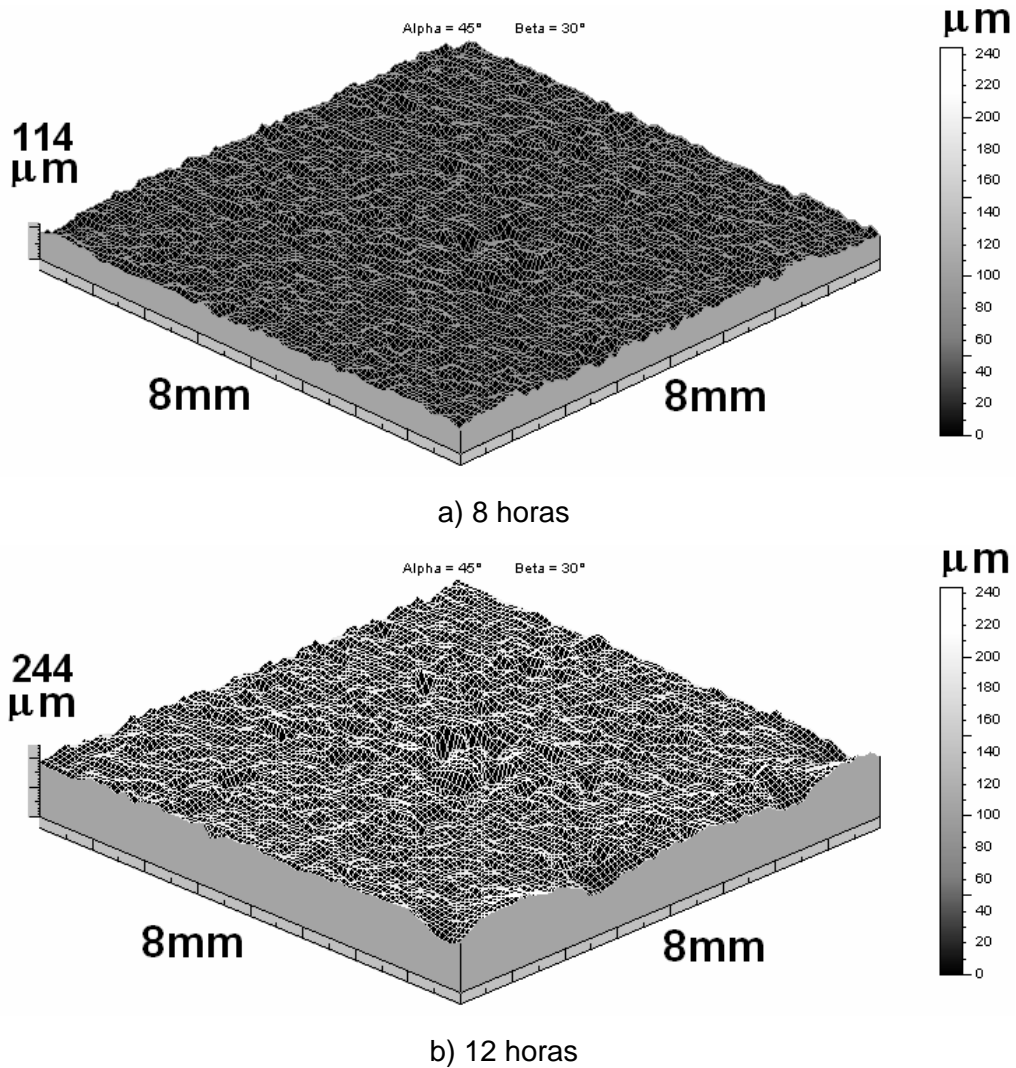


Figura 5.81 - Superfícies originais do sistema conjugado monocamada de Cr-N, obtidas por perfilometria.

Uma linha vertical tracejada, indicando o tempo de incubação, e outra, indicando o início do regime de erosão acelerado do aço ABNT 1045, foram colocadas no gráfico de perda de massa acumulada, Figura 5.82, e nos gráficos obtidos dos parâmetros de rugosidade e de ondulação.

O tempo de incubação determinado pela curva de perda de massa foi de 3,56 horas. Os parâmetros de perfilometria indicaram um t-cratera de 2 horas para este sistema conjugado. Como nos outros sistemas, o t-cratera é bem inferior ao tempo de incubação determinado por perda de massa. Neste tempo, t-cratera, os parâmetros de ondulação já começam a se modificar, indicando a criação de crateras. Este fato foi confir-

mado analisando-se os parâmetros O-Sa e O-Sq, juntamente com R-Svk, que mostra que os vales foram criados a partir deste tempo (Figura 5.83).

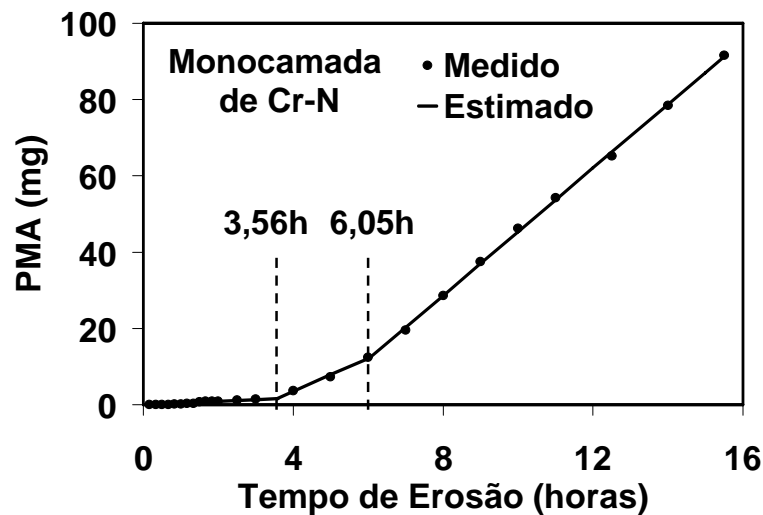


Figura 5.82 - Curva de perda de massa acumulada com o tempo de exposição para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

A característica inicial deste sistema conjugado é de uma superfície caracterizada por muitos picos devido ao processo de recobrimento. R-Ssk inicial igual a 4 (maior que 1) e R-Sku em torno de 100 permitem fazer esta suposição (Figura 5.84) que, juntamente com um alto valor inicial de R-SPc é confirmada (Figura 5.85).

Antes do t-cratera a superfície muda sua característica de picos para platô, que é causada, provavelmente, pelo mecanismo de deformação plástica presente no início do processo de erosão. Este comportamento é o mesmo ocorrido para o sistema aço como dito anteriormente.

A partir de t-cratera a criação de vales acontece de maneira mais intensa do que o surgimento de picos, como indicado por R-Svk e R-Spk na Figura 5.83-c. Como mostrado nas imagens obtidas por MEV e pelas análises de EDS, quando o substrato é atingido este local se torna um concentrador de danos, pois possui uma resistência mecânica muito menor do que o recobrimento de Cr-N. Então, o segundo regime, que foi associado ao desgaste do recobrimento de Cr-N, é, na verdade predominantemente deste recobrimento, mas já possui arrancamentos do aço que compõe o substrato.

Com o passar do tempo de teste as regiões que se tornaram preferenciais aos danos foram responsáveis pela diminuição de picos nos regimes de erosão do recobrimento de Cr-N e acelerado do aço, como indicado na Figura 5.85.

Não é interessante o uso destes parâmetros para a determinação dos diferentes regimes de desgaste por causa da característica de desgaste neste sistema conjugado, que possui um recobrimento muito duro sobre um aço macio.

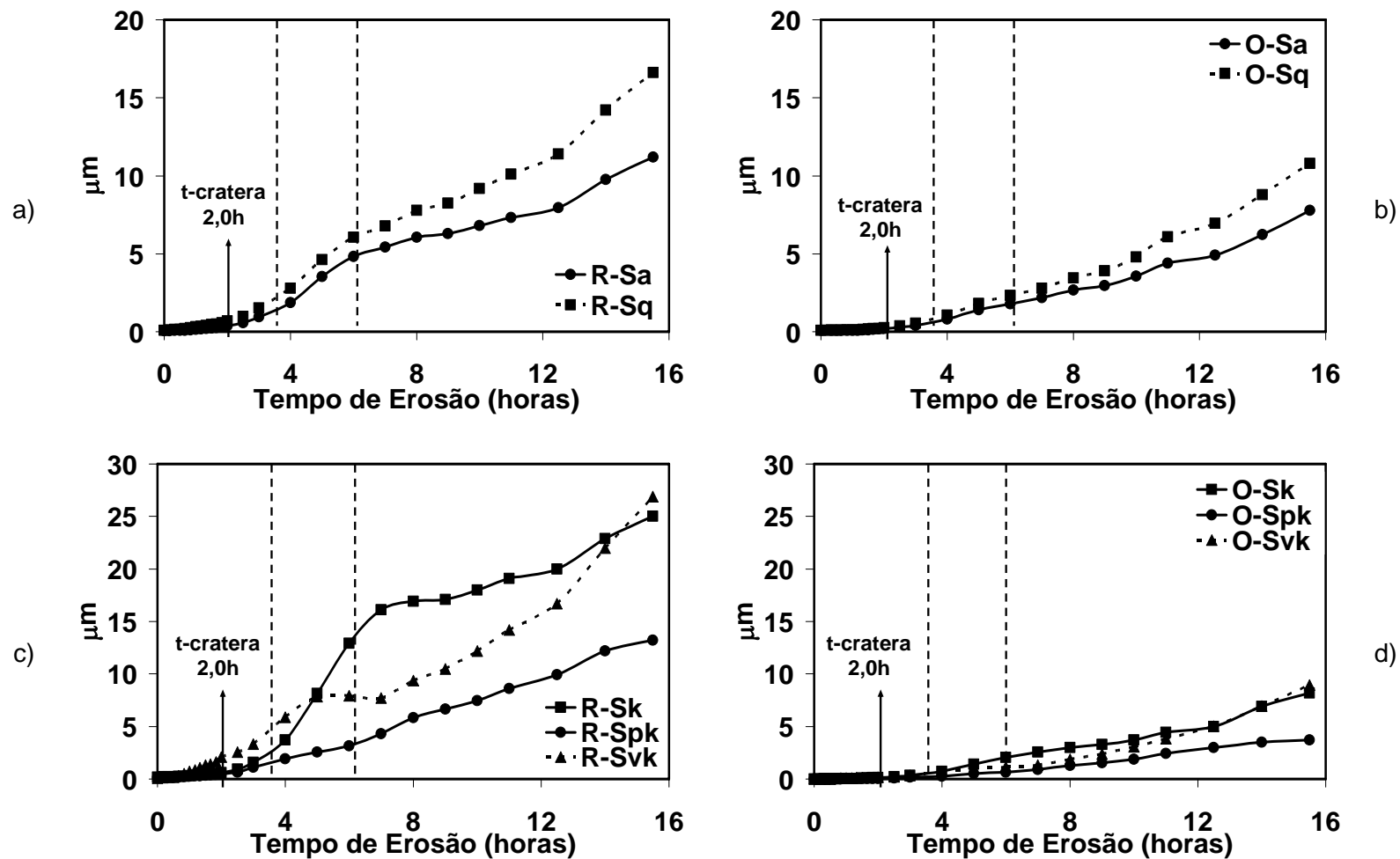


Figura 5.83 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

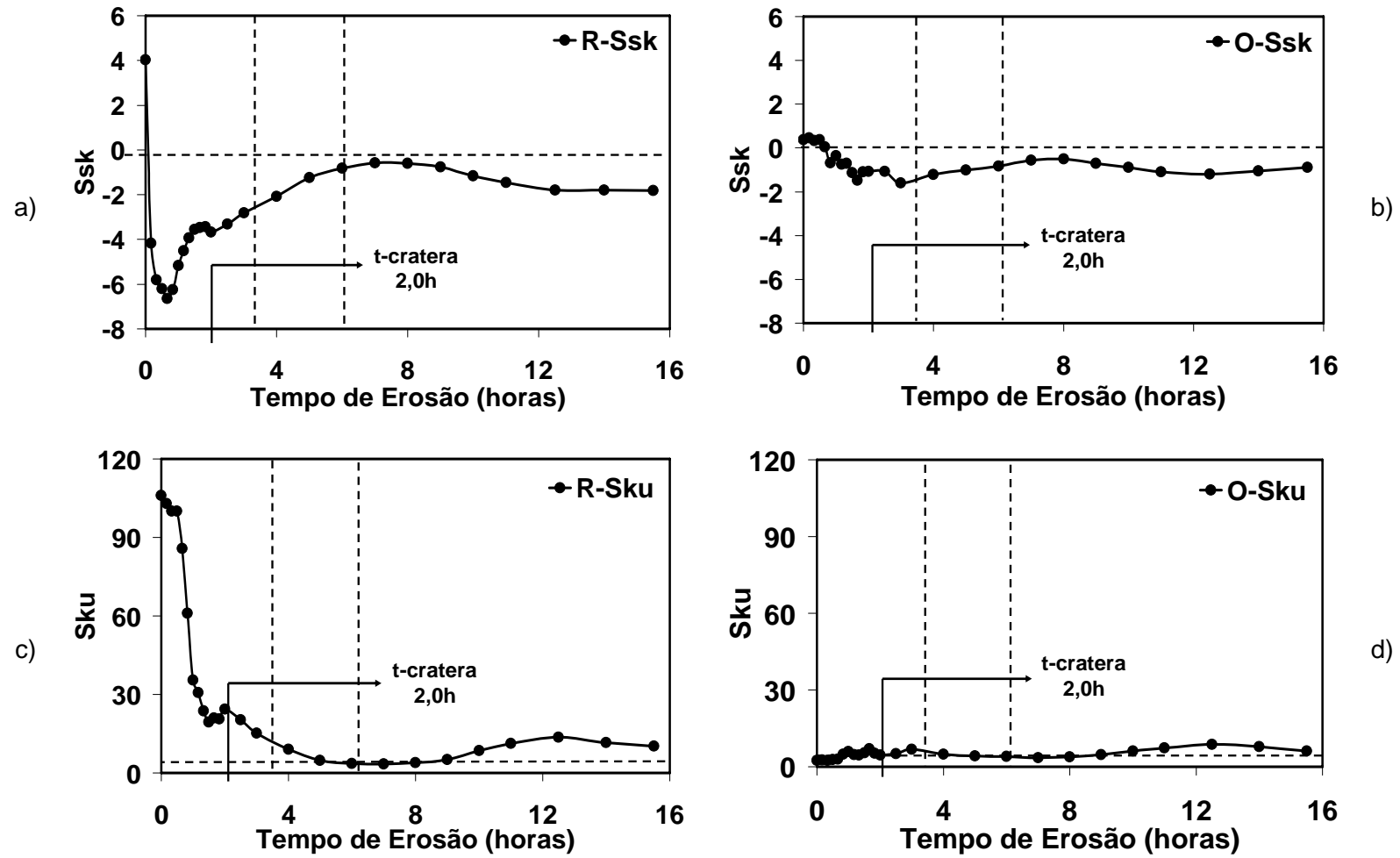


Figura 5.84 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

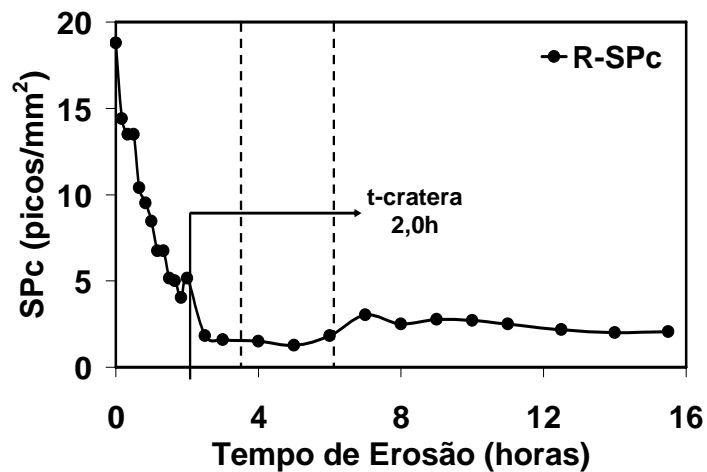


Figura 5.85 - Parâmetros de rugosidade R-SPc (densidade de picos) para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

5.3.2.4 - Sistema Conjugado Dúplex de Cr-N

As Figuras 5.86 até 5.89 mostram as imagens superficiais originais para o sistema conjugado dúplex de Cr-N nos tempos inicial, 0,5h, 1h, 1,5h, 3h, 5h, 8h, 12h, 16h e 20h. As imagens de 0h até 1,5h pertencem ao período de incubação, as de 3h, 5h e 8h ao regime de erosão do recobrimento de Cr-N, a de 12h ao regime de erosão da camada nitretada e as de 12h, 16h e 20h ao regime de erosão acelerado do aço “modificado”, de acordo com o ajuste estatístico do gráfico de perda de massa acumulada, que está indicado na Figura 5.90.

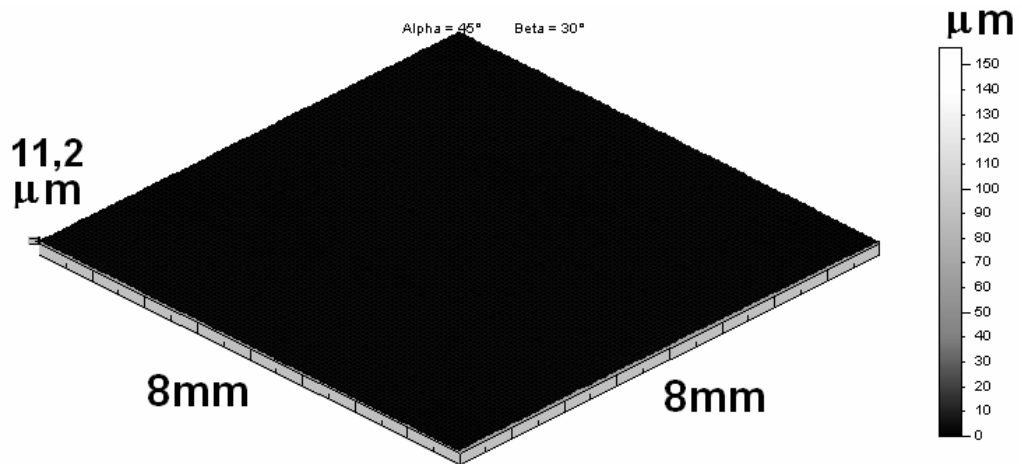
Neste sistema, os danos causados durante o tempo de teste não puderam diferenciar seus diferentes regimes de erosão. Diferentemente dos outros sistemas estudados, o conjugado dúplex de Cr-N possui um recobrimento duro, uma camada nitretada e logo abaixo dela o aço ABNT 1045. Esta constituição cria um gradiente de dureza na espessura deste conjugado eliminando o “salto” que havia no conjugado monocamada, onde existia um recobrimento de dureza elevada e logo abaixo um substrato de dureza muito inferior.

Os danos causados do estado inicial ao tempo de 5 horas, mostrados nas Figuras 5.86 5.87-(a e b), mostram uma evolução contínua destes danos sendo que estas imagens pertencem ao tempo de incubação e ao regime de erosão do recobrimento de

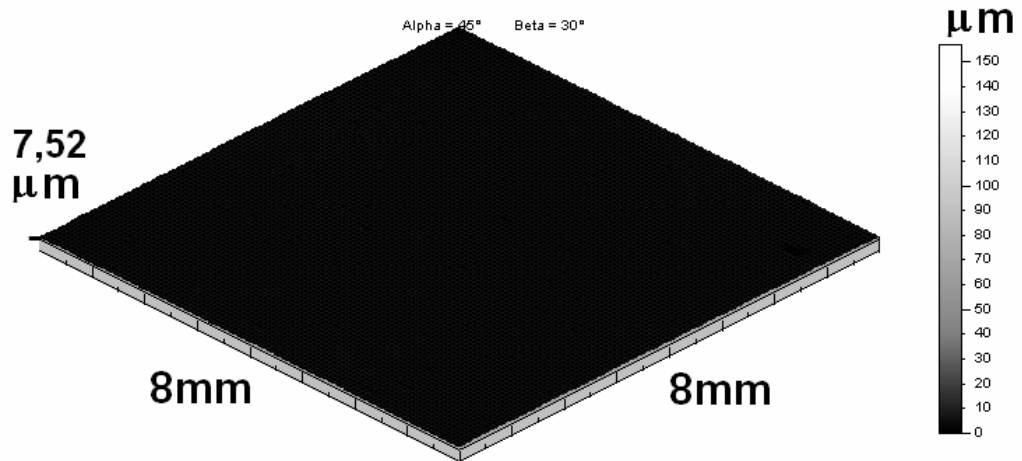
Cr-N. Somente no tempo de 8 horas é que estes danos iniciam uma evolução de maior intensidade.

Como neste sistema o recobrimento foi depositado em cima de uma superfície dura, não houve, durante a evolução do teste, áreas preferenciais de erosão, como aconteceu com o conjugado monocamada de Cr-N. Neste caso, os danos iniciais causados ao recobrimento de Cr-N são de falha coesiva, o que significa que pequenas partes do recobrimento são arrancadas e o recobrimento não é perfurado.

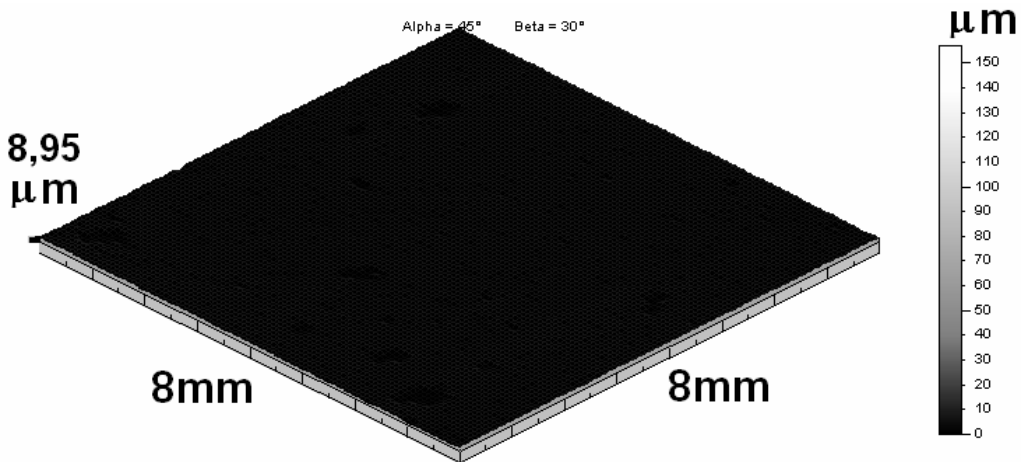
Apenas ao atingir o regime de erosão do aço "modificado" é que os danos passam a ocorrer de maneira mais intensa, mesmo assim não tão intensamente como no sistema aço e no conjugado monocamada, pois a camada nitretada possui uma espessura estimada de 40 μ m como uma variação na dureza que vai diminuindo a medida que a profundidade aumenta.



a) 0 hora (inicial)



b) 0,5 hora



c) 1 hora

Figura 5.86 - Superfícies originais do sistema conjugado dúplex de Cr-N, obtidas por perfilometria.

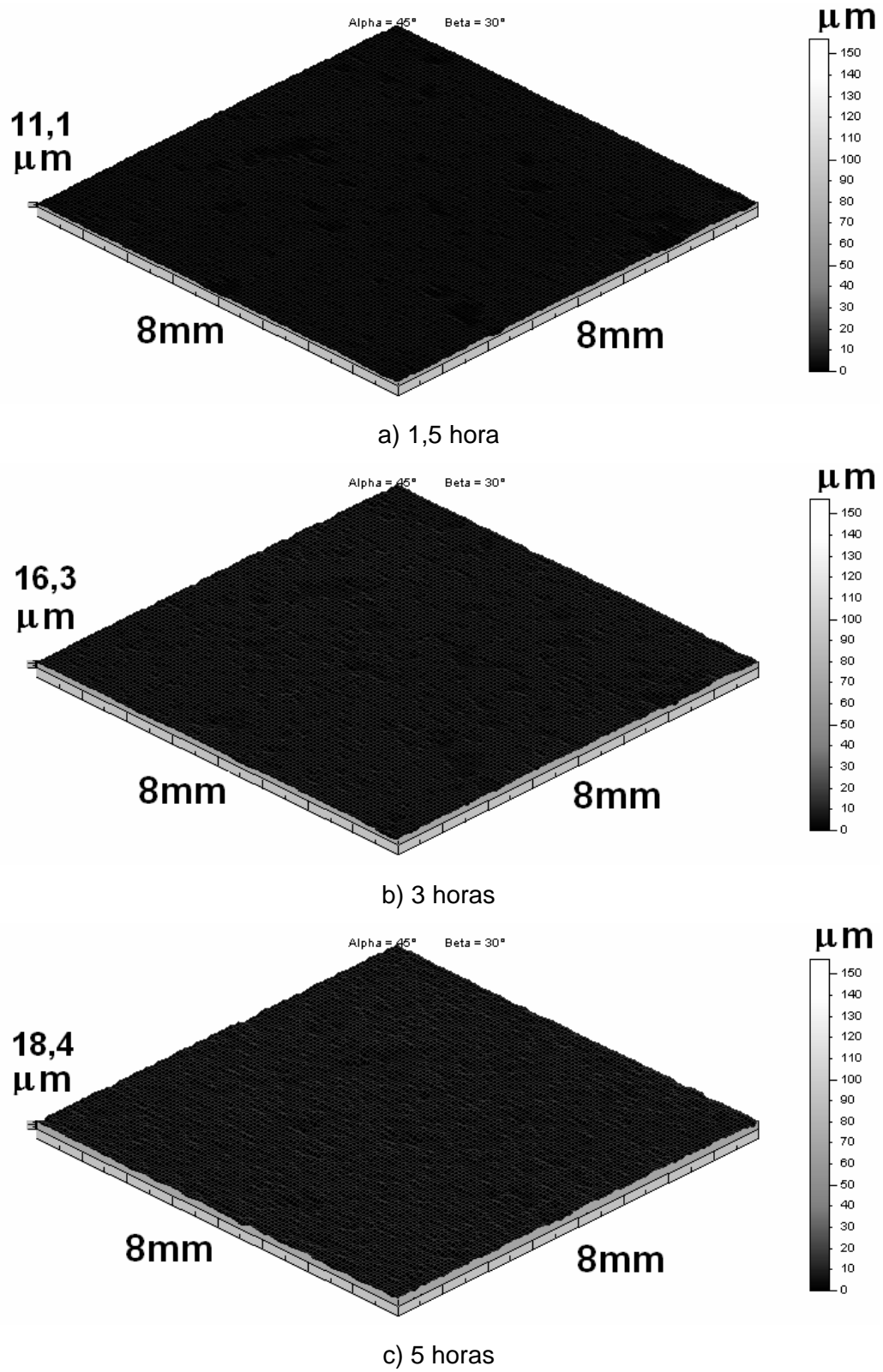
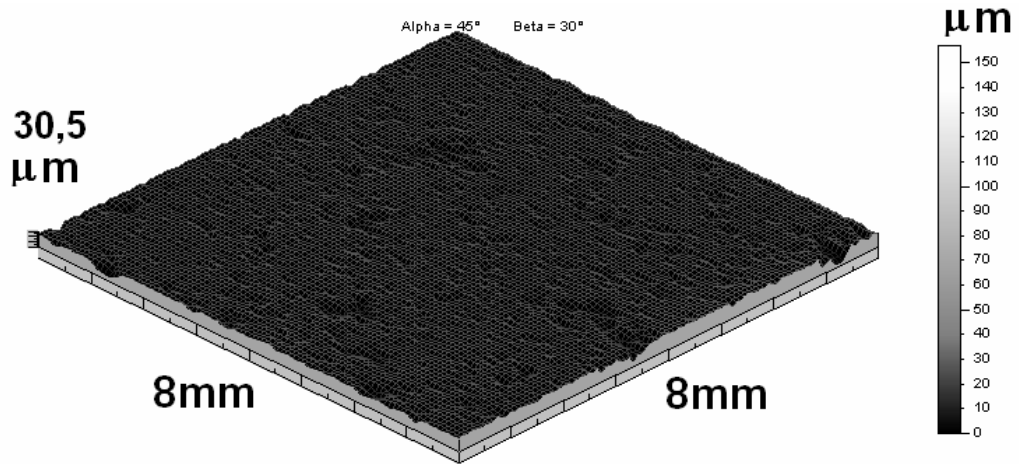
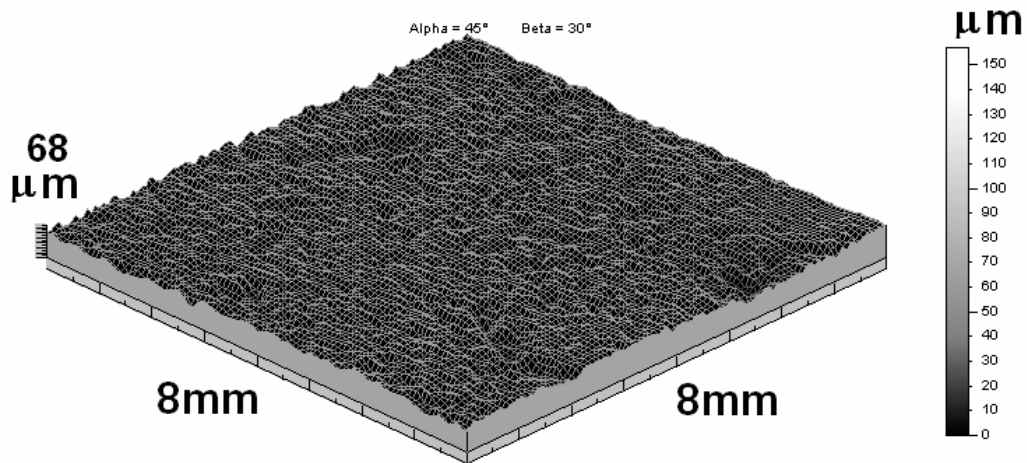


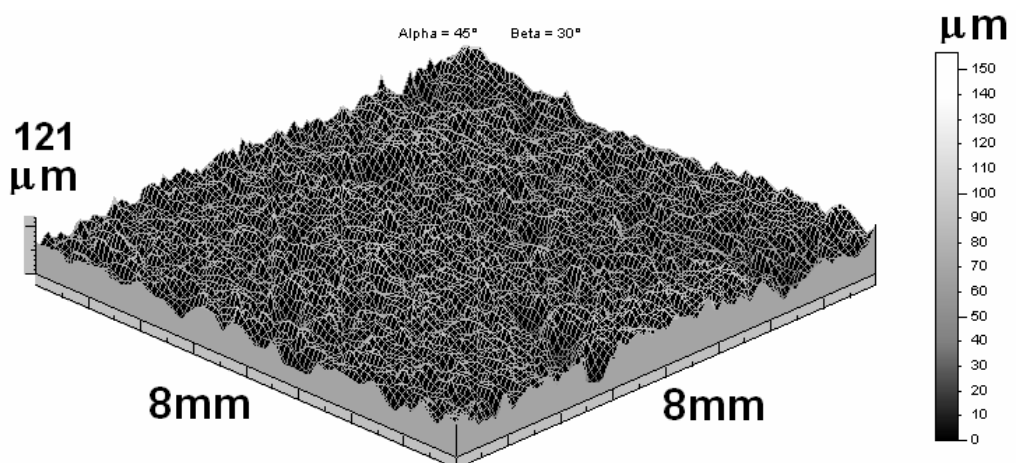
Figura 5.87 - Superfícies originais do sistema conjugado dúplex de Cr-N, obtidas por perfilometria.



a) 8 horas



b) 12 horas



c) 16 horas

Figura 5.88 - Superfícies originais do sistema conjugado dúplex de Cr-N, obtidas por perfilometria.

