

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA E DE**  
**MATERIAIS - PPGE**

YUKYHIRO INOMATA OIKAVA

**COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DA LIGA INCONEL 718 NITRETADA POR**  
**PLASMA EM GAIOLA CATÓDICA**

DISSERTAÇÃO

Curitiba  
2019

YUKYHIRO INOMATA OIKAVA

**COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DA LIGA INCONEL 718 NITRETADA POR  
PLASMA EM GAIOLA CATÓDICA**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica e de Materiais, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Área de Concentração: Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Giuseppe Pintaúde.

Curitiba  
2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

Oikava, Yukyhiro Inomata

Comportamento tribológico da liga Inconel 718 nitretada por plasma em gaiola catódica / Yukyhiro Inomata Oikava.-- 2019.

1 arquivo de texto ( 107 f.) : PDF ; 4,88 MB

Disponível também via World Wide Web

Texto em português, com resumo em inglês

Dissertação (Mestrado) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Curitiba, 2019

1. Engenharia mecânica - Dissertações. 2. Materiais. 3. Nitrração. 4. Plasma (Gases ionizados). 5. Desgaste mecânico. 6. Ligas de níquel. I.Pintaúde, Giuseppe, orient. II. Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, inst. III. Título.

CDD: Ed. 23 -- 620.1

---

Biblioteca Ecoville da UTFPR, Câmpus Curitiba  
Lucia Ferreira Littiere - CRB 9/1271



Ministério da Educação

Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Diretoria de Pesquisa e Pós-Graduação

### TERMO DE APROVAÇÃO DE DISSERTAÇÃO Nº 355

A Dissertação de Mestrado intitulada: **Comportamento Tribológico da Liga Inconel 718 Tratada por Nitretação a Plasma em Gaiola Caótica**, defendida em sessão pública pelo Candidato **Yukhiro Inomata Oikava**, no dia 21 de março de 2019, foi julgada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração: Engenharia de Materiais, e aprovada em sua forma final, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais – PPGEM.

#### BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Giuseppe Pintaúde - Presidente - UTFPR

Prof. Dr. Carlos Maurício Lepienski - UTFPR

Prof. Dr. Rodrigo Lupinacci Villanova - UTFPR

Prof. Dr. Rodrigo Perito Cardoso - UFPR

A via original deste documento encontra-se arquivada na Secretaria do Programa, contendo a assinatura da Coordenação após a entrega da versão corrigida do trabalho.

1

Curitiba, \_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 20\_\_.

Carimbo e assinatura do Coordenador do Programa

---

À minha esposa, Fernanda Oikava, e meus filhos, Ana  
Júlia Yumie e Arthur Hiroshi, pela compreensão,  
incentivo e exemplo.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pela oportunidade da realização deste presente trabalho e pelas pessoas as quais foram de suma importância para o desenvolvimento e conclusão desta dissertação.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Giuseppe Pintaúde, pela confiança depositada, assim como pela criteriosa orientação recebida.

Ao Prof. Dr. Ossimar Maranhão, um incentivador deste trabalho e amigo. Um agradecimento especial, pois todos estes anos de dedicação na formação de inúmeros profissionais fez a diferença para este país. Sua aposentadoria vem merecida, pois temos a certeza de que levaremos como exemplo seu profissionalismo, compreensão, paciência e amizade.

À minha família, pelo apoio durante o decorrer deste desafio, e à minha esposa, pelo carinho, amor e compreensão.

À aluna de doutorado Prof. Daniela Wollmann e à Universidade Positivo, pela disponibilidade em me auxiliar nas medições de microdureza.

À Dra. Ane Cheila Rovani, pelo treinamento e utilização do tribômetro, e pelas inúmeras vezes em que me ajudou com a interpretação dos resultados.

À graduanda Heloisa Moreira, pela grande ajuda com a interferometria 3D.

Ao técnico de laboratório Sr. Alexandre José Gonçalves, pelas análises com o MEV.

À empresa A por ter cedido o substrato para realização do presente trabalho.

Ao laboratório de propriedades nanomecânicas da Universidade Federal do Paraná, pelo empréstimo do equipamento para medição de nanodureza.

## RESUMO

OIKAVA, Yukyhiro Inomata. **Comportamento tribológico da liga Inconel 718 nitretada por plasma em gaiola catódica**. 2019. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e de Materiais) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2019.

As superligas à base de níquel, como Inconel 718, são amplamente utilizadas na indústria de petróleo e gás para atender aos requisitos de projeto técnico devido às condições de aplicação. Mesmo com adequada resistência à corrosão, a liga de Inconel 718 pode ter suas aplicações limitadas devido à relativa baixa dureza e baixa resistência ao desgaste. Uma alternativa para que este problema possa ser resolvido é a aplicação do processo de nitretação por plasma. Neste trabalho foi realizado um estudo a fim de comparar o comportamento tribológico de superfícies tratadas termiquimicamente imersas em solução salina. O presente estudo determinou a carga crítica em ensaio de riscamento linear com carga variável de 2 N a 8 N da liga Inconel 718 tratada termiquimicamente pela técnica de nitretação por plasma em gaiola catódica (ASPN). As superfícies foram caracterizadas por meio das técnicas de difratometria de raio X, microdureza, interferometria 3D, além da microscopia óptica e microscópio eletrônico de varredura (MEV). As propriedades da superfície foram verificadas em função da dureza e rugosidade, enquanto que o comportamento tribológico foi obtido por meio da configuração esfera sobre plano, em movimento alternado, avaliando o coeficiente de atrito, volume removido e mecanismos de desgaste. Dois materiais foram utilizados como contracorpos, sendo estes um aço rolamento e o nitreto de silício. Através do ensaio de riscamento linear com carga variável foi possível determinar a carga máxima de 5 N, correspondente ao início da falha na superfície tratada. O tratamento de nitretação promoveu um aumento na resistência à abrasão do substrato de Inconel 718. Os contracorpos influenciaram diretamente no comportamento tribológico dos tribossistemas ensaiados, principalmente nos mecanismos de desgaste observados para os corpos de prova nitretados e sem tratamento. O tribossistema que apresentou menor coeficiente de atrito e menor desgaste foi composto pela esfera de aço deslizando sobre a superfície nitretada. A camada de óxido formada encontrou condições para atuar como uma interface protetora e lubrificante, em combinação com a mais alta dureza superficial após tratamento de nitretação por plasma. Quando a esfera de nitreto de silício foi usada como contracorpo, o mecanismo de abrasão foi predominante, eliminando inclusive o efeito benéfico da camada nitretada sobre a superfície, tanto no atrito, quanto no volume desgastado.

**Palavras-chave:** Inconel 718. Nitretação por plasma em gaiola catódica. Ensaio de riscamento linear. Desgaste por deslizamento.

## ABSTRACT

OIKAVA, Yukyhiro Inomata. **Tribological behavior of Inconel 718 treated by Active Screen Plasma Nitriding**. 2019. 107 f. Dissertation (Master Degree in Mechanical and Materials Engineering) – Federal University of Technology - Parana, Curitiba, 2019.

Nickel-based superalloys, such as Inconel 718, are widely used in the oil and gas industry to comply technical design requirements due to the application conditions. Even with suit corrosion resistance the Inconel 718 alloy may have limited applications due to its relatively low hardness with consequent improper wear resistance. One alternative for this problem to be solved is through the plasma assisted nitriding process. In this work a comparative study was carried out to compare the tribological behavior of thermochemically treated surfaces submerged in saline solution. The present study settled the critical load between a 2 N to 8 N applying variable load at linear scratch test of the Inconel 718 alloy, which was treated by Active Screen Plasma Nitriding (ASPN). The surfaces were characterized by XRD (*X-Ray Diffraction*), Vickers microhardness measurement, 3D optical interferometry, in addition to the optical microscope and SEM (*Scanning electron microscopy*). The properties of the surface were verified as per hardness and roughness, while the tribological behavior was obtained by means of the ball-on-plane configuration, in reciprocating motion, evaluating the coefficient of friction, volume and wear mechanisms. Two materials were used as counterbody, these being a bearing steel and silicon nitride. Through the linear scratch test with variable load applied, it was possible to set the maximum load of 5 N, corresponding to the beginning of the failure on the treated surface. The nitriding treatment promoted an increase at the abrasion resistance on Inconel 718 substrate. The counterbodies influenced straight on tribological behavior of the tested tribosystems, especially at the wear mechanisms observed for the nitrided and untreated specimens. The tribosystem which presented lower coefficient of friction and less wear was composed by the steel sphere sliding on the nitrided surface. The oxide layer meet conditions to behave as a protective and lubricant interface, in combination with the highest surface hardness after plasma nitriding treatment. When the silicon nitride sphere was used as against body, the abrasion mechanism was predominant, even eliminating the beneficial effect of the nitrided layer on the surface, both in the friction, as well as in the worn volume.

**Keywords:** Inconel 718. Active Screen Plasma Nitriding. Scratch test. Reciprocating test.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Arranjo submarino .....	15
Figura 2 - Distribuição de válvulas submarinas na ANM .....	16
Figura 3 - Vedação metálica de válvula submarina.....	17
Figura 4 - Exemplo de válvula submarina do tipo hidráulica/mecânica .....	17
Figura 5 - Válvula submarina na posição de fechamento.....	18
Figura 6 - Válvula do tipo mecânica .....	18
Figura 7 - Parafuso de engrenagem helicoidal .....	19
Figura 8 - Exemplo genérico de trem de acionamento.....	20
Figura 9 - Classificação das superligas.....	23
Figura 10 - Processos de nitretação .....	29
Figura 11 - Esquemático do Processo ASPN .....	31
Figura 12 - Exemplo de configuração de nitretação por plasma em gaiola catódica .....	31
Figura 13 - Diagrama esquemático do mecanismo do processo de nitretação do ASPN.....	32
Figura 14 - Microestruturas após a nitretação por plasma a 400 °C no aço inox.....	33
Figura 15 - Modificação na rugosidade após a nitretação por plasma a 400 °C no aço inox...33	
Figura 16 - Perfil ilustrativo do risco e a vista lateral do indentador .....	36
Figura 17 - Relação de áreas para o cálculo do fator de abrasão.....	38
Figura 18 - Evolução de trinca ao longo de um ensaio de riscamento monitorado por emissão acústica .....	39
Figura 19 - Esquemático do conceito de atrito entre superfície .....	40
Figura 20 - Aparato de ensaio de movimento alternado.....	41
Figura 21 - Esquemático de contatos entre asperezas para tribocorrosão .....	41
Figura 22 - Tribocorrosão em metal passivado .....	42
Figura 23 - Principais parâmetros da tribocorrosão.....	42
Figura 24 - Análise de DRX de amostras de Inconel 718 nitretadas.....	44

Figura 25 - Análise de DRX das amostras nitretadas por plasma em diferentes tempos e temperaturas.....	45
Figura 26 - Análise de DRX da camada nitretada por plasma na amostra Inconel 718 .....	45
Figura 27 - Análise de DRX das amostras de superfícies não nitretadas e nitretadas a 450 °C e 520 °C por 12 h.....	46
Figura 28 - Análise de DRX das amostras de aço inox 316 nitretadas em gaiola catódica .....	47
Figura 29 - Valores de microdureza <i>versus</i> taxa de desgaste em amostras tratadas .....	48
Figura 30 - Taxa de desgaste e dureza superficial das amostras .....	49
Figura 31 - Perfis de microdureza de Inconel 718 de nitretado a plasma .....	50
Figura 32 - Coeficiente de atrito das amostras de Inconel 600 com e sem nitretação por plasma .....	50
Figura 33 - Imagens do MEV demonstrando o desgaste na superfície para as amostras com e sem nitretação .....	51
Figura 34 - Microestrutura das quatro amostras Inconel 718: (a) Sem tratamento,(b) UNSM, (c) Nitretada (d) UNSM + Nitretação (e) Nitretada (ampliação) (f) UNSM + Nitretação (ampliação) .....	52
Figura 35 - Dureza das amostras .....	53
Figura 36 - Volume de desgaste das amostras.....	53
Figura 37 - Rugosidade superficial e coeficiente de atrito antes e depois dos processos.....	53
Figura 38 - Corpo de prova Inconel 718 antes do envio para ASPN .....	55
Figura 39 - Tribômetro utilizado nos ensaios tribológicos de riscamentos e movimento alternado .....	58
Figura 40 - Evolução do riscamento com carga variável de 2 a 8 N.....	60
Figura 41 - Exemplo de perfil da trilha após ensaio de riscamento .....	62
Figura 42 - Exemplo da topografia da trilha feita por riscamento.....	62
Figura 43 - Exemplo de seção transversal do perfil da trilha desgastada após ensaio de movimento alternado .....	63
Figura 44 - Exemplo de topografia da trilha desgastada .....	63

Figura 45 - Análise qualitativa DRX para o Inconel 718 sem tratamento .....	64
Figura 46 - Análise qualitativa DRX para o Inconel 718 após nitretação por plasma .....	65
Figura 47 - Camada nitretada .....	67
Figura 48 - Coeficiente de atrito do corpo de prova Inconel 718 em ensaio de riscamento ....	68
Figura 49 - Coeficiente de atrito do corpo de prova Inconel 718 nitretado em ensaio de riscamento.....	69
Figura 50 - Perfil da trilha da amostra Inconel sem tratamento após ensaio de riscamento ....	71
Figura 51 - Superfície após ensaio de riscamento no corpo de prova Inconel .....	72
Figura 52 - Perfil da trilha da amostra ASPN após ensaio de riscamento.....	73
Figura 53 - Formação de trincas na superfície nitretada por plasma após ensaio de riscamento correspondente a aproximadamente 5 N para a faixa de cargas utilizada .....	74
Figura 54 - Evolução do coeficiente de atrito da superfície desgastada após ensaio de reciprocating do corpo de prova INC_Aço.....	75
Figura 55 - Evolução do coeficiente de atrito da superfície desgastada após ensaio de reciprocating do corpo de prova ASPN_Aço .....	75
Figura 56 - Evolução do coeficiente de atrito da superfície desgastada após ensaio de reciprocating do corpo de prova INC_Si.....	76
Figura 57 - Evolução do coeficiente de atrito da superfície desgastada após ensaio de reciprocating do corpo de prova ASPN_Si.....	76
Figura 58 - Espectro obtido por EDS da trilha desgastada do sistema Inc_Aço .....	79
Figura 59 - Diferença percentual no parâmetro Sq antes e após desgaste.....	81
Figura 60 - Trilha das amostras após ensaios pelo método movimento alternado – a) Trilha desgastada da amostra INC_Aço; b) Trilha desgastada da amostra ASPN_Aço .....	83
Figura 61 - Trilha das amostras após ensaios pelo método movimento alternado – a) Trilha desgastada da amostra INC_Si; b) Trilha desgastada da amostra ASPN_Si.....	84
Figura 62 - Amostra INC_Aço após ensaio de movimento alternado a) Trilha 01; b) Trilha 02; c) Trilha 03 .....	86
Figura 63 - Espectro obtido por EDS da superfície desgastada do sistema INC_Aço.....	87

Figura 64 - Superfície da esferado sistema INC_Aço .....	87
Figura 65 - Amostra ASPN_Aço após ensaio de movimento alternado – a) Trilha 01; b) Trilha 02; c) Trilha 03 .....	88
Figura 66 - Espectro obtido por EDS da superfície desgastada do sistema ASPN_Aço.....	89
Figura 67 - Superfície da esferado sistema ASPN _Aço.....	90
Figura 68 - Amostra INC_Si após ensaio de após ensaio de movimento alternado – a) Trilha 01; b) Trilha 02; c) Trilha 03 .....	91
Figura 69 - Espectro obtido por EDS da superfície desgastada do sistema INC_Si .....	92
Figura 70 - Superfície da esfera do sistema INC_Si .....	92
Figura 71 - Amostra ASPN_Si após ensaio de após ensaio de movimento alternado – a) Trilha 01; b) Trilha 02; c) Trilha 03 .....	93
Figura 72 - Espectro obtido por EDS da superfície desgastada do sistema ASPN_Si.....	94
Figura 73 - Superfície desgastada da esfera do sistema ASPN _Si.....	95

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Efeito dos elementos de liga em superligas.....	22
Tabela 2 - Composição química da liga Inconel 718 .....	24
Tabela 3 - Elementos de ligas e suas funções.....	25
Tabela 4 - Composição química das ligas à base de níquel.....	27
Tabela 5 - Procedimento de tratamento térmico da liga Inconel 718 .....	27
Tabela 6 - Fases das superligas.....	28
Tabela 7 - Mecanismos de desgaste .....	34
Tabela 8 - Composição química da barra forjada de Inconel 718 em estado de fornecimento	54
Tabela 9 - Parâmetros utilizados no processo de nitretação .....	55
Tabela 10 - Configurações dos ensaios de movimento alternado .....	61
Tabela 11 - Nomenclatura dos ensaios de movimento alternado .....	61
Tabela 12 - Dureza Vickers dos corpos de prova.....	66
Tabela 13 - Nanodureza Berkovich e Módulo de elasticidade dos corpos de prova.....	66
Tabela 14 - Valores médios do parâmetro de rugosidade Sq ( $\mu\text{m}$ ) dos corpos de prova em estudo .....	67
Tabela 15 - Coeficientes de atrito médio entre 1 e 3 mm de distância percorrida no ensaio de riscamento linear.....	69
Tabela 16 - Fator de abrasão após ensaio de riscamento linear – ( <i>Fab</i> ) .....	70
Tabela 17 - Coeficiente de atrito dos sistemas tribológicos ensaiados em movimento alternado .....	78
Tabela 18 - Volume de desgaste nas trilhas dos corpos de prova ensaiados.....	79
Tabela 19 - Força limite para deformação plástica.....	80
Tabela 20 - Resumo dos resultados obtidos após ensaio de movimento alternado do sistema	95

## LISTA DE ABREVIATURAS

ANM - Árvore de Natal molhada

ASPN - *Active Screen Plasma Nitriding*

ASPN\_Aço - Sistema Inconel 718 nitretado com esfera de aço

ASPN\_Si - Sistema Inconel 718 nitretado com esfera de nitreto de silício

ASTM - *American Society for Testing Materials*

CFC - Estrutura Cristalina Cúbica de Face Centrada

COF - Coeficiente de Atrito

DRX - Difractometria de Raios X

EDS - Espectrometria por Energia Dispersiva

*Fab* - Fator de abrasão

INC\_Aço - Sistema Inconel 718 com esfera de aço

INC\_Si - Sistema Inconel 718 com esfera de nitreto de silício

Ksi - *Kilopound per square inch*

LASC - Laboratório de Superfícies e Contato

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

MO - Microscopia Ótica

PLEM - *Pipeline and Manifold*

PLET - *Pipeline and Termination*

Psi - *Per squareinch*

## LISTA DE SÍMBOLOS

3D - tridimensional

HV - dureza Vickers

$S_q$  - valor médio quadrático de todos os desvios do perfil de rugosidade [ $\mu\text{m}$ ]

$\theta$  - ângulo teta

$\gamma$  - fase gama

$\gamma'$  - fase gama linha

$\gamma''$  - fase gama duas linhas

$\delta$  - fase delta

$\sigma$  - fase sigma

$\mu\text{m}$  - micrometro

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	15
1.1 MOTIVAÇÃO.....	19
1.1.1 Objetivo geral.....	21
1.1.2 Objetivos específicos.....	21
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....	22
2.1 SUPERLIGAS DE NÍQUEL.....	22
2.1.1 Classificação das superligas .....	23
2.2 INCONEL 718 (IN 718).....	24
2.2.1 Mecanismos de endurecimento.....	26
2.2.1.1 Principais fases .....	27
2.3 NITRETAÇÃO.....	28
2.3.1 Nitretação por Plasma.....	29
2.3.2 Nitretação por plasma em gaiola catódica (ASPN) .....	30
2.4 MECANISMOS DE DESGASTE.....	33
2.4.1 Ensaios de riscamento ( <i>ScratchTest</i> ).....	36
2.4.1.1 Quantificação do desgaste .....	37
2.4.1.2 Carga crítica .....	38
2.4.2 Ensaios pelo método movimento alternado .....	39
2.5 TRIBOCORROSÃO .....	41
2.6 NITRETAÇÃO DA LIGA INCONEL 718.....	43
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	54
3.3 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	55
3.3.1 Microscopia Ótica .....	56
3.3.3 Análise topográfica.....	56
3.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	56
3.3.6 Nanodureza Berkovich .....	57
3.4 ENSAIOS TRIBOLÓGICOS .....	58
3.4.1 Ensaios de riscamento linear ( <i>Scratch Test</i> ).....	58
3.4.1.1 Determinação da carga crítica .....	59
3.4.2 Ensaios pelo método do movimento alternado .....	60
3.4.3 Análise das pistas desgastadas.....	61
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	64
4.1 CARACTERIZAÇÃO INICIAL DOS CORPOS DE PROVA.....	64
4.2 ANÁLISE DO ENSAIO DE RISCAMENTO.....	68
4.3 COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO EM DESLIZAMENTO .....	74
4.3.1 Atrito .....	74
4.3.2 Desgaste.....	79
4.3.3 Análise das superfícies desgastadas.....	85
4.3.3.1 Análise das superfícies desgastadas do par INC_Aço .....	85
4.3.3.2 Análise das superfícies desgastadas do par ASPN_Aço .....	87
4.3.3.3 Análise das superfícies desgastadas do par INC_Si .....	90
4.3.3.4 Análise da superfície desgastadas do par ASPN_Si .....	92
4.3.4 Resumo dos resultados dos sistemas ensaiados .....	95
5 CONCLUSÕES .....	98
6 SUGESTOES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	100

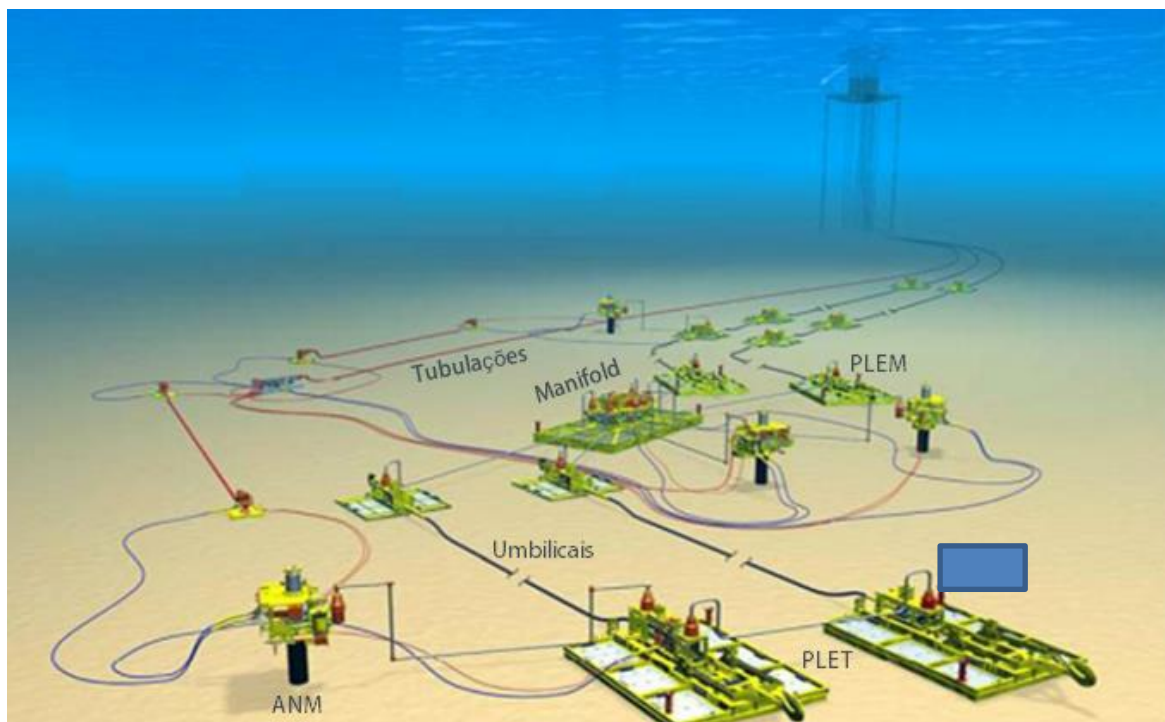


REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	101
Apêndice A - CERTIFICADO DE MATÉRIA-PRIMA.....	107

## 1 INTRODUÇÃO

O modelo de exploração *offshore* em águas profundas tem sido muito abordado, pois os níveis de fluidos destes reservatórios submarinos com lâmina d'água estão cada vez mais profundos, chegando próximo de 4500 metros de profundidade e distâncias cada vez maiores, com aproximadamente 410 km de extensão. Estes reservatórios são altamente rentáveis devido ao volume de produção e da qualidade do produto extraído. As condições para a extração de petróleo e gás em condições extremas exigem grande conhecimento e tecnologia nos arranjos submarinos (equipamentos de produção) para a exploração de petróleo (LIN *et al.*, 2013; PARKES *et al.*, 2012).