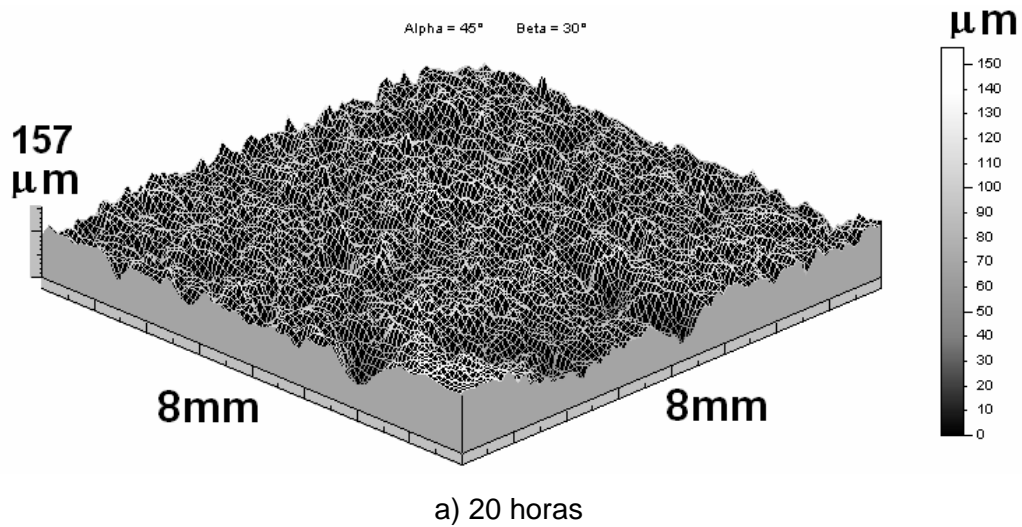


Figura 5.89 - Superfícies originais do sistema conjugado dúplex de Cr-N, obtidas por perfilometria.

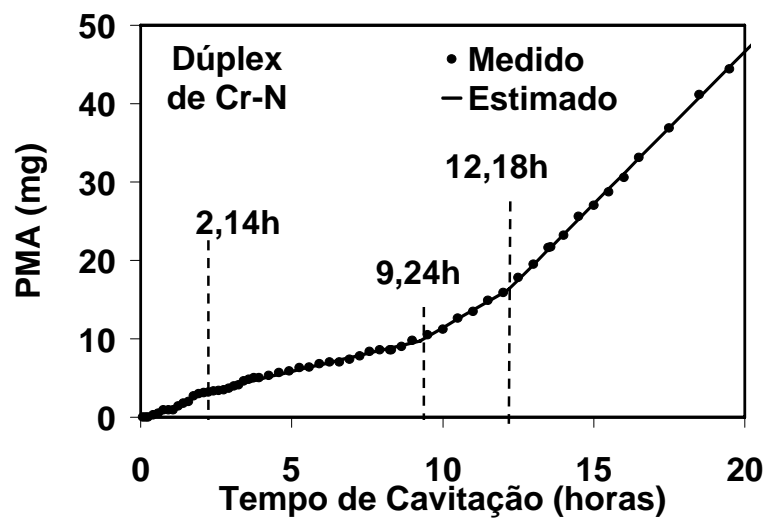


Figura 5.90 - Curva de perda de massa acumulada com o tempo de exposição pra o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

Linhas tracejadas foram colocadas no gráfico de perda de massa acumulada, Figura 5.90 e nos gráficos obtidos dos parâmetros de rugosidade e de ondulação com o objetivo de demarcar os diversos regimes de erosão que, neste caso, são o período de incubação, regime de erosão do recobrimento de Cr-N, regime de erosão da camada nitrada e regime de erosão acelerada do aço “modificado”.

Pode-se notar pelo gráfico de perda de massa que, para este sistema conjugado, já existe perda de massa detectável desde um tempo muito pequeno de teste (Figura 5.90). Utilizando-se da mesma abordagem para a determinação do t-cratera dos três sistemas anteriores foi obtido para este sistema um valor surpreendente de 7,0h. Este valor foi muito maior que o tempo de incubação determinado por perda de massa e também foi o único valor superior a este tempo de incubação dentre todos os sistemas aqui estudados.

Inicialmente a superfície deste sistema é caracterizada por picos, pois possui R-Ssk próximo de 1 e R-Sku maior que 3 (Figura 5.92). Existe uma pequena variação das características da superfície num tempo muito próximo a 0 (zero), ou seja, bem no início do teste. Mas como esta pequena mudança foi notada apenas por estes dois parâmetros, então esta modificação não foi utilizada para a determinação do t-cratera. Este mesmo tipo de variação aconteceu no início do teste para o sistema monocamada.

As variações sensíveis aos parâmetros de ondulação aconteceram em um tempo muito superior ao período de incubação determinado por perda de massa. Analisando as imagens obtidas por MEV e por EDS nota-se que os arrancamentos do recobrimento que ocorrem até este tempo, t-cratera, foram muito distribuídos na superfície e foram de profundidades muito baixas não atingindo assim a camada nitretada nem o aço “modificado”. Sendo assim, o que ocorreu foram apenas falhas coesivas na superfície do recobrimento, o que não caracterizou uma grande modificação na superfície que fosse modificá-la na sua componente de ondulação.

O que se percebe neste conjugado é que os danos causados no primeiro e segundo regimes, que são o período de incubação e a região de erosão do recobrimento de Cr-N, respectivamente, se misturam no que diz respeito a perfilometria. Este fato é um indício de que quando se tem um substrato endurecido, como um aço nitretado iônica-mente, a evolução dos danos causados pela erosão cavitacional acontecem de uma maneira mais suave. Nota-se que o único regime que se percebe clara-mente é o regime de erosão acelerado do aço “modificado”.

No caso deste sistema a perfilometria foi interessante para se avaliar os tempos de formação das primeiras crateras, t-cratera, e também para avaliar o regime de erosão acelerada do aço “modificado”, que como indicam os parâmetros de ondulação o

tempo é inferior às 12,18h, determinada pela análise estatística na curva de perda de massa acumulada. Estes parâmetros indicam um tempo em torno de 11 horas (Figura 5.91).

Todos os tempos de formação das primeiras crateras dos sistemas estudados, t_{cratera} , onde se inicia o arrancamento de material da superfície, foram menores do que os tempos de incubação determinados por perda de massa, exceto para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. Este fato indica duas características importantes da perfilometria que devem ser utilizadas em análises juntamente com o gráfico de perda de massa acumulada. A primeira é que a perfilometria é uma técnica bastante sensível a mudanças superficiais, indicando a criação de crateras antes da detecção de perda de massa por balanças de precisão. E a segunda é que a perda de massa não é uma característica de importantes mudanças superficiais.

Para alguns casos a perfilometria foi interessante na identificação dos diferentes regimes de desgaste causado pela erosão cavitacional e também na determinação do regime de erosão acelerado. O sistema aço, o qual possui apenas dois regimes de erosão foi completamente caracterizado por perfilometria. O sistema nitretado também foi bem determinado, inclusive o regime de incubação, o qual não possui nenhuma perda de massa perceptível. Os sistemas conjugados foram os mais complexos, pois para o conjugado monocamada as crateras iniciais já conseguiam atingir o substrato, misturando assim as diferentes características de cada material. E o sistema dúplex, ao contrário, se misturou porque possuía estas características semelhantes para suas diferentes regiões, sendo próximas do material do recobrimento, permitindo assim, uma maior resistência à erosão cavitacional deste sistema.

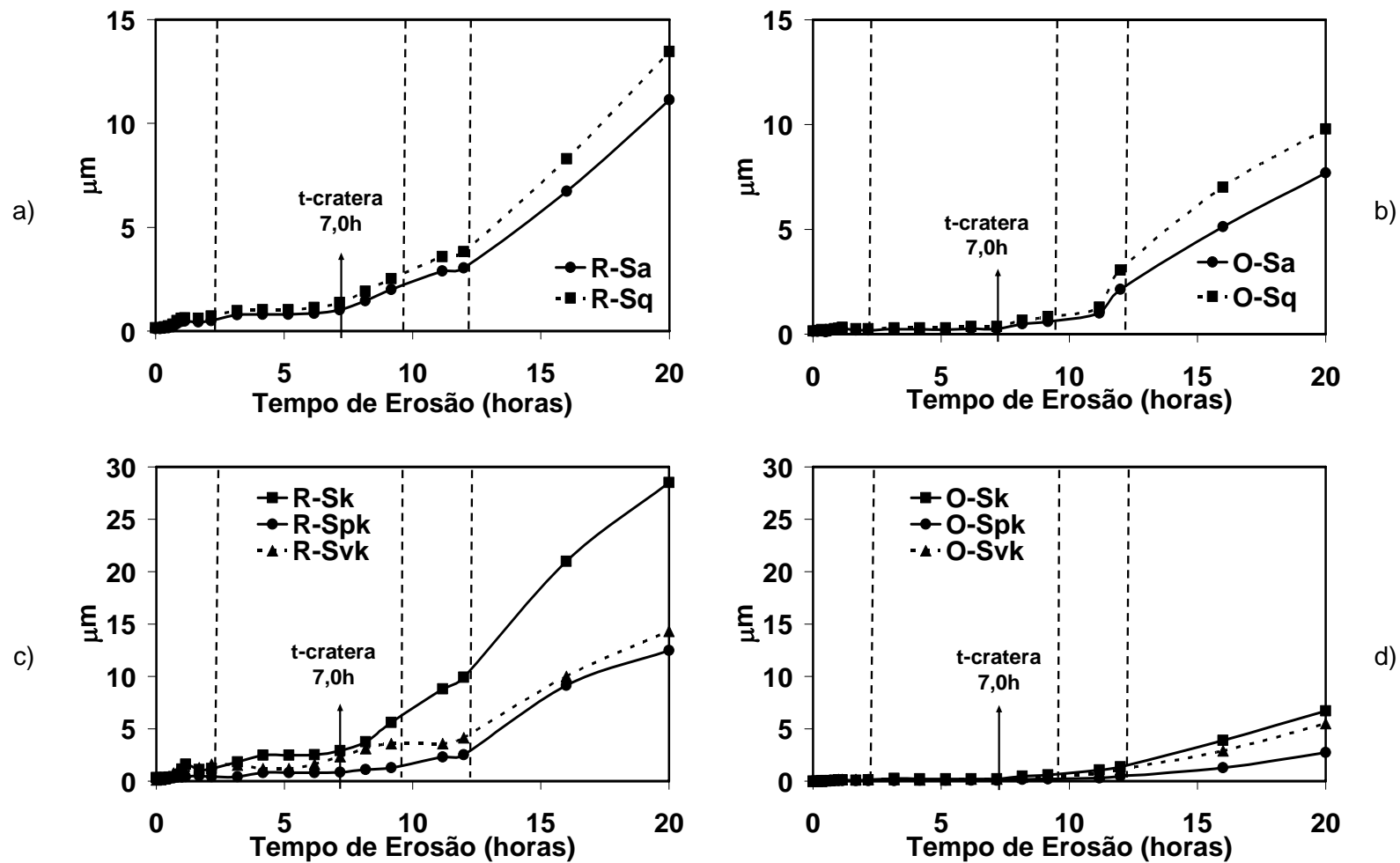


Figura 5.91 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

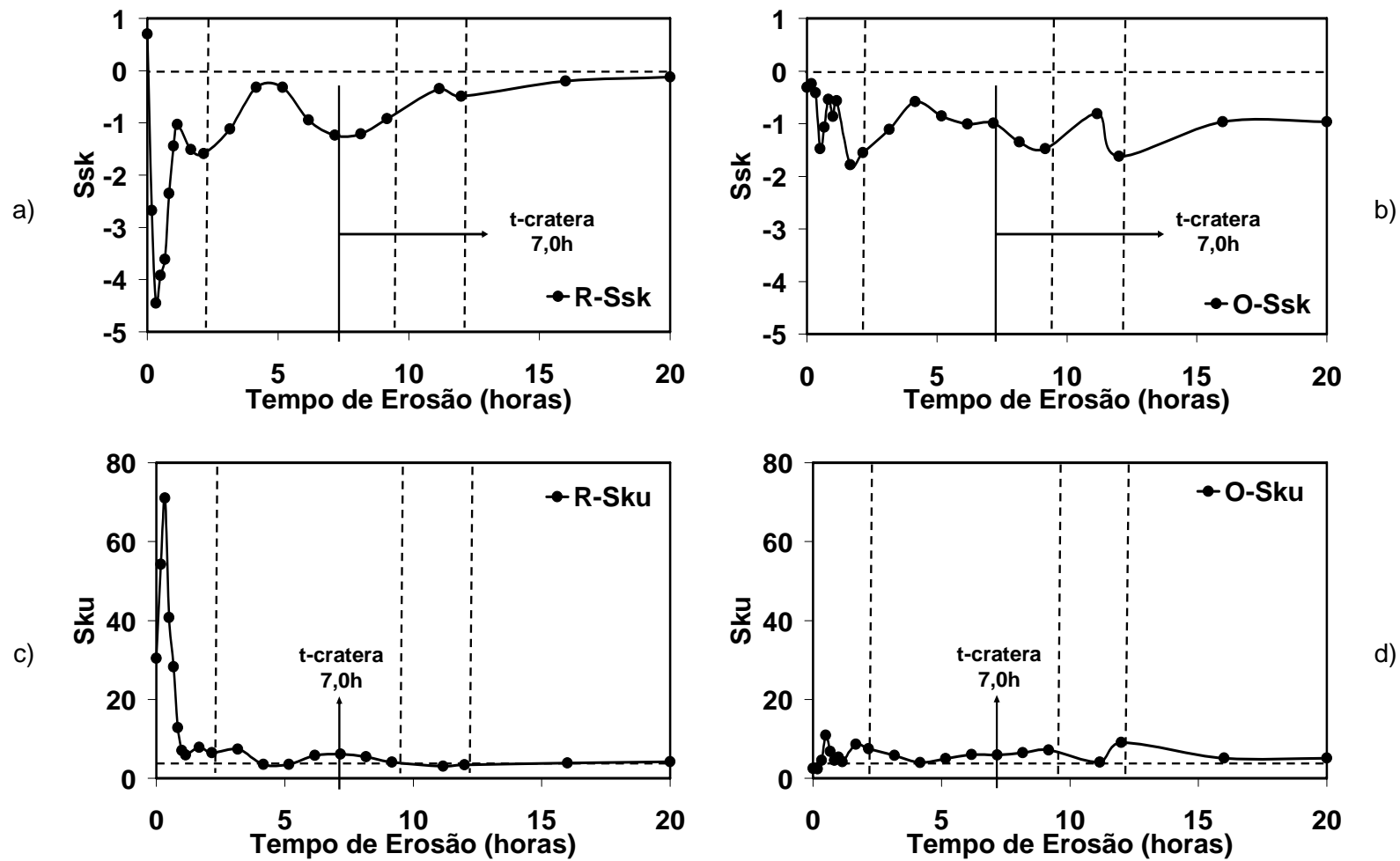


Figura 5.92 - Parâmetros de perfilometria, de rugosidade e de ondulação, para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

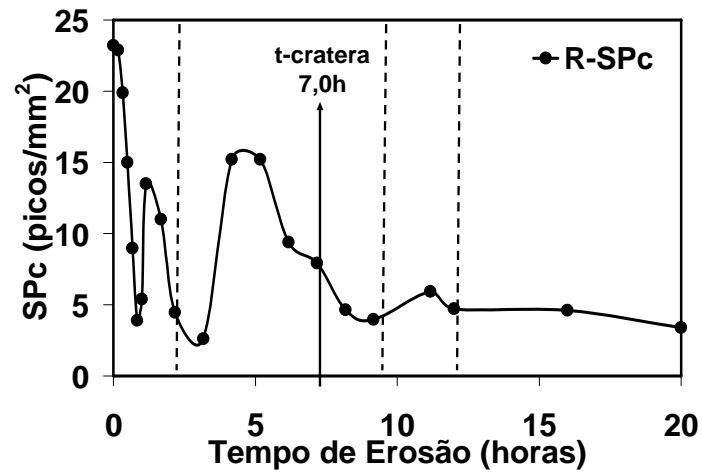


Figura 5.93 - Parâmetros de rugosidade R-SPc (densidade de picos) para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

5.3.3 - Monitoramento da Profundidade de Erosão nos Testes de Erosão Cavitação Vibratória

Imagens invertidas do perfil topográfico original foram utilizadas para avaliar e quantificar a evolução dos danos cavitacionais durante o período de teste dos quatro sistemas estudados. Além disso, histogramas da distribuição de densidades de picos (vales)/mm² em função dos valores de suas amplitudes foram produzidos. Entendem-se como picos (vales) a amplitude tomada a partir de um corte produzido no perfil topográfico igual a Spk, ou seja igual a altura correspondente à região de picos. Este corte foi realizado com o objetivo de estabelecer uma referência inicial. Neste caso, os histogramas são relativos às profundidades dos danos ao longo do processo cavitacional. Desde que os histogramas foram produzidos a partir das imagens topográficas invertidas após o corte, o que se denomina de picos (vales)/mm², trata-se da densidade de danos com amplitudes contidas a partir do corte até o vale mais profundo, e assim refere-se a densidade e amplitude do dano cavitacional.

5.3.3.1 - Sistema Aço

A Figura 5.26 mostra os diferentes regimes de erosão cavitacional na curva de perda de massa acumulada com o tempo, obtidas estatisticamente, para o sistema aço.

O histograma referente à superfície invertida no estado inicial (Figura 5.94-a), após o corte igual a Spk, indica uma alta frequência de picos (vales)/mm² na faixa de valores de 0,5µm a 1,5µm. Observa-se que os danos mais profundos são na ordem de 4µm. É importante notar que esta curva de densidade de distribuição de picos (vales)/mm² não possui a parte correspondente aos verdadeiros picos do perfil, desde que eles foram retirados após o corte realizado.

Com o passar do tempo de teste de erosão, notar-se o aumento do número de picos (vales)/mm² com o deslocamento para a direita dos valores das amplitudes dos danos. Em 30 minutos, (Figura 5.94-b), que foi o tempo estimado para o t-cratera, os vales mais profundos alcançaram uma profundidade de 8µm, mas os valores médios são ainda da ordem de 2µm a 4µm, ou seja, embora existam danos de maiores profundidades, a maioria deles está em torno de um valor médio menor.

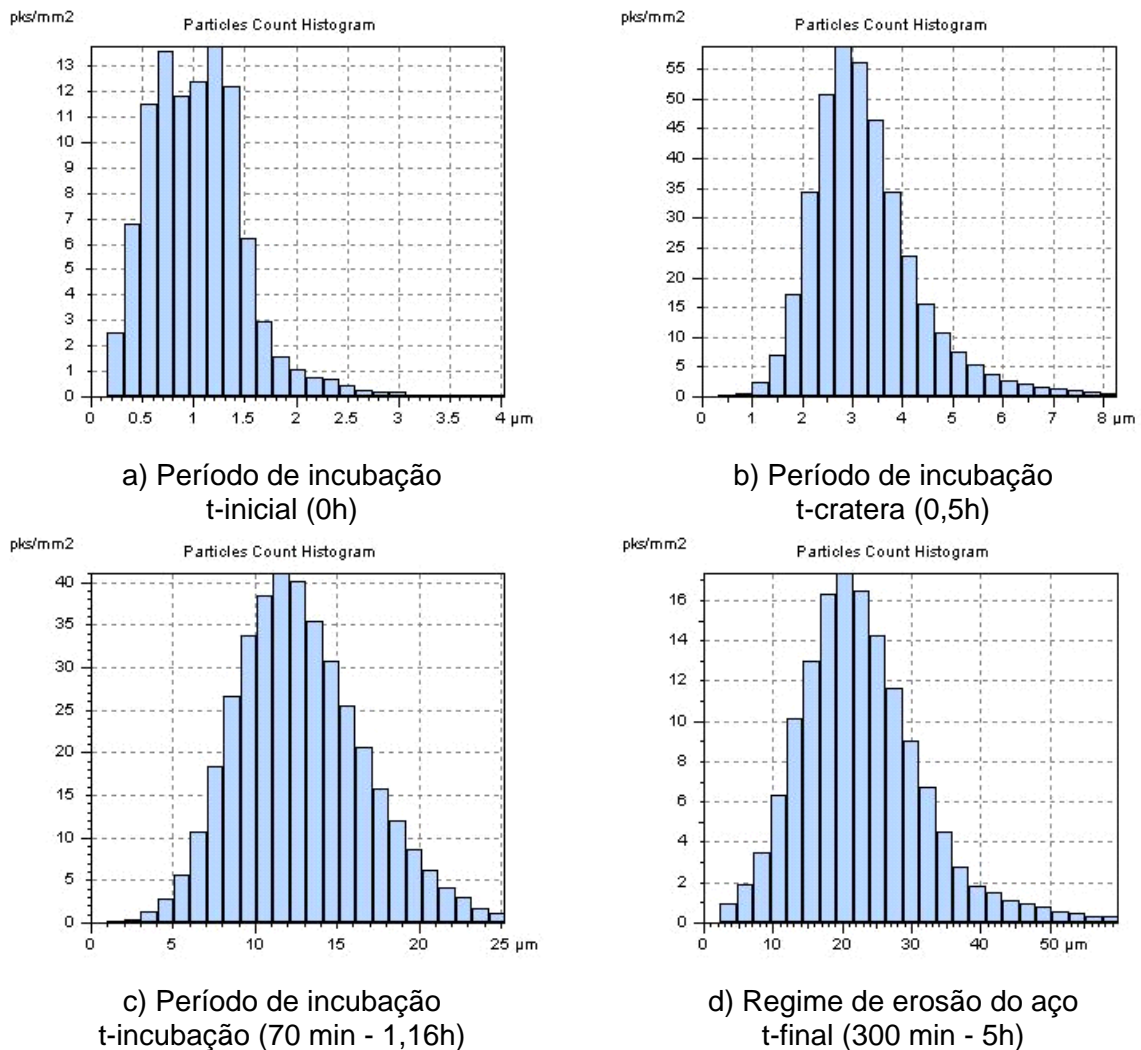
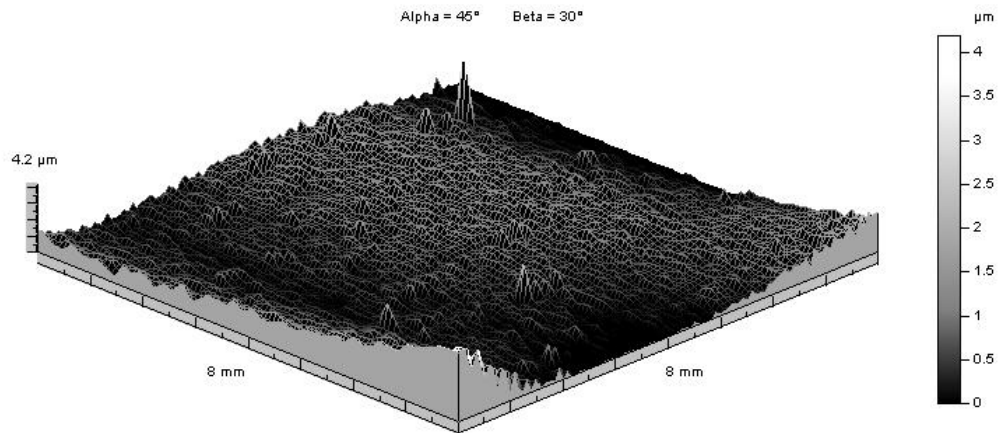


Figura 5.94 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm² para o sistema aço.

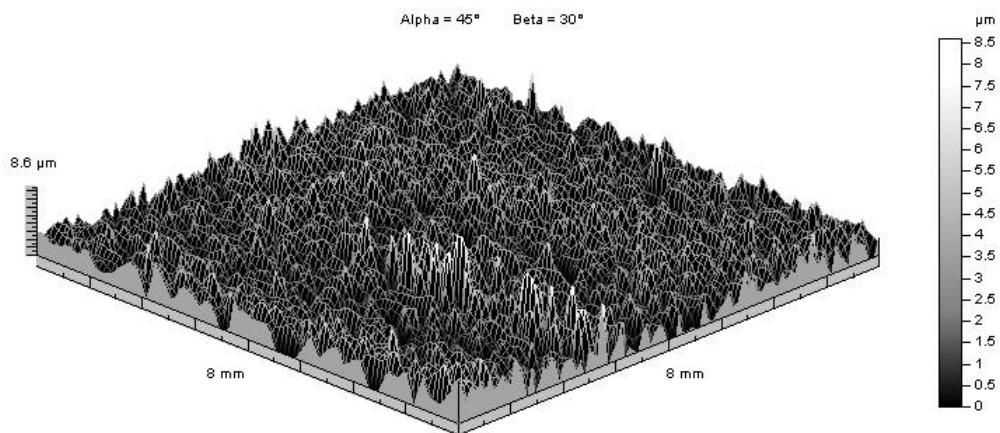
O período de incubação, estimado pela análise estatística de regressão linear a partir da curva por perda de massa, para o sistema aço, foi determinado igual a 1,23h (Figura 5.94-c). Neste tempo, os danos causados à superfície são de ordem tal que a profundidade máxima atingida pelos danos está na faixa de 25μm e a profundidade média situa-se entre 10μm a 15μm. Estes resultados, aumento significativo da profundidade máxima e alteração no perfil de ondulação, indicam uma mudança significativa no perfil topográfico, que justifica a perda de massa observada para este sistema neste período de incubação.

A curva de perda de massa indica que a partir de 1,23h inicia o regime de erosão cavitacional acelerado para este sistema. As imagens topográficas invertidas, indicadas na Figura 5.94, ilustram esta evolução dos danos produzidos pelo processo de erosão

cavitacional. Observam-se, tanto nos histogramas quanto em suas respectivas imagens topográficas, que, a partir do tempo de 1,23h, a taxa de crescimento da profundidade dos danos é lenta. A grande mudança se dá no crescimento do número de picos (vales)/mm² com profundidades que atingem, em 5 horas, valores de 60μm.

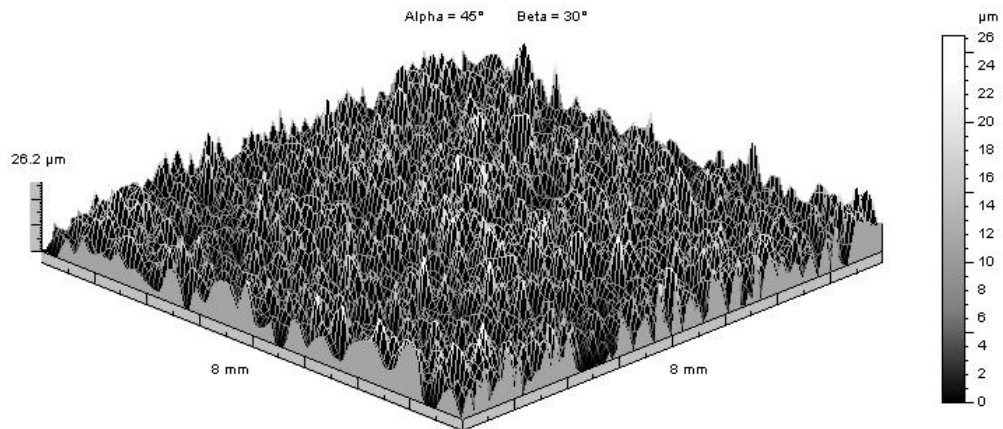


a) t-inicial (0h)

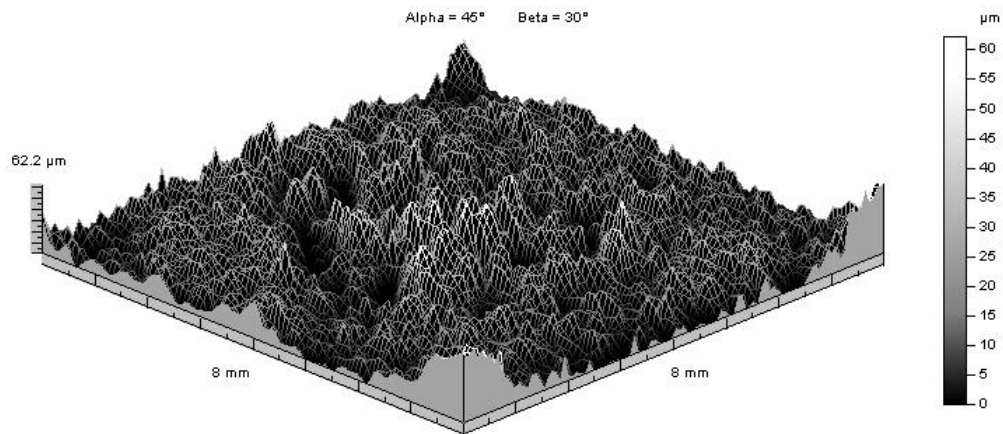


b) t-cratera (0,5h)

Figura 5.95 - Imagens topográficas invertidas da superfície do sistema aço após a) 0 hora e b) 0,5 hora de teste.



a) t-incubação (70 min - 1,16h)



b) t-final (300 min - 5h)

Figura 5.96 - Imagens topográficas invertidas da superfície do sistema aço após a) 1,16 hora e b) 5 horas de teste.

As Figuras 5.96 e 5.97 mostram as imagens superficiais originais invertidas, e cortadas em Spk, para os tempos indicados pelos histogramas analisados na Figura 5.94, ou seja, inicial, 0,5h, 1,16h e 5h.

5.3.3.2 - Sistema Nitretado

A Figura 5.32 mostra os diferentes regimes de erosão cavitacional na curva de perda de massa acumulada com o tempo, obtidas estatisticamente, para o sistema nitretado. Os gráficos de picos (vales)/mm² versus profundidade, a partir do corte realizado em Spk, estão mostrados na Figura 5.97.

O perfil topográfico inicial deste sistema mostra uma grande concentração dos vales em uma profundidade média de 0,5µm e apresenta profundidades máximas de 1,4µm (Figura 5.97-a). A evolução dos danos criados até o t-cratera neste sistema, igual a 1,5h, é indicada nos histogramas de picos (vales)/mm² com o tempo. A primeira observação importante é o valor da profundidade máxima em torno de 2,8µm encontrada nesta etapa do desgaste, que similarmente ao determinado para o aço, possui uma relação do dobro da profundidade máxima observada no perfil original. Este resultado refletiu na modificação dos parâmetros de ondulação (Figura 5.97-b).

No tempo de incubação, igual a 3,4 horas, a profundidade média dos vales é de 2µm e a profundidade máxima é de 9µm (Figura 5.97-c). No caso deste sistema a perda de massa só passou a ser detectada a partir deste tempo de incubação, como mostrado na Figura 5.31. Este valor de profundidade máxima alcançada neste tempo de incubação corresponde em torno de três vezes o valor da profundidade máxima em t-cratera. Esta mesma tendência foi observada para o aço, que sofreu uma mudança de 8µm para 25µm.

Após o tempo de incubação, no regime de erosão da camada nitretada, definido de 3,4h até 6,4h, observa-se que as profundidades dos danos situam-se em valores inferiores a 20µm, o que significa que até tempos de 6,4 horas a erosão cavitacional permanece em uma profundidade menor que a camada nitretada, estimada em torno de 40µm (Figura 5.97-d). Este resultado corrobora a menor taxa de erosão obtida neste regime em relação ao regime de erosão acelerado, denominado regime de erosão acelerado do aço “modificado”.

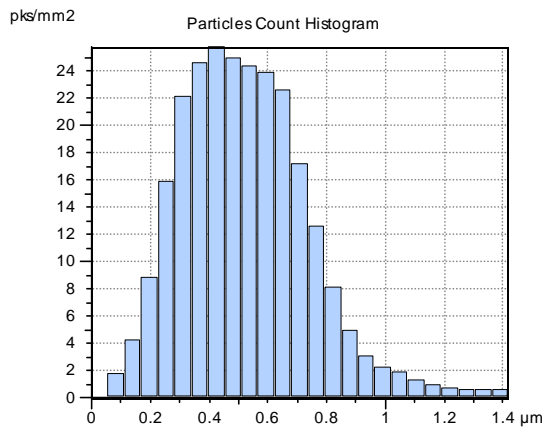
A partir de 6h de teste o “rabo” da curva de distribuição de picos (vales)/mm² começa a se expandir para a direita, distanciando-se cada vez mais dos valores médios, apresentando profundidades de até 50µm, para o tempo de 12,5 horas, Figura 5.97-e, e

160 μm para 20 horas, Figura 5.97-f. Comparativamente ao sistema aço, percebe-se que, enquanto para alcançar uma profundidade de 50 μm , no sistema nitretado precisou-se de 12,5 horas, no sistema aço esta profundidade foi alcançada apenas com 5 horas.

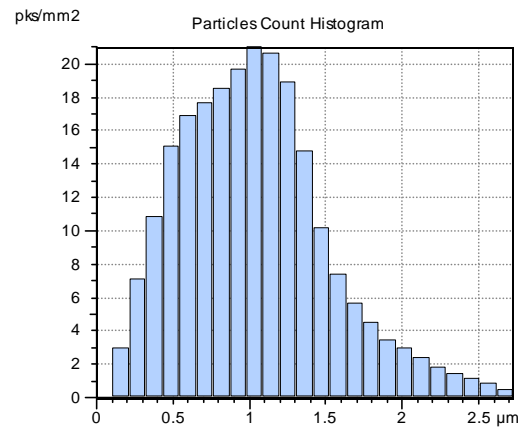
Sabendo que a profundidade da camada nitretada é em torno de 40 μm , conclui-se que quando esta profundidade (50 μm) é atingida, a resistência mecânica da superfície, medida por microdureza e nanodureza instrumentada, é diminuída, atingindo um valor bem próximo ao do aço ABNT 1045, fazendo com que estes vales mais profundos se tornem concentradores dos danos.

No entanto deve-se salientar que, embora as profundidades atingidas pelos vales mais profundos sejam muito altas, alcançando 160 μm em 20 horas de teste, (Figura 5.97-f), os valores médios de profundidade não ultrapassam 30 μm . Isto indica que o substrato de aço ABNT 1045 é atingido, mas que a densidade maior de danos por erosão cavitacional está acontecendo em uma região de profundidade de 30 μm , onde ainda se tem a camada nitretada. Esta constatação concorda com a menor taxa de erosão determinada para este regime (erosão acelerada) relativa ao aço, por isto a denominação de regime de erosão do aço “modificado”.

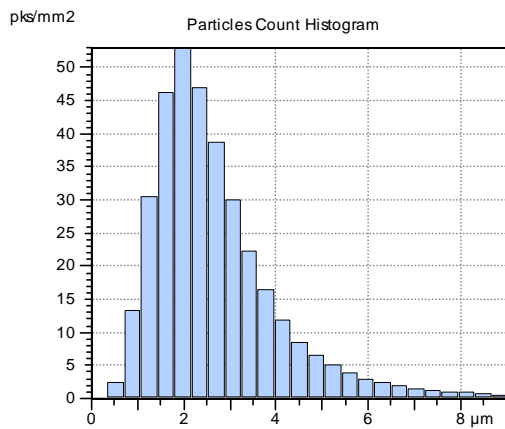
Estes resultados são evidenciados nas Figuras 5.98 e 5.99, que mostram as imagens topográficas originais invertidas e cortadas em Spk, para os tempos indicados pelos histogramas da Figura 5.97, que são inicial, 1,5h, 3,4h, 6h, 12,5h e 20h.



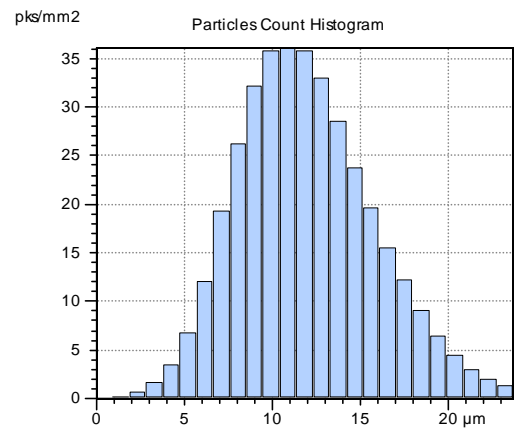
a) Período de incubação
t-inicial (0h)



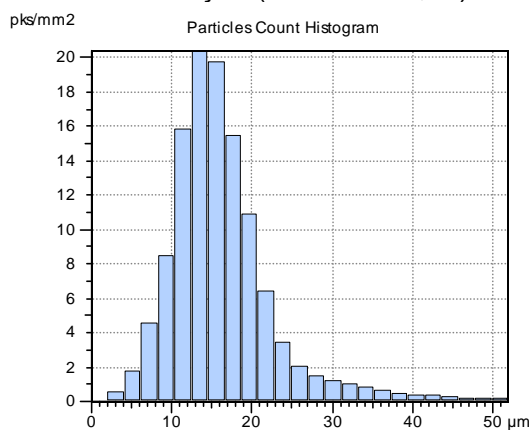
b) Período de incubação
t-cratera (90min - 1,5h)



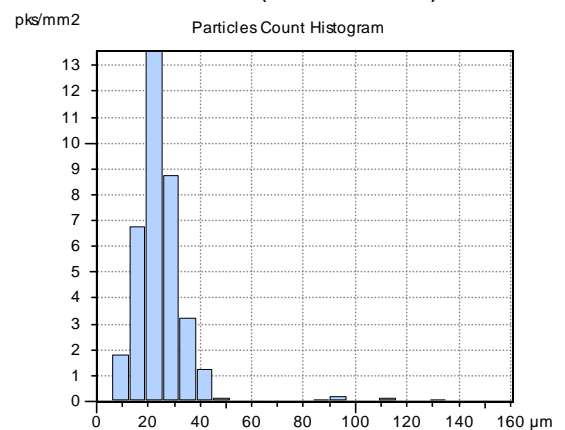
c) Período de incubação
t-incubação (200 min – 3,4h)



d) Regime de erosão da camada
nitretada (360 min - 6h)

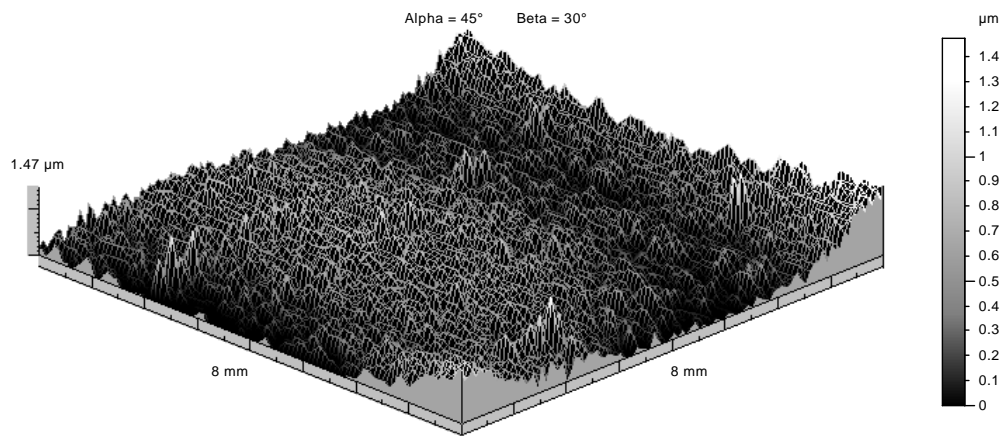


e) Regime de erosão do aço
(750 min - 12,5h)

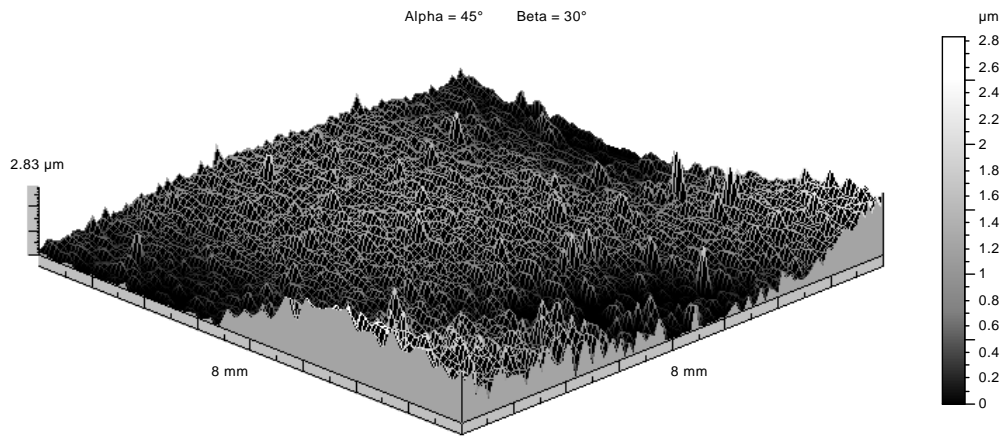


f) Regime de erosão do aço
(1200 min - 20h)

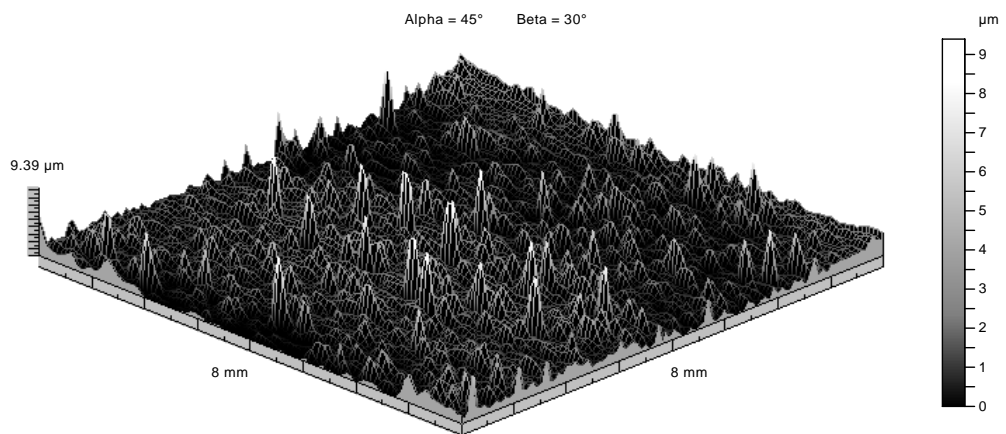
Figura 5.97 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm² para o sistema nitretado.



a) t-inicial (0h)

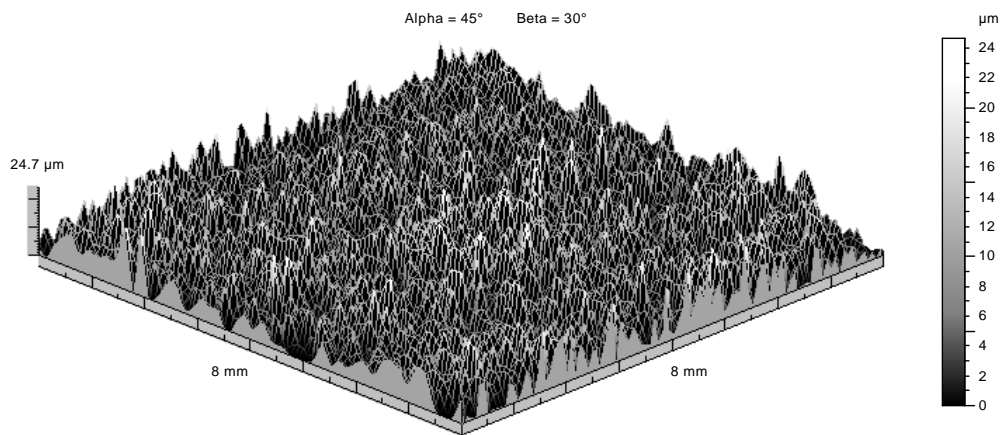


b) t-cratera (90min - 1,5h)

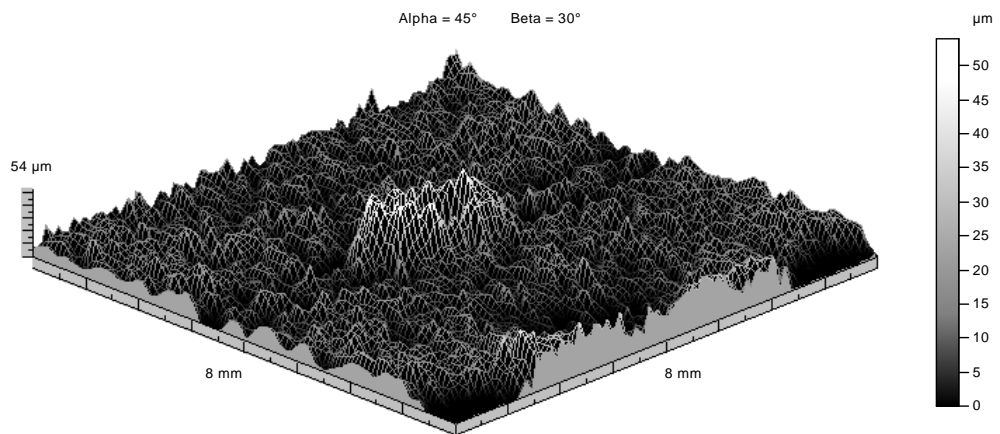


c) t-incubação (200 min – 3,4h)

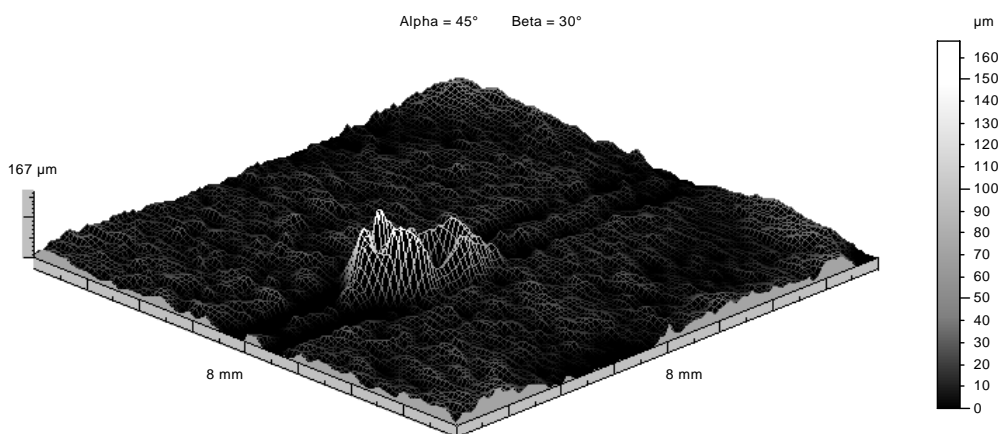
Figura 5.98 - Imagens topográficas invertidas da superfície do sistema nitretado após a) 0 hora, b) 1,5 hora e c) 3,4 horas de teste.



a) (360 min - 6h)



b) (750 min - 12,5h)



c) (1200 min - 20h)

Figura 5.99 - Imagens topográficas invertidas da superfície do sistema nitretado após a) 6 horas, b) 12,5 horas e c) 20 horas de teste.

5.3.3.3 - Sistema Conjugado Monocamada de Cr-N

A Figura 5.36 mostra os diferentes regimes de erosão cavitacional na curva de perda de massa acumulada com o tempo, obtidas estatisticamente, para o sistema conjugado monocamada de Cr-N. Os gráficos de distribuição de amplitudes (vales) abaixo de Spk estão mostrados nas Figuras 5.101 e 5.102.

O perfil topográfico inicial do sistema conjugado monocamada de Cr-N, após o corte de Spk , é caracterizado por uma superfície com profundidade em torno de $0,3\mu m$ e com alguns vales mais profundos da ordem de $0,75\mu m$, mostrado na Figura 5.100-a. O que se observa neste sistema, diferentemente dos sistemas aço e aço nitretado, é que a partir do tempo de 1,16 hora, antes do t-cratera (2 horas) aparece no histograma uma segunda curva de distribuição de picos (vales)/ mm^2 , com valor médio distinto da curva de distribuição inicial, Figura 5.100-d. É como se houvesse um perfil topográfico independente de um segundo perfil que começa a se delinear com uma amplitude média maior, em torno de $3\mu m$. As imagens topográficas referentes a estes tempos de erosão confirmam o aparecimento de um número grande de danos distintos da topografia inicial (Figura 5.103-a).

No t-cratera, definido pelos parâmetros de ondulação, igual a 2 horas, pode-se observar, crateras com profundidades iguais a $7\mu m$, ou seja, houve uma evolução de profundidade máxima de $0,7\mu m$ no perfil original para um valor dez vezes maior. A quantidade destes vales com profundidade máxima é muito pequena, desta forma a sua influência no perfil de ondulação e na perda de massa é ainda desprezível (Figura 5.100-e). A espessura do recobrimento de Cr-N é de $3\mu m$ para este conjugado, e pelo histograma no tempo t-cratera, pode-se notar que a maior parte dos danos está contida dentro do recobrimento, pois possui valores menores que esta espessura. A presença de alguns vales com profundidade superior à espessura do recobrimento já havia sido detectada nas observações feitas em MEV e nas análises de EDS (Item 5.2.3), que já acusavam a presença do elemento ferro em pouco tempo de teste. Com auxílio da curva de perda de massa acumulada, Figura 5.36, nota-se que, embora a espessura do recobrimento já tenha sido atingida, a taxa perda de massa é ainda muito pequena e quase imperceptível. Da mesma forma, a influência destes danos discrepantes ainda não foi determinante na modificação do perfil de ondulação. Esta influ-

ência passa a ser perceptível nos parâmetros do perfil de ondulação a partir do t-cratera, igual a 2 horas.

Observa-se, nas Figuras 5.101 e 5.102, que a partir de 3 horas as duas curvas de distribuição presentes no histograma do sistema monocamada, começam a se juntar formando uma única distribuição. O tempo de incubação determinado por perda de massa foi de 3,56h, ou seja, a partir deste tempo é que a perda de massa passou a ter uma taxa diferente. Profundidades de 12 μ m a 14 μ m são observadas, que comparadas ao valor de 7 μ m associado ao t-cratera, já não apresenta uma relação de triplo, o que foi observado para os sistemas aço e aço nitretado.

O regime de erosão do recobrimento de Cr-N foi identificado entre os tempos de 3,56h e 6,05h. Neste regime, a profundidade máxima atingida pelos vales chega a 35 μ m, Figura 5.101-b, mas apresenta a maioria deles em torno de 5 μ m a 10 μ m. Ou seja, a erosão nesta etapa está principalmente concentrada próxima ao recobrimento com espessura de 3 μ m. Isto refletiu provavelmente na baixa taxa de erosão determinada para estes tempos.

A profundidade máxima de 50 μ m, para o sistema monocamada, é alcançada em aproximadamente 7 horas. Este valor de tempo de erosão é menor que o encontrado que para o sistema nitretado e maior que o determinado para o sistema aço. Estes resultados sugerem a importância do processo de deposição, mas aponta uma superioridade no processo de nitretação em relação ao processo de deposição (Figura 5.101-c).

Quando se atinge o regime de erosão do aço ABNT 1045, após um tempo de teste de 6,5h, mostrado na Figura 5.101-(c,d,e e f), a profundidade máxima dos vales evolui de 50 μ m para 160 μ m no tempo de 15,5h. A maior parte dos vales têm uma profundidade acima de 15 μ m e apenas uma pequena quantidade de vales com profundidade menores que 5 μ m. Ou seja, nestes tempos, o recobrimento tem pouca influência na resistência à erosão cavitacional. Neste regime de desgaste, não existe mais a resistência do recobrimento à erosão e aí, a taxa de erosão muda radicalmente, como mostrado na Figura 5.36.

As imagens topográficas originais invertidas do sistema monocamada, para os tempos indicados pelos histogramas das Figuras 5.101 e 5.102, que são inicial, 0,67h, 0,83h, 1,16h, 2h, 3h, 4h, 6h, 7h, 10h, 12,5h e 15,5h estão mostrados nas Figuras 5.102 à 5.105.

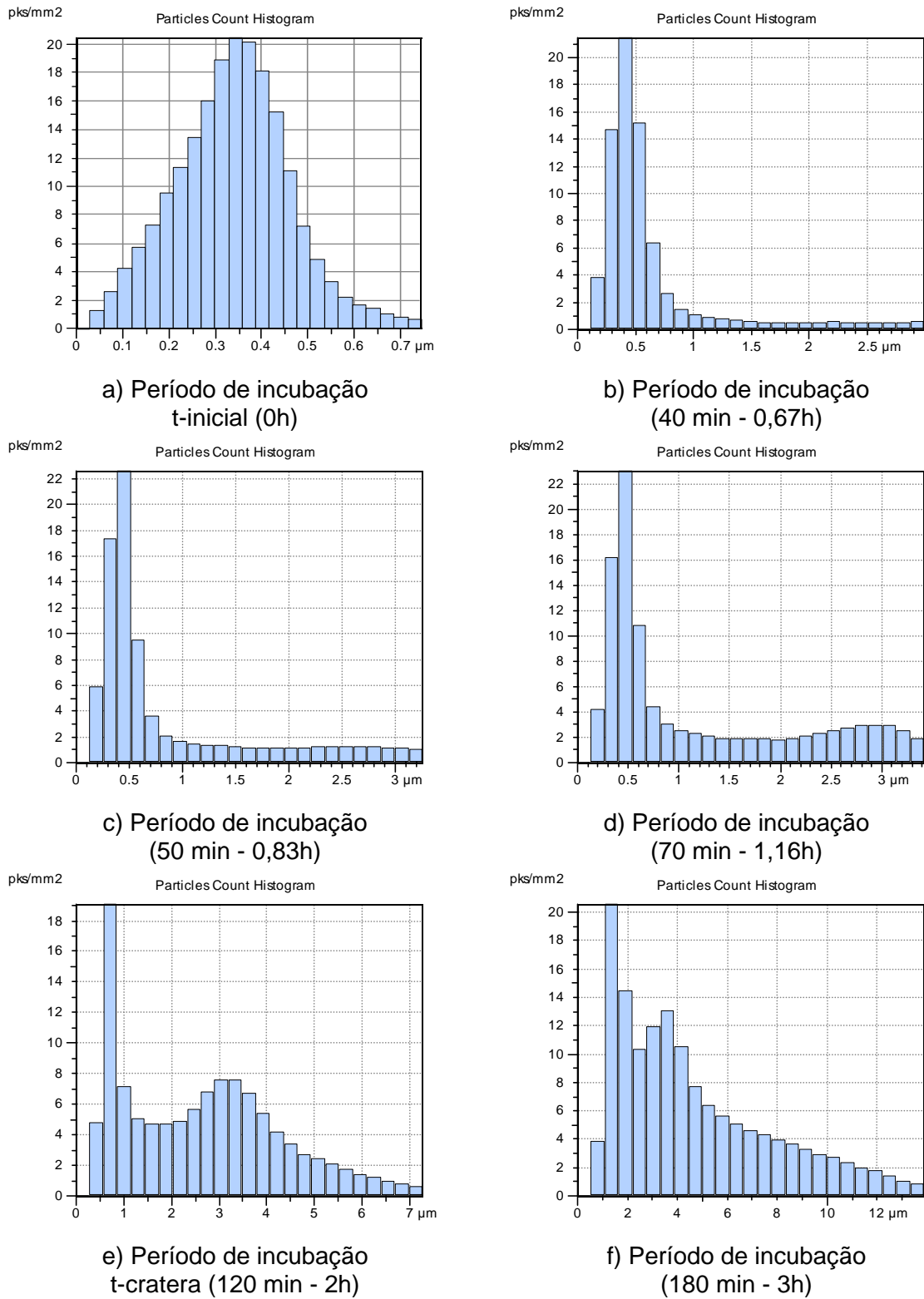
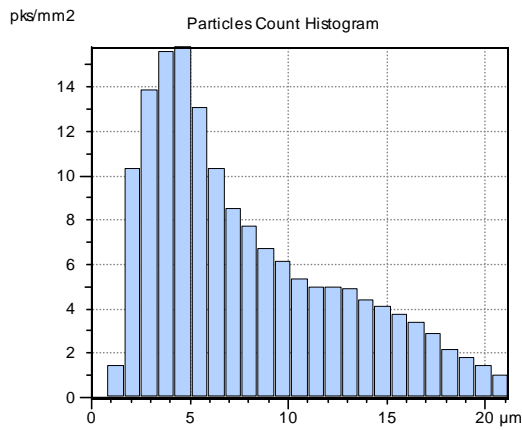
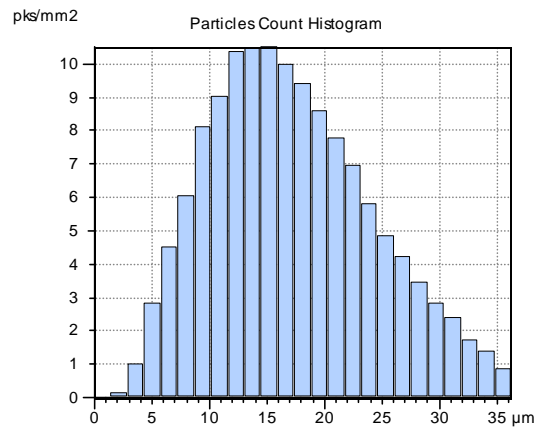


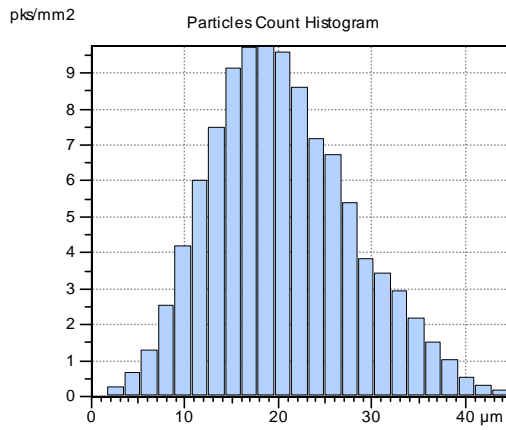
Figura 5.100 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm² para o conjugado monocamada de Cr-N.