Os arranjos submarinos são basicamente compostos por Árvores de Natal Molhada (ANM), *Manifolds*, Tubulações, Sistemas de Bombeamento, Umbilicais, *Pipeline and Manifold* (PLEM) e *Pipeline And Termination* (PLET). Os equipamentos responsáveis pela produção da extração e/ou escoamento do fluido reservatório até a superfície (MASHIBA, 2011) podem ser visualizados na Figura 1.



**Figura 1** - Arranjo submarino

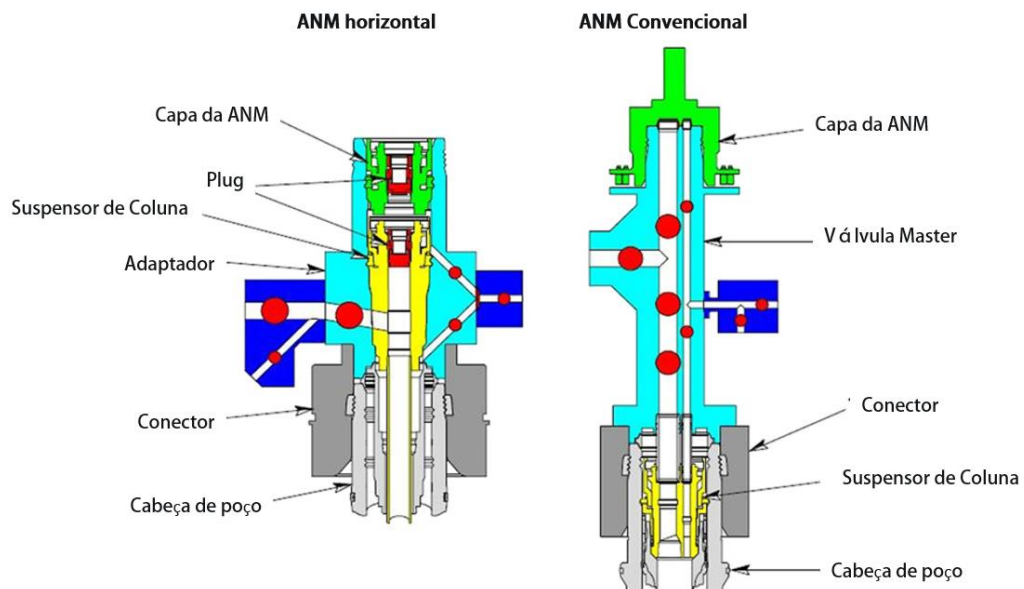
Fonte: Adaptado de Bai (2010).

A seleção de materiais para estes equipamentos submarinos tem fomentado muitas pesquisas e desenvolvimentos tecnológicos na área de engenharia de materiais, pois as condições de desgaste e corrosão nos equipamentos ficam mais severas à medida que ocorre a

combinação de altas pressões de trabalho, elevadas temperaturas e a composição dos fluidos com altos teores de gases como – o gás sulfídrico ( $H_2S$ ), gás carbônico ( $CO_2$ ) e hidrocarbonetos de grande peso molecular (PESSOA, 2014).

Para atendimento aos requisitos já citados, a superliga à base de níquel UNS N07718 (Inconel® 718) é uma dentre as várias opções de material que atende aos requisitos técnicos utilizados no setor de petróleo e gás, pois é capaz suportar em condições severas de serviço altos carregamentos e sob temperatura de operação próxima ao seu ponto de fusão (REED, 2006).

Esta superliga de níquel utilizada nos equipamentos de produção submarinos é empregada principalmente em peças deslizantes, interfaces de vedações metálicas e em aplicações estruturais, devido às suas propriedades mecânicas. Dentre as várias possíveis aplicações, a superliga Inconel é aplicada em válvulas submarinas, sendo este componente um dos responsáveis pelas manobras de produção e direcionamento do fluido do reservatório explorado por meio das Árvores de Natal Molhada e *Manifolds* (MASHIBA, 2011). Na Figura 2 tem-se um exemplo de configuração das válvulas de bloqueio representada pelos pontos vermelhos. Cada ponto vermelho indica uma válvula submarina, tendo funções e posicionamentos diferentes, devido à sua particularidade de aplicação.

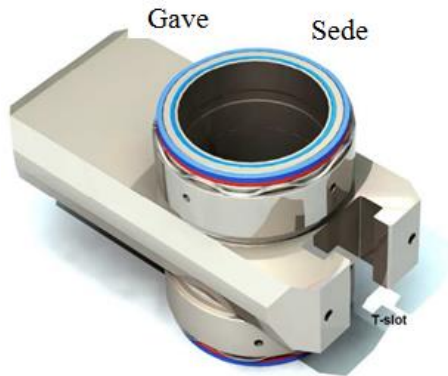


**Figura 2** - Distribuição de válvulas submarinas na ANM

Fonte: Adaptado Bai (2010).

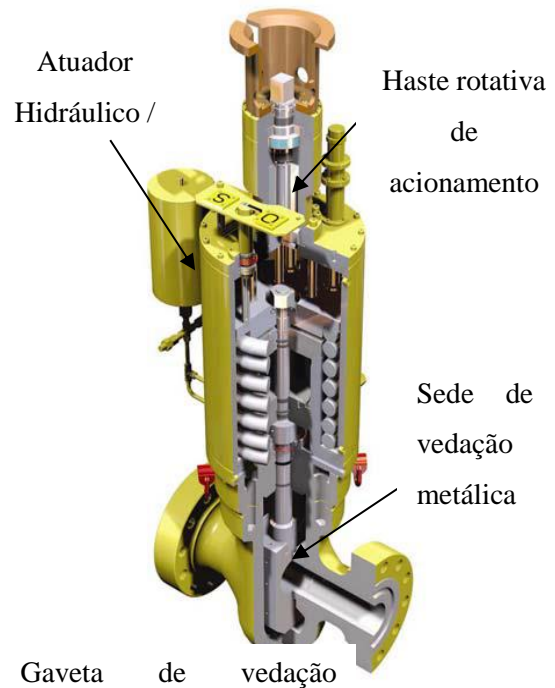
Nas válvulas submarinas o Inconel 718 é utilizado principalmente nas regiões de vedações metálicas, conforme Figura 3, assim como nos subcomponentes que possam ter

contato com o fluido de produção. As peças fabricadas com o Inconel podem ser sedes, gavetas, hastes de atuação, trem de acionamento e corpo das válvulas, conforme indicado na Figura 4.



**Figura 3** - Vedação metálica de válvula submarina

Fonte: Adaptado de Mashiba (2011).

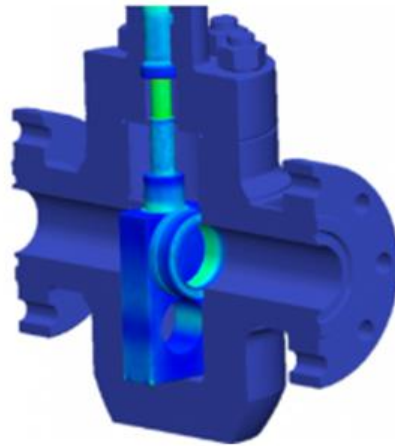


**Figura 4** - Exemplo de válvula submarina do tipo hidráulica/mecânica

Fonte: Adaptado de Mashiba (2011).

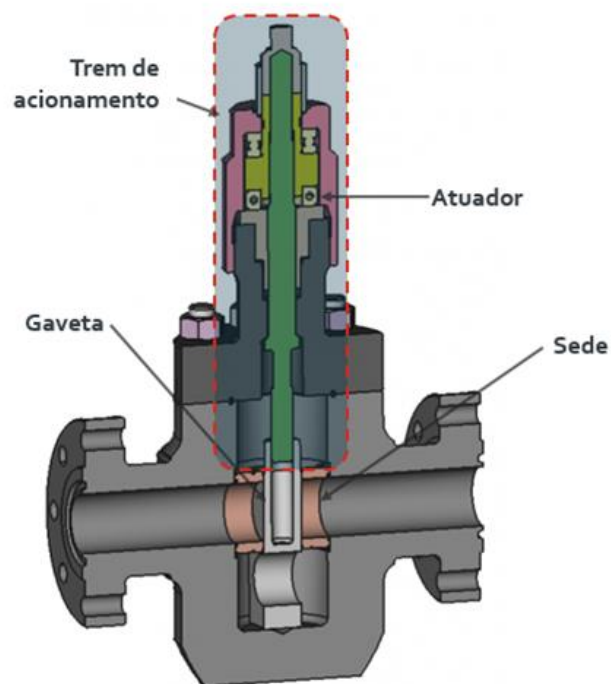
O princípio de funcionamento de uma válvula submarina se dá por meio do movimento linear realizado através de um atuador (mecânico ou hidráulico), deslocando a gaveta (elemento de vedação metálica exemplificado na Figura 3) para as posições de abertura e fechamento. A válvula permite passagem ou bloqueio do fluido de produção ou injeção, visto na Figura 5. As pressões de trabalho variam entre 35 até 689 bar de pressão diferencial, ou seja, quando apenas um lado da válvula está sendo pressurizada.

Para atuadores mecânicos, o movimento de abertura e fechamento ocorre através do trem de acionamento, conforme ilustrado na Figura 6, no qual o momento crítico para o atuador é quando a válvula precisa retornar à sua posição original, pois neste momento o carregamento no conjunto de vedações e no trem de acionamento é muito grande devido à pressão diferencial (MASHIBA, 2011).



**Figura 5** - Válvula submarina na posição de fechamento

Fonte: Pretecnologies.



**Figura 6** - Válvula do tipo mecânica

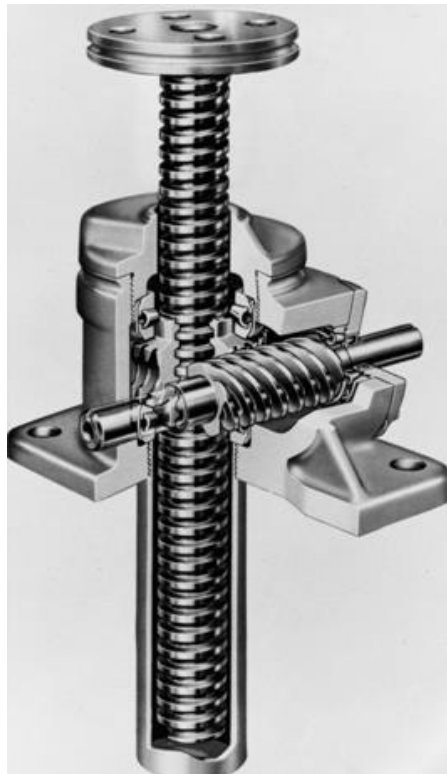
Fonte: Pretecnologies.

O presente trabalho visa ao estudo das características tribológicas do material Inconel 718 do trem de acionamento da válvula. As peças do trem de acionamento devem suportar tensões superficiais, escoamento de material, além de se manterem íntegras para o acionamento da válvula, uma vez que são itens de segurança nos equipamentos de extração de petróleo.

## 1.1 MOTIVAÇÃO

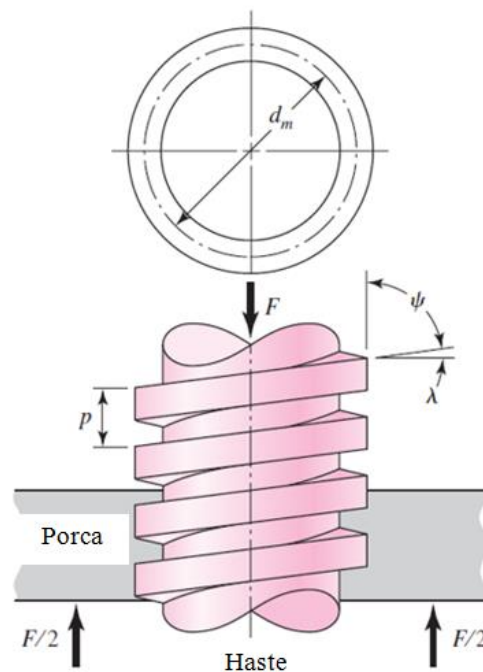
A motivação deste trabalho surgiu a partir de um problema de projeto enfrentado pela Empresa A no conjunto de atuador mecânico e válvula submarina. Durante o processo de ciclagem de abertura e fechamento nos testes de homologação da válvula, o trem de acionamento emperrou devido a altas tensões de contato no flanco das roscas, ultrapassando o limite de escoamento do material de base – Inconel 718 (827 MPa) e refletindo diretamente na rotação do sistema.

A fim de se ilustrar um sistema similar do trem de acionamento da válvula, na Figura 7 e Figura 8 têm-se os dois principais componentes (porca e haste roscada).



**Figura 7** - Parafuso de engrenagem helicoidal

Fonte: Adaptado de Jones e Oberg (2004).



**Figura 8** - Exemplo genérico de trem de acionamento

Fonte: Adaptado de Jones e Oberg (2004).

Para solucionar o problema, foi realizada uma nitretação por plasma na porca e na haste rotativa do conjunto, a fim de melhorar as características da superfície. Mesmo as peças sendo submetidas a este processo termoquímico, o conjunto não foi capaz de resistir ao torque de operação de 475 N.m aplicado na válvula, ou seja, foi necessário rebaixar a classe de operação para pressões de trabalho com 689 bar (pressão diferencial) e temperatura de trabalho próxima de 70 °C. A falta de conhecimento do comportamento tribológico, como atrito e desgaste, limitou as simulações por análise de elementos finitos e melhoria do produto para atingir aos requisitos e premissas de projeto. Devido a esta lacuna de conhecimento do comportamento tribológico do Inconel 718 tratado termoquimicamente, surgiu a motivação de uma pesquisa a fim de se obter um maior domínio das características para aplicações em equipamentos submarinos, assim como a obtenção de dados pertinentes ao meio acadêmico. Propõe-se nesse trabalho estudar o comportamento tribológico do Inconel 718 tratado termoquimicamente pelos processos de nitretação a plasma em gaiola catódica (ASPN).

### **1.1.1 Objetivo geral**

O objetivo geral do trabalho é comparar a resposta tribológica de superfícies tratadas termoquimicamente por nitretação por plasma (ou não) da liga Inconel 718 submersas em solução salina artificial.

### **1.1.2 Objetivos específicos**

A partir do objetivo geral, estabeleceram-se os objetivos específicos, listados abaixo:

- Avaliar a carga crítica da liga Inconel 718 com e sem nitretação em ensaios de riscamento linear a seco com carga variável;
- Avaliar o atrito e geometria do risco por meio de ensaios de riscamento linear a seco com carga variável, antes e depois do tratamento de nitretação por plasma;
- Avaliar o atrito e desgaste em ensaios de deslizamento esfera-contra-plano submersos em solução salina artificial antes e depois do tratamento de nitretação por plasma em gaiola catódica.



## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 SUPERLIGAS DE NÍQUEL

Por volta de 1940 as superligas começaram a ser desenvolvidas para aplicações a altas temperaturas, destacando-se por exibir excelente resistência à degradação mecânica e química próximas dos seus pontos de fusão, além de alta resistência à corrosão/oxidação (REED, 2006).

As superligas em sua maioria são selecionadas quando sua aplicação exige alta resistência mecânica sob condições estáticas, resistência à fadiga e aplicações de alta temperatura – podendo estar além de 800 °C (REED, 2006).

A família da superliga de níquel possui uma microestrutura básica comum, que é uma matriz cúbica de face centrada (CFC) com um número de fases de reforço secundário. As superligas são classificadas de acordo com os principais elementos de liga na composição, sendo os três metais de base: níquel, cobalto e ferro (GEDDES; LEON; HUANG, 2010).

A alta resistência mecânica das superligas não se deve apenas à sua matriz austenítica CFC na fase  $\gamma$ , mas sua resistência mecânica também pode ser melhorada através de solução sólida e pela presença de fases secundárias de precipitação formadas durante o resfriamento logo após a peça ser submetida a elevadas temperaturas (DONACHIE & DONACHIE, 2002).

A Tabela 1 apresenta os principais efeitos dos elementos de liga sobre as propriedades mecânicas e químicas nas superligas, destacando-se principalmente por produzir o endurecimento por solução sólida, ajudar na formação de carbonetos que, por sua vez, aumentam a resistência mecânica nas superligas (ASM, 2010).

**Tabela 1** - Efeito dos elementos de liga em superligas

(continua)

<b>Efeito</b>	<b>Elementos</b>
Aumento de resistência mecânica em solução sólida	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta
Formadores de carbonetos do tipo MC	W, Ta, Ti, Mo, Nb
Formadores de carbonetos do tipo $M_7C_3$	Cr
Formadores de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$	Cr, Mo, W
Formadores de carbonetos do tipo $M_6C$	Mo, W

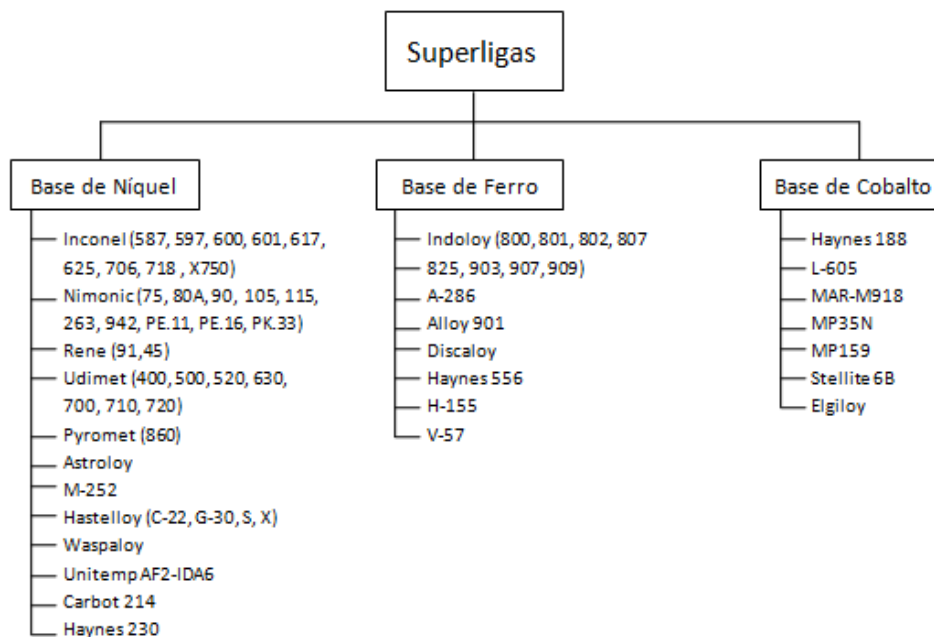
(conclusão)

Formadores de carbonitretos M(CN)	C, N
Formadores de $\gamma'$ Ni <sub>3</sub> (Al, Ti)	Al, Ti
Eleva a temperatura solvus de $\gamma'$	Co
Formam precipitados endurecedores e/ou intermetálicos	Al, Ti, Nb
Formadores de $\gamma''$ (Ni <sub>3</sub> Nb)	Nb
Aumentam a resistência à oxidação	Al, Cr
Melhoram a resistência à corrosão à quente	La, Th
Aumentam a ductilidade de ruptura	B, Zr

Fonte: Adaptado de Nascimento *et al.* (2013).

### 2.1.1 Classificação das superligas

As ligas de níquel são classificadas conforme sua composição química e pelo seu mecanismo de endurecimento. As superligas são mais conhecidas segundo seus nomes comerciais atribuídos pelos fabricantes do que por uma classificação padrão. A Figura 9 lista a classificação das superligas em três diferentes grupos de acordo com seu principal elemento de liga.



**Figura 9** - Classificação das superligas  
 Fonte: Adaptado de Choudhury e El-Baradie (1998).

## 2.2 INCONEL 718 (IN 718)

A liga Inconel 718 foi desenvolvida por Eiselstein com Patente U.S. 3.046.108 concedida em 24 de julho de 1963 (DECKER, 2006).

As ligas à base de níquel IN 718 (55Ni-21Cr-5Nb-3Mo) são largamente utilizadas em equipamentos que atuam na produção de petróleo e gás natural, pois os elementos como cromo e molibdênio ajudam a resistir à corrosão. Inicialmente a liga 718 foi desenvolvida para uso em turbinas aeroespaciais e a gás, porém, devido às suas propriedades mecânicas, tornou-se o material preferido para a manufatura de componentes da indústria de óleo e gás (AKCAL & GURSEL, 2015). O Inconel 718 é uma superliga à base de níquel, que utiliza o Níbio (Nb) como um dos principais elementos de endurecimento por precipitação, empregado em aplicações aeroespaciais de alta temperatura (KUSHAN *et al.*, 2012).

Para aplicação da liga IN 718 na indústria de petróleo e gás, as características do material devem ser seguidas conforme norma internacional API 6A718 (2004). A composição química da liga Inconel 718 (UNS N07718) deve estar de acordo com a especificação de petróleo e gás, que é apresentada na Tabela 2.

**Tabela 2 - Composição química da liga Inconel 718**

Elemento	Ni	Cr	Fe	Nb+ Ta	Mo	Ti	Al	C	Co	Mn
[%peso]	50.0- 55.0	17.0- 21.0	Bal.	4.87- 5.20	2.80- 3.30	0.80- 1.15	0.40- 0.60	0.045 máx	1.00 máx	0.35 máx
Elemento	Si	P	S	B	Cu	Pb	Se	Bi	Ca	Mg
[%peso]	0.35 máx	0.010 máx	0.010 máx	0.006 máx	0.23 máx	0.001 máx	0.0005 máx	0.00005 máx	0.003 máx	0.006 máx

Fonte: Adaptado de API 6A718 (2004).

No Inconel 718 tem-se os principais elementos de ligas (SKARRA, 2011; ASM, 2010) e suas funções, conforme Tabela 3.

**Tabela 3 - Elementos de ligas e suas funções**

<b>Elemento de liga</b>	<b>Função</b>
Cromo (Cr)	Tem a finalidade de aumentar a resistência à oxidação do material. O cromo reage com o oxigênio criando uma camada de óxido de cromo na superfície protegendo assim o material a altas temperaturas. Forma a matriz e auxilia no processo de endurecimento por solução sólida.
Molibdênio (Mo)	Utilizado por duas razões – contribui com a precipitação de endurecimento, aumento da camada de óxido de superfície protetora, além de aumentar a resistência à corrosão e a resistência mecânica por solução sólida.
Nióbio (Nb)	Sua função é de formador de carboneto e endurecimentos por precipitação.
Titânio (Ti)	Além da precipitação, irá formar óxido de titânio, melhorando a proteção contra corrosão à alta temperatura.

Fonte: Adaptado de Skarra *et al.* (2011; ASM, 2010).

Segundo Thomas *et al.* (2006), Ni e Cr são adicionados na liga com o intuito de melhorar a resistência à corrosão, cristalizando-a como fase  $\gamma$  (cúbica de face centrada). O Nióbio tem por função a formação de precipitados para o endurecimento da fase  $\gamma''$  como composto intermetálico metaestável ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ), cristalizando na forma de estrutura tetragonal. Ti e Al precipitam na forma de cristal intermetálico  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$ ), simples cúbico e têm um efeito de endurecimento menor que as partículas  $\gamma''$ . Carbono (C) também é adicionado para precipitar na forma de carbonetos MC (M = Ti ou Nb). Neste caso, o conteúdo de C deve ser baixo o suficiente para permitir a precipitação de Nb e Ti na forma de partículas  $\gamma'$  e  $\gamma''$ . Molibdênio (Mo) pode ser adicionado no Inconel 718 para aumentar a resistência mecânica por endurecimento de solução sólida. Por fim, a fase  $\beta$  (intermetálico  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) também pode ser originada, sendo esta uma partícula de equilíbrio com estrutura ortorrômbica.

No estudo realizado por Kahraman & Karadeniz (2011), a liga à base de níquel (Inconel 600) foi submetida a testes tribológicos com o aço temperado 4140 como contracorpo, concluindo que, mesmo com excelente resistência mecânica, fadiga e corrosão, a liga de Inconel limita a sua gama de aplicação devido à baixa dureza, à baixa resistência ao desgaste e ao alto coeficiente de atrito (KAHRAMAN & KARADENIZ, 2011). Jing *et al.* (2016) comentam, em seu trabalho, que este problema pode ser resolvido pelo desenvolvimento de tecnologias de engenharia de superfície, destacando o processo termoquímico de nitretação por plasma. Mindivan e Mindivan (2013) salientam que a baixa dureza, baixa resistência ao desgaste e alto coeficiente de atrito são pontos negativos do material, porém existe a possibilidade de melhorar estes pontos através tratamentos de endurecimento superficial, como processos de difusão e tratamento termoquímico.

### 2.2.1 Mecanismos de endurecimento

O Inconel 718 apresenta uma matriz gama  $\gamma$ , que é uma solução sólida de elementos de liga constituída por Cr, Fe, Mo em Ni, e uma rede cristalina cúbica de face centrada (CFC). A partir da matriz  $\gamma$ , pode-se desenvolver precipitados como  $\gamma'$ ,  $\gamma''$ ,  $\delta$  e carbonetos. Embora em menor fração de volume, a fase  $\gamma'$  também se faz presente no IN 718, porém esta fase oferece pouco efeito nas propriedades desta liga. Já a fase  $\gamma''$  é a fase metaestável ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) que representa a principal fase da liga com estrutura cristalina tetragonal. Quando exposto à alta temperatura (acima de 700 °C) e por tempo suficiente, a fase  $\gamma''$  transforma-se na fase delta  $\delta$  estável com estrutura cristalina ortorrômbica (JAMBOR *et al.*, 2017).

Solução sólida e envelhecimento são os tratamentos para endurecimento da superfície por precipitação. As fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  são os principais endurecedores da liga e seus comportamentos à precipitação são determinados inicialmente pela quantidade de nióbio, pela temperatura e tempo de envelhecimento. O tratamento de envelhecimento proporciona precipitação das fases secundárias como  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  e o crescimento de grão (CALIARI, 2012).

A superliga Inconel 718 pode ser endurecida pelo precipitado  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) com uma quantidade considerável de Nióbio (NASCIMENTO *et al.*, 2013). A Tabela 4 exemplifica a quantidade de níquel na liga Inconel 718 quanto à quantidade de Nb, que é muito mais elevada quando comparado às outras ligas à base de níquel.

**Tabela 4 - Composição química das ligas à base de níquel**

Liga (% peso)	Ni	Cr	Co	Mo	W	Ta	Nb	Al	Ti	Fe	C	B	Zr
Astroloy	55	15	17	5,3	0	0	0	4	3,5	0	0,06	0,03	0
Cabot 214	75	16	0	4	0	0	0	4,5	0	2,5	0	0	0
D-919	45	15	0	4	0	0	0	1	3	27	0,05	0,01	0
Hastelloy G-30	42,7	29,5	2	5,5	2,5	0	0,8	0	0	15	0,03	0	0
Hastelloy S	67	15,5	0	14,5	0	0	0	0,3	0	1	0	0,009	0
Hastelloy X	47	22	1,5	9	0,6	0	0	0	0	18,5	0,1	0	0
Haynes 230	57	22	0	2	14	0	0	0,3	0	0	0,1	0	0
Inconel 600	76	15,5	0	0	0	0	0	0	0	8	0,08	0	0
Inconel 617	54	22	12,5	9	0	0	0	1	0,3	0	0,07	0	0
Inconel 625	61	21,5	0	9	0	0	3,6	0,2	0,2	2,5	0,05	0	0
Inconel 706	41,5	16	0	0	0	0	2,9	0,2	1,8	40	0,03	0	0
Inconel 718	52,5	19	0	3	0	0	5,1	0,5	0,9	18,5	0,04	0	0

Fonte: Adaptado de API 6A718 (2004).

A especificação técnica API 6A718 (2004) propõe o procedimento de envelhecimento e a precipitação por solução sólida a ser seguido – conforme Figura 5.

**Tabela 5 - Procedimento de tratamento térmico da liga Inconel 718**

Liga	Designação do material	Solução Sólida		Envelhecimento	
		Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo
N07718	827 MPa	1021°C – 1052°C	1 a 2,5 horas	774°C – 802°C)	6 – 8 horas
N07718	965 MPa	1021°C – 1052°C	1 a 2,5 horas	760°C – 802°C	6 – 8 horas

Fonte: Adaptado de API 6A718 (2004).

### 2.2.1.1 Principais fases

Na Tabela 6, Geddes, Leon, Huang (2010) listam as principais fases apresentadas nas superligas, as suas características e também os precipitados, sendo elas:

- Fase gama ( $\gamma$ );
- Gama linha ( $\gamma'$ );
- Gama secundária ( $\gamma''$ );
- Delta ( $\delta$ ).

**Tabela 6 - Fases das superligas**

Fase	Estrutura Cristalina	Precipitado	Características
$\gamma$	CFC	-	Solução sólida dos elementos de liga no metal de base.
$\gamma'$	CFC	Ni <sub>3</sub> Al Ni <sub>3</sub> (Al,Ti)	Fase de fortalecimento principal em muitas superligas de base de Ni e Ni-Fe. A rede cristalina varia ligeiramente (0-0,5%) da matriz da austenita.
$\gamma''$	Tetragonal de corpo centrado	Ni <sub>3</sub> Nb	Fase de fortalecimento principal no IN-718. Os precipitados $\gamma''$ são partículas coerentes em forma de disco que se formam nos planos {1 0 0}. Após a sobreposição, $\gamma''$ é transformada para $\delta$ .
$\delta$ (Ni <sub>3</sub> Nb)	Ortorrômbica	Ni <sub>3</sub> Nb	Observado no IN-718, tendo uma forma acicular quando formada entre 815 e 980 °C (1500 e 1800 °F).

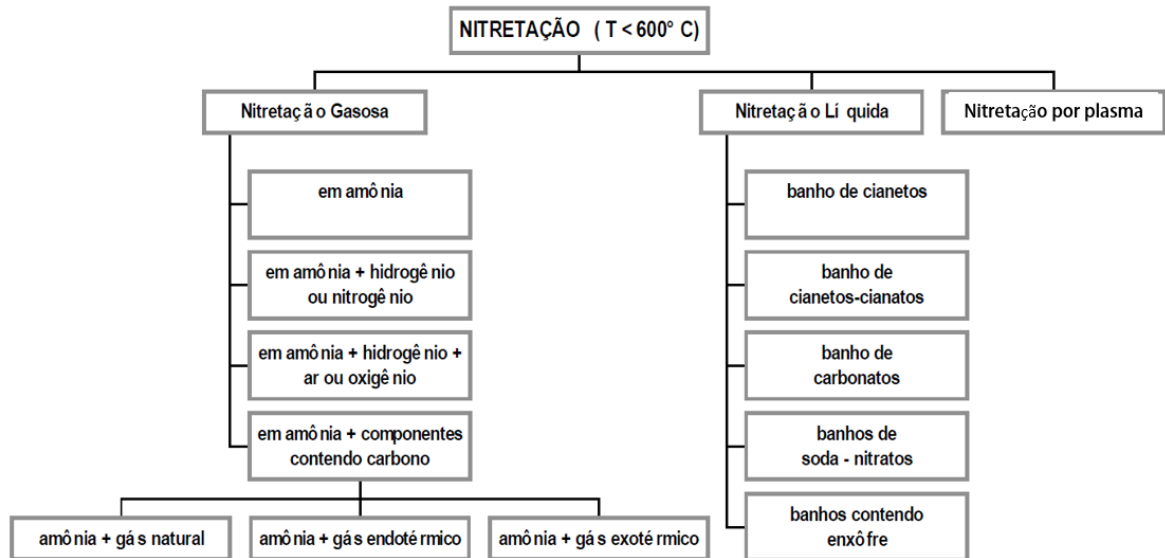
Fonte: Adaptado de Geddes, Leon, Huang (2010).

### 2.3 NITRETAÇÃO

Técnicas como nitretação por plasma, lasers, feixes de íons e feixes de elétrons como fontes energéticas e de posição de filmes têm por finalidade a modificação de superfície a fim de se obter uma superfície com melhor resistência mecânica e à corrosão (ALVES JÚNIOR, 2001).

A nitretação visa ao enriquecimento superficial de nitrogênio, aliado a uma combinação de outros elementos dos aços gerando assim nitretos com altas durezas e promovendo o aumento da resistência ao desgaste. No processo termoquímico da nitretação trabalha-se com temperaturas inferiores da zona crítica, visto que o tratamento é realizado em atmosfera gasosa, rica em nitrogênio ou banho de sal, não sendo necessários processos de têmpera após a nitretação (CHIAVERINI, 1986).

Os processos de nitretação podem ser divididos em três tipos: nitretação gasosa, nitretação líquida e nitretação por plasma. Os subprocessos de nitretação estão listados na Figura 10.



**Figura 10** - Processos de nitretação

Fonte: Adaptado de Alves Júnior (2001).

### 2.3.1 Nitretação por Plasma

A nitretação por plasma é um processo de engenharia de superfície que tem sido bem aceito na indústria nos últimos 30 anos. A nitretação a plasma oferece muitas vantagens em relação ao processo de nitretação a gás tradicional e à nitretação do banho, destacando-se devido ao baixo consumo de gás, baixo consumo de energia e remoção completa de qualquer risco ambiental (ZHAO *et al.*, 2006). A nitretação por plasma é um processo termoquímico que visa ao endurecimento superficial de camadas superficiais nitretadas que dependem da difusão química de átomos nas regiões subsuperficiais, ou seja, um gás ionizado para uma modificação controlada da superfície de uma peça (ASTHANA *et al.*, 2006).

O processo assistido por plasma, também conhecido pelo termo em inglês *plasma nitriding*, emprega um grande fluxo iônico com energia média por íon, sendo este suficiente para provocar uma pulverização catódica na superfície (*sputtering*), além de proporcionar defeitos na rede cristalina, tendo assim o aumento da dureza superficial do material (ALVES JÚNIOR, 2001).



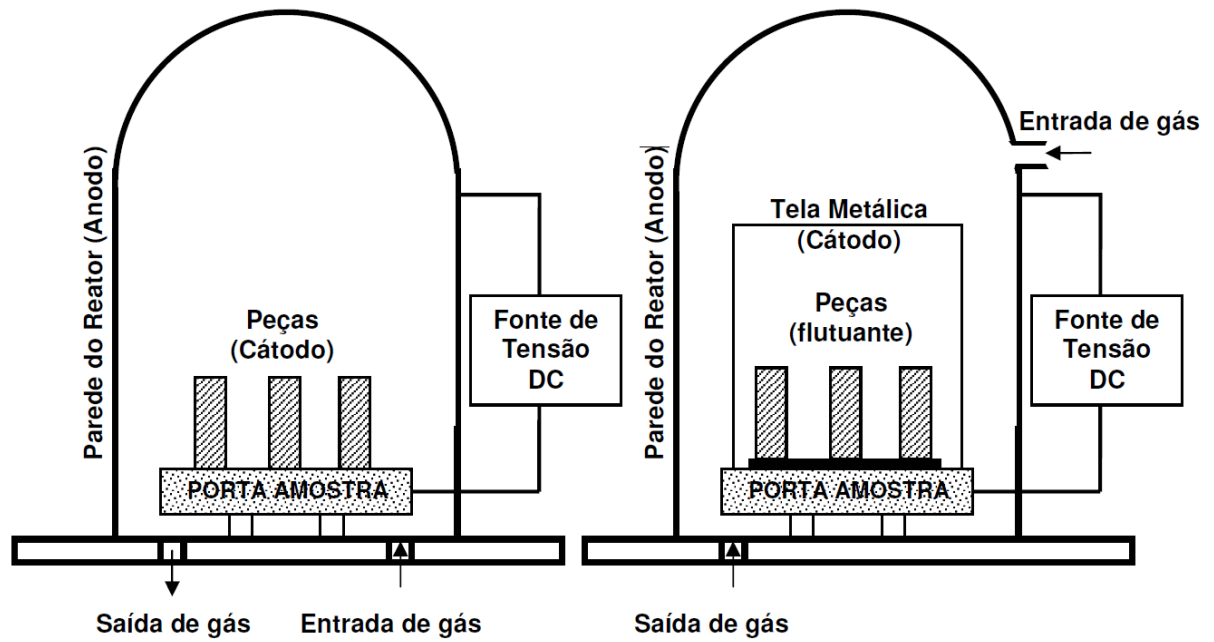
### 2.3.2 Nitretação por plasma em gaiola catódica (ASPN)

A nitretação a plasma em gaiola catódica (ASPN) foi desenvolvida no final dos anos 90 a fim de obter um processo que evitasse defeitos usuais que podem ocorrer no processo de nitretação a plasma (LI, 2010).

Proveniente do termo em inglês *Active Screen Plasma Nitriding* (ASPN), o processo baseia-se no método convencional de nitretação por plasma, porém a peça é cercada por uma tela de metal ou gaiola (Figura 11) que está no potencial catódico (LI, 2010). Na nitretação por plasma as peças a serem tratadas estarão sujeitas a um alto potencial catódico, visto que o plasma é formado na superfície ocorrendo uma ativação de alta temperatura na peça, o que gera algumas desvantagens na nitretação a plasma DC, como: não uniformidade da camada nitretada, principalmente em regiões que possuem pontas, quinas e arestas vivas. Em amostras com alto potencial catódico, o plasma pode agir diretamente na superfície, ocorrendo assim distorções do campo elétrico em torno das suas bordas e arestas. Isso pode ocasionar o aparecimento do efeito cátodo oco (ZHAO *et al.*, 2006; VALADÃO, 2008).

A principal diferença entre o processo de nitretação por plasma convencional (DC) e o processo de nitretação por plasma em gaiola catódica é que, no processo DC, o componente a ser tratado serve como cátodo e forma parte integrante do sistema de plasma. O potencial elétrico é aplicado entre o componente (catodo) e a parede do forno (ânodo); o plasma é formado em torno do componente – que é aquecido – e então as espécies ativas de nitretação são transferidas para a superfície do componente para posterior difusão (LI, 2010).

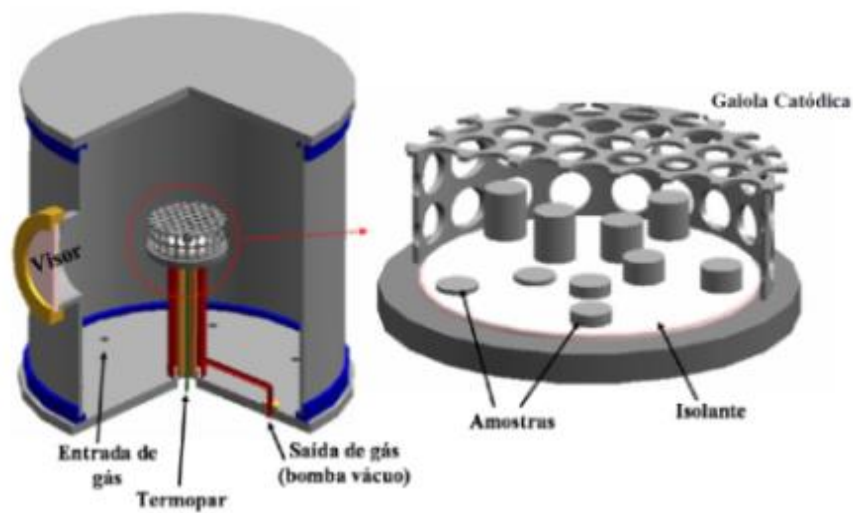
No ASPN, os componentes em tratamento permanecem em potencial flutuante ou sujeitos a uma tensão de polarização bem inferior do que no processo a plasma DC, e posicionados em uma superfície isolada pela gaiola, conforme indicado Figura 12 (SOUSA *et al.*, 2008). Esta configuração elétrica permite que o plasma seja formado em torno da tela metálica e não na superfície do componente, de modo que o plasma aquece a tela e a radiação da tela fornece o calor que leva os componentes a serem submetidos a uma menor temperatura, arrancando átomos que se combinam com o nitrogênio da atmosfera e se condensam na superfície da amostra (LI e BELL, 2003; LI, 2010), conforme se visualiza na Figura 13. A tela tem função de aquecer os componentes à temperatura de nitretação por radiação, além de fornecer as espécies ativas à superfície do componente (ZHAO *et al.*, 2006).