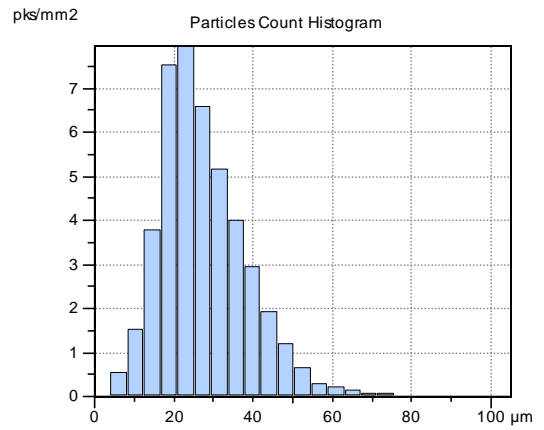
a) Regime de erosão do recobrimento (240 min - 4h)



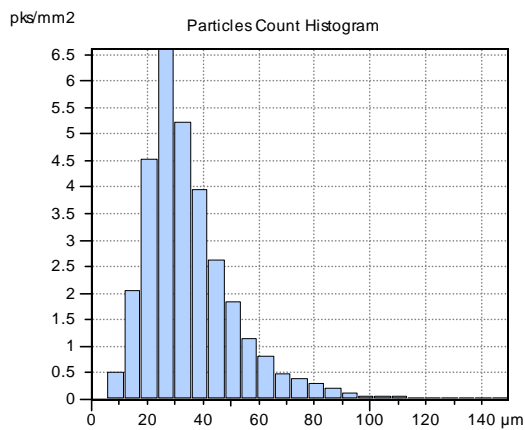
b) Regime de erosão do recobrimento (360 min - 6h)



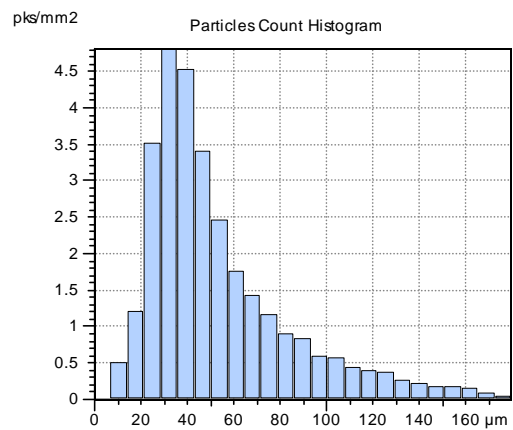
c) Regime de erosão do aço (420 min - 7h)



d) Regime de erosão do aço (600 min - 10h)

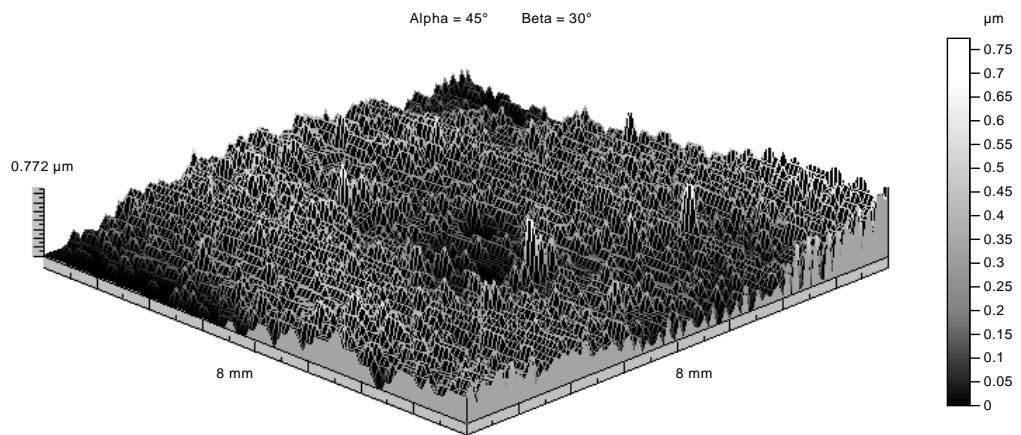


e) Regime de erosão do aço (750 min - 12,5h)

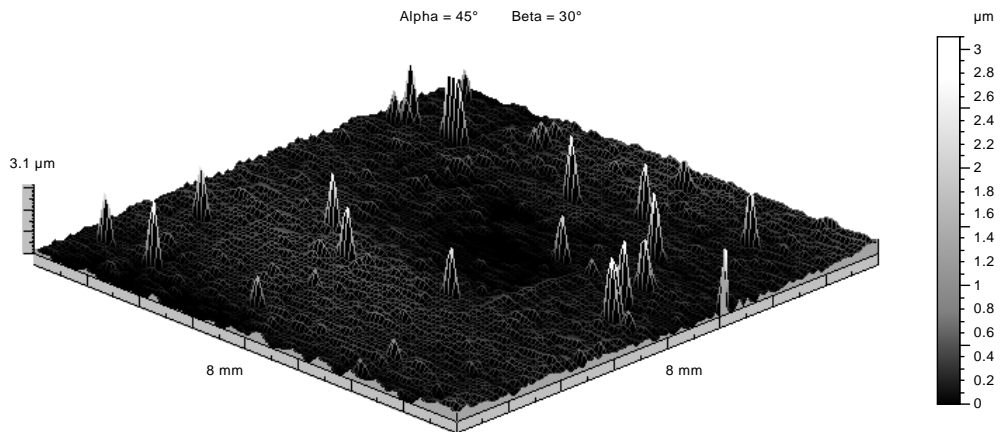


f) Regime de erosão do aço (930 min - 15,5h)

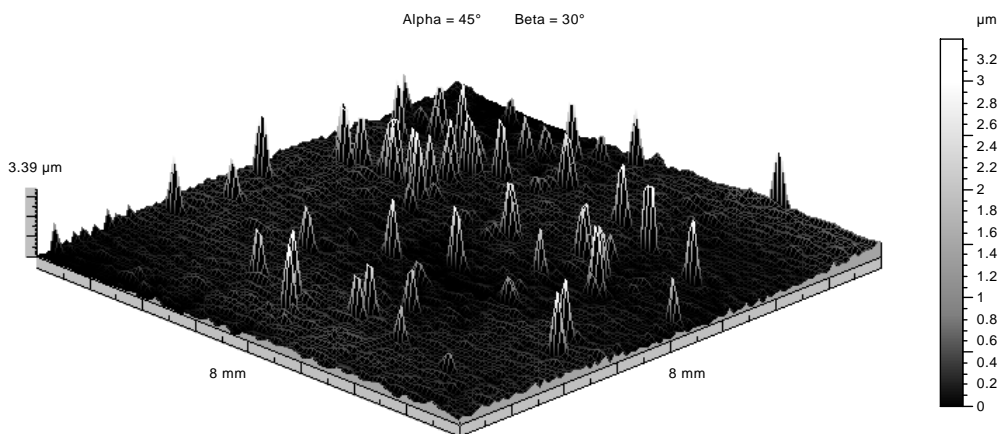
Figura 5.101 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm² para o conjugado monocamada de Cr-N.



a) t-inicial (0h)

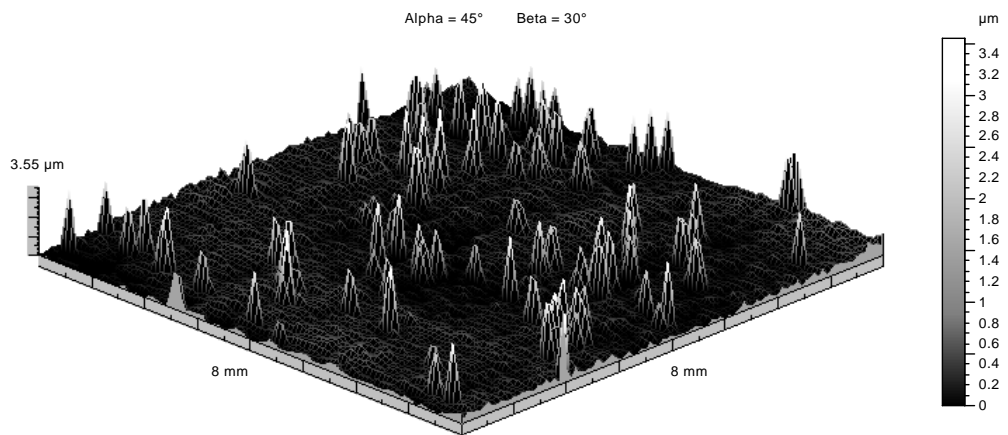


b) (40 min - 0,67h)

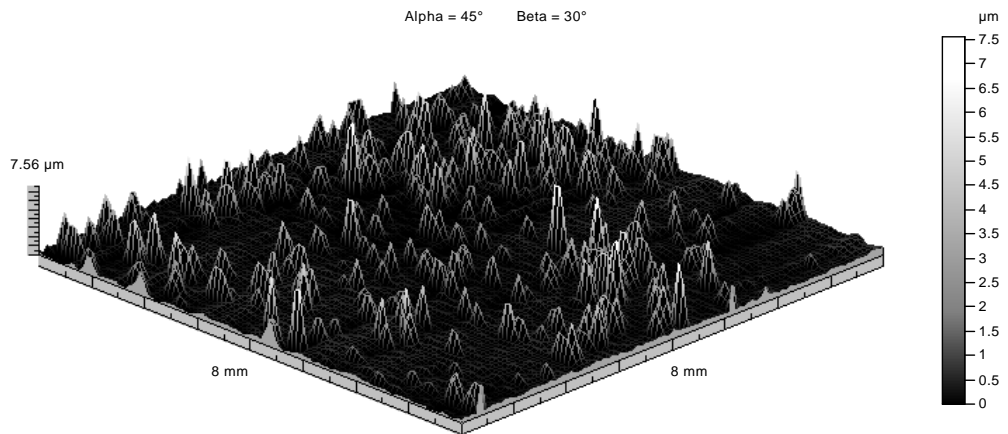


c) (50 min - 0,83h)

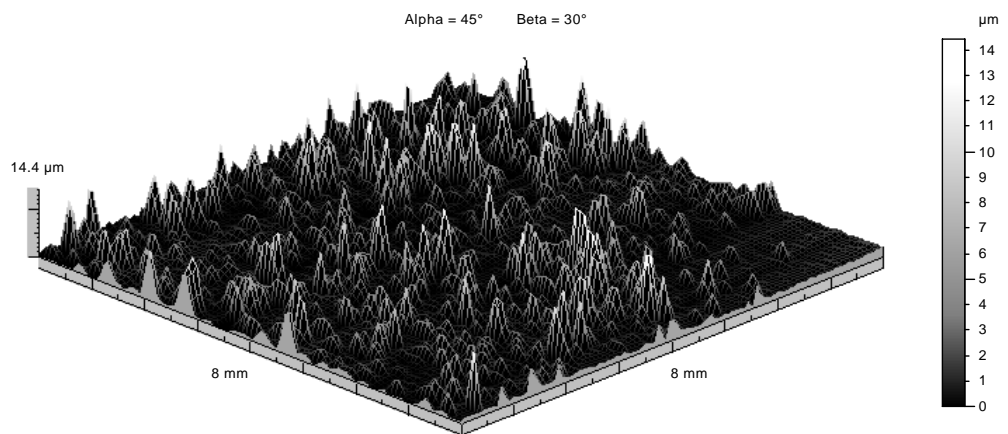
Figura 5.102 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado monocamada de Cr-N após a) 0 hora, b) 0,67 hora e c) 0,83 hora de teste.



a) (70 min - 1,16h)

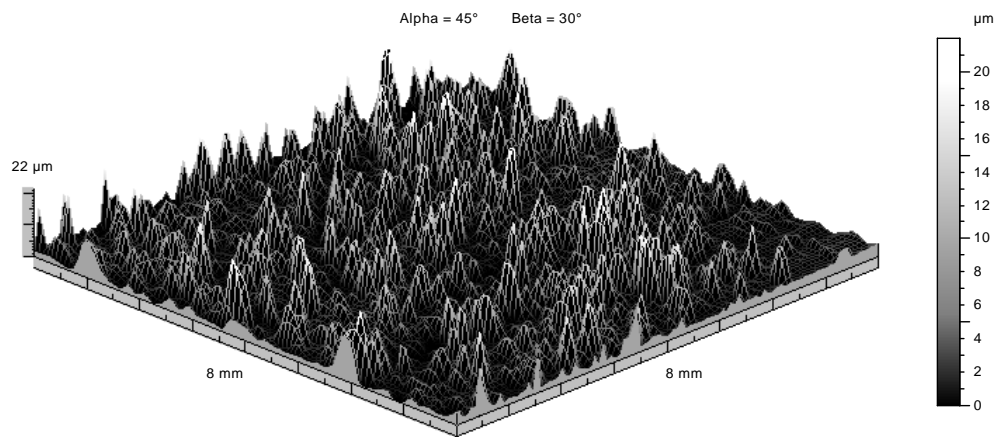


b) t-cratera (120 min - 2h)

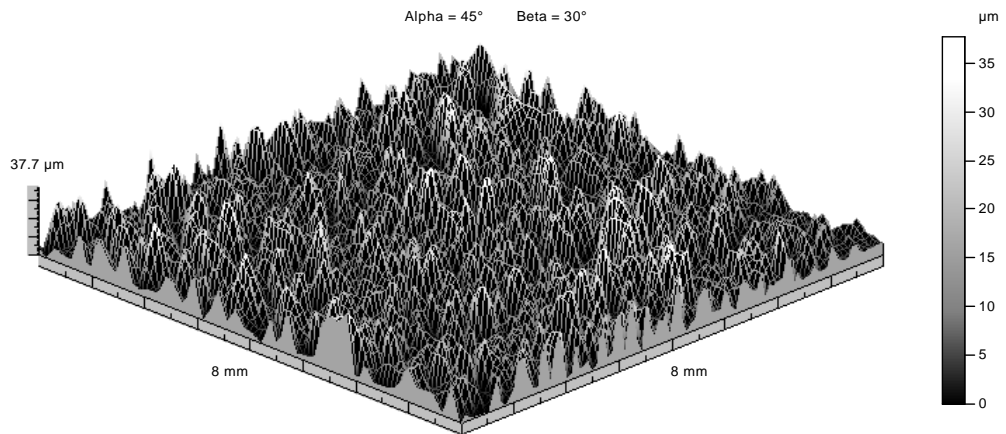


c) (180 min - 3h)

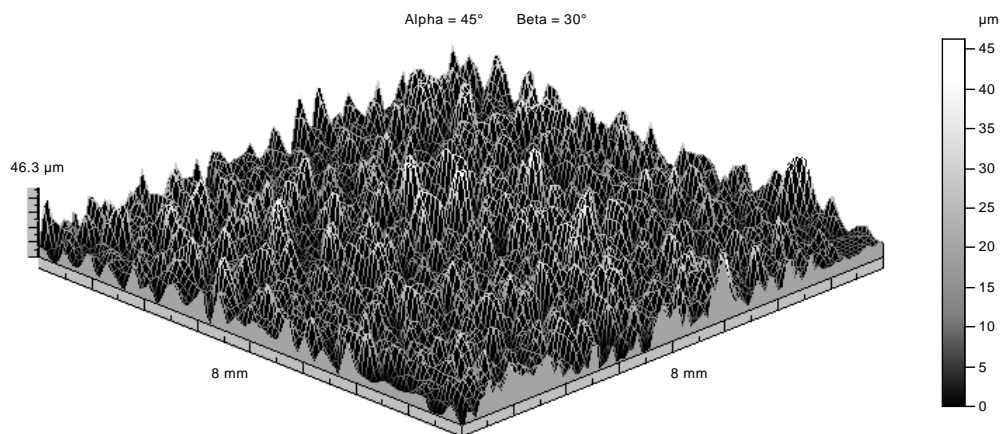
Figura 5.103 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado monocamada de Cr-N após a) 1,16 hora, b) 2 horas e c) 3 horas de teste.



a) (240 min - 4h)

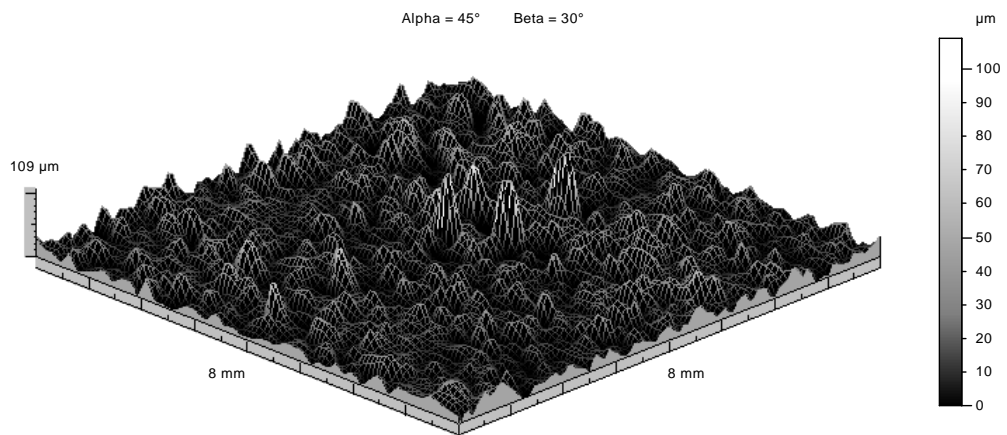


b) (360 min - 6h)

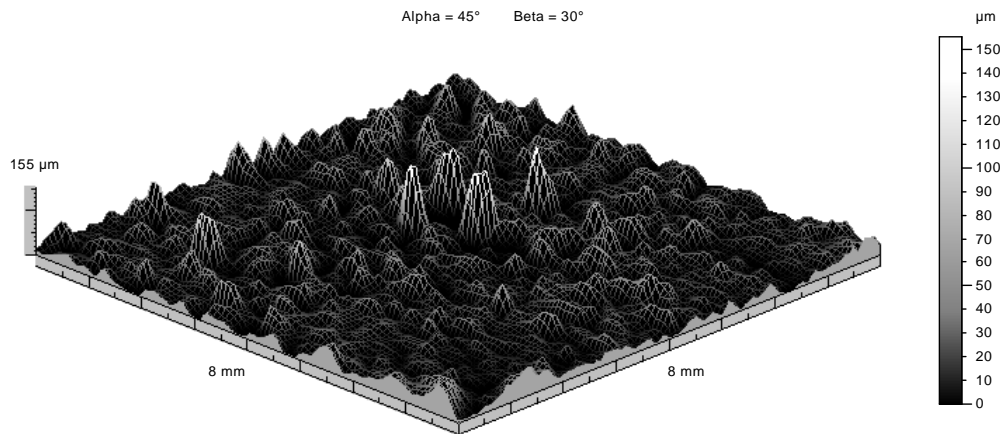


c) (420 min - 7h)

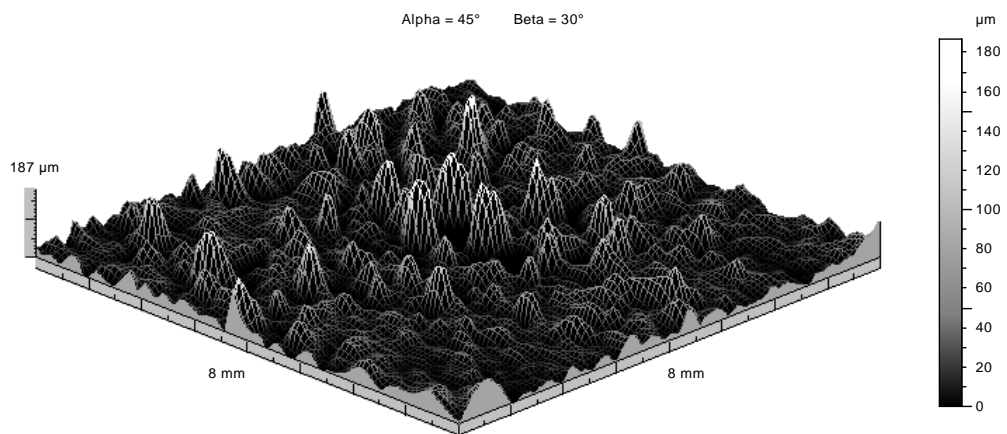
Figura 5.104 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado monocamada de Cr-N após a) 4 horas, b) 6 horas e c) 7 horas de teste.



a) (600 min - 10h)



b) (750 min - 12,5h)



c) (930 min - 15,5h)

Figura 5.105 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado monocamada de Cr-N após a) 10 horas, b) 12,5 horas e c) 15,5 horas de teste.

5.3.3.4 - Sistema Conjugado Dúplex de Cr-N

A Figura 5.43 mostra os diferentes regimes de erosão cavitacional na curva de perda de massa acumulada com o tempo, obtidas estatisticamente, para o sistema conjugado dúplex de Cr-N. Os gráficos de distribuição de picos (vales)/mm² a partir do corte igual a Spk, estão mostrados nas Figuras 5.107 e 5.108.

O perfil topográfico inicial da superfície do sistema conjugado dúplex de Cr-N, mostrado na Figura 5.106-a, indica que os vales possuem uma profundidade média da ordem de 0,5µm e profundidades máximas de 1,5µm.

O período de incubação para este sistema, foi determinado pela análise estatística constituído de duas etapas: de 0h a 0,45h e 0,45 a 2,14h. Neste período a profundidade média dos vales aumentou de 0,5µm para 1,2µm, Figura 5.106-(a, b, c e d), e os vales mais profundos evoluíram de 1,4µm até 4µm. A partir do tempo de 0,45h, uma profundidade máxima de 4µm foi alcançada, e a principal modificação observada reside principalmente no aumento do número de danos por mm².

Diferentemente do sistema conjugado monocamada, estes histogramas indicaram que o substrato do conjugado dúplex não foi alcançado neste período de incubação, Figura 5.106-(a, b e c). A espessura estimada para o recobrimento de Cr-N neste conjugado é de 5µm, que é superior a profundidade máxima alcançada. Não existem neste sistema concentradores de danos, como no sistema monocamada. As imagens obtidas por MEV (Figuras 5.23 e 5.24) indicaram que os danos são do tipo falha coesiva, ou seja, um lascamento no recobrimento e não uma perfuração através dele.

Os histogramas que são referentes ao período identificado como regime de erosão do recobrimento de Cr-N, Figura 5.106-(d, e e f) e Figura 5.107-(a e b), que vai de 2,14h até 9,24h, mostram que a maior parte dos danos (vales) estão contidos dentro da espessura deste recobrimento. Mesmo para tempos iguais a 9 horas, a maior parte dos danos estão concentrados abaixo de 10µm. Existem assim alguns danos que ultrapassam a espessura do recobrimento, chegando a 18µm no final deste período. Para o tempo de 9 horas, o sistema monocamada apresentou danos de até 70µm, e o sistema nitretado de 30µm e o aço não atingiu este tempo, mas já nos tempos de 5 horas

apresentou danos de 60 μ m. Estes resultados confirmam a importância do processo de endurecimento em profundidade.

A evolução dos danos, causados pela erosão, passou a ser influente na detecção do perfil de ondulação apenas em 7 horas, denominado t-cratera. Este conjugado dúplex de Cr-N foi o único sistema em que este t-cratera foi maior que o período de incubação determinado por perda de massa, ou seja, mesmo havendo ligeira perda de massa, apenas o perfil de rugosidade sofre alteração, o perfil de ondulação permanece praticamente o mesmo, o que corrobora a importância da nitretação seguida do processo de deposição do recobrimento.

O regime de erosão da camada nitretada, que está entre 9,24h e 12,18h, apresenta a profundidade máxima do dano em torno de 35 μ m. Isto significa que estes danos estão compreendidos dentro da região da camada nitretada, Figura 5.107-(c e d). Este resultado justifica a baixa taxa de erosão obtida para este regime de desgaste assim como o longo tempo para alcançar maiores profundidades dos danos. Comparando com os outros sistemas, a profundidade de 50 μ m é alcançada neste sistema somente para tempos superiores a 12 horas. Em 20 horas de erosão, a profundidade máxima é em torno de 80 μ m, o que definitivamente demonstra o melhor desempenho deste sistema para resistência à erosão cavitacional (Figura 5.107-d, e e f).

As imagens topográficas originais invertidas do conjugado dúplex, para os tempos indicados pelos histogramas das Figuras 5.107 e 5.108, que são inicial, 0,5h, 0,83h, 2,16h, 3,16h, 5,16h, 7,16h, 9,16h, 11,16h, 12h, 16h e 20h estão mostrados nas Figuras 5.108 à 5.111.

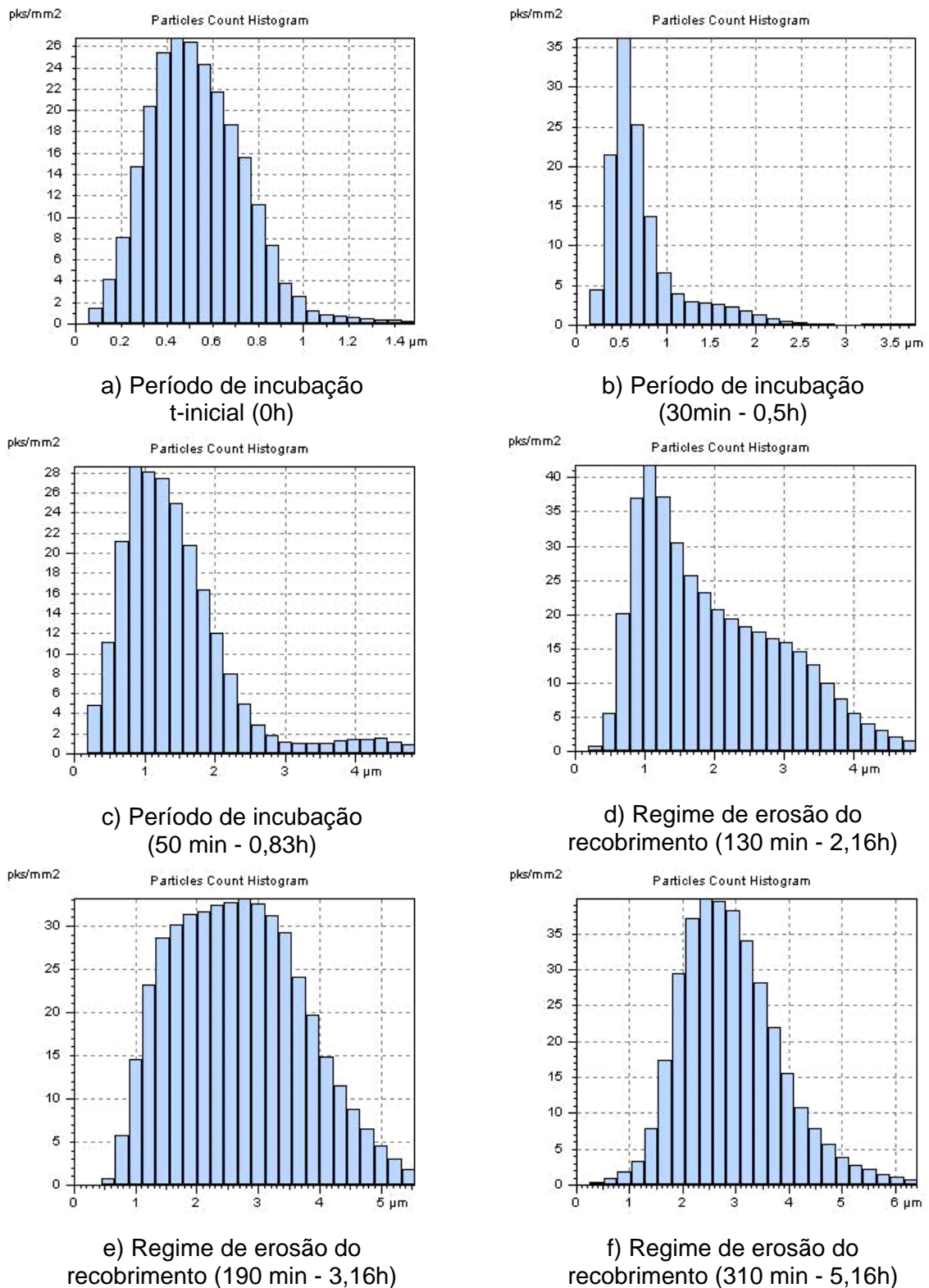
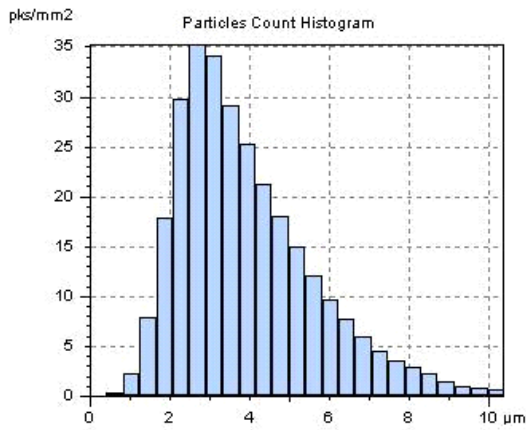
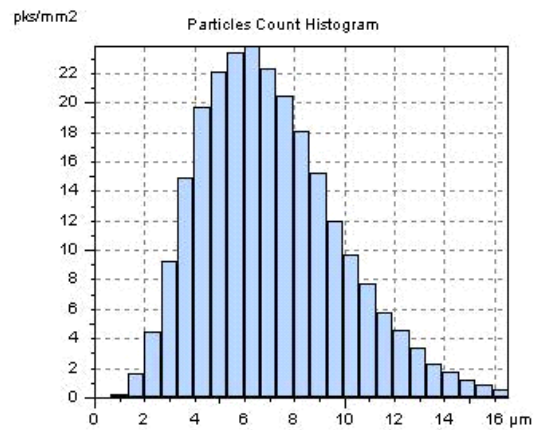


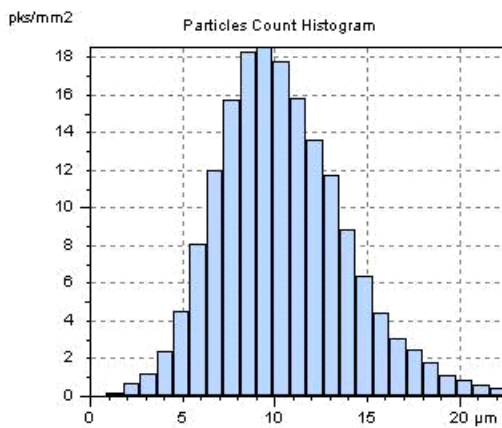
Figura 5.106 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm² para o conjugado dúplex de Cr-N.