**Figura 11** - Esquemático do Processo ASPN

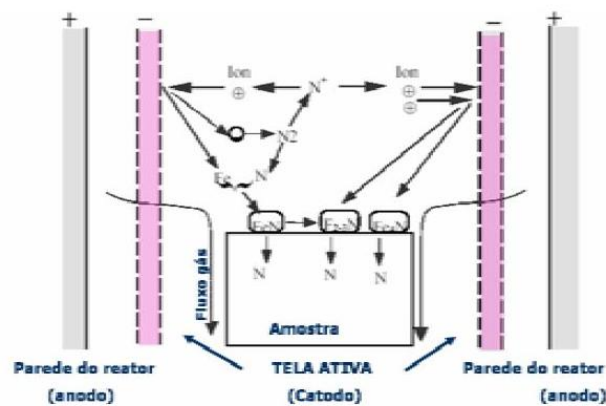
Fonte: Adaptado de Sousa *et al* (2008).

Uma vez que o plasma não é formado na superfície do componente, muitos dos problemas práticos associados à nitretação por plasma DC são evitados.



**Figura 12** - Exemplo de configuração de nitretação por plasma em gaiola catódica

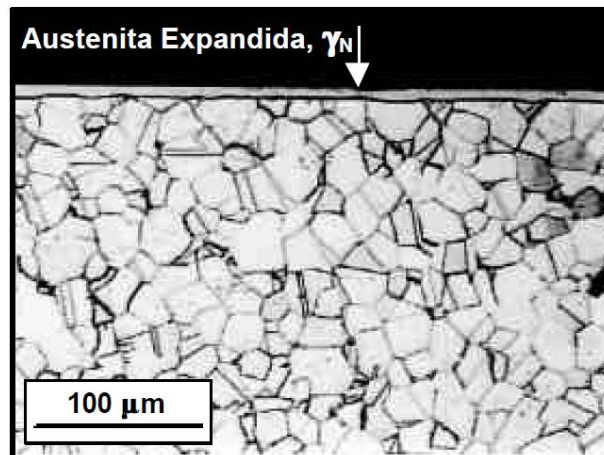
Fonte: Adaptado de Sousa *et al* (2008).



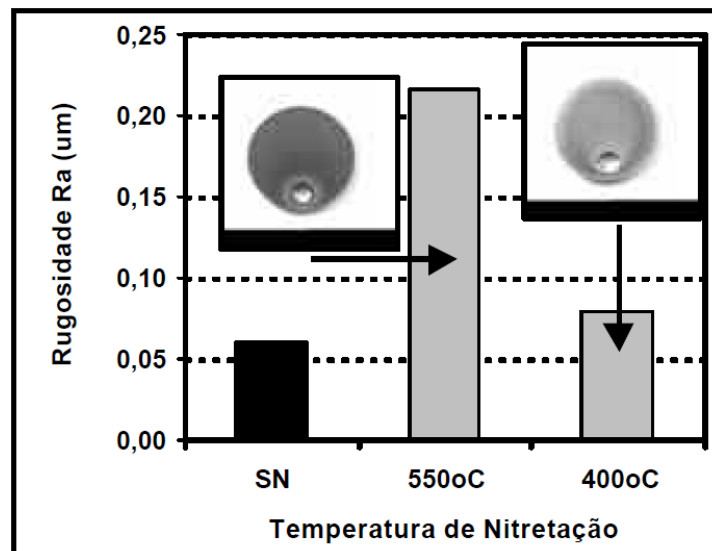
**Figura 13** - Diagrama esquemático do mecanismo do processo de nitretação do ASPN  
 Fonte: Adaptado Li e Bell (2003).

Em alguns casos a nitretação por plasma em gaiolas catódicas é aplicada para evitar degradação da resistência à corrosão, aplicando assim baixas temperaturas (400 °C) no processo de nitretação por plasma. Nesta temperatura, a precipitação de nitretos e carbonetos é evitada e a difusão de nitrogênio promove uma supersaturação na região mais próxima à superfície, formando assim uma fase distorcida conhecida como austenita expandida (denominada de fase S). A formação da fase S acarreta o surgimento de campos de tensão que aumentam a dureza superficial e alteram as propriedades tribológicas das ligas (DONG, 2016).

No estudo realizado por Caetano *et al.* (2003), a nitretação a plasma pulsado com câmara quente no aço inox a 400 °C formou solução sólida metaestável, cúbica de face centrada, supersaturada em nitrogênio, denominada austenita expandida (“ $\gamma_N$ ”), conforme ser visto na Figura 14. Após tratamento superficial, foi realizada comparação entre a rugosidade com o estado de fornecimento da amostras, constatando-se um aumento da rugosidade (Ra) superficial – de acordo com a Figura 15. Após a nitretação por plasma e formação da austenita expandida, a dureza superficial do material aumentou, com uma elevação da dureza de 2,8 GPa para 16,0 GPa. A supersaturação de nitrogênio, da ordem de 39,53% atômico, calculada, foi a responsável por este efeito.



**Figura 14** - Microestruturas após a nitretação por plasma a 400 °C no aço inox  
 Fonte: Adaptado de Caetano *et al.* (2003).



**Figura 15** - Modificação na rugosidade após a nitretação por plasma a 400 °C no aço inox  
 Fonte: Adaptado de Caetano *et al.* (2003).

## 2.4 MECANISMOS DE DESGASTE

Quando duas superfícies em contato deslizam uma sobre a outra, em pelo menos uma delas é observado o fenômeno de desgaste, que, por sua vez, é associado à perda de massa devido aos fragmentos gerados pelas asperezas em contato (HUTCHINGS, 1992).

O comportamento em desgaste depende de uma grande variedade de fatores, sendo eles: movimento, carregamento e o ambiente. Em todo movimento entre superfícies pode ocorrer desgaste, podendo ser em uma ou em ambas as superfícies, ocasionando a perda de material. A consequência do desgaste na maioria das vezes é prejudicial ao sistema envolvido, resultando em folgas excessivas entre os componentes em movimento e/ou perda de precisão e, desse modo, a vibração. Pode gerar, como consequência, um aumento da carga mecânica e


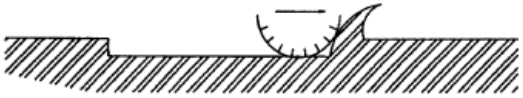
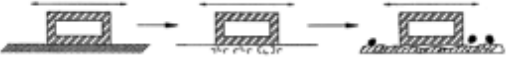
um desgaste mais rápido, resultando muitas vezes em falha por fadiga. Através dos mecanismos envolvidos no sistema, as formas de desgaste são classificadas pela sua natureza, resultando em um ou mais modos de desgaste simultâneos (ASTM, 2015; HUTCHINGS e SHIPWAY, 2017).

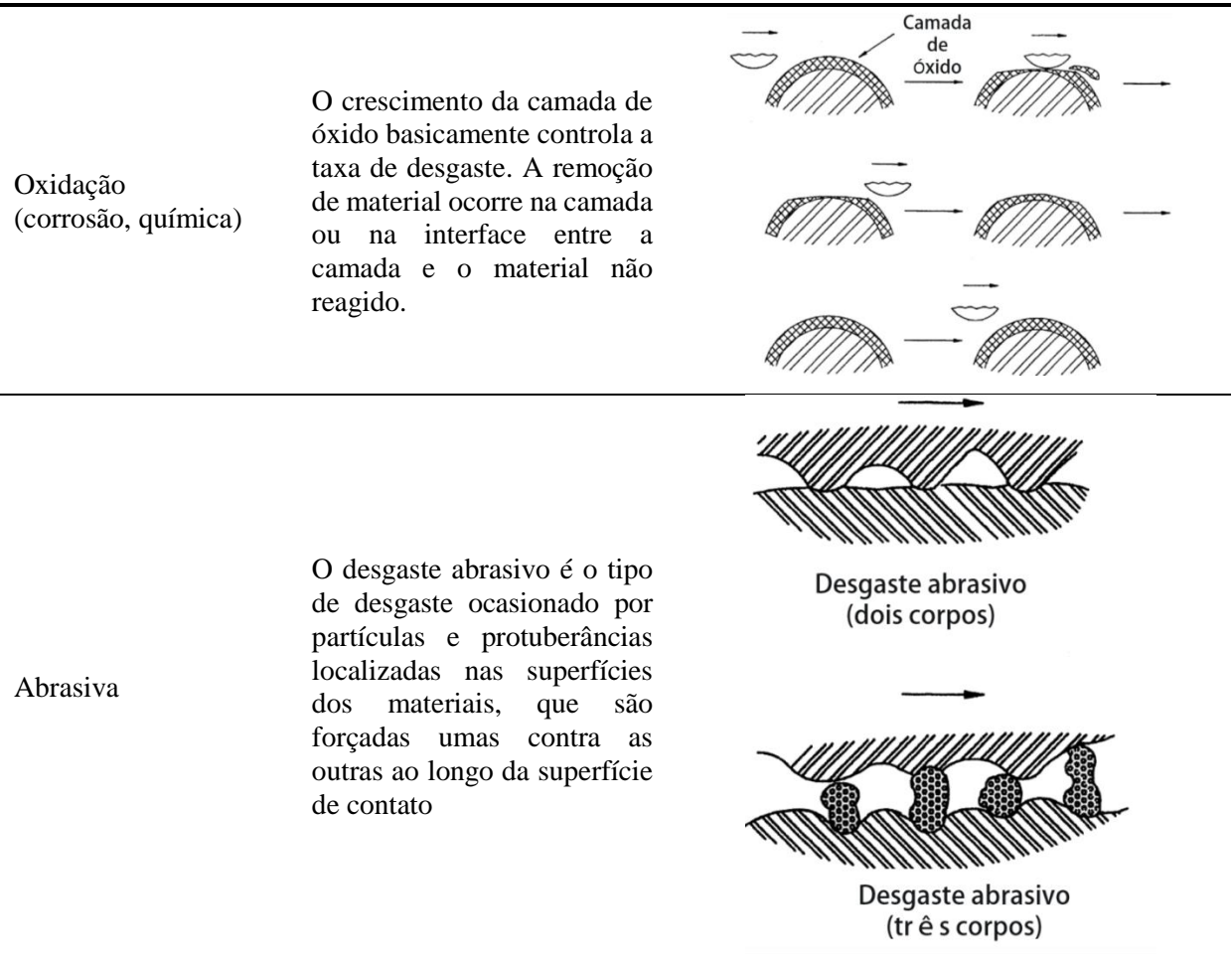
Bayer (2004) salienta que a perda de material não é o único parâmetro a ser analisado no desgaste, pois uma peça pode sofrer desgaste não tendo perda de massa, porém, pode ocorrer a mudança na geometria ou dimensão da peça como resultado da deformação plástica. Bayer (2004) descreve os mecanismos de desgaste de acordo com suas características, sendo separados por categorias genéricas, conforme Tabela 7.

Existem quatro principais tipos de desgaste, sendo eles: adesivo, abrasivo, corrosivo e por fadiga superficial. O desgaste abrasivo e adesivo, estudado neste trabalho, é causado pelo deslocamento de partículas duras que se encontram forçadas contra uma superfície sólida (ASTM G40, 2010).

**Tabela 7 - Mecanismos de desgaste**

(continua)

Desgaste	Comportamento	Características
Adesivo	Duas superfícies se movem uma em relação à outra, o desgaste ocorre por uma superfície que retira o material da outra superfície nesses locais com maior contato.	
Deformação de ciclo único	Quando ocorre um ciclo único de contato ocorrendo uma deformação plástica, fratura frágil ou corte.	
Deformação de ciclo repetido	São processos mecânicos, contudo, os contatos são cíclicos e/ou necessários para que os danos ocorram.	



(conclusão)

Fonte: Adaptado de Bayer (2004).

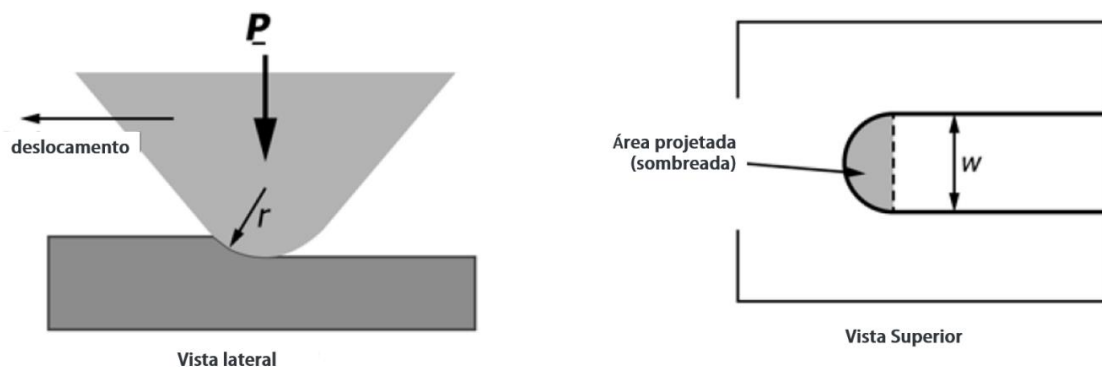
De acordo com Hutchings (1992), a severidade do desgaste pode ser caracterizada pelo tamanho das partículas formadas durante o processo. Usualmente, são características de desgaste moderado valores entre  $0,01 \mu\text{m}$  e  $1 \mu\text{m}$ , enquanto que partículas metálicas maiores entre  $20 \mu\text{m}$  e  $200 \mu\text{m}$  caracterizam o desgaste severo, envolvendo deformação plástica, sendo que o arrancamento do material poderá ocorrer em diferentes maneiras.

A distância e a velocidade de deslizamento, a duração do teste, a pressão de contato entre as superfícies e as dimensões dos corpos utilizados, bem como o meio de interação entre corpo e contracampo também são os principais parâmetros que influenciam no desgaste. A velocidade influencia na taxa de dissipação de energia por atrito e, por sua vez, a temperatura na interface de contato. A temperatura do sistema, a lubrificação, a composição atmosférica, o acabamento superficial do corpo são fatores que devem igualmente ser considerados e monitorados para uma melhor análise do tipo de desgaste que está ocorrendo (HUTCHINGS, 1992).

Outro parâmetro a ser analisado no desgaste é a dureza superficial dos corpos em contato, pois, no desgaste por deslizamento, a transferência e a mistura dos materiais envolvidos modificam sua dureza durante o processo e, conseqüentemente, alterar o tipo de desgaste (moderado ou severo). Partículas de desgaste geradas são diferentes se a dureza da mistura se torna maior ou menor que a do material original (RIGNEY, 1997).

#### 2.4.1 Ensaios de riscamento (*Scratch Test*)

Segundo a Norma G171-03, o ensaio de riscamento (em inglês *Scratch test*) é um dentre vários ensaios utilizados para caracterizar de forma micromecânica a superfície sólida de um material. É um método complementar aos ensaios de dureza. Os valores de dureza ao risco são, em princípio, uma medida mais apropriada da resistência a danos de um material a processos de danos de superfície, como a abrasão de dois corpos, do que os números de dureza estática. O ensaio de riscamento produz um risco na superfície do material, movendo um penetrador de diamante de geometria definida ao longo de um caminho especificado sob uma força normal constante e com uma velocidade constante, conforme Figura 16. A largura média do risco pode ser determinada e esse valor pode ser usado para calcular a dureza ao risco.



**Figura 16** - Perfil ilustrativo do risco e a vista lateral do indutor

Fonte: Adaptado da Norma G 171-3.

Os objetivos gerais de realizar ensaio de riscamento são:

- Esclarecer os mecanismos de deformação e/ou remoção de material;
- Avaliar ou classificar materiais em relação à resistência à abrasão;
- Medir a dureza do risco.

Os testes de riscamento são largamente utilizados para medir a resistência de camada tratada, aderência ao substrato, e identificar falhas quando ocorrem em uma carga específica (ASTMG171).

#### 2.4.1.1 Quantificação do desgaste

Rovani *et al.* (2017) realizaram ensaios de riscamento em amostras nitretadas e cementadas por plasma a 400 °C por 6, 12 e 24 horas. O objetivo deste trabalho foi verificar o comportamento tribológico do aço inoxidável martensítico comparando a redução do coeficiente de atrito e aumento da resistência ao desgaste entre os tratamentos termoquímicos (nitretação por plasma x cementação). Para avaliação da geometria do risco, Rovani *et al.* (2017) realizaram um ensaio de riscamento baseado na norma ASTMG171, extraindo como um dos principais parâmetros analisados o fator de abrasão ( $f_{ab}$ ), conforme Equação 1 proposta por Zum Gahr (1987) para desgaste abrasivo entre dois corpos. Este modelo permite avaliar a resistência à abrasão dos materiais metálicos submetidos a condições severas. Este modelo ainda apresenta uma relação entre as áreas de material deslocado plasticamente na direção das bordas do sulco (*pile-up*) e a área do sulco, como demonstrado na Figura 17, definindo-se o chamado fator de abrasão ( $f_{ab}$ ).

O fator de abrasão pode ser relacionado com micromecanismos de desgaste. Considera-se, para tanto:

- $f_{ab} = 0$ , ocorreu microssulcamento puro;
- $f_{ab} = 1$ , o mecanismo operante é microcorte puro;
- $f_{ab} =$  entre 0 e 1, há a presença dos dois mecanismos;
- $f_{ab} > 1$  está relacionado a ensaios com materiais frágeis, com a predominância do mecanismo de microtrincamento.

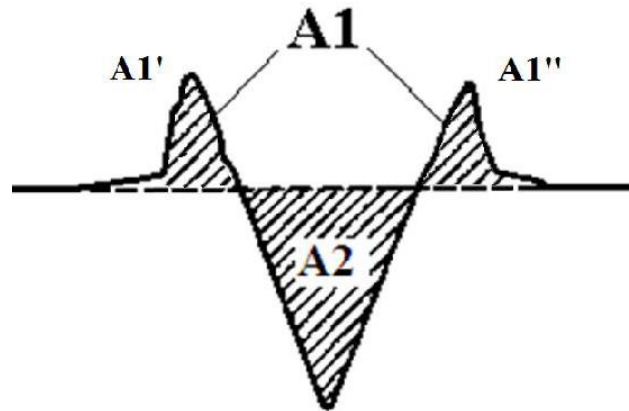
$$\text{Equação 1: } f_{ab} = (A_2 - A_1) / A_2$$

Onde:

A1: Área da seção transversal do material deslocado

A2: Área da seção transversal do risco





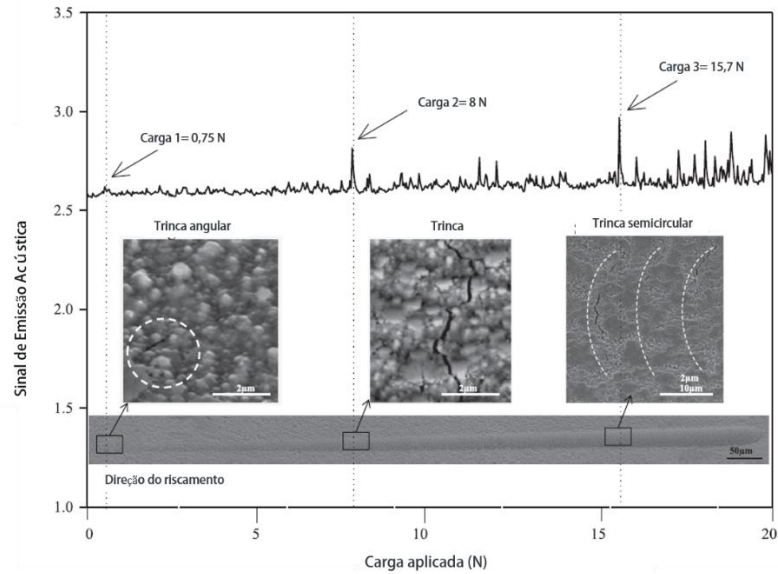
**Figura 17** - Relação de áreas para o cálculo do fator de abrasão

Fonte: Adaptado de Breganon (2015).

#### 2.4.1.2 Carga crítica

A carga crítica pode ser definida como a carga limite que corresponde ao dano na superfície em análise, sendo diretamente influenciada pela velocidade do contracorpo, espessura da camada tratada, aspereza de superfície, microestrutura, mecanismo de dano, dureza e módulo de elasticidade. A aplicação da carga é feita progressivamente por meio da aplicação de uma força normal ao longo do risco com carga pré-determinada. A carga crítica é determinada através do primeiro dano que ocorreu na superfície. Este dano é analisado muitas vezes pela técnica de microscopia. Um detector de emissão acústica pode auxiliar na análise da falha da superfície durante o riscamento (SERGICI & RANDALL, 2006).

No estudo realizado por Farokhzadeh *et al.* (2013) para determinação da carga crítica, um ensaio de riscamento com carga variável entre de 0 a 20 N foi realizado por intermédio da utilização de sinais de emissão acústica para avaliar o atrito e evolução de danos nas superfícies nitretada, assim como na detecção da falha do revestimento – conforme demonstrado na Figura 18. O tribômetro com indentador de diamante tipo Rockwell C de 200  $\mu\text{m}$  de raio e velocidade de 10 mm/min aplicou a carga variável observando o início das trincas com 0,75 N. Posterior a esta carga crítica inicial, novas propagações mais severas ocorreram a 8 N até a formação de trincas semicirculares com 15,7 N. Este ensaio permite concluir que a carga crítica da superfície nitretada a 500 °C por 24 horas obteve um aumento significativo na dureza com aproximadamente 1500 HV, porém apareceram trincas logo no início do riscamento da superfície, caracterizando uma superfície dúctil.



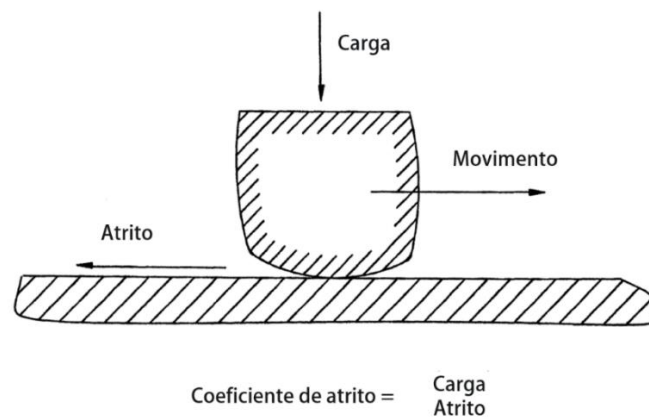
**Figura 18** - Evolução de trinca ao longo de um ensaio de riscamento monitorado por emissão acústica

Fonte: Adaptado de Farokhzadeh *et al.* (2013).

## 2.4.2 Ensaio pelo método movimento alternado

O ensaio de desgaste por movimento alternado (*reciprocating*) tem por objetivo medir o coeficiente de atrito (COF) e o desgaste de uma determinada superfície. O ensaio pode ser realizado a seco ou lubrificado, de acordo com necessidade ou meio em que a superfície está exposta. A geometria de ensaio pode ser cilindro sobre disco, cilindro sobre placa, disco em disco, esfera sobre disco e esfera sobre placa. Além do COF e desgaste, o ensaio de movimento alternado pode dimensionar carga, frequência, comprimento do curso e temperatura (TRIBONET, 2018).

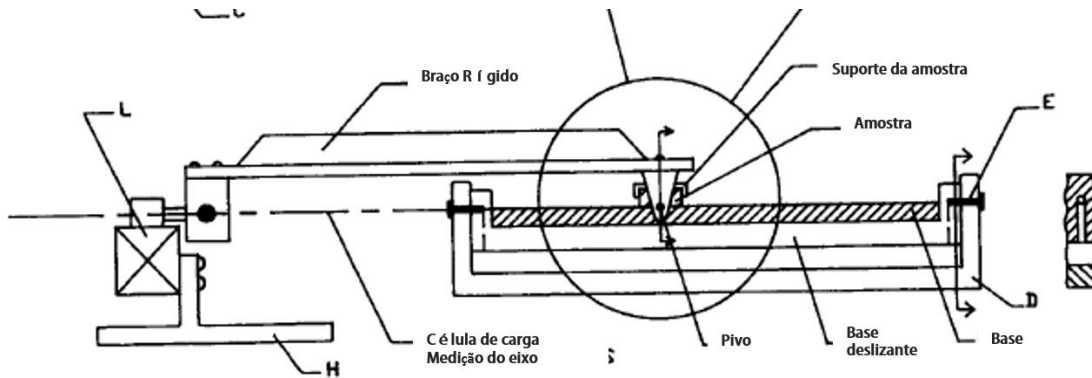
Segundo Huchtigs e Shipway (2017), atrito é a resistência encontrada por um corpo em mover-se sobre outro, abrangendo duas classes importantes de movimento relativo: deslizante e rolante (Figura 19).



**Figura 19** - Esquemático do conceito de atrito entre superfícies  
 Fonte: Adaptado de Bayer (2004).

Benabdallah (1990) afirma que atrito é a força que resiste a um movimento relativo entre as superfícies de contato. O coeficiente de atrito parte do princípio de que é a razão é entre uma força de atrito e a carga normal. O atrito varia em amplos intervalos, dependendo da velocidade de deslizamento, da carga aplicada, da rugosidade das superfícies de contato, da temperatura, da duração do teste e da atmosfera ao redor do contato. O atrito também é influenciado pelo método de teste. Este é caracterizado pelo tipo de contato (ponto nominal, linha ou plano) e o movimento relativo.

Um equipamento de ensaio de deslizamento de movimento alternado foi projetado por Benabdallah (1990) a fim de avaliar o atrito e o desgaste da superfície para estudar os fatores que influenciam os coeficientes de atrito ou para explorar a natureza fundamental do atrito. O equipamento desenvolvido utilizava um computador para que o controle rigoroso pudesse ser mantido durante a operação deste dispositivo, aumentando assim sua versatilidade e a precisão de suas medições. Também foi fornecido um sistema de aquisição de dados específico para o aparelho executar medição e gravação de curto e longo ensaio com muitas cargas em velocidades relativas selecionadas; assim como a medição do desgaste em função do tempo a certa carga e velocidade de deslizamento. Na Figura 20 tem-se o equipamento desenvolvido. Nesta figura demonstra-se o aparato de testes para fornecer o movimento recíproco na base deslizante a uma velocidade selecionada e uma carga normal. O curso, carga, velocidade, e número de ciclos (duração do teste) podem ser controlados externamente. A carga normal permanece inalterada durante o teste. É claro que variando a área aparente de contato da amostra é possível aumentar muito a faixa de pressões nominais de contato.



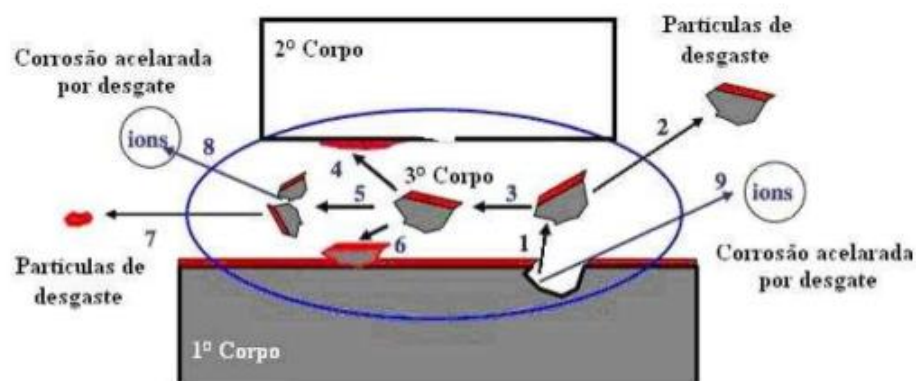
**Figura 20** - Aparato de ensaio de movimento alternado  
 Fonte: Adaptado de Benabdallah (1990).

## 2.5 TRIBOCORROSÃO

A tribocorrosão pode ocorrer em materiais passivos, que apresentam uma película protetora de óxido na superfície devido à reação dos materiais imersos em soluções aquosas (SOARES, 2016).

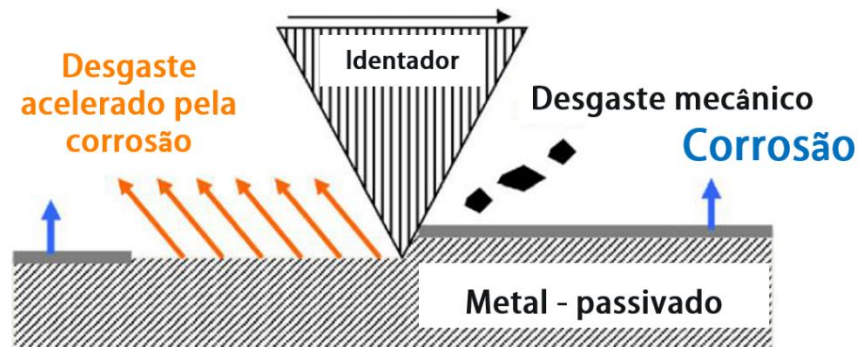
Galo (2008) define tribocorrosão como um processo de degradação da ação combinada entre um desgaste mecânico e químico (ou eletroquímico), de uma maneira complexa, no qual a corrosão é acelerada pelo desgaste mecânico.

Na Figura 21 tem-se uma ilustração das superfícies, sendo a corrosão acelerada pelo desgaste num processo de tribocorrosão.



**Figura 21** - Esquemático de contatos entre asperezas para tribocorrosão  
 Fonte: Adaptado de Manhobosco (2009).

Negróni (2014) menciona que a tribocorrosão pode ocorrer na superfície metálica que está exposta a fluidos corrosivos, ocasionando corrosão localizada e originando desgaste mecânico mais agressivo na área mais exposta ao deslizamento, conforme ilustrado esquematicamente Figura 22.

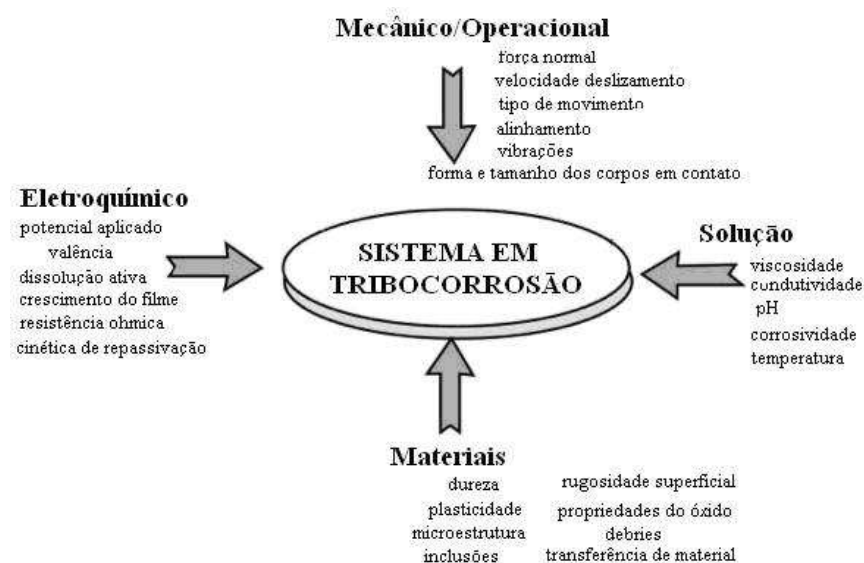


**Figura 22 - Tribocorrosão em metal passivado**  
Fonte: Adaptado de Negroni (2014).

Os principais parâmetros que estão relacionados e afetam a tribocorrosão diretamente são:

- Condições eletroquímicas na superfície do material em desgaste;
- O tipo de solução em contato;
- Os materiais e as propriedades do tribossistema;
- Solicitações mecânicas relacionadas à operação do equipamento.

Na Figura 23 Manhabosco resume os parâmetros que influenciam a tribocorrosão, ressaltando que os mesmos agem em combinação para gerar desgaste mais acelerado na superfície.



**Figura 23 - Principais parâmetros da tribocorrosão**  
Fonte: Adaptado de Manhabosco (2009).

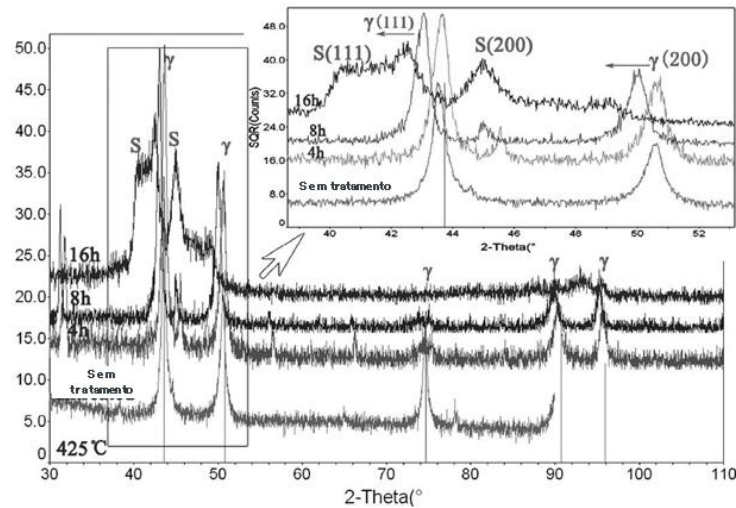
## 2.6 NITRETAÇÃO DA LIGA INCONEL 718

O Inconel 718 é uma liga à base de níquel com endurecimento por precipitação. A alta resistência mecânica, alta tenacidade à fratura e alta resistência à oxidação e corrosão tornam o Inconel 718 atrativo para uso na indústria, principalmente na fabricação de pás e eixos de transmissão de motores de turbina na indústria de motores de aeronaves, trabalhando na faixa de temperatura de  $-253\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $760\text{ }^{\circ}\text{C}$  (ZHANG *et al.*, 2017). Porém, o Inconel 718 possui propriedades tribológicas relativamente limitadas, restringindo seu uso devido à sua baixa dureza e baixa resistência ao desgaste. Portanto, o desenvolvimento de processos termoquímicos pode aumentar a dureza e melhorar a resistência ao desgaste do Inconel 718 (ZHANG *et al.*, 2017; MAKISHI & NAKATA, 2004).

O processo de nitretação por plasma é um dos processos amplamente utilizados no âmbito industrial a fim de melhorar a superfície através do endurecimento superficial do material. Dessa forma, o processo de nitretação por plasma é aplicado não apenas a ferro e aços, mas também a metais não ferrosos como Inconel 718 (MAKISHI & NAKATA, 2004).

A nitretação por plasma pode ser realizada a temperaturas relativamente baixas ( $350\text{--}570\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) e curtas durações (CZERWIEC *et al.*, 2000). Jing *et al.* (2016) relatam, em sua pesquisa, que a nitretação a temperaturas altas e longo período de processo resultaram em uma redução na resistência à corrosão do Inconel 718. Quando a temperatura de nitretação era menor que  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , com aproximadamente  $425\text{ }^{\circ}\text{C}$ , as superligas nitretadas à base de Ni eram compostas por uma fase austenita expandida cúbica de face centrada e uma solução sólida incorporada de nitrogênio (a chamada fase S) com maior dureza e resistência à corrosão.

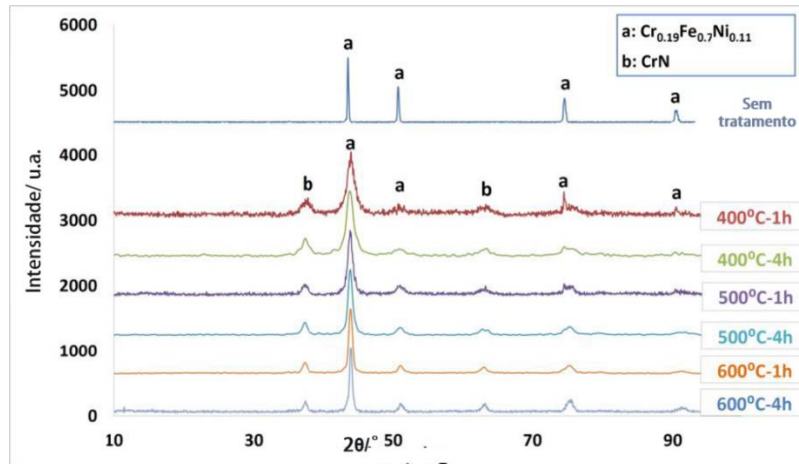
Conforme Figura 24, a análise de DRX em amostras não tratadas e nitretadas em banho de sal a  $425\text{ }^{\circ}\text{C}$  demonstra que após 4 horas e 8 horas a microestrutura ainda é muito parecida com a amostra sem tratamento, porém é visível perceber a mudança com o aumento do tempo de nitretação, sendo que a intensidade dos picos de austenita é menor. Quando a amostra de Inconel 718 é submetida a um tempo maior de 16 horas, os picos de fase S (111) aumentam e a intensidade dos picos (200) diminuem.



**Figura 24** - Análise de DRX de amostras de Inconel 718 nitretadas em banho de sal a 425 °C  
 Fonte: Adaptado de Jing *et al.* (2016).

Dependendo da temperatura utilizada no processo de nitretação por plasma, o Inconel 718 favorece a formação de nitretos de cromo (CrN) devido à precipitação do cromo proveniente do material base reagindo com o nitrogênio, e assim formando o CrN. A formação de nitretos está diretamente ligada à temperatura crítica de precipitação, que varia de acordo com a liga tratada (CHOLLET *et al.*, 2013). A nitretação a altas temperaturas superiores a 500 °C por longos períodos em ligas contendo Cr pode levar a um crescimento indesejável do grão e à precipitação de elementos de liga, diminuindo assim a resistência à corrosão (ZHANG *et al.*, 2017).

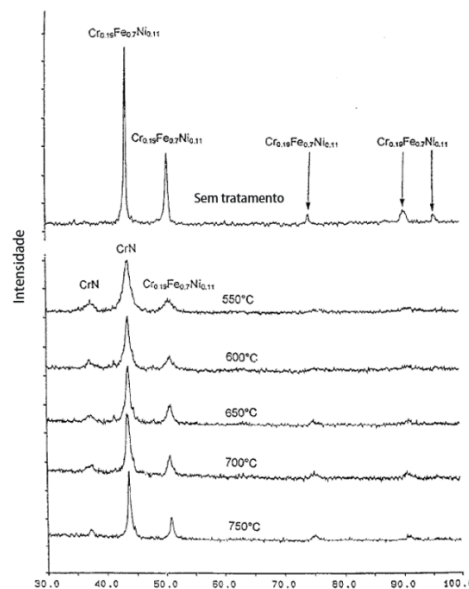
Kovaci *et al.* (2012) realizaram uma pesquisa sobre a nitretação por plasma na liga de Inconel 718. Em todas as amostras houve um pico na fase  $\text{Cr}_{0,19}\text{Fe}_{0,7}\text{Ni}_{0,11}$ , de acordo com a Figura 25. Porém, quando as amostras foram submetidas aos processos de nitretação, foi concluído que a microestrutura do material nitretado apresentou precipitação de cromo na forma de CrN. A formação de nitreto de cromo pode ajudar a influenciar no aumento da dureza superficial e/ou modificar a rugosidade.



**Figura 25** - Análise de DRX das amostras nitretadas por plasma em diferentes tempos e temperaturas

Fonte: Adaptado de Kovaci, *et al.* (2012).

Aw *et al.* (1996) identificaram a formação de CrN após processos de nitretação por plasma, segundo apresentado na Figura 37, e concluíram que a precipitação de cromo na forma de CrN foi a principal responsável pelo endurecimento superficial da liga nitretada, além da profundidade da camada nitretada diminuir com o aumento da temperatura de tratamento.



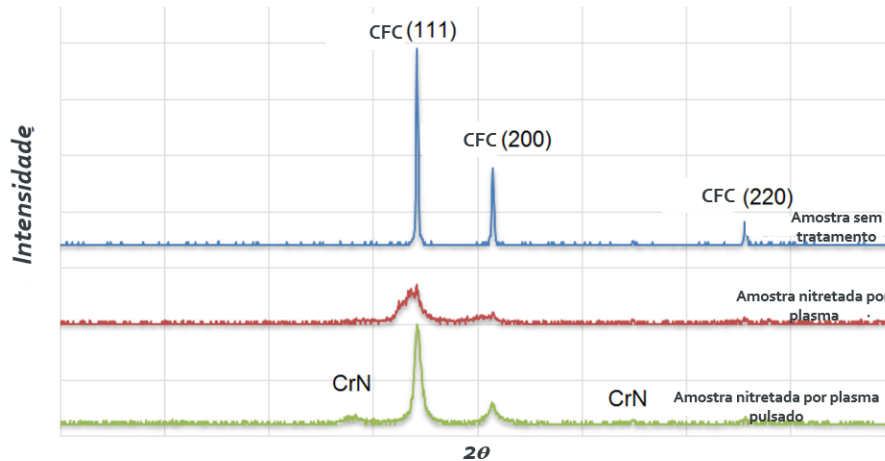
**Figura 26** - Análise de DRX da camada nitretada por plasma na amostra Inconel 718

Fonte: Adaptado de Aw, *et al.* (1996).

Na pesquisa sobre a estrutura e as propriedades das camadas nitretadas produzidas na liga Inconel 600, Mindivan e Mindivan (2013) compararam o desempenho de desgaste do material endurecido por diferentes processos de nitretação em três amostras (sem tratamento,



nitretadas assistido a plasma e plasma pulsado). Na análise de DRX realizada também foi possível verificar os picos de CrN maiores nas amostras nitretadas, como pode ser visto na Figura 27.

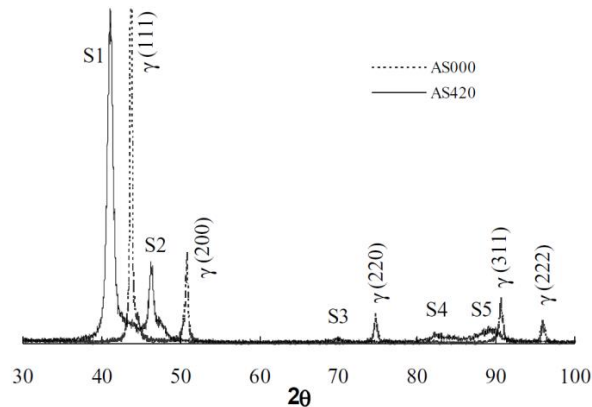


**Figura 27** - Análise de DRX das amostras de superfícies não nitretadas e nitretadas a 450 °C e 520 °C por 12 h

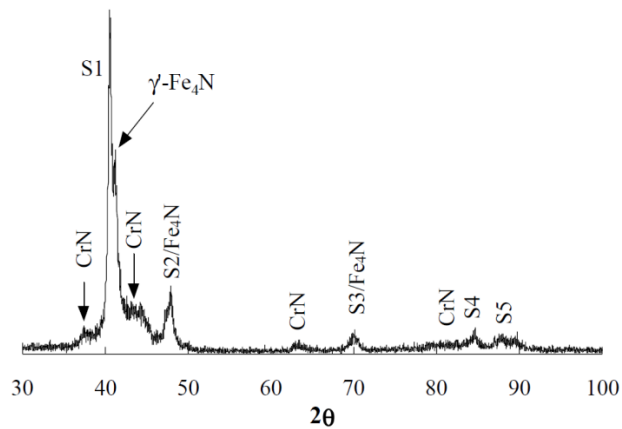
Fonte: Adaptado de Mindivan e Mindivan (2013).