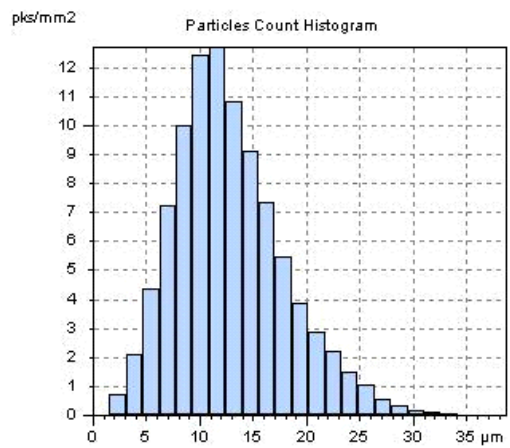
a) Regime de erosão do recobrimento (430 min - 7,16h)



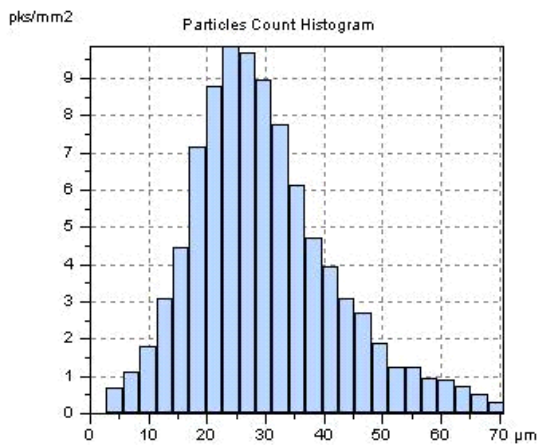
b) Regime de erosão do recobrimento (550min - 9,16h)



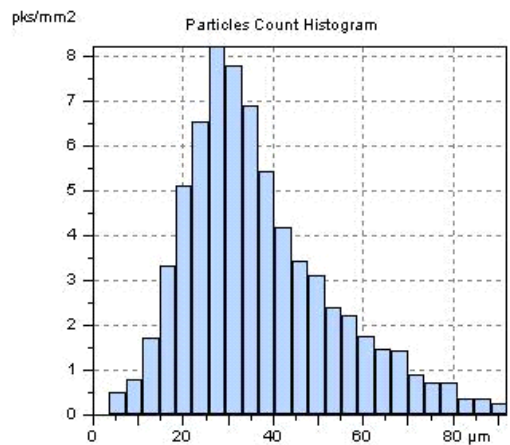
c) Regime de erosão da camada nitretada (670 min - 11,16h)



d) Regime de erosão da camada nitretada (720 min - 12h)

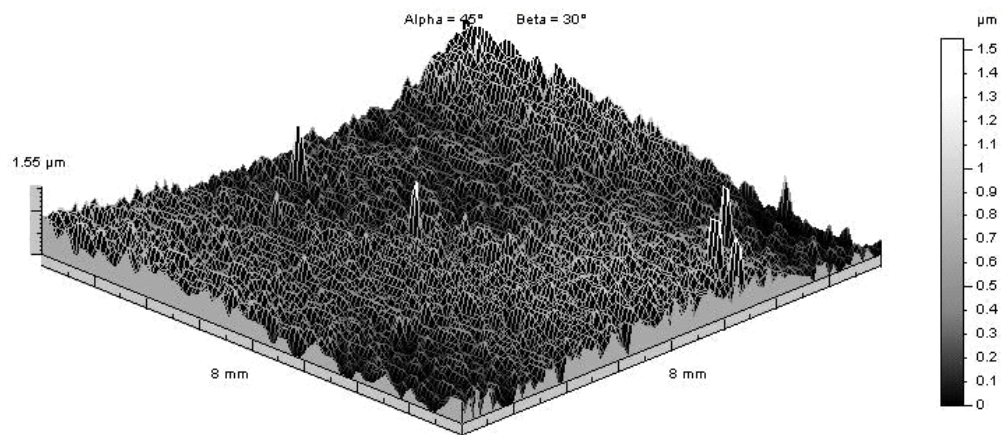


e) Regime de erosão do aço (960 min - 16h)

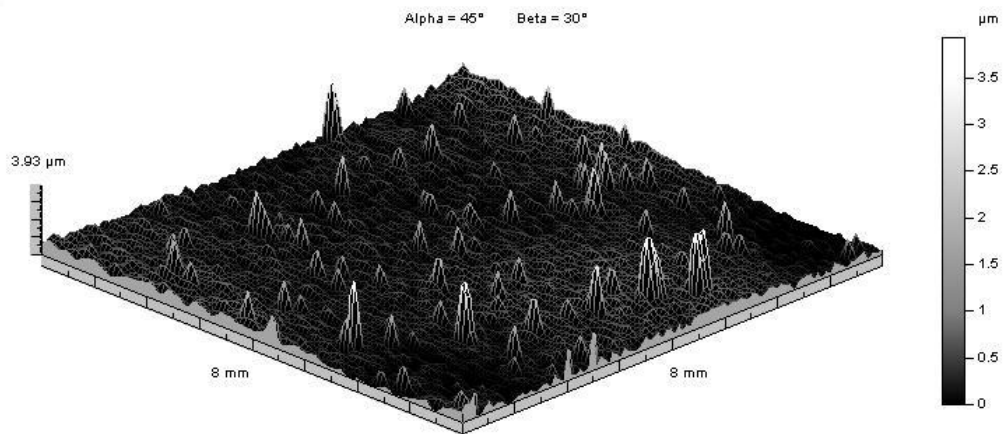


f) Regime de erosão do aço (1200 min - 20h)

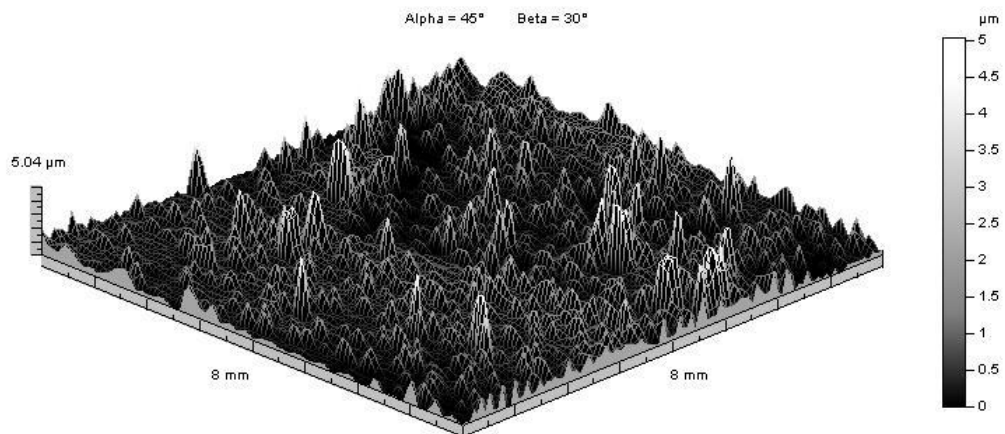
Figura 5.107 - Histogramas de distribuição de picos (vales)/mm² para o conjugado dúplex de Cr-N.



a) t-inicial (0h)

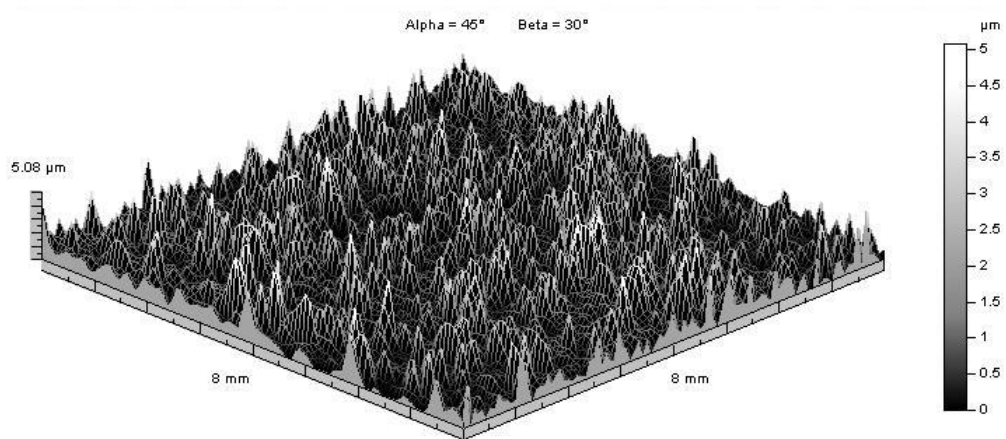


b) (30 min - 0,5h)

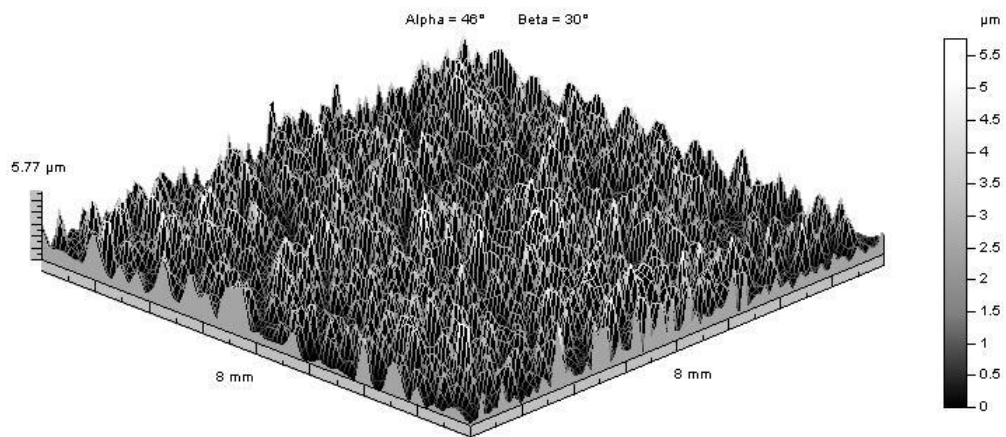


c) (50 min - 0,83h)

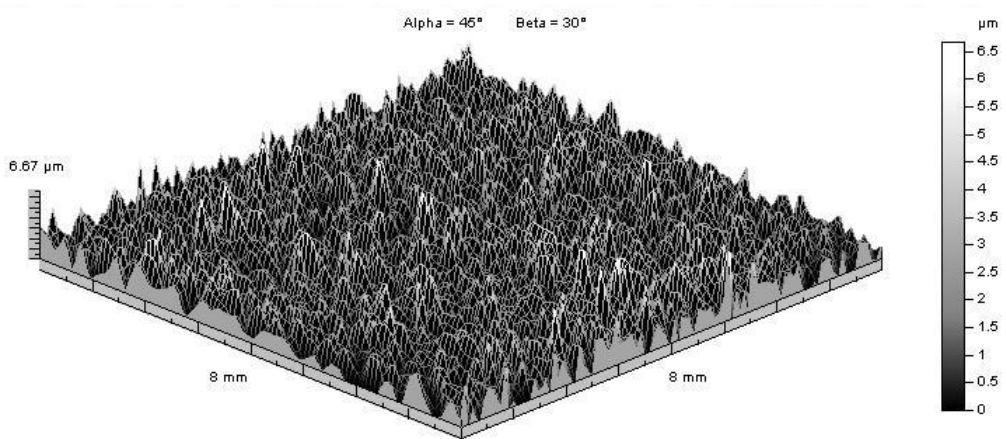
Figura 5.108 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado dúplex de Cr-N após a) 0 hora, b) 0,5 hora e c) 0,83 hora de teste.



a) (130 min - 2,16h)

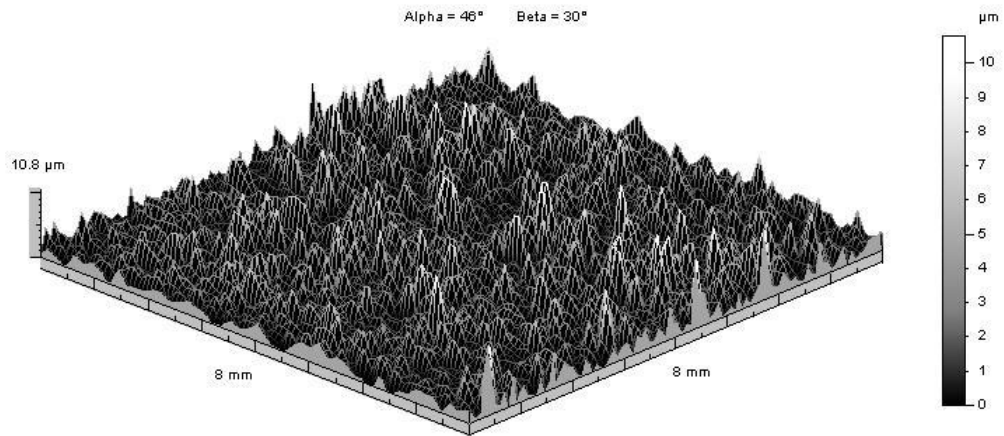


b) (190 min - 3,16h)

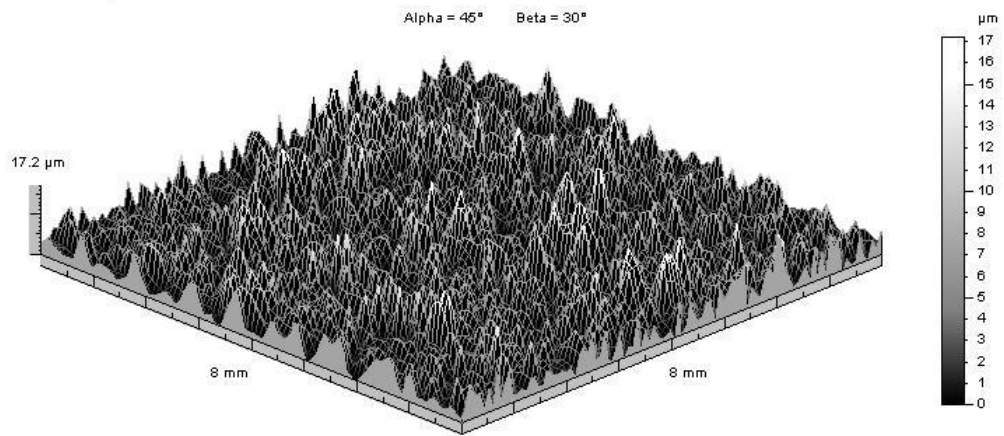


c) (310 min - 5,16h)

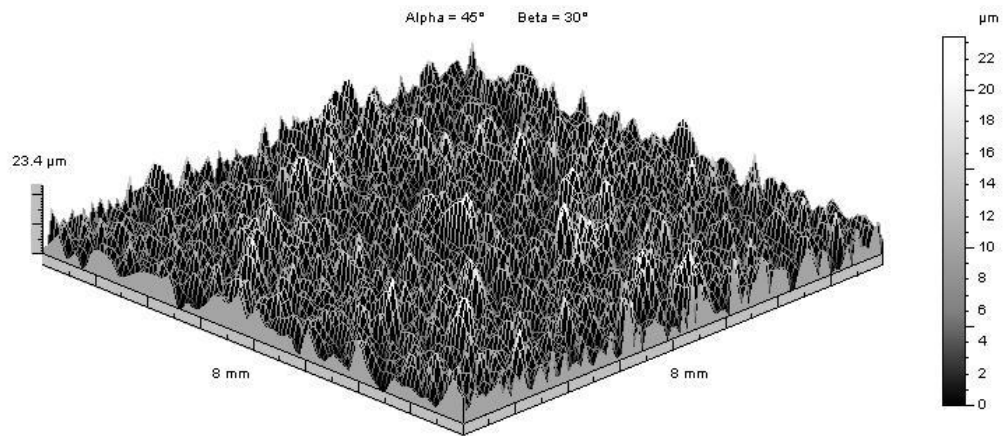
Figura 5.109 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado dúplex de Cr-N após a) 2,16 horas, b) 3,16 horas e c) 5,16 horas de teste.



a) (430 min - 7,16h)

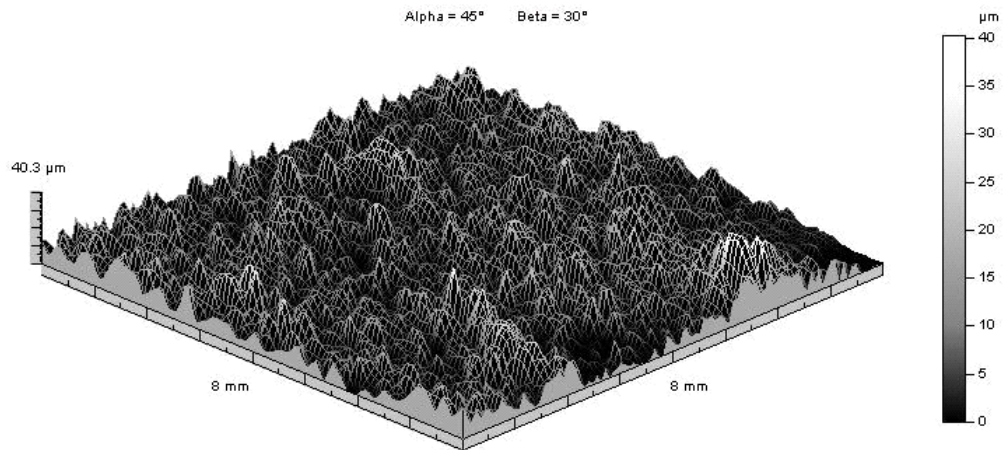


b) (550 min - 9,16h)

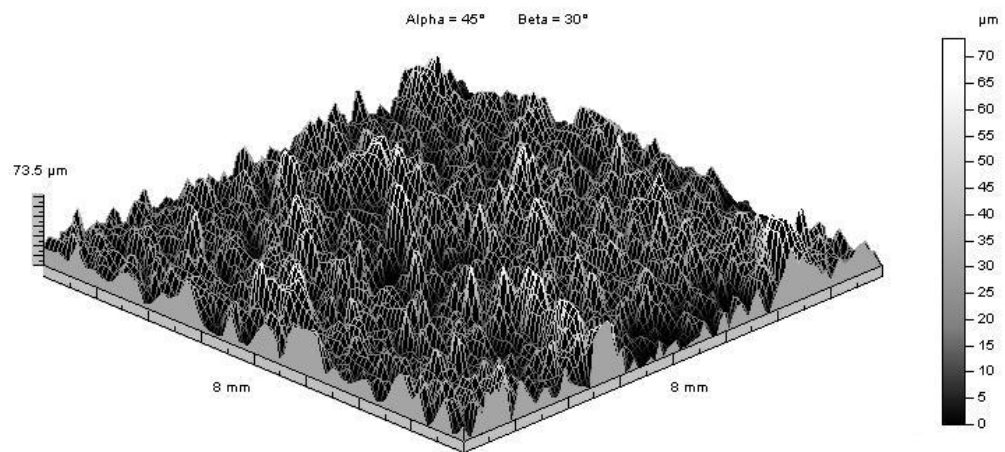


c) (670 min - 11,16h)

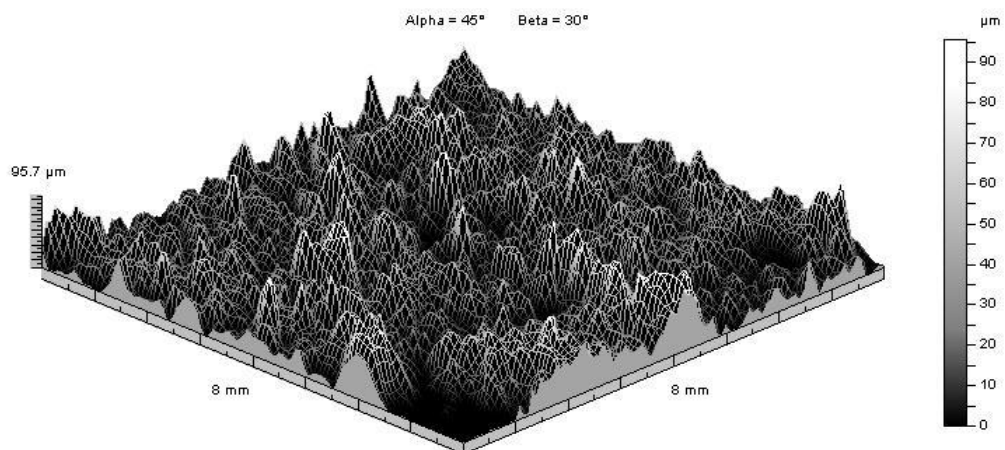
Figura 5.110 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado dúplex de Cr-N após a) 7,16 horas, b) 9,16 horas e c) 11,16 horas de teste.



a) (720 min - 12h)



b) (960 min - 16h)



c) (1200 min - 20h)

Figura 5.111 - Imagens topográficas invertidas da superfície do conjugado dúplex de Cr-N após a) 12 horas, b) 16 horas e c) 20 horas de teste.

5.4 - Considerações Finais: Correlação entre Resiliência (H^2/E) Estimada a Partir de Ensaios de Dureza Instrumentada e Erosão Cavitação

É sabido que materiais com alta resiliência (alta capacidade de absorver energia elástica) apresentam alta resistência à erosão cavitação (SANTOS *et al.*, 2005). O módulo de resiliência é dado pela Equação 5.7 (DIETER, 1976):

$$U_R = \frac{S_0^2}{2E} \quad (5.7)$$

Onde:

- U_R é a resiliência;
- S_0^2 é o limite de escoamento;
- E é o módulo de elasticidade.

Sabendo que a resiliência é dada pela Equação 5.7 e que o limite de escoamento é um parâmetro de resistência mecânica e proporcional a dureza medida por penetração ($s_0=2,6-2,8 H$) (TABOR, 2000) pode-se supor que a resiliência é proporcional ao quadrado da dureza dividido pelo módulo da elasticidade. Desde que a dureza, em sistemas modificados superficialmente, é dependente da carga utilizada, ou seja, do grau de profundidade, correlações entre resistência à erosão cavitação e H^2/E foram realizadas em uma tentativa de verificar se o parâmetro resiliência é um fator de alta influência no processo de erosão cavitação. Além disso, como H^2/E adquire valores dependentes da carga utilizada para medir a dureza, este estudo de correlação entre resiliência e resistência à erosão cavitação será capaz de elucidar se modificações de propriedades sub-superficiais possuem uma influência mais significativa (ex., deposição de recobrimentos finos) do que modificações de propriedades em um certo nível de profundidade (ex., nitretação iônica).

Para tal estudo, duas cargas para medição da dureza instrumentada foram selecionadas, 8000mN e 15mN, correspondentes ao maior valor e menor valores no teste de nanodureza instrumentada utilizadas neste trabalho. A Tabela V-6 indica, para cada sistema estudado, a profundidade de penetração obtida no uso destas cargas, assim como a dureza, o módulo de elasticidade e a razão H^2/E .

Tabela V-6 - Valores de profundidade de penetração (h), de módulos de elasticidade (E) e de Dureza (H) para as cargas de penetração de 15mN e de 8000mN.

| SISTEMAS | | CARGAS | | | |
|------------------------------|-------------------|--------|---------------|----------|---------------|
| | | 15 mN | Desvio Padrão | 4000 mN | Desvio Padrão |
| Aço * | h(nm) | 399,52 | 27,22 | 7751,31 | 13,36 |
| | E (GPa) | 254,18 | 10,39 | 229,75 | 12,63 |
| | H (GPa) | 4,10 | 0,58 | 3,01 | 0,03 |
| | H ² /E | 0,066 | 0,021 | 0,039 | 0,003 |
| | | | | | |
| | | 15 mN | Desvio Padrão | 8000 mN | Desvio Padrão |
| Nitretado | h(nm) | 315,48 | 32,50 | 10281,44 | 160,40 |
| | E (GPa) | 204,10 | 13,40 | 191,98 | 4,58 |
| | H (GPa) | 7,49 | 1,62 | 3,51 | 0,11 |
| | H ² /E | 0,275 | 0,137 | 0,064 | 0,006 |
| | | | | | |
| Conjugado Monocamada de Cr-N | h(nm) | 177,17 | 3,66 | 9941,69 | 47,75 |
| | E (GPa) | 380,96 | 11,02 | 221,59 | 11,23 |
| | H (GPa) | 30,22 | 2,03 | 3,73 | 0,02 |
| | H ² /E | 2,397 | 0,391 | 0,063 | 0,040 |
| | | | | | |
| Conjugado Dúplex de Cr-N | h(nm) | 185,86 | 14,95 | 9028,03 | 122,2 |
| | E (GPa) | 373,66 | 49,55 | 272,34 | 15,60 |
| | H (GPa) | 26,94 | 6,03 | 4,53 | 0,11 |
| | H ² /E | 1,942 | 1,127 | 0,075 | 0,008 |

* - Para o sistema aço, a maior carga utilizada foi igual a 4000mN, uma vez que penetrações superiores a 10000nm foram alcançadas e ultrapassam faixas máximas permitidas no equipamento.

Considerando a resistência à erosão cavitacional (inverso da taxa de cavitação) determinada a partir do valor da taxa de erosão calculada para o último estágio (estágio de erosão cavitacional acelerado), a Figura 5.112. foi construída correlacionando esta taxa ao parâmetro H²/E. Esta razão foi determinada a partir dos valores de dureza e módulos de elasticidade correspondentes à maior carga utilizada (8000mN). A esta carga, penetrações em torno de 9000nm a 10.000nm foram alcançadas. Desta forma, buscou-se utilizar as taxas de erosão em tempos correspondentes ao último estágio. A Figura 5.113 reúne gráficos de picos (vales)/mm² versus profundidade de erosão correspondente a estes tempos selecionados para construção destes gráficos. Pode-se observar que a maior quantidade de picos, em cada diagrama, está contida nesta faixa de profundidade (10.000nm).

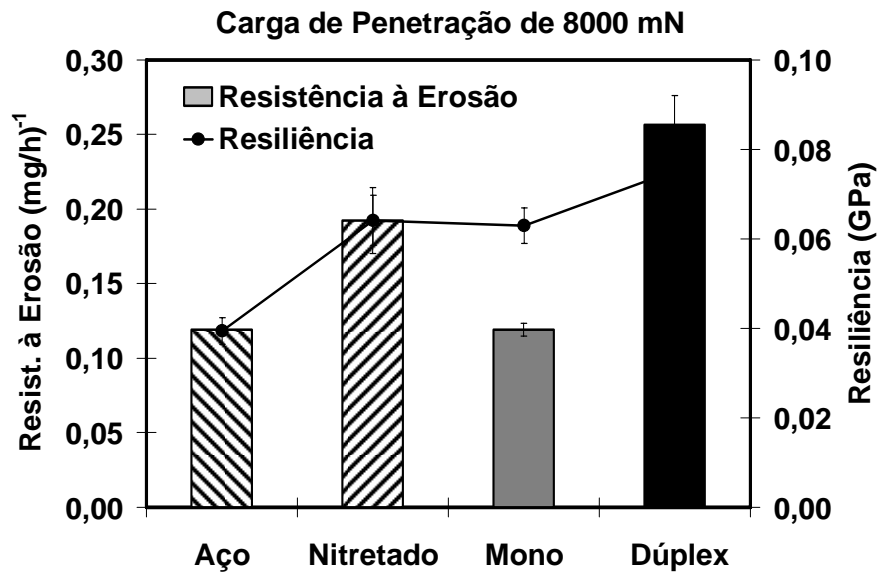


Figura 5.112 - Correlação entre resistência a erosão e resiliência para cargas de 8000mN e regimes de erosão acelerado.

Nota-se na Figura 5.112 que, para os sistemas aço, nitretado e conjugado dúplex de Cr-N, a medida que se aumenta a resiliência tem-se valores maiores de resistência à erosão cavitacional. No entanto, é importante ressaltar que a resiliência foi determinada a partir de uma dureza de topo, com a presença da camada de revestimento e da camada de compostos de ferro (*compound layer*), enquanto neste tempo de erosão (regime de erosão acelerado), onde foram obtidas as taxas de erosão, estas camadas já não estavam presentes. A não correlação observada entre a resistência à erosão e a resiliência para o conjugado monocamada de Cr-N pode ser atribuída ao fato de que, para este sistema, o parâmetro H^2/E (resiliência) foi determinado a partir da medição de uma dureza com a presença do revestimento de Cr-N, enquanto a taxa de erosão foi determinada sem a presença deste revestimento. Por outro lado, para o sistema conjugado dúplex de Cr-N, a presença da camada nitretada garantiu, para estes tempos de erosão, uma alta resistência à erosão cavitacional. A Figura 5.113-d indica que neste tempo (12 horas), a profundidade média de penetração do processo de erosão está em torno de 12000nm (onde se observa a maior quantidade de vales correspondentes às crateras produzidas pela erosão cavitacional). A taxa de erosão utilizada corresponde ao regime de erosão do aço com a presença de uma camada nitretada.

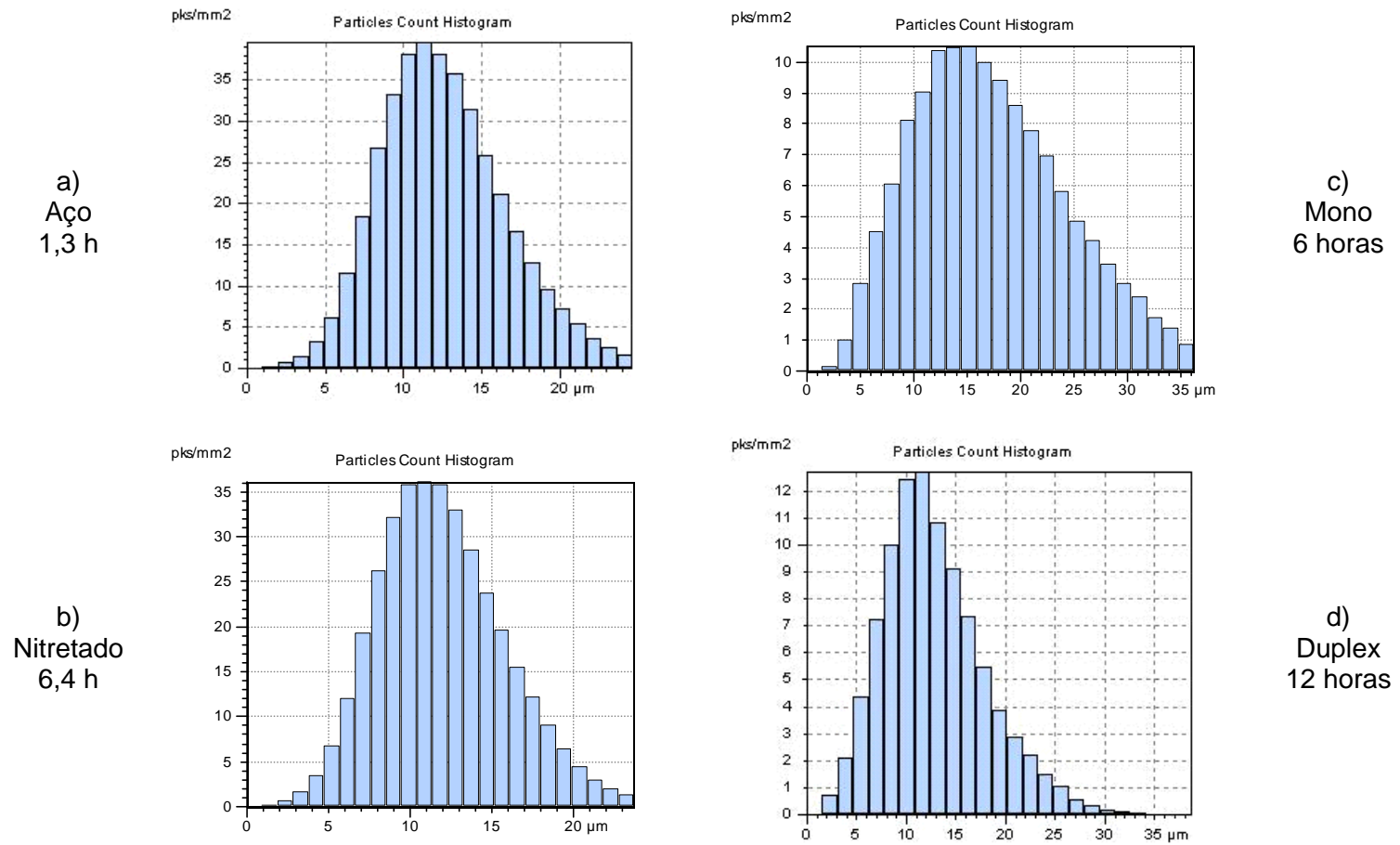


Figura 5.113 - Histogramas de picos (vales)/mm² versus profundidade de erosão para os sistemas estudados.

Estes resultados validam o modelo de análise estatística de regressão linear segmentada contínua, que possibilitou a determinação de taxas de erosão associadas a etapas distintas de mecanismos de desgaste.

Considerando-se a carga de 15mN, indicada na Tabela V-6, para determinação da resiliência, estar-se-á realizando medidas de resistência mecânica e de elasticidade para profundidades de penetração iguais a 177nm para o conjugado monocamada e de 185nm para o conjugado dúplex, ou seja, penetrações menores que a espessura dos revestimentos de Cr-N, e penetrações de 315nm para o sistema nitretado, valor este compatível com a profundidade da camada de nitretos de ferro, devido a nitretação iônica. Assim sendo, taxas de erosão correspondentes ao período de incubação (primeiro regime) foram levadas em conta para obter a Figura 5.114.

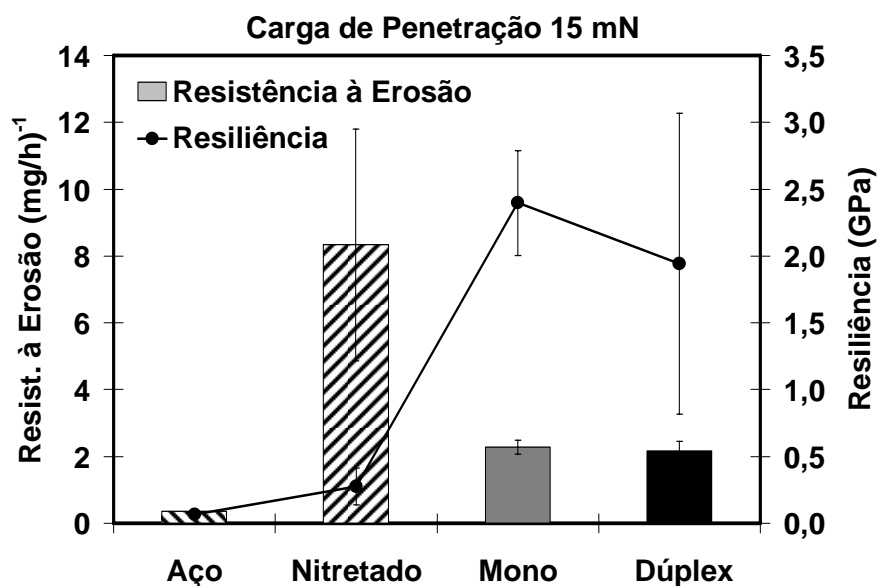


Figura 5.114 - Correlação entre resistência a erosão e resiliência para cargas de 15mN e períodos de incubação.