Li e Bell (2004) realizaram um estudo em amostras de aço inoxidável austenítico 316 nitretado por plasma em gaiola catódica em temperatura de 420 °C e 500 °C (Figura 28). A 420 °C na região mais próxima à superfície houve a concentração de nitrogênio atingindo a supersaturação e formando uma fase distorcida, conhecida como austenita expandida (fase S). Na temperatura de 500 °C a superfície apresentou precipitação de nitreto de cromo (CrN). Tal precipitação promove o empobrecimento de cromo da matriz, reduzindo a resistência à corrosão, além de dificultar a formação da camada passiva característica desses materiais, como Inconel 718.

a) Temperatura 420 °C por 20 h

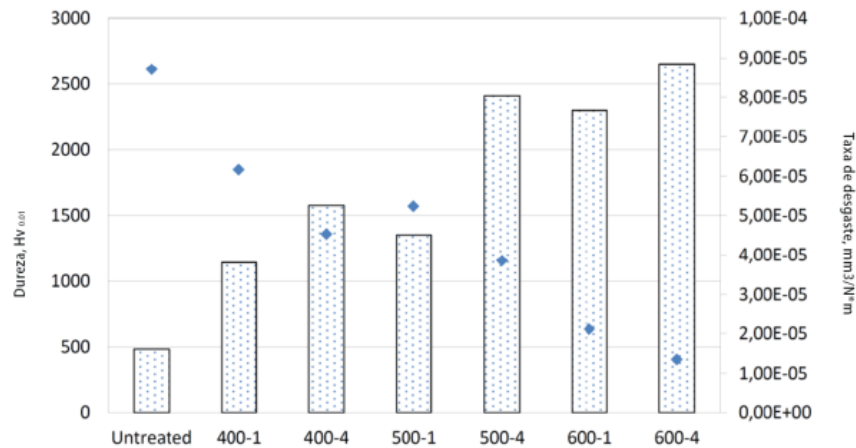


b) Temperatura 500 °C por 20 h



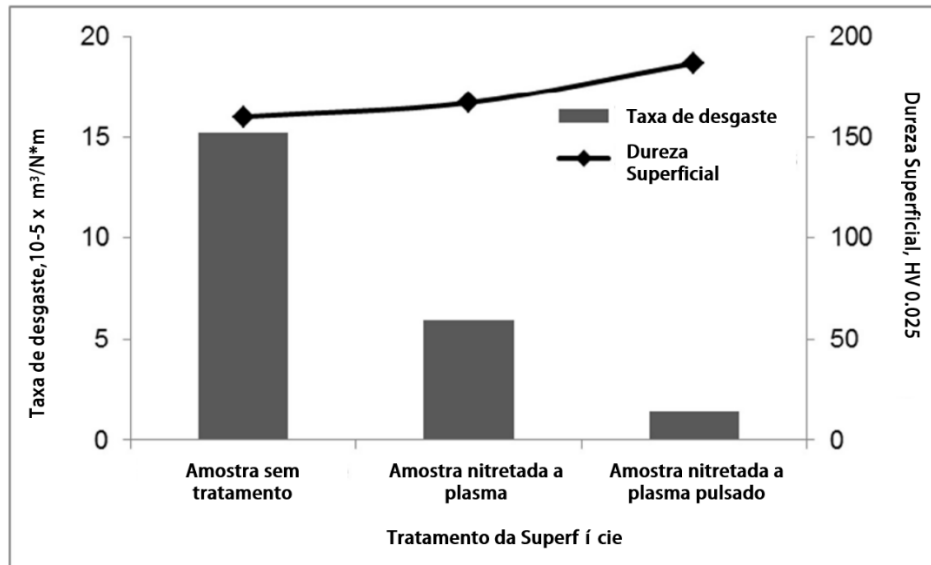
**Figura 28** - Análise de DRX das amostras de aço inox 316 nitretadas em gaiola catódica  
 Fonte: Adaptado de Li e Bell (2004).

Kovaci *et al.* (2012) realizaram sua pesquisa sobre a nitretação por plasma na liga de Inconel 718 considerando diferentes parâmetros para avaliação do comportamento tribológico do material Inconel 718. O desgaste foi investigado através do ensaio pino sobre disco, observando que o aumento da dureza depende diretamente do incremento do tempo e da temperatura do processo. Ocorre assim um endurecimento nas amostras nitretadas na ordem de 2 a 5 vezes, ajudando, por sua vez, a diminuição das taxas de desgaste. Nas medições de microdureza, a amostra sem tratamento obteve uma dureza de 500  $Hv_{0.01}$  e a amostra tratada a 600 °C e submetida ao tempo de processo de 4 horas apresentou uma dureza de aproximadamente 2600  $Hv_{0.01}$  e a taxa de desgaste muito menor, próxima de  $1,30E^{-05} mm^3/N.m$ .



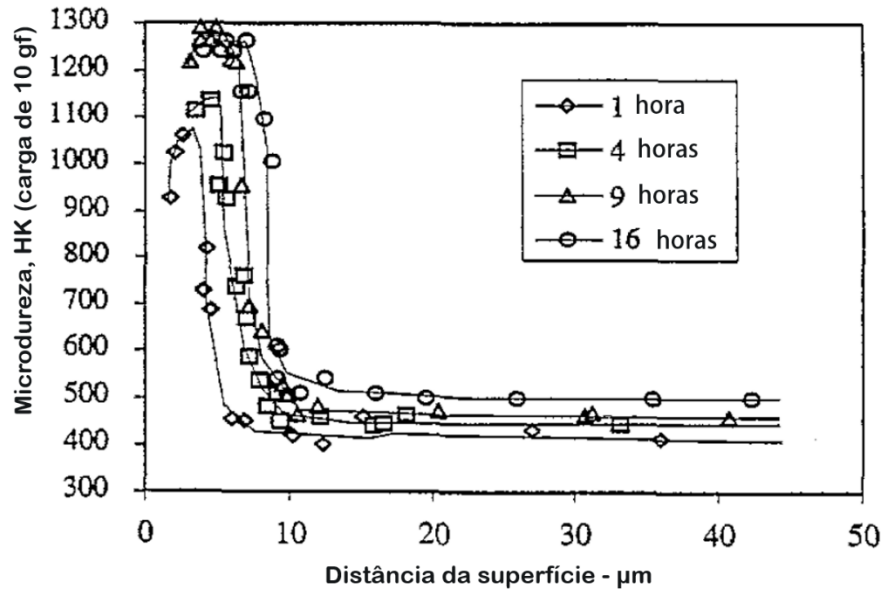
**Figura 29** - Valores de microdureza *versus* taxa de desgaste em amostras tratadas  
 Fonte: Adaptado de Kovaci *et al.* (2012).

Na comparação realizada por Mindivan e Mindivan (2013) entre os processos de nitretação por plasma e plasma pulsado nitretado foi utilizada uma mistura gasosa de 75% N<sub>2</sub> e 25% H<sub>2</sub> a uma pressão constante de 250 Pa e a temperatura do tratamento com plasma de 450 °C durante 12 horas. A temperatura do tratamento com plasma pulsado foi de 520 °C por 12 horas. Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio tribológico pelo método movimento alternado (*reciprocating*) com distância de deslizamento de 50 m, velocidade de deslizamento de 0,0128 m.s<sup>-1</sup>, temperatura ambiente (aproximadamente 25 °C) e umidade relativa de aproximadamente 30% sob condições de deslizamento a seco. O contracorpo foi esfera de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> com diâmetro de 10 mm e cargas normais de 10 N e 20 N, respectivamente. Através do equipamento Perfilômetro 2D foram realizadas as análises topográficas e a medição da taxa de desgaste, concluindo-se que a taxa de desgaste diminuiu após a nitretação, obtendo valores na amostra nitretada pulsada de 1,4 a 10<sup>-5</sup> m<sup>3</sup>/N.m. Houve também um aumento na dureza superficial de 160 HV<sub>0,025</sub> para 167 HV<sub>0,025</sub> e 187 HV<sub>0,025</sub> para amostras nitretadas com plasma e pulsado, respectivamente. Os valores estão demonstrados na Figura 30.



**Figura 30** - Taxa de desgaste e dureza superficial das amostras  
 Fonte: Adaptado de Mindivan e Mindivan (2013).

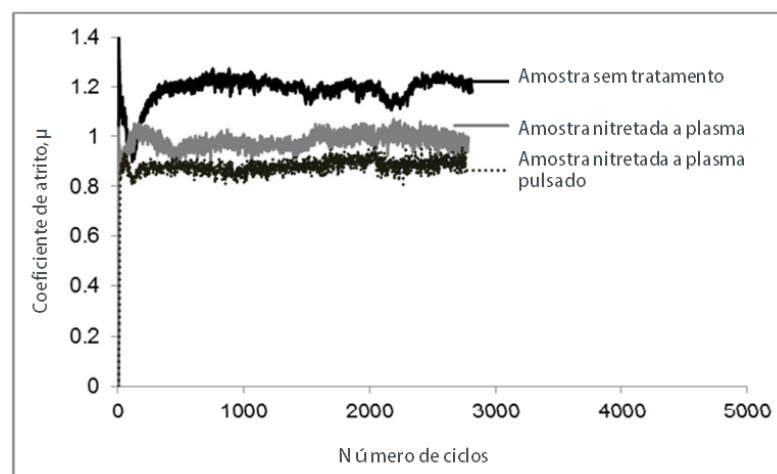
Outra investigação sobre a nitretação por plasma na liga de Inconel foi realizada por *Aw et al.* (1996). Estes pesquisadores estudaram o coeficiente de atrito e das superfícies desgastadas em amostras de Inconel submetidas ao processo de nitretação por plasma com uma mistura de gás  $\text{H}_2:\text{N}_2$  com proporção de 1:1 e temperaturas entre 550 e 750 °C por 9 horas de tratamento. Posteriormente foi realizado outro tratamento com o tempo de processo modificado para 1, 4 e 16 horas e temperatura de 600 °C. Em seguida, um terceiro roteiro de tratamento foi adicionado, ajustando a proporção de  $\text{H}_2:\text{N}_2$  para 1: 3, 3: 1 e 9: 1, e temperatura e tempo alterados para 600 °C e 9 horas de processamento. Concluiu-se, por meio da pesquisa, que o Inconel 718 tratado termoquimicamente pelo processo de nitretação por plasma obteve formação de uma camada de nitretos devido à precipitação do cromo proveniente do material base reagindo com o nitrogênio, formando, por sua vez, o CrN. Outro resultado importante encontrado foi com relação à dureza da superfície tratada, conforme visto na Figura 31, resultando no aumento de dureza de três vezes a mais que a condição original do Inconel 718. A caracterização mecânica do Inconel 718 com e sem tratamento realizado através da microdureza HK pode ser observada na Figura 31, notando-se que, após aproximadamente 10  $\mu\text{m}$ , há uma queda abrupta, caracterizando a espessura da camada.



**Figura 31** - Perfis de microdureza de Inconel 718 de nitretado a plasma

Fonte: Adaptado de Aw *et al.* (1996).

Nos ensaios tribológicos pelo método de movimento alternado realizados por Mindivan e Mindivan (2013) nas amostras de Inconel 600 foi observado que o coeficiente de atrito teve uma diminuição nos valores de 1,2 para 0,98 e 0,96. Esta diferença foi atribuída ao fato de que a camada de nitretos formados após o processo de nitretação por plasma a 450 °C por 12 horas e plasma pulsado a 520 °C por 12 horas.

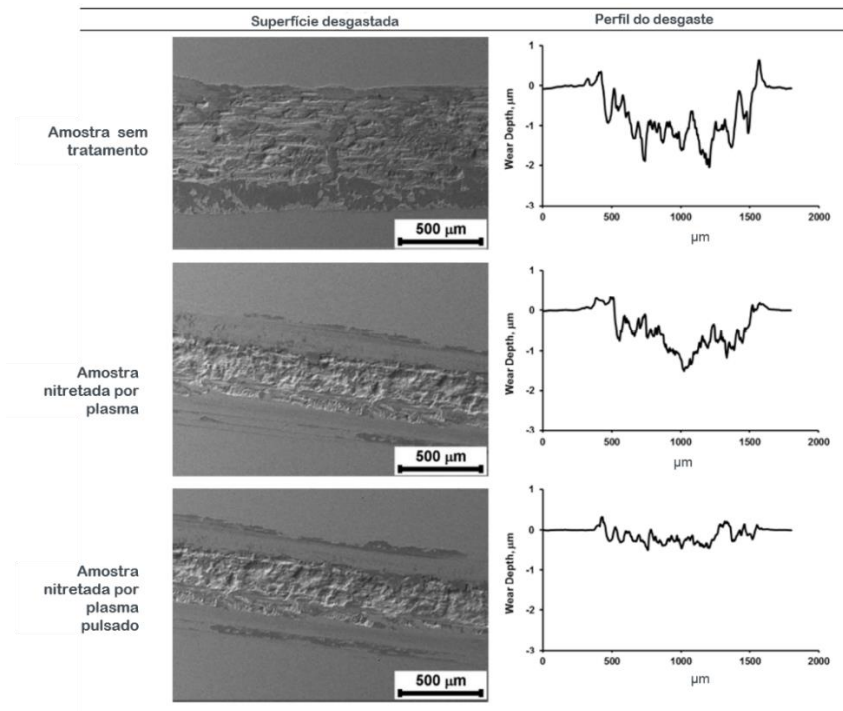


**Figura 32** - Coeficiente de atrito das amostras de Inconel 600 com e sem nitretação por plasma

Fonte: Adaptado de Mindivan e Mindivan (2013).

As superfícies desgastadas das amostras podem ser vistas na Figura 33. A amostra nitretada a plasma pulsado teve a menor profundidade e menor largura da trilha desgastada pela

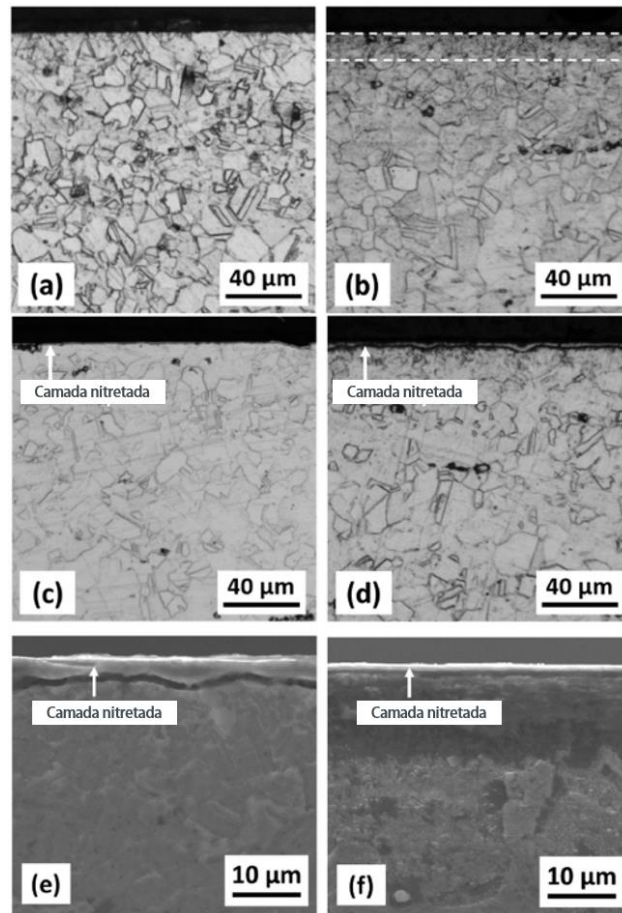
esfera de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  com aproximadamente  $0,5 \mu\text{m}$  de profundidade, enquanto que a profundidade da trilha desgastada na amostra de nitretação de plasma foi medida próximo de  $2,0 \mu\text{m}$  de profundidade. É fato que os processos de nitretação obtiveram resultados satisfatórios, ou seja, o tratamento de nitretação atingiu o propósito de diminuir o desgaste na superfície do material assim como de diminuir o coeficiente de atrito.



**Figura 33** - Imagens do MEV demonstrando o desgaste na superfície para as amostras com e sem nitretação

Fonte: Adaptado de Aw. *et al.* (1996).

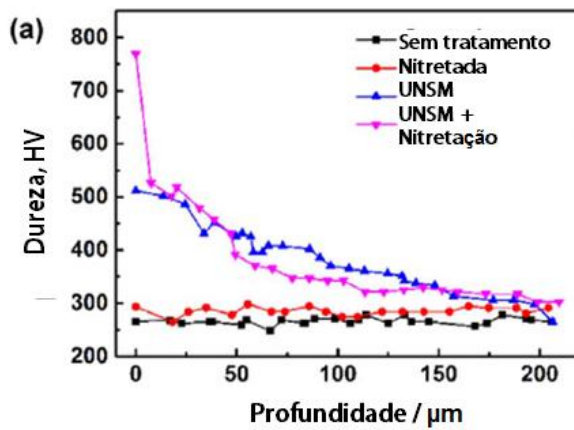
A pesquisa realizada por Zhang *et al.* (2017) teve por objetivo demonstrar a eficiência da nitretação por gás em baixa temperatura e posteriormente submeter a superfície tratada ao processo ultrassônico com nanocrystal (UNSM), e assim melhorar a resistência ao desgaste e à resistência à corrosão do Inconel 718. A Figura 34 mostra a microestrutura e a camada nitretada com uma espessura de aproximadamente  $15 \mu\text{m}$ .



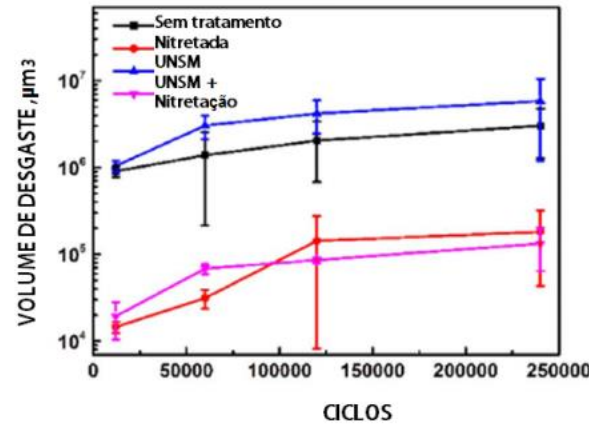
**Figura 34** - Microestrutura das quatro amostras Inconel 718: (a) Sem tratamento, (b) UNSM, (c) Nitretada (d) UNSM + Nitretação (e) Nitretada (ampliação) (f) UNSM + Nitretação (ampliação)

Fonte: Adaptado Zhang *et al.*, 2017.

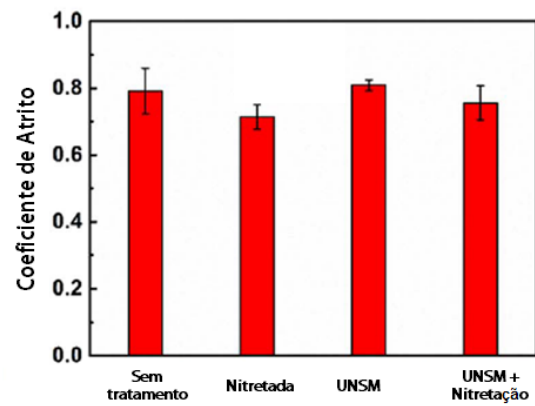
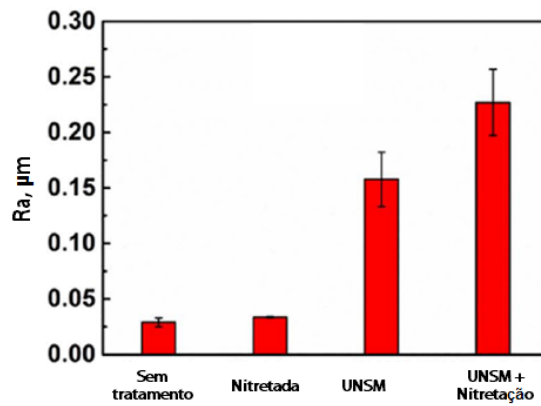
Após os processos de nitretação e UNSM, ensaios de desgaste foram executados através do teste de riscamento pelo método do movimento alternado com alta frequência (HFRR) em quatro amostras de Inconel 718 (1. Sem tratamento; 2. Superfícies tratadas UNSM; 3. Superfícies nitretadas e 4. Superfícies nitretadas UNSM). Para os testes foi utilizada uma esfera de carbeto de tungstênio. Cada teste foi de 1000 μm de distância, temperatura ambiente, sem lubrificante e frequência de 20 Hz com carga de 200 g. O volume desgastado da superfície foi medido em função dos ciclos de deslizamento, totalizando quatro repetições de 1200, 6000, 12000 e 24000 ciclos. Os autores afirmam que o processo UNSM reduziu a temperatura e a duração da nitretação do gás criando uma camada superficial nanocristalina. As amostras de nitretação com UNSM exibiram a maior dureza superficial e a menor taxa de desgaste média para os quatro grupos de amostras, conforme Figura 35 e Figura 36. Nota-se, na Figura 37, um aumento na rugosidade e uma pequena variação no coeficiente de atrito em torno de 0,8, possivelmente por não utilizar nenhum lubrificante nos testes de desgaste.



**Figura 35** - Dureza das amostras  
Fonte: Adaptado de Zhang *et al.* (2017).



**Figura 36** - Volume de desgaste das amostras  
Fonte: Adaptado de Zhang *et al.* (2017).



**Figura 37** - Rugosidade superficial e coeficiente de atrito antes e depois dos processos  
Fonte: Adaptado de Zhang *et al.* (2017).



### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção serão apresentados os procedimentos utilizados no desenvolvimento experimental do presente trabalho. Inicialmente foi realizada a usinagem dos corpos de prova e caracterização inicial, seguidas do tratamento de nitretação por plasma em gaiola catódica (ASPN) realizado pelo *Surface Engineering Group* da *University of Birmingham*, e, por fim, ensaios tribológicos de riscamento linear com carga variável e ensaio de movimento alternado com carga constante, além dos procedimentos empregados na caracterização das superfícies.

#### 3.1 MATERIAL E PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova utilizados para os experimentos foram confeccionados na liga de níquel Inconel 718. A liga à base de níquel foi fabricada pela empresa *Howco Group* (Reino Unido). A Tabela 8 mostra a composição química da mesma, estando em acordo com a Tabela 2 referente à Norma API6A718 (2004) e ainda balanceada pela adição de 18% de ferro no seu peso atômico. Também foi anexado no Apêndice A o certificado de fabricação do fornecedor da matéria-prima.

Como parte do processo de fabricação industrial do substrato, o mesmo foi submetido aos processos de tratamentos de solubilização com temperatura de 1089 °C pelo tempo de 1 h 05 min e seguido pelo processo de envelhecimento a uma temperatura de 788 °C por 7 horas. Estes processos de tratamentos no material são fundamentais para que o endurecimento por precipitação seja viável.

**Tabela 8** - Composição química da barra forjada de Inconel 718 em estado de fornecimento

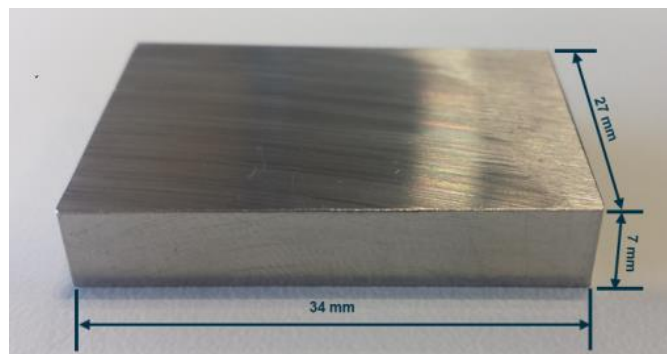
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.015	0.06	0.07	0.08	0.0006	18.62	2.88
Ni	Al	Cu	Ti	Nb	Co	B
53.5	0.52	0.08	1.02	4.99	0.18	0.00120

Fonte: Adaptado de Howco Group.

A preparação dos corpos de prova iniciou com a usinagem de madrilhamento para esquadrear barra forjada redonda de 2 ½" x 250 mm, obtendo as medidas finais com 34 por 27 mm. Posteriormente ao esquadrejamento da peça, a mesma foi seccionada em cortadeira para se obter espessuras próximas de 7 mm e finalizadas com o processo de retificação.

Antes do envio de 5 peças para o tratamento de nitretação por plasma em gaiola catódica, e a fim de se obter uma superfície mais regular e um melhor acabamento superficial para os processos termoquímicos, a superfície dos corpos de prova foi lixada, obedecendo à seguinte sequência de lixas: mesh 320,600 e 1200.

As dimensões finais e o acabamento da superfície do corpo de prova são apresentados na Figura 38.



**Figura 38** - Corpo de prova Inconel 718 antes do envio para ASPN

Fonte: Autoria própria.

### 3.2 PROCESSO DE NITRETAÇÃO POR PLASMA EM GAIOLA CATÓDICA

O processo de nitretação assistido por plasma em gaiola catódica (ASPN) foi realizado na *Surface Engineering* da University of Birmingham, no Reino Unido.

Os corpos de prova foram submetidos ao tratamento termoquímico, conforme Tabela 9.

**Tabela 9** - Parâmetros utilizados no processo de nitretação

Substrato	Temperatura [°C]	Duração [horas]	Mistura [%]	Pressão [mbar]
Inconel 718	400	20	25%N <sub>2</sub> + 75%H <sub>2</sub>	0,75 mbar

Fonte: Autoria própria.

### 3.3 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

As análises das superfícies dos corpos de provas em tratamento e tratadas termoquimicamente foram analisadas por Microscopia Ótica, Difratometria de raios X, Interferometria 3D e Microscopia Eletrônica de Varredura, Medição de Dureza Vickers e Nanodureza Berkovich.

### 3.3.1 Microscopia Ótica

A fim de se obter uma análise superficial dos resultados logo após ensaios, verificar a estrutura dos corpos de prova e caracterizar as alterações ocorridas na superfície com ou sem tratamento, todos os corpos de prova foram observados no microscópio da marca Olympus BX51 com ampliações entre 50 e 1000x. Esse equipamento possui um sistema de aquisição de imagem acoplado a um computador provido de um software (Image Pro-Plus®) como ferramenta de auxílio para análise das imagens capturadas.

### 3.3.2 Difração de raios X (DRX)

A difração de raios X foi utilizada com o intuito de identificar de forma qualitativa as fases presentes na microestrutura dos corpos de prova de Inconel e nitretadas. As análises foram realizadas com o difratômetro Shimadzu XRD-7000 utilizando-se radiação incidente CuK- $\alpha$  ( $\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$ ), corrente de 30 mA e tensão de 40 kV, ângulo de incidência rasante de  $5^\circ$ , com a faixa de ângulo de varredura  $2\theta$  entre 30 a  $100^\circ$  e velocidade de varredura de  $2^\circ/\text{min}$ .

### 3.3.3 Análise topográfica

Para a análise topográfica dos corpos de prova foi utilizado o equipamento *Talysurf CCI Lite Non-contact 3D Profilometer* marca Taylor Hobson, de resolução vertical 0,01 nm ( $0,1^\circ \text{ A}$ ) pertencente à Universidade Tecnológica Federal do Paraná, locado no Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais. O perfilômetro sem contato 3D foi utilizado para medição da rugosidade expressa pelo parâmetro  $S_q$  (rugosidade média quadrática). A comparação das médias dos resultados foi de 3 medições nos corpos de provas em tratamento e nitretados.

### 3.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Por meio da análise via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi possível realizar dois tipos de análise nos corpos de prova e esferas utilizadas nos presente trabalho: i) analisar de forma qualitativa a composição química elementar da liga Inconel 718 através do espectrômetro de energia dispersiva acoplado ao equipamento, visto que esta análise de composição química do material foi realizada a partir da média de três medições obtidas em

três regiões diferentes dos corpos de prova e ii) analisar mecanismos de desgaste e observar a superfície dos corpos de prova após os ensaios tribológicos, gerando imagens das trilhas desgastadas para auxiliar na observação de partículas aderidas nas superfícies das esferas e/ou superfícies dos corpos de prova, deformações plásticas e os perfis dos riscos. Para se obter uma melhor resolução das imagens e magnificação das trilhas desgastadas, as mesmas foram recobertas de ouro (*sputtering*) melhorando o nível de emissão de elétrons, o que facilitou a construção da imagem, além de aplicar a técnica de elétrons retroespalhados (*backscattering electron - BSE*). O equipamento utilizado para as análises foi o EVO MA 15, da marca Zeiss, locado no Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

### **3.3.5 Microdureza Vickers**

Com a necessidade em atingir profundidades de indentação bastante baixas devido à espessura da camada nitretada ser muito fina, a caracterização mecânica das superfícies foi realizada pelo ensaio de microdureza Vickers. Para a avaliação e comparação da dureza das superfícies tanto dos corpos de provas em tratamento e dos corpos de prova tratados, as medições de dureza foram determinadas pela média aritmética de 3 medições de topo com um microdurômetro marca Mitutoyo modelo HM-200 Series. Foi utilizado um indentador de diamante piramidal tipo Vickers pertencente ao laboratório de materiais da Universidade Positivo, Campus Ecoville. O ensaio foi realizado conforme recomendações da norma NBR 6672 (1981), sendo aplicada uma carga de 0,05 N e adicionalmente 0,025 N durante um tempo de 10 segundos. O valor de dureza para cada profundidade foi calculado automaticamente pelo equipamento.

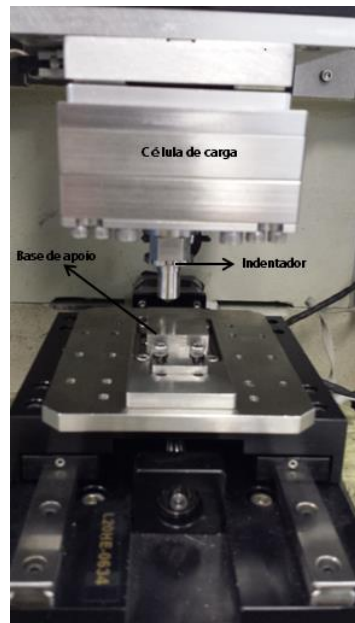
### **3.3.6 Nanodureza Berkovich**

Um segundo procedimento para a avaliação de dureza foi realizado para complementar a caracterização mecânica utilizando a técnica de nanodureza. No total foram 18 medições de nanodureza de topo realizadas na camada nitretada e numa região externa ao tratamento. O equipamento utilizado foi o ZHN – Sistema Universal de Testes Nanomecânicos da *ASMEC Zwick Roell* pertencente ao Laboratório de Propriedades Nanomecânicas da Universidade Federal do Paraná.

A carga aplicada foi de 10 g (100 mN), com indentedor piramidal de diamante do tipo Berkovich, sendo possível determinar a nanodureza e o módulo de elasticidade  $E$ , sendo este calculado de acordo com a norma ISO 14577 (2007) por meio da utilização do método de extrapolação potencial para determinação do módulo de elasticidade.

### 3.4 ENSAIOS TRIBOLÓGICOS

Os ensaios tribológicos de riscamento linear e movimento alternado foram realizados com o equipamento tribômetro do fabricante *Bruker*, modelo CETR-UMT, conforme mostrado na Figura 39. Este equipamento se encontra na UTFPR, campus Curitiba/Ecoville, no Laboratório de Superfícies e Contato (LASC).



**Figura 39** - Tribômetro utilizado nos ensaios tribológicos de riscamentos e movimento alternado

Fonte: Autoria própria.

#### 3.4.1 Ensaios de riscamento linear (*Scratch Test*)

Para definição da carga normal aplicada no ensaio de riscamento a seco utilizou-se uma rampa de carga variável entre 2 N a 8 N. A frequência de 5 Hz com a condição de velocidade de 0,17 mm/seg foi iniciada tomando-se como base os estudos feitos por Rovani *et al.* (2017). Os ensaios foram realizados tanto no substrato de Inconel 718 quanto na superfície

ASPN, com o objetivo de determinar a carga crítica da camada nitretada, em outras palavras, a carga correspondente à falha da camada.

Os ensaios de riscamento foram feitos com o tribômetro *UMT Multi-Specimen Test System*, CETR, com célula de carga CETR, modelo DFH-1 de 0,1 a 10 N, com 0,5 mN de resolução. Foi aplicada carga máxima de 8 N, referente a 80% do valor de fundo de escala da célula de carga. O penetrador utilizado foi de diamante tipo Rockwell C (cone de diamante com 120° de conicidade) com um raio de 0,2 mm; deslizando sem lubrificação a uma velocidade de 0,17 mm/seg.

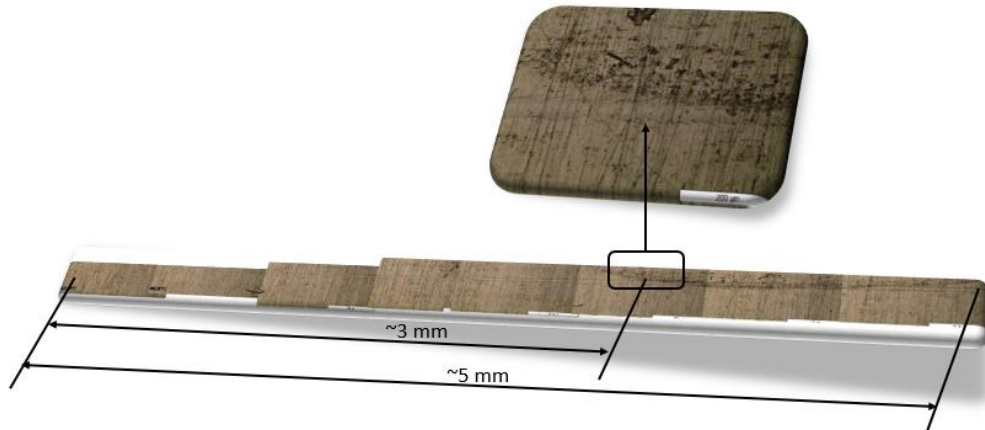
Para o ensaio de riscamento, os corpos de prova foram fixados na base do equipamento para aplicação da carga variável com o indentador contra as superfícies dos corpos de prova. Os ensaios foram realizados nos corpos de provas em tratamento e nos corpos de prova nitretados por plasma (ASPN) com as mesmas velocidades e trilhas de 5 mm de comprimento para todas as condições. Cada configuração de ensaio foi repetida 3 vezes.

A partir do ensaio de riscamento foram determinados os valores dos coeficientes de atrito das amostras e, posteriormente, calculados os valores do fator de abrasão (*fab*). A fim de evitar influências das características do equipamento, foi selecionado o trecho entre 1 a 3 mm de distância a partir do início da trilha para se obter os valores do coeficiente de atrito. Os valores finais gerados correspondem às médias de cada trilha (riscamento), calculando-se a média das médias dos três riscamentos acrescida de seu respectivo desvio padrão. Estes trechos podem influenciar os resultados do coeficiente de atrito devido à inércia no início da trilha e à frenagem do sistema (cabecote) no final da trilha.

Após os ensaios o perfil da trilha foi analisado segundo a utilização de um interferômetro óptico *Taly Surf CCI Lite*. Para cada amostra foram obtidos os parâmetros Sq dentro e fora da trilha desgastada assim como volume de desgaste das trilhas.

#### 3.4.1.1 Determinação da carga crítica

Nesta configuração do ensaio de riscamento, a trilha gerada foi de 5 mm. O indentador de diamante tipo Rockwell C teve um deslocamento longitudinal linear com uma carga inicial de 2 N ao longo da trilha até atingir gradualmente a carga máxima de 8 N. Durante os ensaios de riscamento na região próxima de 3 mm a superfície nitretada apresentou trincas equivalentes a 4,48 N, caracterizando o início da falha da camada, conforme Figura 40. Este valor de 4,48 N obtido no ensaio de riscamento linear como carga crítica foi extrapolado para 5 N como a carga aplicada nos ensaios de movimento alternado.



**Figura 40** - Evolução do riscamento com carga variável de 2 a 8 N  
Fonte: Autoria própria.

### 3.4.2 Ensaios pelo método do movimento alternado

Os ensaios do presente trabalho foram realizados no tribômetro CETR<sup>®</sup>, modelo *UMT Multi-Specimen Test System*, com célula de carga CETR, modelo DFH-1 de 0,1 no módulo linear com carga constante para o ensaio de movimento alternado. Foram definidas como contracorpos esferas que foram fixadas em um porta-esfera em uma suspensão (mola plana), sendo uma de aço AISI 52100 e a outra de cerâmica de nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), ambas com 4 mm de diâmetro. Cada configuração de ensaio foi repetida 3 vezes, resultando em 12 ensaios no total. Durante os ensaios de movimento alternado todos os corpos de prova foram submersos em meio interfacial de solução salina artificial (3,5% Vol. NaCl) devido às condições submarinas de aplicação em que os materiais do trem de acionamento da válvula (motivação do trabalho) estavam expostos.

Como determinado em ensaio de riscamento, a carga limite para trincamento foi de 4,48 N. Com base neste valor se optou por utilizar uma força aplicada de 5 N, com um tamanho da trilha de 5 mm. O tempo de 600 segundos foi inicialmente ajustado devido à tendência de estabilidade do coeficiente de atrito (COF); posteriormente, porém, este tempo foi extrapolado para 1800 segundos, pois, para algumas condições específicas de ensaio, se percebeu a necessidade de um maior tempo necessário para estabilizar o COF.

O coeficiente de atrito foi calculado a partir da média dos valores médios de 3 repetições de ensaio. Para tanto, não foi considerado o regime transiente inicial, pois o coeficiente de atrito varia significativamente neste período. A determinação do início do regime permanente de atrito foi feita de forma visual por meio da observação das figuras de COF em função do tempo de ensaio.

Na Tabela 10 estão descritas as configurações dos ensaios de movimento alternado realizados.

**Tabela 10 - Configurações dos ensaios de movimento alternado**

Variável	Corpos de prova (Inconel e ASPN)
Carga Normal [N]	5
Amplitude [mm]	5
Velocidade [Hz]	5
Duração [segundos]	600 e 1800
Diâmetro esfera [mm]	4

Fonte: Autoria própria.

Para facilitar a discussão dos resultados, a Tabela 11 apresenta a nomenclatura utilizada para cada configuração de ensaio.

**Tabela 11 - Nomenclatura dos ensaios de movimento alternado**

Contracorpo	Inconel 718	ASPN
Esfera de Aço	INC_Aço	ASPN_Aço
Esfera de Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	INC_Si	ASPN_Si

Fonte: Autoria própria.

### 3.4.3 Análise das pistas desgastadas

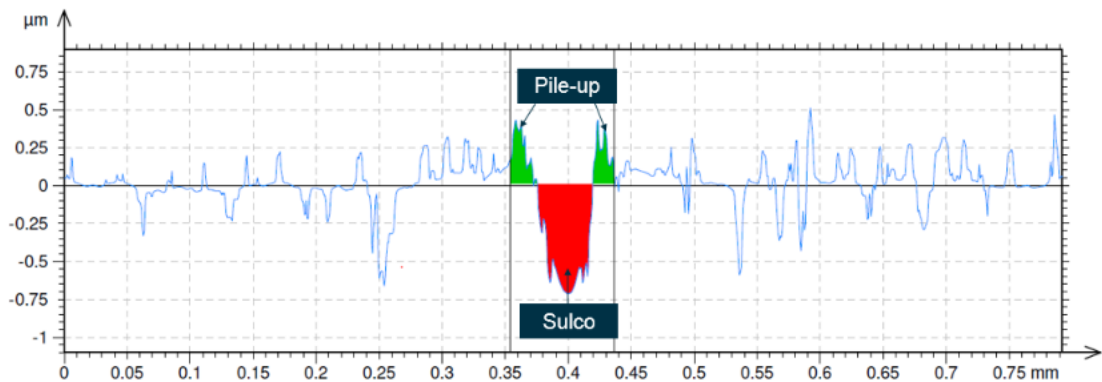
Posterior a cada ensaio de riscamento e de movimento alternado, foi medida a largura do sulco da trilha e o volume desgastado. Para isto, foi utilizada a técnica de interferometria 3D para análise topográfica com o equipamento *Talysurf CCI lite Non-contact 3D Profilometer* marca Taylor Hobson. As análises de volume de desgaste nas trilhas foram realizadas na seção transversal dos riscos no início, meio e fim da trilha. Para cada trilha foram feitas 3 medidas em posições aproximadamente equidistantes. O primeiro perfil de análise na seção transversal da trilha foi extraído a 0,5 mm na trilha do início com a respectiva carga normal – 2,26 N de carga. As medidas no centro da trilha foram a 2,5 mm e carga normal de 4 N e no final a 0,5 mm com 5,93 N antes do final da trilha. Os valores obtidos foram a profundidade, largura e extensão da trilha, área do material de transferência para as bordas do risco e a área do sulco por onde o indentedor percorreu.

Para determinação do fator de abrasão (*fab*), conforme demonstrado na seção 0 através da Equação 1, os valores selecionados das áreas para o cálculo foram as medidas das seções



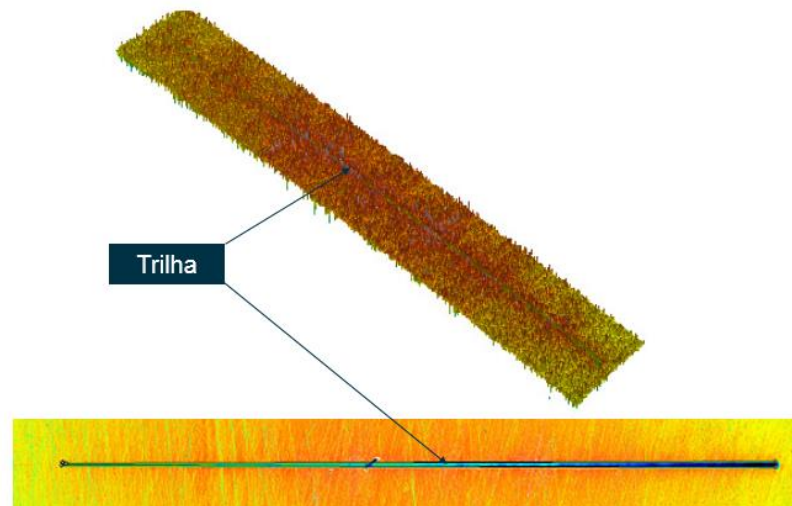
transversais do riscos antes da carga crítica, correspondente à carga de 2,26 N. Foi possível, assim, a medição da profundidade e da área do sulco e o material empilhado (*pile-up*) lateralmente da trilha, conforme demonstrado nas Figura 41 e Figura 42.

A Figura 41 apresenta as áreas destacadas na cor verde, que é o material deslocado plasticamente na direção das bordas do sulco, ou seja, medida do volume dos *pile-up*, assim como as áreas em vermelho, que são os sulcos formados pelo indentedor. Os resultados obtidos pela interferometria 3D são dados de entrada para o cálculo do fator de abrasão.



**Figura 41** - Exemplo de perfil da trilha após ensaio de riscamento

Fonte: Autoria própria.

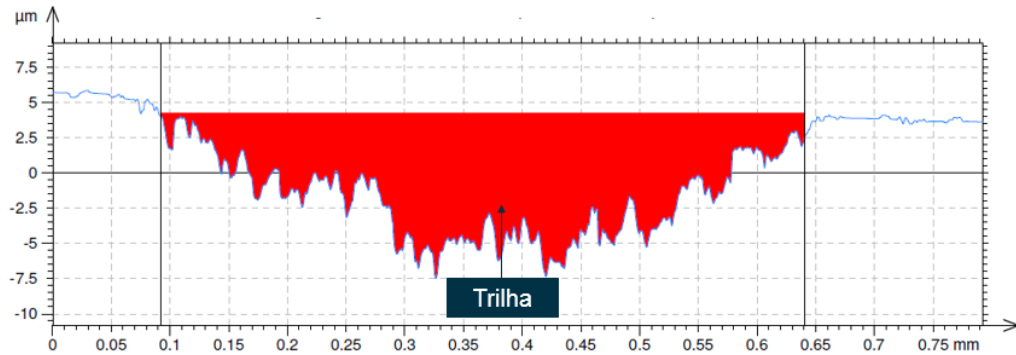


**Figura 42** - Exemplo da topografia da trilha feita por riscamento

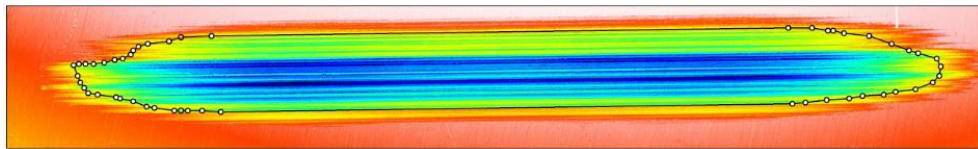
Fonte: Autoria própria.