Observa-se neste caso, para o sistema nitretado, um valor da resiliência H^2/E similar ao sistema aço (dureza superficial inferior aos conjugados), mas uma resistência à erosão superior nesta primeira etapa. Ou seja, embora estes sistemas apresentem resiliências similares, não apresentam resistências similares à erosão cavitacional. Fica evidente o papel do endurecimento obtido por nitretação, no processo de erosão cavitacional.

Comparativamente a estes sistemas, aço e aço nitretado, os sistemas conjugados revestidos apresentaram valores superiores de resiliência, desde que a dureza medida a esta profundidade de penetração refletiu principalmente a dureza do revestimento Cr-N, sem influência do substrato, seja o aço, no caso do conjugado monocamada, seja o aço nitretado, no caso do conjugado dúplex (Figura 5.114). No entanto, ambos os sistemas revestidos apresentaram, no tempo de incubação, taxas de erosão similares aos sistemas sem revestimento. Ou seja, observa-se um crescimento nos valores da resiliência, mas não um aumento na resistência à erosão nesta profundidade de penetração.

Observa-se também, na Tabela V-3, que a taxa de erosão no período de incubação mostra-se ligeiramente superior para o conjugado dúplex. Considerando a rugosidade deste sistema conclui-se que se trata de um perfil de rugosidade caracterizado pela presença de picos, desde que o mesmo apresentou Ssk igual a 4 e Sku igual a 103 (Figura 5.55). Provavelmente, esta maior taxa de erosão observada neste período para este sistema está correlacionada com um perfil topográfico caracterizado por maior rugosidade.

Pode-se assim concluir que para tempos iniciais a rugosidade de um sistema é um fator de grande influência na taxa de erosão cavitacional, mas, para períodos maiores, o fator profundidade de endurecimento é de maior influência na resistência à erosão de uma material, sendo um fator predominante em relação ao fator resiliência.

Para se comparar o desempenho de diversos materiais frente à erosão cavitacional com os resultados dos sistemas estudados neste trabalho foi construída a Tabela V-7. Duas principais ligas foram selecionadas: o aço inoxidável AISI 308 e a liga Stellite 6 (0,9-1,4C; 1,0Mn; 1,5Si; 3,0Ni; 29-31Cr; 3,5-5,5W; bal.Co). A liga Stellite 6 é considerada a mais nobre para resistência à erosão cavitacional, no entanto apresenta um alto custo. Os valores de taxas de perda de massa são valores médios, ou seja, são os valores de todos os regimes de erosão, obtidos pela curva de perda de massa acumulada versus tempo de exposição, com exceção do período de incubação. A densidade usada para se calcular a taxa de perda de volume para os revestimentos utilizados neste trabalho foi a densidade do aço ABNT 1045, ou seja, $7,85\text{g/cm}^3$ (VAN VLACK, 1970).

Tabela V-7 - Tabela comparativa de desempenho de alguns materiais e recobrimentos utilizados para a resistência à erosão cavitação.

| Material | Taxa Média de Perda de Massa (mg/min) | Densidade ρ (g/cm³) | Taxa Média de Perda De Volume (cm³/min)X10⁻⁵ | Resistência à Erosão Normalizada (Inox 308) |
|-----------------------------|--|---|---|--|
| Aço 1045 | 0,140 ⁽¹⁾ | 7,85 | 1,78 | 0,35 |
| Sistema Nitretado (PVD) | 0,081 ⁽¹⁾ | 7,85 | 1,04 | 0,60 |
| Conjugado Mono Cr-N (PVD) | 0,131 ⁽¹⁾ | 7,85 | 1,68 | 0,37 |
| Conjugado Dúplex Cr-N (PVD) | 0,037 ⁽¹⁾ | 7,85 | 0,469 | 1,34 |
| Stellite 6 | 0,014 ⁽²⁾ | 8,38 ⁽⁴⁾ | 0,165 | 3,80 |
| Stellite HVOF | 0,195 ⁽³⁾ | 13,7 | 1,42 | 0,44 |
| Aço Inoxidável 308 | 0,053 ⁽³⁾ | 8,03 | 0,627 | 1,00 |

1- Resultados deste trabalho; 2- (HANSSON, 1992); 3- (KUMAR, 2005); 4- (LEE, 1998).

Os valores da resistência à erosão cavitação (inverso da taxa de perda de volume) foram normalizados em relação ao aço inoxidável 308, que é um material comumente utilizado para se prevenir contra a erosão cavitação. Nota-se, na Tabela V-7, piores desempenhos para o sistema aço 1045, conjugado monocamada de Cr-N e o recobrimento de Stellite produzido por HVOF, que ficaram na faixa de 40% do desempenho apresentado pelo aço inoxidável 308. O baixo rendimento apresentado pelo recobrimento de Stellite por HVOF é função de sua estrutura lamelar, ou seja, a deposição por esta técnica de modificação superficial não funde totalmente o material sendo a adesão produzida por ancoramento mecânico e não por reações químicas deste material junto ao substrato e entre suas partículas semi-fundidas, como apresentado por Lima (2002).

Um bom desempenho foi apresentado pelo sistema aço ABNT 1045 nitretado, que obteve um rendimento próximo de 65% em relação ao aço inoxidável 308. Visto que o aço ABNT 1045 não é um material apropriado para resistir aos danos causados pela erosão cavitacional seu desempenho foi surpreendente, pois a nitretação iônica é indicada para aços-liga, onde o endurecimento da superfície é causado pela presença dos nitretos de elementos de liga formados durante esta nitretação. Mesmo não sendo um aço-liga, ou seja, não possuindo elementos de liga, o aço ABNT 1045 nitretado obteve um endurecimento superficial de 40 μ m de profundidade, o que fez com que sua resposta frente à erosão cavitacional fosse melhorada.

O conjugado dúplex de Cr-N, produzido pela técnica de PAPVD, foi o único, juntamente com a liga Stellite 6, a apresentar um índice de resistência à erosão cavitacional normalizada, em relação ao aço AISI 308, maior que 1. Ou seja, apenas estes dois sistemas seriam mais nobres que o aço inoxidável 308. Observa-se, na Tabela V-7, que recobrimentos aspergidos termicamente apresentam índices bem inferiores do que 1, o que indica que alta dureza e espessura de recobrimentos não são fatores de maior influência na resistência à erosão cavitacional. Conclui-se que a profundidade de endurecimento é sim, o fator de maior importância na resistência à erosão cavitacional.

CAPÍTULO 6 - CONCLUSÕES

1. A nitretação iônica no aço ABNT 1045 produziu uma camada nitretada constituída de nitretos de ferro próxima à superfície ($\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}_{1-z}$ e $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}_{1-z}$) e uma zona de difusão até uma profundidade de $40\mu\text{m}$. Esta modificação estrutural aumentou a dureza em apenas 21% relativo ao aço, para medições realizadas com cargas de 8000mN com penetrações de $10\mu\text{m}$. A resistência cavitacional média, determinada na região de erosão acelerada, aumentou em mais de 60%;
 2. Os recobrimentos de Cr-N dos conjugados monocamada e dúplex apresentaram-se estruturalmente idênticos, pois as mesmas fases cristalinas foram detectadas ($\alpha\text{-Cr}$, $\gamma\text{-Cr}_{1-z}\text{N}_z$, $\beta\text{-Cr}_2\text{N}_{1-z}$);
 3. O sistema dúplex de Cr-N apresentou a maior dureza superficial de todos os sistemas estudados para as medições realizadas com cargas superiores a 200mN (penetração de $800\mu\text{m}$). Esta superioridade na resistência mecânica levando a uma maior capacidade de suportar carga, deveu-se ao processo de nitretação iônica realizado na-terior à deposição do recobrimento de Cr-N. Quando utilizadas cargas inferiores, a dureza medida refletiu a dureza do recobrimento Cr-N, na faixa de 27GPa a 30GPa. Um módulo de elasticidade na faixa de 312GPa a 380GPa foi determinado para este recobrimento;
 4. O conjugado dúplex de Cr-N apresentou uma dureza 21% maior do que o conjugado monocamada para a carga de 8000mN (4,53GPa contra 3,73GPa). A resistência “média” à erosão do dúplex ($0,42(\text{mg/h})^{-1}$) foi 247% maior que a do conjugado monocamada ($0,17(\text{mg/h})^{-1}$);
-

5. A dureza do sistema nitretado para cargas iguais a 8000mN, que levaram a penetrações em torno de 10 μ m, foi de 3,51GPa, similar a do sistema monocamada,, 3,73GPa, nesta profundidade de penetração. No entanto, a resistência “média” à erosão cavitacional do sistema nitretado (0,27(mg/h)⁻¹) foi 60% superior a do monocamada (0,17(mg/h)⁻¹);

6. Os sistemas conjugados monocamada e dúplex de Cr-N apresentaram similar aderência, determinada pela técnica de Rockwell-C, indicando que as diferentes respostas frente à erosão cavitacional não podem ser atribuídas às diferenças de aderência;

7. As curvas de perda de massa acumulada por erosão cavitacional não mostraram um comportamento linear ao longo do tempo. Análises de regressão linear segmentada contínua foram ajustadas aos pontos experimentais e confirmaram, estatisticamente, a presença de vários regimes de desgaste para os diferentes sistemas estudados, assim denominados:

- a) Sistema Aço ABNT 1045 (2 regimes) - período de incubação e regime de erosão acelerado;
 - b) Sistema Nitretado (3 regimes) - período de incubação, regime de erosão da camada nitretada e regime de erosão acelerado do aço “modificado”;
 - c) Conjugado Monocamada de Cr-N (3 regimes) - período de incubação, regime de erosão do recobrimento de Cr-N e regime de erosão acelerado do aço;
 - d) Conjugado Dúplex de Cr-N (5 regimes) - período de incubação (duas etapas), regime de erosão do recobrimento de Cr-N, regime de erosão da camada nitretada e regime de erosão acelerado do aço “modificado”;
-

8. A determinação do tempo de incubação (tempo de perda desprezível de massa) é dependente do método adotado. No entanto, se forem considerados os regimes de relativa “baixa taxa de erosão” (tempo total antes do início do regime de erosão cavitacional acelerado), como um período de maior fator de segurança para utilização de um material, pela análise estatística de regressão segmentada tem-se este tempo para o conjugado dúplex igual a 12,18 horas; para o conjugado mono-camada igual a 6,05 horas; para o sistema nitretado igual a 6,4 horas e para o aço ABNT 1045 igual a 1,23 horas. Estes resultados indicaram a superioridade do conjugado dúplex, seguidos do conjugado monocamada e do sistema nitretado;

9. Considerando o comportamento de erosão cavitacional apenas no regime acelerado, pode-se afirmar:

- a) A deposição do recobrimento de Cr-N, processados por PAPVD, em um aço carbono ABNT 1045, não alterou a taxa de erosão neste regime (igual a 8,4mg/h);
- b) A nitretação iônica, processada por PAPVD, de um aço carbono ABNT 1045, aumentou sua resistência à erosão, diminuindo a sua taxa média de desgaste (de 8,4mg/h para 5,2mg/h);
- c) A deposição do recobrimento de Cr-N em uma superfície de aço ABNT 1045 nitretada ionicamente, utilizando-se a técnica de PAPVD, aumentou a resistência à erosão, diminuindo a sua taxa de desgaste (de 8,4mg/h para 3,9mg/h);

10. O procedimento de nitretar antes da deposição do recobrimento mostrou-se de muita importância na melhoria da resistência à erosão cavitacional de um aço carbono comum. O endurecimento realizado em profundidade junto a um período muito longo de regime de baixas taxas de erosão garantiu este melhor desempenho na resistência à erosão cavitacional;

11. A nitretação iônica promoveu uma maior mudança no perfil de rugosidade da superfície do substrato de aço ABNT 1045 do que a deposição de um recobrimento por PAPVD em si. O conjugado dúplex de Cr-N apresentou-se como o sistema mais rugoso no estado inicial. A maior dureza superficial foi assim um fator de maior relevância na resposta à erosão cavitacional;

12. O monitoramento por perfilometria tridimensional das modificações sofridas pela erosão cavitacional permitiu:

- a) definir um tempo associado a uma variação maior nas amplitudes das crateras formadas pela erosão, denominada t-cratera.
- b) avaliar a profundidade dos danos causados pela erosão cavitacional assim como determinar a curva de distribuição de frequência e amplitude destes danos;
- c) produzir parâmetros de rugosidade que foram correlacionados com os tempos dos regimes de erosão cavitacional, legitimando os diferentes regimes de desgaste definidos através da análise estatística de regressão segmentada;

13. O t-cratera, definido por parâmetros do perfil de ondulação, mostrou-se sempre inferior ao tempo de incubação determinado por perda de massa. Isto significa que alterações ocorrem na topografia de um material anterior a detecção de massa pela balança de precisão. No conjugado dúplex de Cr-N, o t-cratera foi maior que o tempo de incubação. Observou-se também que neste sistema conjugado houve, para tempos iniciais, maior perda de material relativa aos outros sistemas, embora para tempos de até 12 horas a perda de massa foi muito baixa. Além disso, o mecanismo de perda de material inicial foi, predominantemente, por falha coesiva, sem apresentar regiões preferenciais para criação de novos danos. Considerando a maior rugosidade do mesmo, provavelmente a perda inicial de material se deu sem formação de crateras de grandes amplitudes. É provável que esta perda de massa inicial seja proveniente de fratura dos picos acentuados, observados para este sistema, e delaminação do recobrimento sem formação de profundas crateras.

CAPÍTULO 7 - SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Este trabalho criou novas perspectivas de estudos futuros, sobretudo na aplicação de recobrimentos processados por PAPVD para aplicações na resistência à erosão cavitacional e em seu monitoramento pela técnica de perfilometria tridimensional. Para tanto seria interessante:

- Verificar o desempenho de diferentes espessuras do revestimento em um conjugado dúplice frente ao desgaste causado por erosão cavitacional;
 - Utilizar substratos de aço-liga e verificar a influência desses elementos na intensidade do endurecimento em profundidade alcançada com a nitretação iônica e verificar a influência no desempenho, pois a profundidade de endurecimento mostrou-se de grande importância na resistência à erosão cavitacional vibratória;
 - Estudar a influência do tempo de nitretação na profundidade do endurecimento e assim no desempenho frente a erosão cavitacional;
 - Fazer estudos de novos parâmetros tridimensionais de perfilometria para a determinação do t-cratera e também do tempo de incubação, assim como a determinação dos diferentes regimes de desgaste;
 - Fazer análise de custo para verificar a viabilidade econômica no uso de dúplice em uma dada aplicação que envolve erosão por cavitação.
-

CAPÍTULO 8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABERNETHY,R.B. *The new Weibull handbook*, 2.ed, 1996.

AHMED,S.M.; HOKKIRIGAWA,K.; ITO,Y.; OBA,R.; MATSUDAIRA,Y. *Scanning electron microscopy observation on the incubation period of vibratory cavitation erosion*, **Wear** Vol. 142, pp. 303. 1991.

AHMED,S.M.; HOKKIRIGAWA,K.; OBA,R. *Fatigue failure of SUS 304 caused by vibratory cavitation erosion*, **Wear** Vol. 177, pp. 129. 1994.

ANJING,Y.; YUFEI,L.; XIANG,G.; PENGXING,L. *Structure and properties of PVD coatings on nitriding steel substrates*. In: **6th International Congress on Heat Treatment of Materials**, 1988, Chicago, Illinois, USA. Heat Treatment and Surface Engineering; New Technology and Practical Applications. Ohio: ASM International, 1989. p.43-48.

ASM Handbook; Surface Engineering. 2.ed. Ohio: ASM International, 1996. Vol.5, 1039p.

ASTM G 32-85, *Standard method of vibratory cavitation erosion test*. 1985, p.116-121.

AVELLAN,F.; DUPONT,P.; FARHAT,M. *Cavitation erosion power*, Cavitation'91, **ASME FED**, Vol. 116, Portland, pp. 135-140. 1991.

BATISTA,J.C.A., "*Análise de Desempenho e Influência do Tratamento Térmico na Aderência de Metal Duro depositado o Spray Térmico sobre o Aço.*"; Belo Horizonte: UFMG, 1997, 168p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

BATISTA,J.C.A. *Recobrimentos Dúplex Produzidos por Ion Plating para Aplicações em Ferramentas de Corte*; Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 1999. 99p. (Proposta de Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

BATISTA,J.C.A. *Promising duplex coatings for tribological applications at elevated temperature*; Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2001a. 155p. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

BATISTA,J.C.A.; MATTHEWS,A.; GODOY,G.C. *Micro-Abrasive Wear of PVD Duplex and Single-layered Coatings*. **Surface and Coatings Technology**, Lausanne, Switzerland, v. 142-44, p.1137-1143, **2001b**.

BATISTA,J.C.A.; JOSEPH,M.C.; GODOY,G.C; MATTHEWS,A. *Micro-Abrasion Wear Testing of PVD TiN Coatings on Untreated and Plasma Nitrided AISI H13 Steel*. **Wear**, Lausanne, Switzerland, v.249, n.10-11, p.971-979, **2001c**.

BATISTA,J.C.A.; GODOY,G.C; MATTHEWS,A. *Micro-scale abrasive wear testing of duplex and non-duplex (single-layered) PVD (Ti,Al)N, TiN and Cr-N coatings*. **Tribology International**, Oxford, United Kingdom, v.35, n.6, p.363-372, **2002a**.

BATISTA,J.C.A.; GODOY,G.C; BUONO,V.T.L.; MATTHEWS,A. *Characterization of Duplex and Non-Duplex (Ti,Al)N and Cr-N PVD Coatings*. **Materials Science & Engineering - A**, Switzerland, v.336, n.1-2, p.39-51, **2002b**.

BEDKOWSKI,W.; GASIAK,G.; LACHOWICZ,C.; LICHTAROWICZ,A.; LAGODA,T.; MACHA,E. *Relations between cavitation erosion resistance of materials and their fatigue strength under random loading*. **Wear**, Vol. 130, pp. 201-209. 1999.

BELAHADJI,B.; FRANC,J.P.; MICHEL,J.M. *A statistical analysis of cavitation erosion pits*. **Journal of Fluids Engineering**. 113, pp. 700-706. 1991.

BLOCHER,JR.J.M.; BONIFIELD,T.D.; BUNSHAH,R.F.; FISH,J.G.; GHATE,P.B.; JACOBSON,B.E.; MATTOX,D.M.; MCGUIRRE,G.E.; SCHWARTZ,M; THORNTON,J.A.; TUCKER,JR.R.C. *Deposition technologies for films and coatings*. 1^o.ed. New Jersey: Noyes Publications, 1982. 585p.

BLUNT,L.; OHLSSON,R.; ROSEN,B.G. *A comprehensive study of 3-D surface topography measuring instruments*, In: **Proceedings of the 6th Nordic Symposium on Tribology NORDTRIB 94**, Elsevier, Uppsala, Sweden, June, 1994.

BROWN,C.A.; SAVARY,G. *Describing ground surface texture using contact profilometry and fractal analysis*, **Wear**, Vol. 141, pp. 211-226. 1991.

BUECKEN,B., LEONHARDT,G., WILBERG,R., HOECK,K., SPIES,H.J. *Direct combination of plasma nitriding and PVD hardcoating by a continuous process*, **Surface and Coatings Technology**, v.68-69, p.244-248, 1994.

CZERWIEC,T., MICHEL,H., BERGMANN,E. *Low-pressure, high-density plasma nitriding: mechanisms, technology and results*, **Surface and Coatings Technology**, v.108-109, p.182-190, 1998.

D'HAEN,J., QUAEYHAEGENS,C., STALS,L.M., VAN STAPPEN,M. *Interface study of physical vapour deposition TiN coatings on plasma-nitrided steels*, **Surface and Coatings Technology**, v.61, p.194-200, 1993.

DIETER,G.E. *Mechanical Metallurgy*, 2.ed. McGraw-Hill Ltda, 335 p.

DINGREMONT,E; PIANELLI,A; BERGMANN,E; MICHEL,H. *Analysis of the compatibility of plasma-nitrided steels with ceramic coatings deposited by the ion plating technique*, **Surface and Coatings Technology**, Amsterdam, v.61, p.187-193, 1993.

DONG,W.P.; SULLIVAN,P.J.; STOUT,K.J. *Comprehensive study of parameters for 3-D surface topography analysis. Part 1: Inherent properties of parameters variation*, **Wear**, Vol. 159. pp. 161-171. 1992.

DOREY,J.M.; LE,Q.; TURA,F. *A new test procedure using plant and polished samples to quantify cavitation aggressivity on industrial components*, Cavitation'91, **ASME FED**, Vol. 116, Portland, pp. 141–147, 1991.

DRESSLER,S. *Plasma parameter control for industrial situations: the role of hot wall plasma nitriding furnaces*. In: **ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding/Ion Carburizing**, 1989, Cincinnati, Ohio, USA. Ion nitriding and ion carburizing, Proceedings of ASM's 2nd international conference on ion nitriding/ion carburizing. Ohio: ASM International, 1990. p.183-193.

DUPPY,M.O. *High precision optical profilometers for the study of micro geometrical surface defects*, **Proceedings of the Institute of Mechanical Engineers**, Vol 182, Part 3K, pp. f255-259, 1968.

EATSON,W.; WOODS,A. *The 3-Drepresentation of engineering surfaces*, **Surface Topography**, Vol.1, Nº2, pp. 165-182. 1988.

ECHAVEZ,G. *Cavitation damage and determination of tension and fatigue resistance in concrete surfaces*, In: **Fracture on Damage of Concrete and Rock-FDCR-2**, p. 445. 1993.

EDENHOFER,B. *Physical and Metallurgical Aspects of Ion Nitriding-Part 1*, **Heat Treatment of Metals**, Birmingham, v.1, p.23-28, 1974.

FRANC,J.P.; MICHEL,J.M.; NGUYEN-TRONG,H.; KARIMI,A. *From pressure pulses measurements to mass loss prediction: the analysis of a method*, In: **Proceedings of Second International Symposium on Cavitation**, Tokyo, pp. 231–236, 1994.

GREDEC,T., ZLATANOVIC,M., POPOVIC,N., BOGDANOV,Z. *Properties of TiN coatings deposited onto hot work steel substrates plasma nitrided at low pressure*, **Surface and Coatings Technology**, v.54-55, p.502-507, 1992.

GUO,X.X. *Cavitation erosion of plasma sprayed WC-Co*, **Advances in Thermal Spraying**, 1986.

HAN,S; LIN,J.H; KUO,J.J; HE,J.L; SHIH,H.C. *The cavitation erosion phenomenon of chromium nitride coatings deposited using cathodic arc plasma deposition on steel*. **Surface and Coatings Technology**, v.161, p.20-25, 2002.

HÄNNINEN H.; ROMUB,A,J.; ILOLAA,R.; TERVOC,J.; LAITINEND,A. *Effects of processing and manufacturing of high nitrogen-containing stainless steels on their mechanical, corrosion and wear properties*, **Journal of Materials Processing Technology**, v.117, p. 424-430, 2001.

HANSSON,C.M., HANSSON,I.L.H., *Cavitation erosion, Friction, Lubrification and Wear Technology*, **ASM Handbook**, 1992. v.18, p.214-220.

HATTORI,S.; NAKAO,E. *Cavitation erosion mechanisms and quantitative evaluation based on erosion particles*, **Wear**, v.249, 2002.

HATTORI,S.; ISHIKURA,R.; ZHANG,Q. *Construction of database on cavitation erosion and analyses of carbon steel data*. **Wear**, Vol. 257, pp. 1022-1029. 2004.

HEINKE.W; LEYLAND,A; MATTHEWS.A; BERG,G; FRIEDRICH,C; BROSZEIT,E. *Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests*. **Thin Solid Films**. Germany, v.270, p.431-438, 1995.

HEYMANN,F.J. *Characterization and determination of erosion resistance*, ASTM STP474, **American Society for Testing and Materials**, pp.212-222. 1970.

HEYMANN,F.J. *Liquid impingement erosion*, *Friction; Lubrification and Wear Technology*, **ASM Handbook**, v. 18, p.221-232, 1992.

HIRAGA,H; INOUE,T; MATSUNAWA,A; SHIMURA,H. *Cavitation erosion mechanism of NiTi coatings made by laser plasma hybrid spraying*. **Wear**, v.231, p.272-278, 1999.

HIRAGA,H; INOUE,T; KAMADO,S; KOJIMA, Y; MATSUNAWA,A; SHIMURA,H. *Fabrication of NiTi intermetallic compound coating made by laser plasma hybrid spraying of mechanically alloyed powders*. **Surface and Coatings Technology**, v.139,.p.93-100,. 2001.

HUANG,W.H; CHEN,K.C; HE,J.L. *A study on the cavitation resistance of ion-nitrided steel*. **Wear**, v.252. Taiwan, p.459-466, 2002.

INAL,O.T.; OZBAYSAL,K.; METIN,E.S.; PEHLINVATURK,N.Y.A. *A Review of Plasma Surface Modification: Process, Parameters and Microstructural Characterization*. In: **ASM's 2ed International Conference on Ion Nitriding/Ion Carburizing**, 1989, Cincinnati, Ohio, USA. 1990. p.57-66.

Surface Texture: Metrological of Phase Correct Filters, ISO Standard 11562, International Standards Organization, 1996.

KAKAS, D., ZLATANOVIC, M. *Wear resistance of plasma intruded high speed steels*. In: **ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding/Ion Carburizing**, 1989, Cincinnati, Ohio, USA. Ion nitriding and ion carburizing, Proceedings of ASM's 2nd international conference on ion nitriding/ion carburizing. Ohio: ASM International, 1990. 141-146.

KATO,H.; YE,Y.P.; MAEDA,M. *Cavitation erosion and noise study on a foil section*, In: **Proceedings of the Symposium on Cavitation Noise and Erosion in Fluid Systems**, ASME FED, Vol. 88, San Francisco, pp. 79–88, 1989.

KATO,H. *Complex structure of sheet-cloud cavitation*, In: **Proceedings of the Third International Conference on Pumps and Fans**, Beijing, October 1998, pp. 1-12.

KENNETH,H.; MATTHEWS,A. *Coatings Tribology: Techniques and Applications in Surface Engineering*. Amsterdam: 1994. 442 p. (**Tribology Series**, 28).

KNAPP,P.T., DAILY,J.W., HAMITT,F.G. *Cavitation*; New York: Mc Graw-Hill, 1970. 578p.

KNAAP,R.T. *Recent investigation of the mechanics damage*. **Trans. ASME** 75pp. 1045-1054. 1955.

KOHONEN,A.S., SIRVIO,E.H. *A new low pressure plasma nitriding method*, **Thin Solid Films**, v.96, p.103-108, 1982.

KORHONEN,A.S., SIRVIO,E.H., SULONEN,M.S. *Plasma nitriding and ion plating with an intensified glow discharge*, **Thin Solid Films**, v.107, p.387-394, 1983.

KRAUSS,G. *Surface modification*. In: **Steels: heat treatment and processing principles**. 2.ed. Ohio: ASM International, 1993. Chapter 11, 319-350.

KRAUSS,G. *Tool Steels*. In: **Steels: Heat Treatment and Processing Principles**. 2ed. Ohio: ASM International, 1993. pp.401-430.

KUMAR,A.; BOY,J.; ZATORSKI,R.; STEPHENSON,L.D. *Thermal spray and weld repair alloys for the repair of cavitation damage in turbines and pumps: a technical note*. **Journal of Thermal Spray Technology**, June, 2005, vol 14, pp.177-182.

LADEIRA,L.W.A. *Conjugados duplex de WC-Co/NiCrAl ou NiCr processados por aspersão térmica, para aplicações em meios corrosivos e/ou desgaste*; Belo Horizonte: UFMG, 2000, 265p. (Mestrado, Engenharia Metalúrgica e de Minas).

LAVIGNE,S.; RETAILLEAU,A.; WOILLEZ,J. *Measurement of the aggressivity of erosive cavitating flows by a technique of pits analysis. Application to a method of prediction or erosion*. In: **Proceedings of International Symposium on Cavitation, CAV'95**, Deauville, pp. 241-248. 1995.

LEE,M.K.; KIM,W.W.; RHEE,C.K.; LEE,W.J. *Investigation of liquid impact erosion for 12Cr steel and Stellite 6B (Co±28Cr)*, **Journal of Nuclear Materials** 257 (1998) 134-144.

LE FUR,B.; DAVID,F.F. *Comparison between erosion speeds deduced from pitting tests and mass loss tests for two stainless steels*, In: **Proceedings of International Symposium on Cavitation, CAV'95**, Deauville, 1995.

LE FUR,B.; DAVID,J.F;. *Comparison between pitting rate and erosion rate for three materials*, In: **Proceedings of Third International Symposium on Cavitation**, Vol. 2, Grenoble, 1998, pp. 227–232.

LEYLAND,A; FANCEY,K.S; MATTHEWS,A. *Plasma nitriding in a low pressure triode discharge to provide improvements in adhesion and load support for wear resistant coatings*, **Surface Engineering**, Birmingham, v.7, n.3, p.207-215, 1991.

LEYLAND,A.; MATTHEWS,A. *On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimized tribological behaviour*. **Wear**, Vol. 246. pp. 1-11. 2000.

LIMA,M.M. *Recobrimentos Tribológicos para Aplicação em Meios Mecânica e Quimicamente Agressivos*; Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2002. 298 p. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

LOHRBERG,H.; HOFMANN,M.; LUDWIG,G.; STOFFEL,B. *Analysis of damaged surfaces. Part II. Pit counting by 2-D optical techniques*, In: **Proceedings of the Third ASME/JSME Joints Fluids Engineering Conference**, San Francisco, July 1999.

MANCOSU,R.D. *Tenacidade e Estrutura Cristalina de Recobrimentos WC-Co/NiCrFeSiBC Processados por HVOF*; Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2000. 121p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

MANN,B.S.; ARYA, V. *An experimental study to correlate water jet impingement erosion resistance and properties of metallic materials and coatings*, **Wear**, v.253, p.650-661. 2002.

MARQUES.P.V. *Dano Cavitacional em Revestimentos Depositados por Aspersão Térmica*; Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, 1996. 158p. (Tese, Doutorado em Engenharia Mecânica).

MATTHEWS,A., FANCEY,K.S., JAMES,A.S., LEYLAND,A., *Ionization in plasma-assisted physical vapor deposition systems*, **Surface and Coatings Technology**, v.61, p.121-126, 1993.

MEGED,Y. *Modeling of the initial stage in vibratory cavitation erosion tests by use of a Weibull distribution*. **Wear** Vol. 253, pp. 914-923. 2002.

MOMMA,T.; LICHTAROWICZ,A. *A study of pressures and erosion produced by collapsing cavitation*, **Wear** 186–187, pp. 425–436. 1995.

MONTGOMERY,D.C., *Design and analysis of experiments*, 3.ed. New York: John Wiley & Sons, 1991. 648 p.

MUMMERY,L. *Surface Texture Analysis*; The Hand Book. 1.ed. West Germany: Hommelwerke GmbH, 1992. 105p.

MUNSTERER,S; KOHLHOF,K. *Cavitation protection by low temperature TiCN coatings*. **Surface and Coatings Technology**, v.74-75, p.642-647, 1995.

MAYAK,P.R. *Random process model of rough surfaces*, **Journal of Lubrification Technology**, pp. 398-407, July, 1971.

NOWICKI,B. *Multiparameter representation of surface roughness*, **Wear**, Vol. 102, pp. 161- 176, 1985.

O´BRIEN,J.M. *Plasma Nitriding*. In: **ASM Handbook; Heat Treatment**. 2ed. Ohio: ASM International, 1996. Vol.4, p.420-424.

OKADA,T.; IWAI,Y. **JSME J.**, Ser. I 33 (2) (1990) 128.

PARK,M.J; LEYLAND,A.; MATTHEWS,A. *Corrosion performance of layered coatings produced by physical vapour deposition*, **Surface and Coatings Technology**, Amsterdam, v.43-44, p.481-492, 1990.

PATELLA,R.F.; REBOUD,J.L. *A new approach to evaluate the cavitation erosion power*. **J. Fluid Eng., Trans. ASME** 120 pp. 335-344. 1998.

PATELLA,R.F.; REBOUD,J.L. *Energetical approach and impact efficiency in cavitation erosion*, In: **Proceedings of Thierd International Symposium on Cavitation**, Vol. 2, Grenoble, pp. 115-120. 1998.

PATELLA,R.F.; REBOUD,J.L.; ARCHER,A. *Cavitation damage measurement by 3-D laser profilometry*. **Wear**, Vol. 246. pp. 59-67. 2000.

POHL,M.; STELLA,J. *Quantitative CLSM roughness study on early cavitation-erosion damage*. **Wear**, v.252, pp.501-511, 2002.

QIAN,B.; LIANG,Y.C. *The application of modern time series analysis method in researching and measuring surface roughness*, In: **Proceedings of the 2nd IMEKO**, pp. 173-177. 1989.

QUAEYHAEGENS,C., VAN STAPPEN,M., STALS,L.M., BODART,F., TERWAGNE,G., VLAEMINCK,R. *Interface study of physically vapour-deposited TiN coatings on plasma-nitrided tool steel surfaces with auger electron spectroscopy, resonant nuclear reaction analysis and Rutherford backscattering spectroscopy*, **Surface and Coatings Technology**, v.54-55, p.279-286, 1992.

RICKERBY,D.S., MATTHEWS,A. *Advanced surface coatings; A handbook of surface engineering*; New York: Blackie & Son Ltda, 1991. 368p.

SANCHETTE,F., DAMOND,E., BUVRON,M., HENRY,L., JACQUOT,P., RANDALL,N., ALERS,P. *Single cycle plasma nitriding and hard coating deposition in a cathodic arc evaporation device*, **Surface and Coatings Technology**, v.94-95, p.261-267, 1997.

SANTOCHI,M.; VIGNALE.M. *A study on the functional properties of a honed surface*, **Annals of the CIRP**, Vol.31, pp. 431-434. 1982.

SANTOCHI,M.; TANTUSSI,G. *Surface parameters microgeometricity and functional models: a new approach*, **Precision Engineering**, Vol.6, N^o4, pp. 201-206. 1984.

SANTOS,J.F.; GARZON,C.M.; TSCHIPTSCHIN,A.P. *Improvement of the cavitation erosion resistance of an AISI 304L austenitic stainless steel by high temperature gas nitriding*. **Materials Science and Engineering A** Vol. 382, pp. 978-386; 2004.

SATO,K.; TAKAHASHI,Y.I.; YAMAZAKI,T; NITOH,Y. *Surface Layers Produced by Ion Nitriding of Austenitic Fe-Mn-Al Alloys and The Effects on Hardness and Corrosion Resistance*, **Journal of Material Science**, v.32, p.4445-4449, 1998.

SHERRINGTON,I. *The measurement and characterization of surface topography*, Lancashire Polytechnic. 1985. (Ph.D. Thesis).

SIMONEAU,R.; ARCHER,A. *Transposition of cavitation marks on different hardness metals*, In: **Proceedings of ASME Fluids Engineering Division Summer Meeting**, Vancouver, June 1997.

SOMERS,M.A.J.; KOOI,B.J.; MALDZINSKI,L.; MITTEMEIJER,E.J.; VAN DER HORST,A.A.; VAN DER KRAAN,A.M.; VAN DER PERS,N.M. *Thermodynamics and long-range order of interstitials in an hcp lattice: nitrogen in ϵ -Fe₂N_{1-z}*. **Acta Mater.** Vol. 45. Nº5. pp. 2013-2025. 1997.

SPALVINS,T. *Advances and Directions of Ion Nitriding/Carburizing*. In: **ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding/Ion Carburizing**, 1989, Cincinnati, Ohio, USA. .1-4, 1990.

STEADMAN,M. *Basis for comparing the performance of surface measuring machines*, **Precision Engineering**, Vol. 9, Nº3, pp. 149-152, 1987.

STINEBRING,D.R.; HOLL,J.; ARNDT,R.E. *Two aspects of cavitation damage in the incubation zone: scaling by energy considerations and leading edge damage*, **J. Fluid Eng.** 102, pp. 481–485. 1980.

STOUT,K.J; BLUNT,L. *Three-dimensional surface topography*. 2.ed. London: Penton Press, 2000. 285p.

SUN,Y.; BELL,T. *Plasma surface engineering of low alloy steel*, **Materials Science and Engineering**, Amsterdam, v..A140, p.419-434, 1991.

SUN,Y.; BELL,T. *Combined plasma nitriding and PVD treatment*, **Trans. Inst. Metal Finish.**, v.70, n.1, p.38-44, 1992.

TELSONIC AG. *Telsonic Manual*. (Manual do usuário do equipamento SG-22 1000G, para ensaios de cavitação).

THOMAS,T.R. *Rough Surfaces*; Longman 1982. 226p.

THOMAS,T.R., THOMAS,A.P. *Fractal and engineering surface roughness*, **Surface Topography**, Vol.1, Nº 2, pp. 143-152. 1988.

TOMLINSON,W.J.; BRANSDEN,A.S., *Cavitation Erosion of laser surface alloyed coatings on Al-12%Si*, **Wear**, v.185, p.59-65, 1995.

VAN STAPPEN; MALLIET,B; STALS,L; DE SCHEPPER,L; ROOS,J.R; CELIS,J.P. *Characterization of TiN coatings deposited on plasma nitrided tool steels surfaces*, **Materials Science and Engineering**, Amsterdam, v..A140, p.554-562, 1991.

VAN STAPPEN,M; KERKHOFS,M; QUAEYHAEGENS,C; STALS,L. *Introduction in industry of a duplex treatment consisting of plasma nitriding and PVD deposition of TiN*, **Surface and Coatings Technology**, Amsterdam, v.62, p.655-661, 1993.

VAN VLACK,L.H. *Princípio de ciência dos materiais*; 4.ed. São Paulo: Editora Edgard Blucher Ltda. 1970. 427p.

WHITEHOUSE,D.J.; ARCHARD, J.F. *The properties of random surfaces in contact*, In: **Proceedings of the ASME Annual Winter Meeting**, pp. 16-20, November, 1969.

WHITEHOUSE,D.J. *Improved type of wave filter for use in surface finish measurements*, In: **Proceedings of the First International Conference on Properties and Metrology of Engineering Surfaces**, Elsevier, London, 1978.

WHITEHOUSE,D.J. *The parameters rash*, In: **Proceedings of the 2nd International Conference on the Metrology and Properties of Engineering Surface**, Elsevier, Leicester, April 1981.

WILSON,A., MATTHEWS,A., HOUSDEN,J., TURNER,R., GARSIDE,B.A *Comparison of the wear and fatigue properties of plasma-assisted physical vapour deposition TiN, CrN and duplex coatings on Ti-6Al-4V*, **Surface and Coatings Technology**, v.62, p.600-607, 1993.

ZHANG,X.F.; FANG,I. *The effect of stacking fault energy on the cavitation erosion resistance of α -phase aluminum bronzes*. **Wear**, Vol. 253 pp. 1105-1110. 2002.

ZLATANOVIC,M. *(Ti,Al)N Coating on plasma nitrided surfaces*. In: **ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding/Ion Carburizing**, 1989, Cincinnati, Ohio, USA. Ion nitriding and ion carburizing, Proceedings of ASM's 2nd international conference on ion nitriding/ion carburizing. Ohio: ASM International, 1990. 99-104.

ANEXO A - PARÂMETROS DE PERFILOMETRIA

A.1 - Parâmetros de Amplitude

Sa - Média Aritmética

Este parâmetro é a extensão do Ra bidimensional (Figura A.1), que é o parâmetro mais conhecido em perfilometria. Definido como a média aritmética dos valores absolutos dos desvios do plano médio (acima e abaixo) dentro da área de varredura. Como este parâmetro mede a média da rugosidade, defeitos da superfície não são captados, sendo assim, diferentes superfícies podem ter o mesmo valor de Ra (Figura A.2). O parâmetro Sa não caracteriza totalmente uma superfície e é dependente do valor de λ_c utilizado. A Equação A.1 mostra como Sa é obtido.

$$S_a = \frac{1}{MN} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M |\eta(x_i, y_j)| \quad (\text{A.1})$$

onde:

- M é o número de pontos por perfil;
- N é o número de perfis;
- $\eta(x,y)=z(x,y)-(a+bx+cy)$ é a superfície residual.

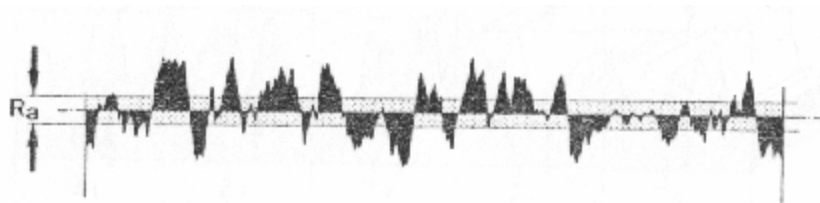


Figura A.1 - Esquema para obtenção do parâmetro R_a (MUMMERY, 1992).

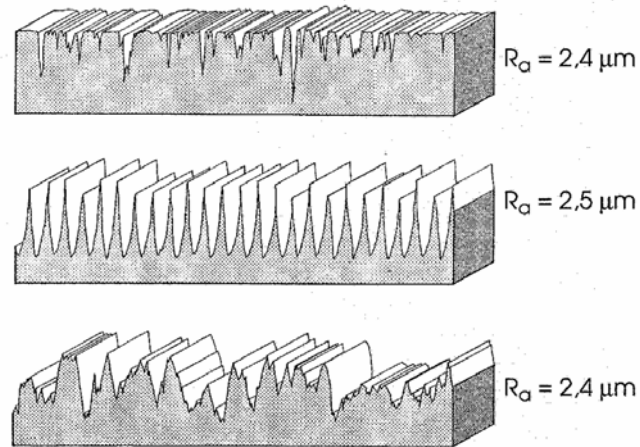


Figura A.2 - Perfis diferentes, com mesmo valor de R_a (parâmetro bidimensional), correspondente a S_a (parâmetro tridimensional).

Sq - Desvio Quadrático Médio (RMS – Root Mean Square)

É a medida dos desvios de amplitude de uma superfície do plano de mínimos quadrados em uma área de amostragem. Não depende dos intervalos de varreduras (Δx e Δy) selecionados, mas depende da área de amostragem. É uma extensão direta do parâmetro bidimensional R_q (Figura A.3). A Equação A.2 é utilizada para obtenção de S_q :

$$S_q = \sqrt{\frac{1}{MN} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M \eta^2(x_i, y_j)} \quad (\text{A.2})$$

onde:

- M é o número de pontos por perfil;
- N é o número de perfis;
- $\eta(x,y) = z(x,y) - (a + bx + cy)$ é a superfície residual.

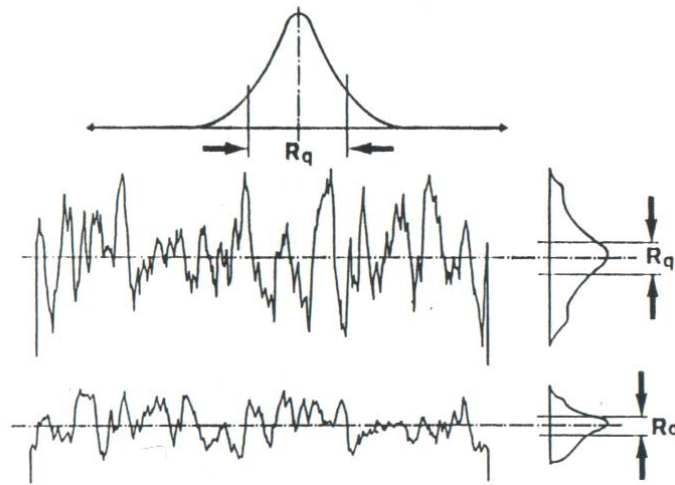


Figura A.3 - Esquema para R_q , bidimensional (MUMMERY, 1992).

Sz - Altura de dez pontos de uma superfície

Parâmetro definido como a média das alturas dos 5 maiores picos e a profundidade dos 5 maiores vales dentro de uma área de amostragem. É um parâmetro mais dependente da área de amostragem que S_q . Este parâmetro é uma extensão de R_z bidimensional. A Equação A.3 é utilizada para descrevê-lo.

$$S_z = \frac{\sum_{i=1}^5 |\eta_{pi}| + \sum_{i=1}^5 |\eta_{vi}|}{5} \quad (\text{A.3})$$

onde:

- η_{pi} são os cinco picos mais altos;
- η_{vi} são os cinco vales mais profundos.

St, Sp e Sv

- St - Altura total da superfície.
Altura entre o pico mais alto e o vale mais profundo.
- Sp - Pico mais profundo.
Distância entre o pico mais alto e o plano de referência de mínimos quadrados.
- Sv - Vale mais profundo.
Distância entre o vale mais profundo e o plano de referência de mínimos quadrados.

A.2 - Parâmetros Estatísticos

A caracterização estatística de uma superfície topográfica tem sido muito utilizada desde que esta é a melhor ferramenta para processar dados aleatórios.

Ssk - Assimetria de uma distribuição de alturas (*Skewness*)

É uma medida da assimetria da curva de distribuição das amplitudes de um perfil. Este parâmetro é uma extensão do Sk bidimensional (Figura A.4).

- Se negativa (<-1), as amplitudes de maior frequência possuem valores menores que a média (plano de referência dos mínimos quadrados) e implicará em um perfil com uma maior quantidade de material próximo da superfície (perfil do tipo platô);
- Se positiva (>+1), existirá uma maior frequência de amplitudes de valores muito maiores que a média e o perfil será caracterizado por uma quantidade maior de material abaixo do plano de referência de mínimos quadrados e o perfil será caracterizado pela presença de picos com baixa densidade de material.

A Equação A.4 é utilizada para descrever Ssk.

$$Ssk = \frac{1}{MNSq^3} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M \eta^3(x_i, y_j) \quad (A.4)$$

onde:

- M é o número de pontos por perfil;
- N é o número de perfis;
- $\eta(x,y)=z(x,y)-(a+bx+cy)$ é a superfície residual.

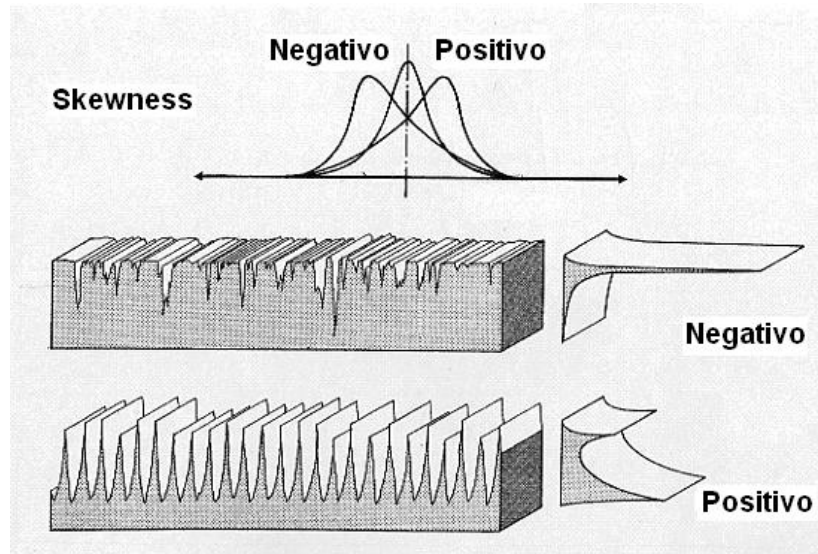


Figura A.4 - Skewness da curva de distribuição de amplitudes (MUMMERY, 1992).

Sku - Curtose da distribuição das amplitudes

A Figura A.5 ilustra a curva de distribuição normal de amplitudes de um perfil topográfico, denominado neste trabalho de Perfil Gaussiano. Neste caso uma curtose igual a 3 é associada ao mesmo. Este parâmetro é uma extensão de Ku, bidimensional. Para obter o parâmetro Sku utiliza-se a Equação A.5.

$$Sku = \frac{1}{MNSq^4} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M \eta^4(x_i, y_j) \quad (A.5)$$

onde:

- M é o número de pontos por perfil;
- N é o número de perfis;
- $\eta(x,y)=z(x,y)-(a+bx+cy)$ é a superfície residual.

- Se a curtose for superior a 3 implica em uma grande concentração das amplitudes;
- Se a curtose for menor que 3 implica em uma distribuição não tão concentrada das amplitudes.

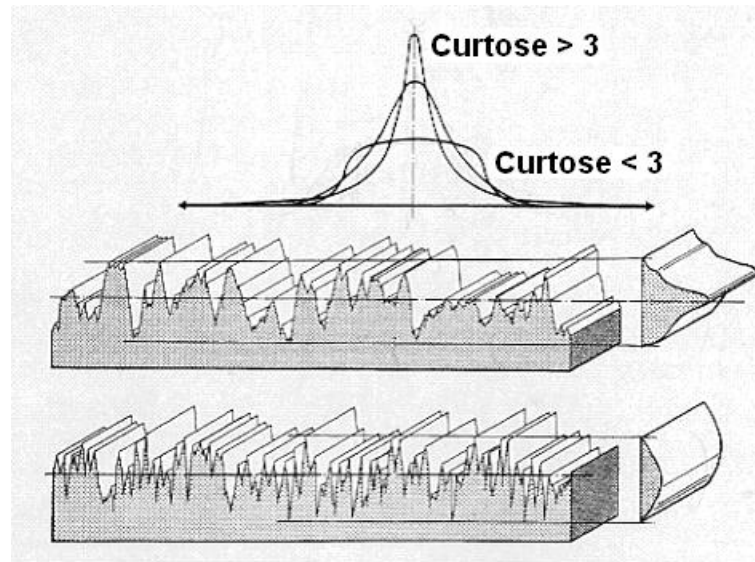


Figura A.5 - Curtose da curva de distribuição de amplitude (MUMMERY, 1992).

A.3 - Parâmetros Espaciais

SPc e Sds - Densidade de Picos

- SPc é a densidade de picos entre duas linhas horizontais de cortes em relação ao plano de referência de mínimos quadrados, dado em picos/mm². Muito influenciado também pelo intervalo de varredura (Δx e Δy).
- Sds é o número de picos por área de amostragem. Apenas são considerados picos uma amplitude maior que 8 amplitudes vizinhas. Sds é dado pela Equação A.6.

$$Sds = \frac{\text{Número de Picos}}{(M-1)(N-1)\Delta x \Delta y} \quad (\text{A.6})$$

uma linha unindo os dois pontos é traçada e estendida até que toque os eixos de 0% e 100%. Os pontos de encontro da reta com os eixos de 0% e de 100% são chamados de C e D, respectivamente. A distância vertical entre C e D é o valor da profundidade da rugosidade do núcleo, R_k (Figura A.6).

A altura reduzida dos picos (R_{pk}) é determinada da seguinte maneira. A área entre a curva de distribuição de material e a linha superior que delimita R_k é chamada de A_1 . R_{pk} seria a altura do triângulo que contém uma área igual a A_1 e base igual a M_{r1} (Figura A.6). Desta maneira, a altura média dos picos é encontrada e o efeito dos picos discrepantes é minimizado.

A profundidade reduzida dos vales (R_{vk}) é calculada de maneira análoga a R_{pk} . A área a ser analisada neste caso é a área entre a curva de distribuição de material e a linha inferior que define R_k .

Um esquema mostrando os parâmetros da família S_k está mostrado na Figura A.7.

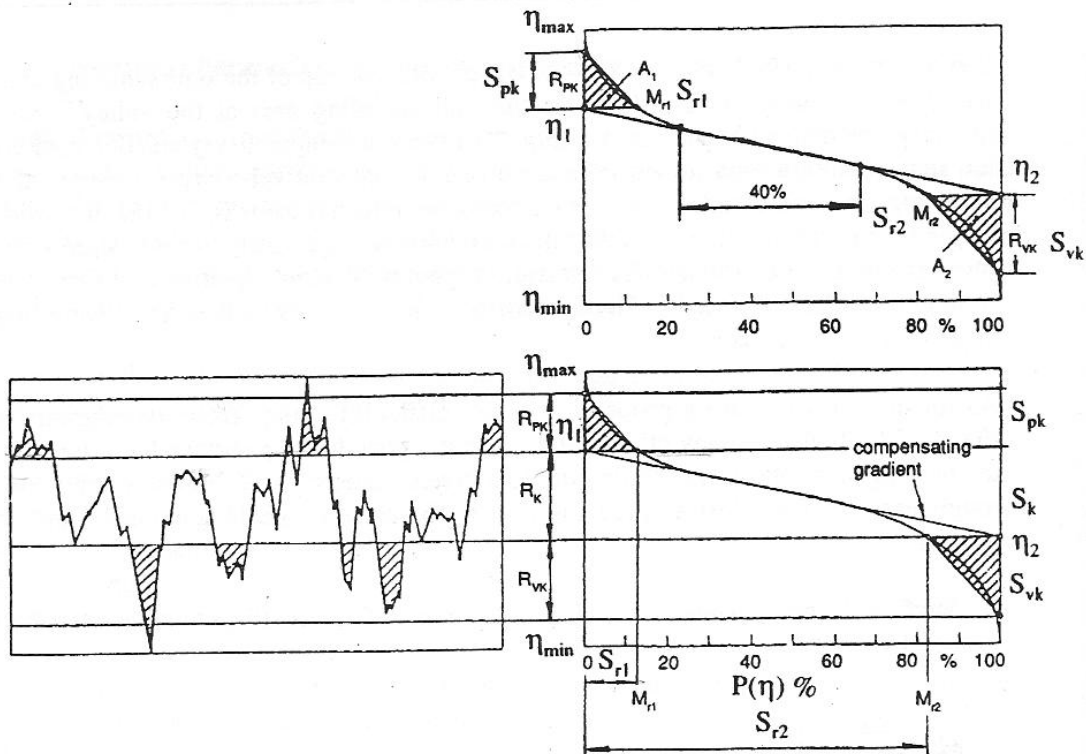


Figura A.7 - Esquema da família S_k .

ANEXO B - RESULTADOS DE ANÁLISES ESTATÍSTICAS

B.1 - Regressão Linear Segmentada Contínua

Neste apêndice estão mostradas as análises de regressão linear segmentada contínua para os quatro sistemas estudados, que são:

- Sistema aço;
- Sistema nitretado;
- Sistema conjugado monocamada de Cr-N;
- Sistema conjugado dúplex de Cr-N.

Para todos estes sistemas foi definida uma função linear segmentada que se ajustou aos dados experimentais.

A análise de regressão linear é uma das técnicas estatísticas mais utilizadas para pesquisar e modelar o relacionamento existente entre as diversas variáveis de um processo.

A Equação B.1 é denominada modelo de regressão linear simples, pois envolve apenas uma variável explicativa:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x + \varepsilon \quad (\text{B.1})$$

Onde:

- x - variável independente;
 - y - variável dependente;
 - β_0 e β_1 - são constantes desconhecidas;
 - ε - erro aleatório dado pela diferença entre o valor observado y e o valor obtido pela reta $\beta_0 + \beta_1 x + \varepsilon$.
-

Como os parâmetros β_0 e β_1 são desconhecidos, é necessário estimá-los por meio do emprego de dados amostrais. Para que seja possível obter boas estimativas para β_0 e β_1 e também para dar uma boa interpretação prática a estes parâmetros, usualmente são associadas algumas suposições ao modelo de regressão linear simples apresentando na Equação B.1. As suposições associadas ao modelo de regressão linear simples são:

- Os erros têm que ter média zero e a mesma variância desconhecida σ^2 ;
- Os erros não são correlacionados, ou seja, o valor de um erro não depende de qualquer outro erro;
- Os erros têm distribuição normal.
- $\text{idd } N(0, \sigma^2)$

A análise de resíduos é utilizada para estudar a adequação do modelo de regressão. Um resíduo é definido pela Equação B.2:

$$e_i = y_i - \hat{y}_i, \quad i = 1, 2, \dots, n \quad (\text{B.2})$$

Onde:

- y_i é uma observação;
- \hat{y}_i é o valor correspondente estimado por meio do modelo de regressão.

É conveniente visualizar os resíduos como valores observados para o erro ε que aparece no modelo e, é razoável esperar que quaisquer desvios das suposições feitas sobre o erro poderão ser detectadas se for realizada uma análise de resíduos, já que os resíduos e_i deverão refletir as propriedades dos erros ε_i .

Análises da adequação do modelo utilizando os resíduos são feitas pelos gráficos:

- Resíduos versus valores ajustados:
 - Probabilidade normal dos resíduos.
-

Um gráfico dos resíduos e_i versus os correspondentes valores ajustados \hat{y}_i é muito útil para detectar as seguintes inadequações do modelo:

- A equação de regressão não é linear;
- A variância do erro não é constante;
- Presença de observações extremas.

Neste gráfico, uma adequação do modelo se dá quando os resíduos estão situados, aproximadamente, em uma faixa horizontal centrada em $e_i=0$. Quando o gráfico apresenta os valores espalhados em uma forma de funil significa que a variância do erro não é constante. Pode-se detectar também, neste gráfico, a falta de linearidade do modelo, o qual necessita da inclusão de outras variáveis.

Se a distribuição de erro ε não segue rigorosamente uma distribuição normal, apresentando pequenos desvios em relação a esta distribuição, este efeito não afeta muito o modelo. No entanto, sérios desvios da condição de normalidade exercem um grande efeito sobre os intervalos de confiança e de predição. A suposição de normalidade será considerada válida se os pontos do gráfico estiverem localizados, aproximadamente, ao longo de uma linha reta. Nesta visualização da linha reta devem ser enfatizados os valores centrais e não os extremos.

O coeficiente R^2 é interpretado como uma medida da explicação da variabilidade de y obtida pela utilização das variáveis explicativas x_1, x_2, \dots, x_k no modelo de regressão. Este valor está entre 0 e 1, ou seja:

$$0 \leq R^2 \leq 1$$

A Equação B.3 é denominada modelo de regressão linear múltipla, pois envolvem mais de uma variável explicativa:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon \quad (\text{B.3})$$

Para um modelo de regressão linear múltipla as análises de resíduos são análogas às de regressão linear simples.

Visualmente os modelos propostos tiveram um bom ajuste aos dados experimentais, como podem ser vistos no Capítulo 5, mas lá não estão mostrados as análises estatísticas que foram feitas para se considerar válidos estes modelos. Então, a seguir estão apresentadas estas análises estatísticas para os sistemas estudados.

A saída do programa STATISTICA, mostra o modelo ajustado, que está em negrito, juntamente com seus testes estatísticos, ou seja:

- O valor de R^2 ;
- Os valores das variáveis do modelo proposto β_1 , β_2 , β_3 , etc, com seus respectivos desvios-padrão;
- E o p-valor.

Altos valores de R^2 são necessários para confirmar uma boa adequação do modelo proposto aos dados experimentais. Isto foi conseguido para todos os modelos.

Para os parâmetros estimados serem considerados válidos eles devem ser menores que 0,025. Isto foi conseguido para quase todos eles. Os únicos parâmetros que não obedeceram esta regra foram β_1 para o sistema nitretado e β_1 para o conjugado dúplice de Cr-N. Este fato não invalida o modelo de regressão, pois os outros testes estatísticos foram satisfatórios. E estes parâmetros não eram esperados ter um bom ajuste estatístico, pois eles são referentes ao período de incubação, onde não se espera nenhuma relação entre a perda de massa e o tempo de teste de erosão cavitacional.

Os gráficos de resíduos versus valores ajustados foram satisfatórios para todos os sistemas estudados.

Os gráficos de probabilidade normal dos resíduos também foram satisfatórios, com a exceção do sistema nitretado, que apresentou uma distorção na curva. Este fato não invalida o modelo, apenas afeta o intervalo de confiança dos parâmetros ajustados. Como as outras análises foram satisfatórias esta equação ajustada pode ser considerada válida.

B.1.1 - Sistema Aço

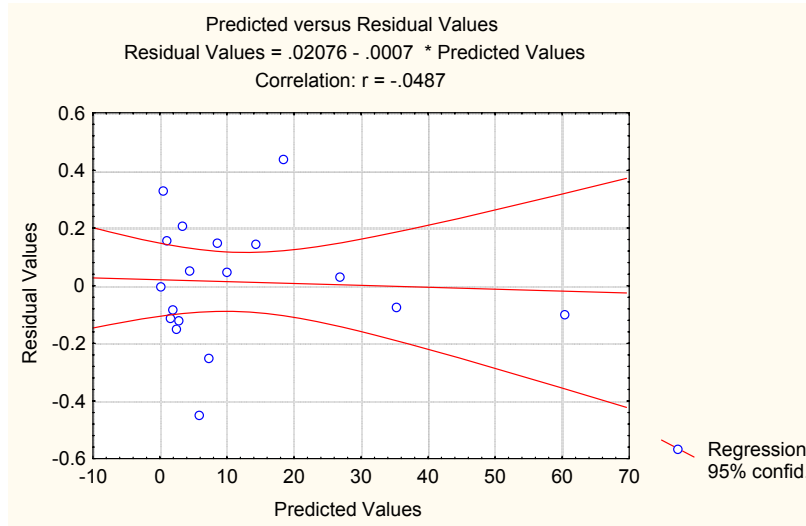
O modelo definido para o sistema aço está indicado na Figura B.1.

| | | | |
|--|----------------|-----------|-----------|
| Model: $M = \beta_1 * T + (\beta_2 * (T - \beta_3) * (T > \beta_3))$ | | | |
| Final loss: 0.755451465 | | | |
| R²=0.99991 | | | |
| Variance explained: 99.982% | | | |
| | β_1 | β_2 | β_3 |
| Estimate | 2.82000 | 5.58805 | 1.22848 |
| Std.Err. | 0.10929 | 0.11530 | 0.02945 |
| t(15) | 25.80347 | 48.46711 | 41.71985 |
| p-level | 0.00000 | 0.00000 | 0.00000 |

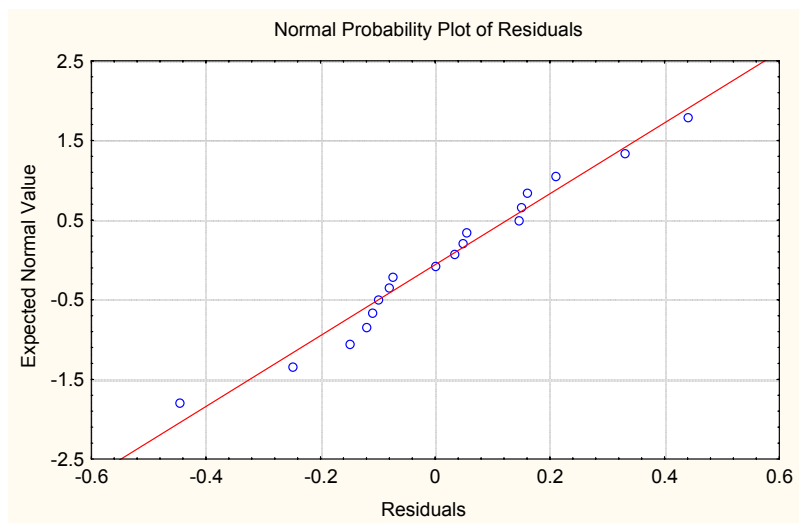
Figura B.1 - Saída do programa STATISTICA para o sistema aço.

Tabela B-1 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema aço.

| | Média | IC (95%) |
|-----------------|--------------|-----------------|
| 1ª. Inclinação | 2,82 | [2,76-2,92] |
| Ponto de quebra | 1,23 | [1,21-1,25] |
| 2ª. Inclinação | 8,4 | [8,3-8,5] |



a) Resíduos versus valores ajustados



b) Probabilidade normal dos resíduos

Figura B.2 - Curvas para análise de resíduos. Sistema aço.

B.1.2 - Sistema Nitretado

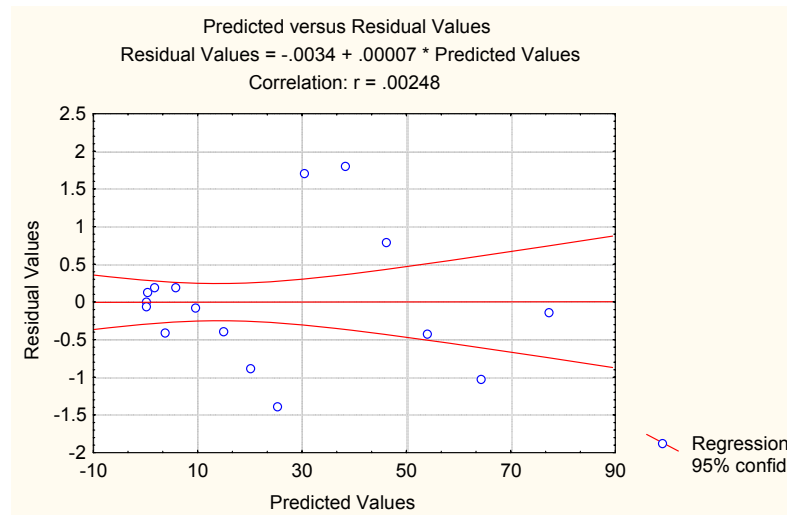
O modelo definido para o sistema nitretado está indicado na Figura B.3.

| | | | | | |
|--|-----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Model: $M = \beta_1 * T + (\beta_2 * (T - \beta_3) * (T > \beta_3)) + (\beta_4 * (T - \beta_5) * (T > \beta_5))$ | | | | | |
| Final loss: 11.156381655 | | | | | |
| R²=0.99958 | | | | | |
| Variance explained: 99.917% | | | | | |
| | β_1 | β_2 | β_3 | β_4 | β_5 |
| Estimate | 0.122602 | 1.877398 | 3.355709 | 3.204275 | 6.41431 |
| Std.Err. | 0.119383 | 0.560081 | 0.581273 | 0.552820 | 0.29546 |
| t(23) | 1.026968 | 3.352009 | 5.773037 | 5.796234 | 21.70966 |
| p-level | 0.315116 | 0.002761 | 0.000007 | 0.000007 | 0.00000 |

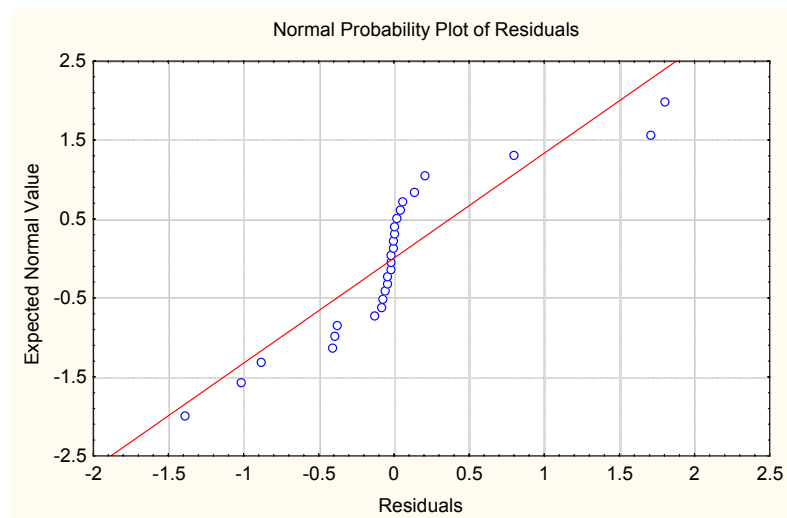
Figura B.3 - Saída do programa STATISTICA para o sistema nitretado.

Tabela B-2 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema nitretado.

| | Média | IC (95%) |
|----------------------------------|-------|-------------|
| 1 ^a . Inclinação | 0,12 | [0,07-0,17] |
| 1 ^o . Ponto de Quebra | 3,4 | [3,1-3,7] |
| 2 ^a . Inclinação | 2,0 | [1,7-2,3] |
| 2 ^o . Ponto de Quebra | 6,4 | [6,3-6,5] |
| 3 ^a . Inclinação | 5,2 | [4,6-5,8] |



a) Resíduos versus valores ajustados



b) Probabilidade normal dos resíduos

Figura B.4 - Curvas para análise de resíduos. Sistema nitretado.

B.1.3 - Sistema Conjugado Monocamada de Cr-N

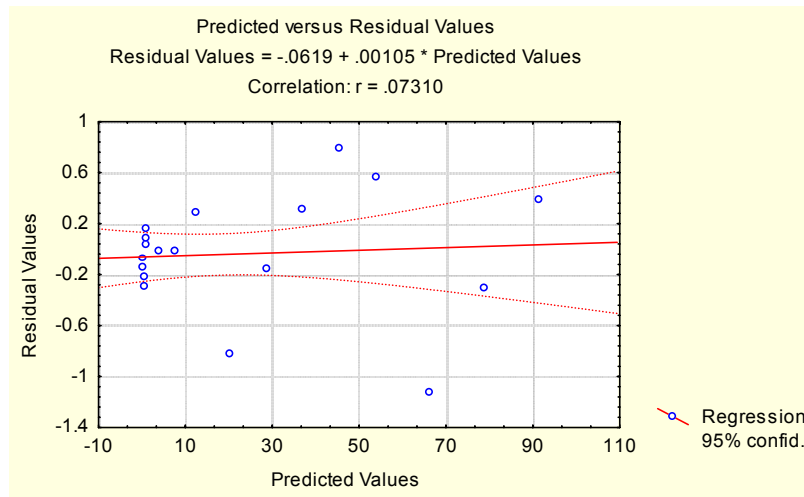
O modelo definido para o sistema conjugado monocamada de Cr-N está indicado na Figura B.5.

| | | | | | |
|--|-----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Model: $M = \beta_1 * T + (\beta_2 * (T - \beta_3) * (T > \beta_3)) + (\beta_4 * (T - \beta_5) * (T > \beta_5))$ | | | | | |
| Final loss: 3.865168350 | | | | | |
| R²=0.99990 | | | | | |
| Variance explained: 99.979% | | | | | |
| | β_1 | β_2 | β_3 | β_4 | β_5 |
| Estimate | 0.436364 | 3.163636 | 3.38218 | 4.726263 | 5.74667 |
| Std.Err. | 0.075786 | 0.790603 | 0.31385 | 0.790847 | 0.22385 |
| t(20) | 5.757832 | 4.001551 | 10.77643 | 5.976204 | 25.67236 |
| p-level | 0.000012 | 0.000701 | 0.00000 | 0.000008 | 0.00000 |

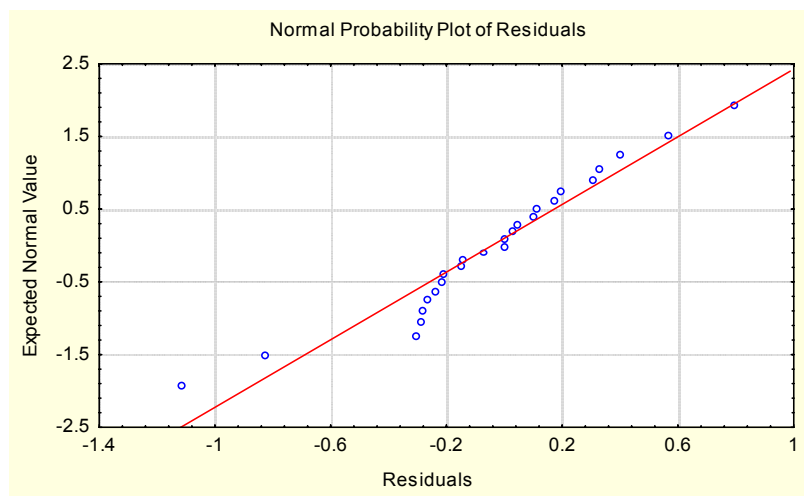
Figura B.5 - Saída do programa STATISTICA para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

Tabela B-3 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

| | Média | IC (95%) |
|----------------------------------|-------|-------------|
| 1 ^a . Inclinação | 0,44 | [0,48-0,40] |
| 1 ^o . Ponto de Quebra | 3,56 | [3,49-4,26] |
| 2 ^a . Inclinação | 4,4 | [4,2-4,6] |
| 2 ^o . Ponto de Quebra | 6,05 | [5,99-6,11] |
| 3 ^a Inclinação | 8,4 | [8,1-8,7] |



a) Resíduos versus valores ajustados



b) Probabilidade normal dos resíduos

Figura B.6 - Curvas para análise de resíduos.
Conjugado monocamada de Cr-N.

B.1.4 - Sistema Conjugado Dúplex de Cr-N

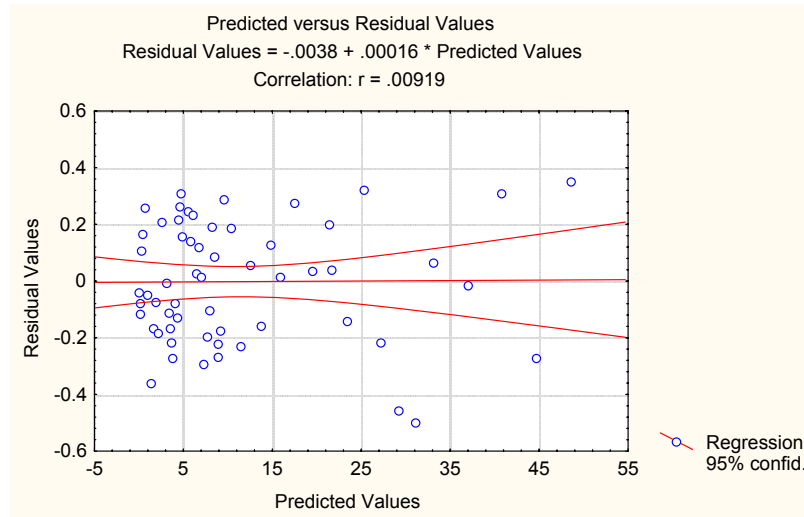
O modelo definido para o sistema conjugado dúplex de Cr-N está indicado na Figura B.7.

| | | | | | |
|--|-----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Model: $M = \beta_1 * T + (\beta_2 * (T - \beta_3) * (T > \beta_3)) + (\beta_4 * (T - \beta_5) * (T > \beta_5)) + (\beta_6 * (T - \beta_7) * (T > \beta_7)) + (\beta_8 * (T - \beta_9) * (T > \beta_9))$ | | | | | |
| Final loss: 2.637786677 | | | | | |
| R²=0.99984 | | | | | |
| Variance explained: 99.969% | | | | | |
| | β_1 | β_2 | β_3 | β_4 | β_5 |
| Estimate | 0.461538 | 1.385734 | 0.536200 | -0.92893 | 2.14041 |
| Std.Err. | 0.223712 | 0.322736 | 0.137294 | 0.18741 | 0.16650 |
| t(52) | 2.063093 | 4.293705 | 3.905484 | -4.95663 | 12.85536 |
| p-level | 0.044113 | 0.000077 | 0.000273 | 0.00001 | 0.00000 |
| | β_6 | β_7 | β_8 | β_9 | |
| Estimate | 1.31023 | 9.23685 | 1.64944 | 12.18253 | |
| Std.Err. | 0.11310 | 0.15627 | 0.11277 | 0.13396 | |
| t(52) | 11.58503 | 59.10829 | 14.62620 | 90.94170 | |
| p-level | 0.00000 | 0.00000 | 0.00000 | 0.00000 | |

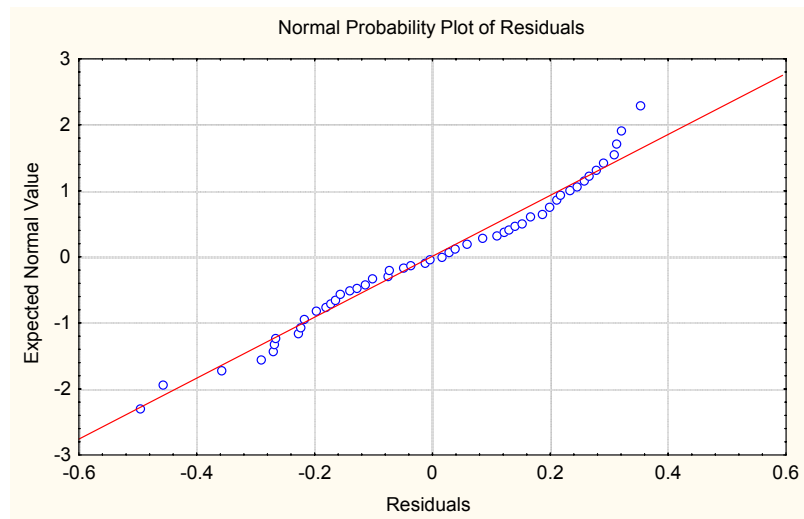
Figura B.7 - Saída do programa STATISTICA para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

Tabela B-4 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

| | Média | IC (95%) |
|----------------------------------|--------------|-----------------|
| 1 ^a . inclinação | 0,46 | [0,40-0,52] |
| 2 ^a . inclinação | 1,8 | [1,7-1,9] |
| 3 ^a . inclinação | 0,9 | [0,7-1,1] |
| 4 ^a . inclinação | 2,2 | [2,0-2,4] |
| 5 ^a . inclinação | 3,9 | [3,6-4,2] |
| 1 ^o . ponto de quebra | 0,54 | [0,50-0,58] |
| 2 ^o . ponto de quebra | 2,14 | [2,10-2,18] |
| 3 ^o . ponto de quebra | 9,24 | [9,20-9,28] |
| 4 ^o . ponto de quebra | 12,18 | [12,14-12,22] |



a) Resíduos versus valores ajustados



b) Probabilidade normal dos resíduos

Figura B.8 - Curvas para análise de resíduos.
Conjugado dúplex de Cr-N.

B.2 - Distribuição Cumulativa de Weibull

As análises estatísticas, para verificação da adequação do modelo de distribuição cumulativa de Weibull, utilizando os resíduos são feitas da mesma maneira que as análises feitas para regressão linear segmentada descritas no Item B.1. O modelo ajustado foi o da Equação B.1:

$$F(t) = 1 - e^{-\left(\frac{t}{\eta}\right)^\beta} \quad (\text{B.1})$$

Para se construir o gráfico de profundidade média de erosão foram utilizados os seguintes dados:

- Densidade do aço (ρ) = 7,85mg/cm³
- Área da amostra = 198,06mm²

B.2.1 - Sistema Aço

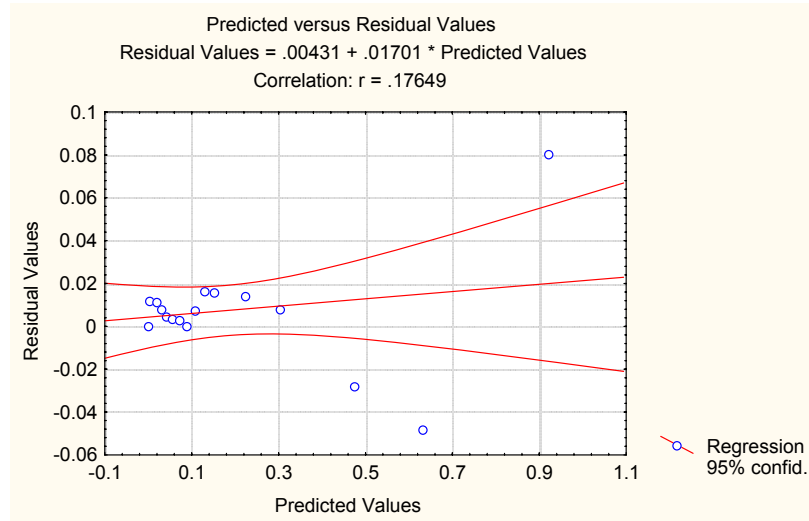
O modelo definido para o sistema aço está indicado na Figura B.9.

| | | |
|-----------------------------------|----------------|----------------|
| Model: MDE=1-EXP(-(T/N)^B) | | |
| Final loss: 0.011107069 | | |
| R²=0.99510 | | |
| Variance explained: 99.023% | | |
| | η | β |
| Estimate | 5.01409 | 1.97707 |
| Std.Err. | 0.11106 | 0.08613 |
| t(16) | 45.14604 | 22.95551 |
| p-level | 0.00000 | 0.00000 |

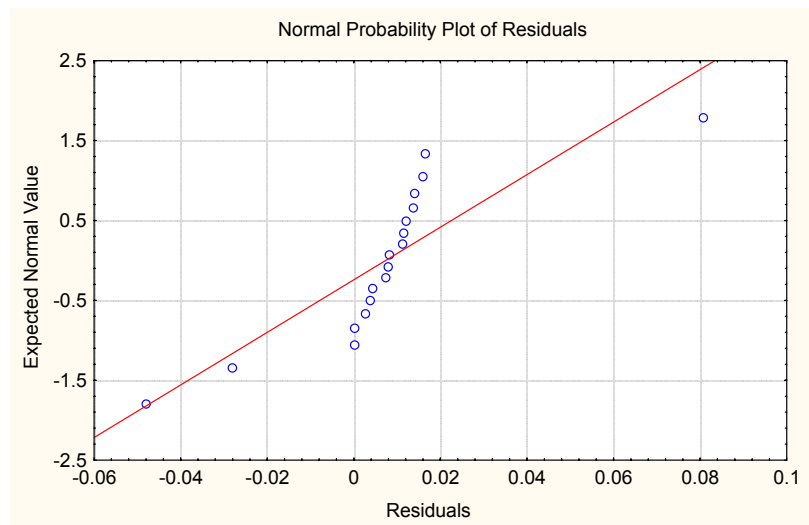
Figura B.9 - Saída do programa STATISTICA para o sistema aço.

Tabela B-5 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema aço.

| | Média | IC (95%) |
|---------|--------------|-----------------|
| η | 5,01 | [4,95-5,07] |
| β | 1,97 | [1,92-2,02] |



a) Resíduos versus valores ajustados



b) Probabilidade normal dos resíduos

Figura B.10 - Curvas para análise de resíduos. Sistema aço.

B.2.2 - Sistema Nitretado

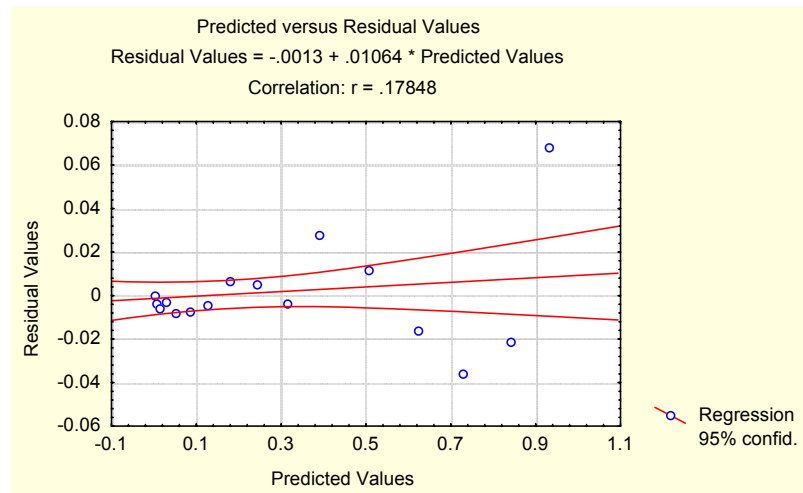
O modelo definido para o sistema nitretado está indicado na Figura B.11.

| | | |
|-------------------------------------|----------------|----------------|
| Model: MDE=1-EXP(-((T/N)^B)) | | |
| Final loss: 0.007813755 | | |
| R²=99.653% | | |
| Variance explained: 99.023% | | |
| | η | β |
| Estimate | 14.1242 | 2.84233 |
| Std.Err. | 0.1089 | 0.0774 |
| t(16) | 129.6603 | 36.70666 |
| p-level | 0.00000 | 0.00000 |

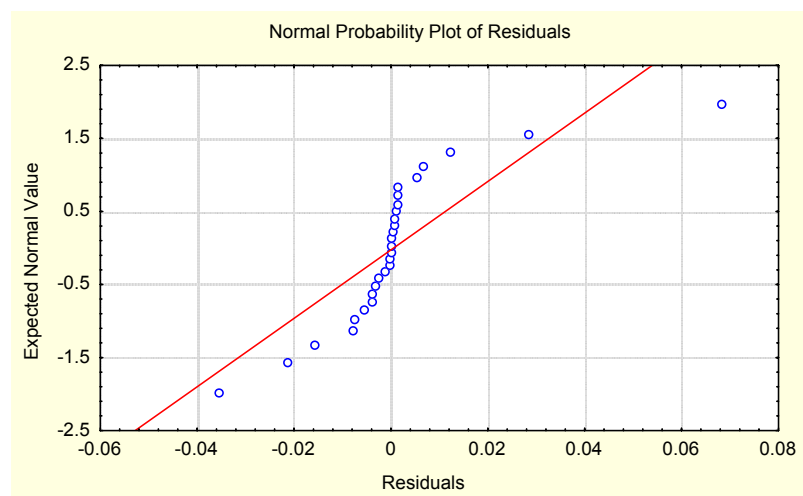
Figura B.11 - Saída do programa STATISTICA para o sistema nitretado.

Tabela B-6 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema nitretado.

| | Média | IC (95%) |
|---------|--------------|-----------------|
| η | 14,12 | [14,08-14,16] |
| β | 2,84 | [2,81-2,87] |



a) Resíduos versus valores ajustados



b) Probabilidade normal dos resíduos

Figura B.12 - Curvas para análise de resíduos. Sistema nitretado.

B.2.3 - Sistema Conjugado Monocamada de Cr-N

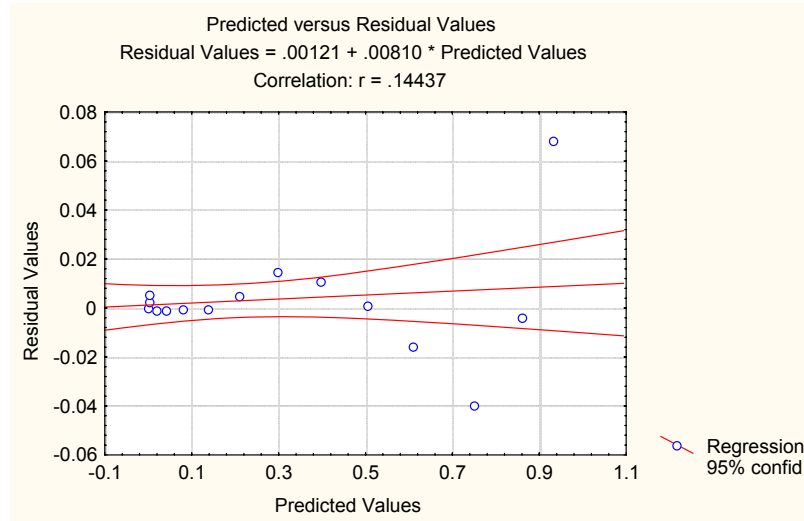
O modelo definido para o sistema conjugado monocamada de Cr-N está indicado na Figura B.13.

| | | |
|-------------------------------------|----------------|----------------|
| Model: MDE=1-EXP(-((T/N)^B)) | | |
| Final loss: 0.007015793 | | |
| R²=99.841% | | |
| Variance explained: 99.682% | | |
| | η | β |
| Estimate | 11.2331 | 3.06521 |
| Std.Err. | 0.0815 | 0.08996 |
| t(16) | 137.7466 | 34.07317 |
| p-level | 0.00000 | 0.00000 |

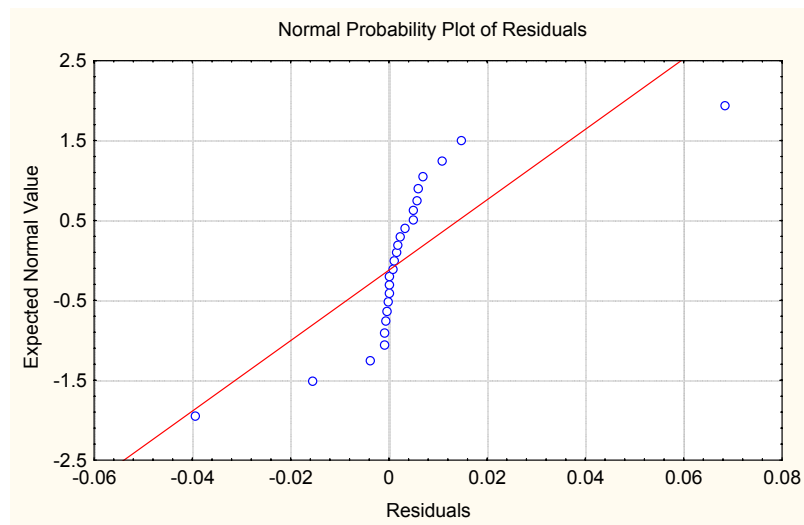
Figura B.13 - Saída do programa STATISTICA para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

Tabela B-7 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema conjugado monocamada de Cr-N.

| | Média | IC (95%) |
|---------|--------------|-----------------|
| η | 11,23 | [11,20-11,26] |
| β | 3,06 | [3,02-3,10] |



a) Resíduos versus valores ajustados



b) Probabilidade normal dos resíduos

Figura B.14 - Curvas para análise de resíduos. Sistema conjugado monocamada de Cr-N.

B.2.4 - Sistema Conjugado Dúplex de Cr-N

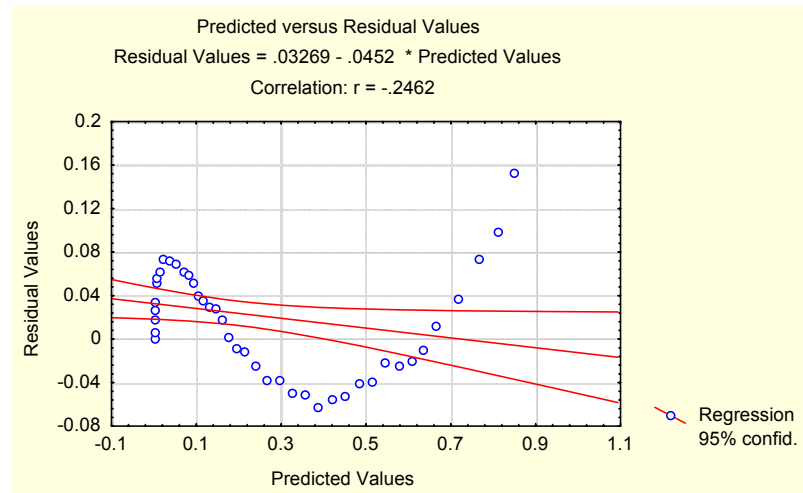
O modelo definido para o sistema conjugado dúplex de Cr-N está indicado na Figura B.15.

| | | |
|-------------------------------------|----------------|----------------|
| Model: MDE=1-EXP(-((T/N)^B)) | | |
| Final loss: 0.162371815 | | |
| R²=97.706% | | |
| Variance explained: 95.465% | | |
| | η | β |
| Estimate | 15.94331 | 2.51249 |
| Std.Err. | 0.29886 | 0.18191 |
| t(16) | 53.34621 | 13.81206 |
| p-level | 0.00000 | 0.00000 |

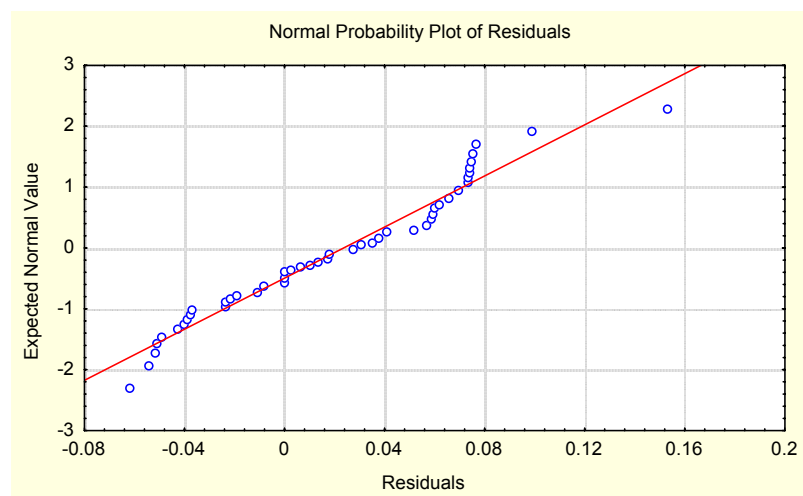
Figura B.15 - Saída do programa STATISTICA para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

Tabela B-8 - Valores das variáveis do modelo ajustado para o sistema conjugado dúplex de Cr-N.

| | Média | IC (95%) |
|---------|--------------|-----------------|
| η | 15,94 | [15,86-16,20] |
| β | 2,51 | [2,46-2,56] |



a) Resíduos versus valores ajustados



b) Probabilidade normal dos resíduos

Figura B.16 - Curvas para análise de resíduos. Sistema conjugado dúplex de Cr-N.