Para medição do volume do desgaste da trilha após ensaios de movimento alternado, foi analisada a seção transversal da trilha desgastada em 5 posições diferentes e equidistantes a cada 1 mm. O volume do desgaste foi considerado a área inferior da seção transversal da trilha, conforme destacado em vermelho na Figura 43, pois, somando as 5 posições, tem-se a medida

do volume desgastado da trilha. A área total analisada está representada na vista de topo da trilha, de acordo com a Figura 44.



**Figura 43** - Exemplo de seção transversal do perfil da trilha desgastada após ensaio de movimento alternado  
Fonte: Autoria própria.



**Figura 44** - Exemplo de topografia da trilha desgastada  
Fonte: Autoria própria.

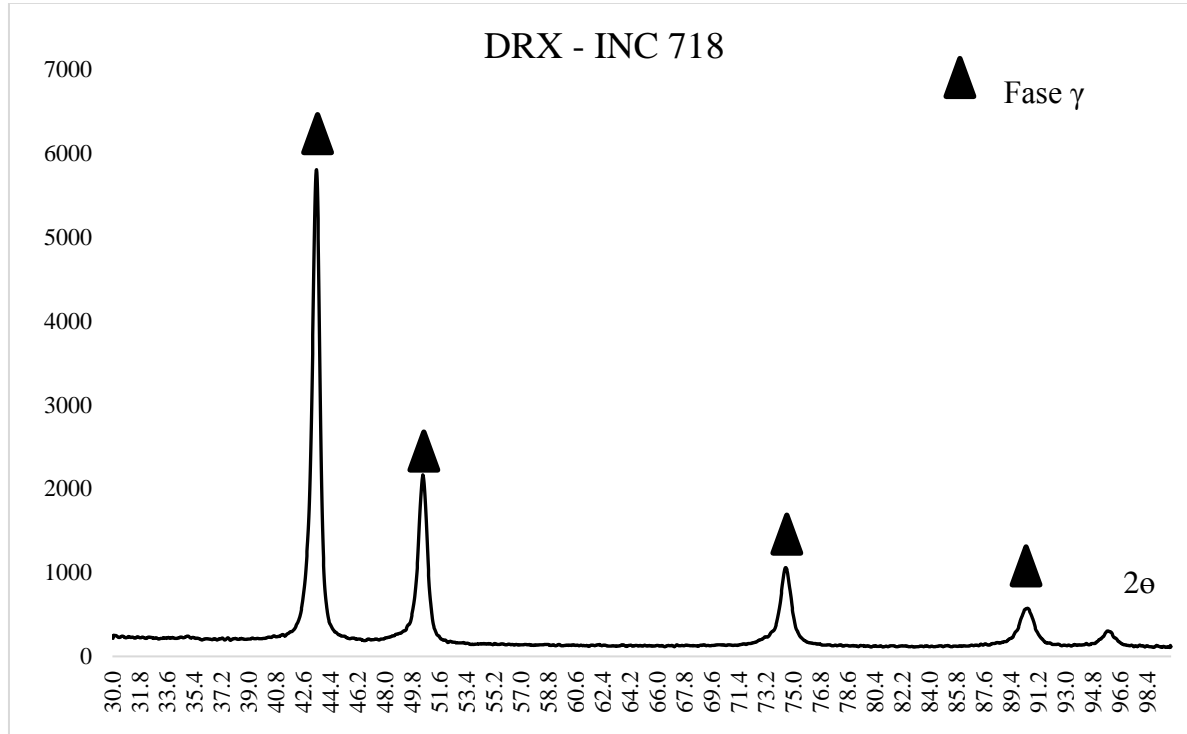
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados os resultados de caracterização e o estudo tribológico dos corpos de prova estudados. Os resultados a serem discutidos foram obtidos através dos ensaios tribológicos de riscamento sem lubrificação, e com o sistema de movimento alternado, submerso em solução artificial salina artificial (3,5% Vol. NaCl).

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO INICIAL DOS CORPOS DE PROVA

Com o objetivo de identificar as fases presentes no Inconel 718, assim como as fases e precipitados formados na camada nitretada, foi utilizada a técnica de difratometria de raios X (DRX) em 1 (uma) amostra para cada condição.

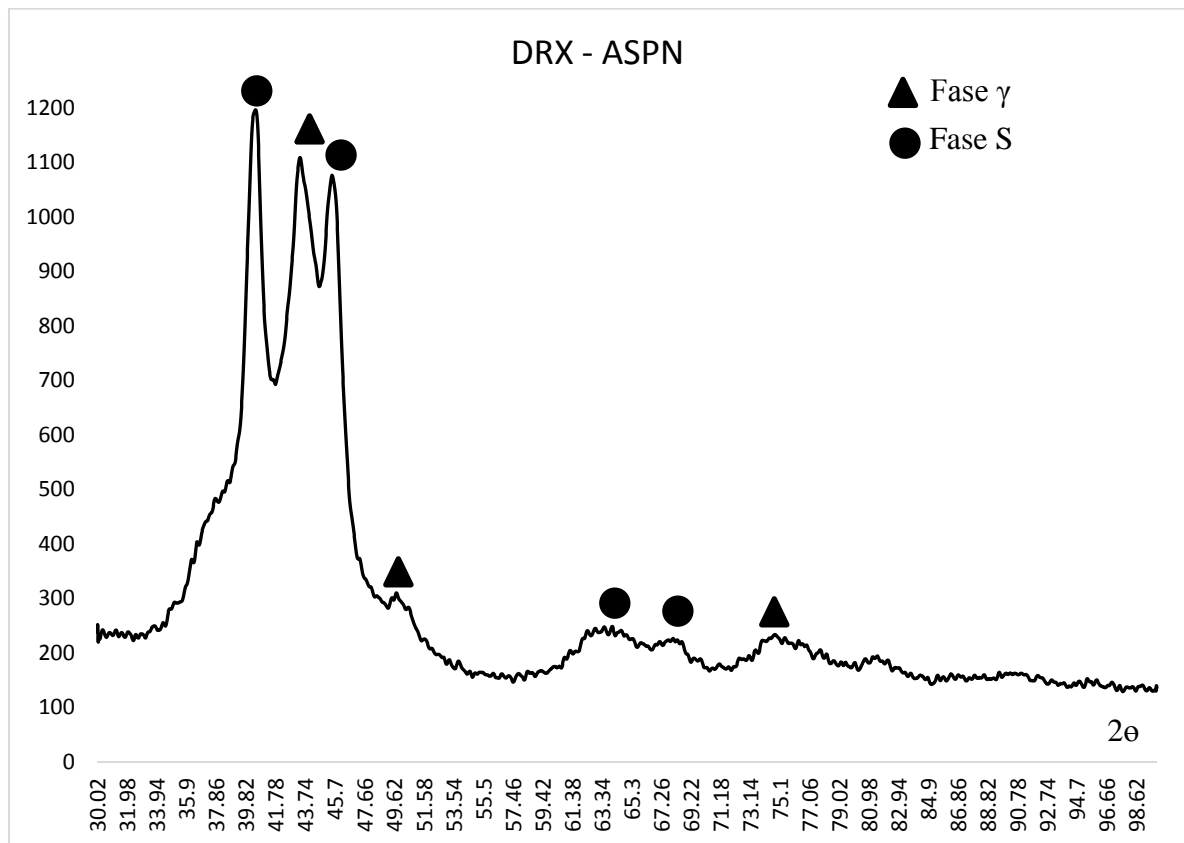
De acordo com padrões de difratometria de raios X obtidos, evidencia-se uma predominância da fase  $\gamma$  no corpo de prova sem tratamento, conforme apresentado na Figura 45 com indexação dos picos definidos da fase gama ( $\gamma$ ) em  $2\theta$  para  $43,5^\circ$ ,  $50,7^\circ$ ,  $74,5^\circ$  e  $90,6^\circ$ .



**Figura 45** - Análise qualitativa DRX para o Inconel 718 sem tratamento

Fonte: Autoria própria.

Para amostra de Inconel nitretada por plasma a Figura 46 apresenta a carta da difratometria de raios X com a indexação dos picos da liga e precipitados sendo possível identificar, a partir dos padrões de DRX, a presença de austenita expandida (fase -S) com pico de indexação em  $2\theta$  para  $40,4^\circ$ ;  $45,6^\circ$ ;  $63,5^\circ$  e  $68^\circ$  e fase  $\gamma$  a  $43,5^\circ$ ;  $49,7^\circ$ ;  $50,7^\circ$  e  $74,5^\circ$ . Não foi observada a presença de nitreto de cromo na análise de DRX. Isso muito provavelmente se deve à temperatura do processo de nitretação por plasma ter sido abaixo de  $500^\circ\text{C}$ . No estudo realizado por Li e Bell (2004) no aço austenítico 316 nitretado por plasma, também foi observada a formação de fase S no substrato quando este foi submetido à nitretação a  $420^\circ$  enquanto que a  $500^\circ\text{C}$  o substrato apresentou formação de precipitado de CrN na superfície.



**Figura 46** - Análise qualitativa DRX para o Inconel 718 após nitretação por plasma  
Fonte: Autoria própria.

Na Tabela 12 são apresentados os valores de dureza determinados na escala Vickers com diferentes cargas para a amostra de Inconel 718 não tratada e na amostra nitretada a plasma em gaiola catódica.

O aumento na dureza para os corpos de prova nitretada é decorrente da difusão química de átomos nas regiões subsuperficiais. Pode-se notar um aumento na dureza das superfícies após nitretação de mais de duas vezes quando comparado ao material sem tratamento.

Caetano *et al.* (2003) concluem, em seu trabalho, que o aumento da dureza superficial é devido à formação de uma camada supersaturada de nitrogênio, chamada de fase S, conforme visto na Figura 46.

**Tabela 12** - Dureza Vickers dos corpos de prova

Corpo de prova	Dureza Vickers (HV <sub>0,025</sub> )	Dureza Vickers (HV <sub>0,050</sub> )
Inconel 718	590 ± 20	530 ± 10
ASPN	1530 ± 60	1200 ± 100

Fonte: Autoria própria.

A Tabela 13 apresenta os valores da nanodureza Berkovich, assim como o módulo de elasticidade. Os valores apresentados seguem as mesmas características da medição de microdureza, confirmando um aumento de mais que o dobro entre a amostra sem tratamento com uma nanodureza de 5,11 GPa contra a amostra com tratamento tendo o valor de 13,46 GPa, demonstrando a efetividade do tratamento de nitretação no endurecimento superficial do material.

**Tabela 13** - Nanodureza Berkovich e Módulo de elasticidade dos corpos de prova

Corpo de prova	Nanodureza Berkovich [GPa]	Módulo de Elasticidade [GPa]
Inconel 718	5,11± 0,25	204± 7
ASPN	13,5 ± 0,6	222± 5

Fonte: Autoria própria.

A rugosidade média quadrática (parâmetro Sq) dos corpos de prova está apresentada na Tabela 14. Após a nitretação, a rugosidade Sq aumentou em duas vezes em relação ao valor da superfície sem tratamento.

Borowski *et al.* (2009) notaram que houve um aumento da rugosidade superficial da liga após a nitretação a plasma, devido à operação de *sputtering* catódica empregada com o objetivo de ativar os fenômenos necessários para a formação da camada nitretada, ou seja, processos de difusão. No processo de nitretação em gaiola o processo de *sputtering* dos átomos se dá sobre a gaiola, o que evita que a superfície das amostras sofra qualquer dano ou algum efeito superficial indesejável (ARAÚJO, 2006). O *sputtering* em gaiola catódica está em menor taxa quando comparado ao processo de nitretação por plasma convencional, ou seja, a probabilidade do aumento da rugosidade ser oriunda do *sputtering* é bem menor. Outra suposição sobre o aumento da rugosidade seria em função da formação da fase S. Pina *et al.*

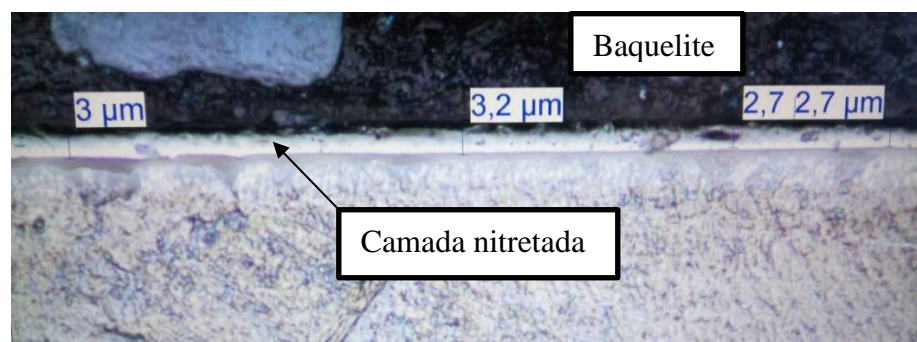
(2007) observaram que, após a nitretação a 400 °C do aço inoxidável austenítico Ortron 90, houve um aumento da rugosidade devido à supersaturação do nitrogênio modificando assim a microestrutura com a formação da fase S. Jing *et al.* (2016), nos estudos realizados no substrato Inconel 718, também identificaram a formação da fase S em amostras nitretadas a temperaturas de até 475 °C por até 8 h, que apresentaram bandas de deslizamento nos grãos superficiais. Jing *et al.* (2016) e Dong (2010) notaram que as bandas de deslizamentos formadas seguem a orientação dos grãos do substrato, podendo ser um indicativo de formação plástica na superfície e, conseqüentemente, no aumento da rugosidade superficial, conforme pode ser constatado na Tabela 14.

**Tabela 14** - Valores médios do parâmetro de rugosidade  $S_q$  ( $\mu\text{m}$ ) dos corpos de prova em estudo

Corpo de prova	$S_q$ ( $\mu\text{m}$ )
Inconel 718	$0,081 \pm 0.007$
ASPN	$0,153 \pm 0.004$

Fonte: Autoria própria.

Através do microscópio óptico foi possível realizar a medição da camada nitretada obtendo o valor médio de 2,9  $\mu\text{m}$  de espessura, conforme Figura 47.



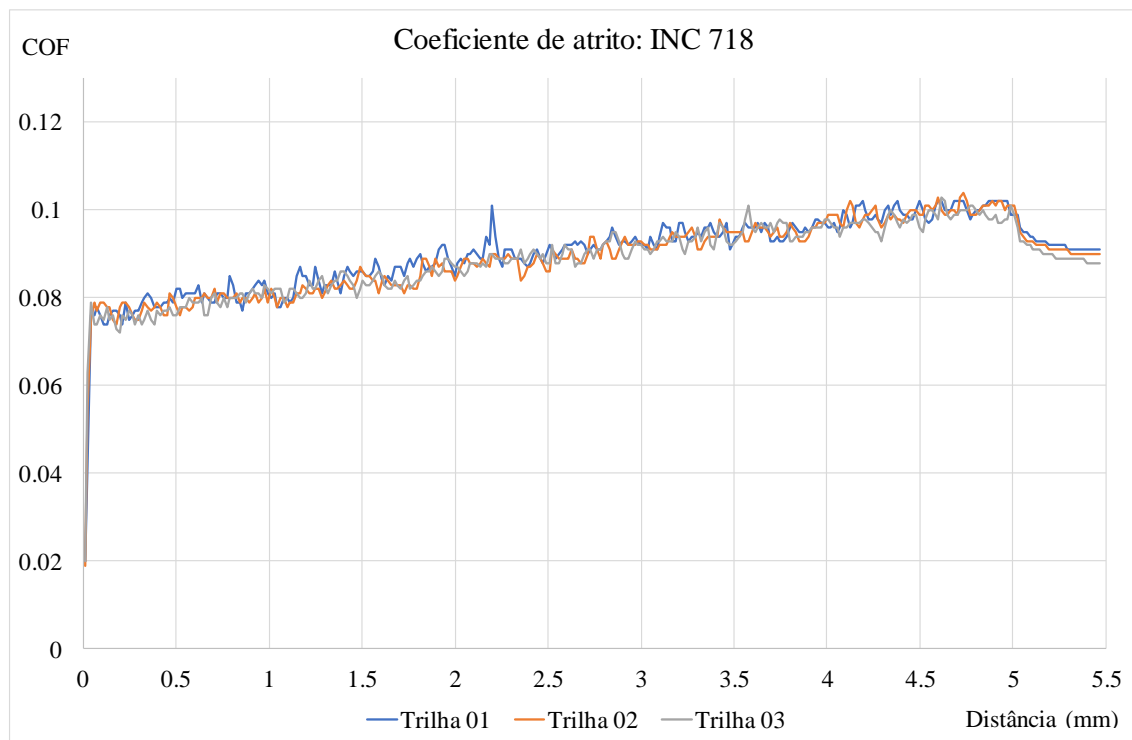
**Figura 47** - Camada nitretada

Fonte: Autoria própria.

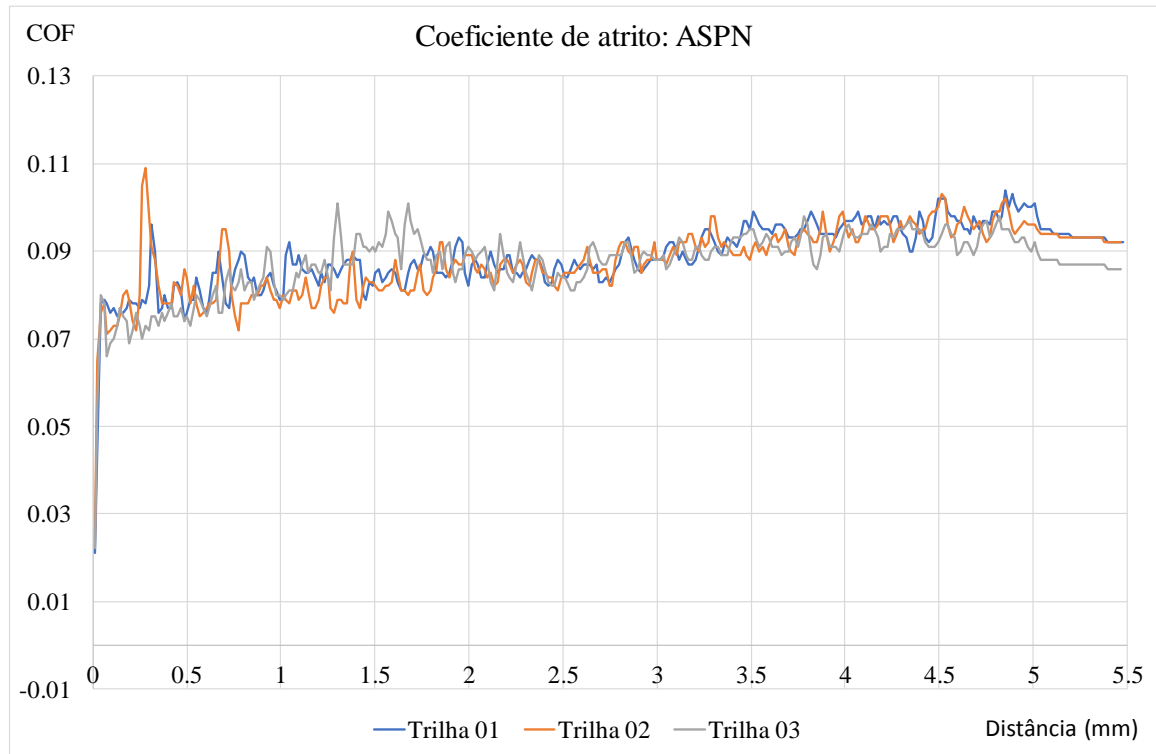
## 4.2 ANÁLISE DO ENSAIO DE RISCAMENTO

Conforme descrito no item 0, durante o ensaio de riscamento para determinação da carga crítica nas superfícies foi aplicada uma carga variável de 2 N a 8 N por meio do indentador do tipo Rockwell C ao longo de uma trilha de 5 mm.

As Figura 48 e 49 apresentam as curvas do coeficiente de atrito em função da distância em milímetros (mm) percorrida pelo indentador de cada riscamento.



**Figura 48** - Coeficiente de atrito do corpo de prova Inconel 718 em ensaio de riscamento  
Fonte: Autoria própria



**Figura 49** - Coeficiente de atrito do corpo de prova Inconel 718 nitretado em ensaio de riscamento  
Fonte: Autoria própria.

Pode-se observar uma tendência de aumento do valor do coeficiente de atrito à medida que a carga aplicada aumentou, de modo que o máximo valor atingido riscando a amostra de Inconel 718 foi de 0,104; enquanto que na amostra nitretada este valor foi de 0,109. Como parte deste valor reflete o atrito acima da força crítica de 4,48 N, no caso da superfície nitretada, o COF médio foi calculado considerando valores anteriores a este evento e de modo que a parcela de atrito estático fosse igualmente desconsiderada. Desta forma, os valores médios de atrito entre a distância de 1 a 3 mm estão apresentados na Tabela 15.

**Tabela 15** - Coeficientes de atrito médio entre 1 e 3 mm de distância percorrida no ensaio de riscamento linear

Corpo de prova	COF
Inconel 718	0,087± 0,004
ASPN	0,086 ± 0,004

Fonte: Autoria própria.

É possível verificar na Tabela 15 o coeficiente de atrito entre as superfícies antes e após o tratamento termoquímico. Comparando ambos os resultados do coeficiente de atrito



(antes e depois da nitretação), pode ser verificado que não há diferença, levando-se em conta o desvio padrão dos respectivos resultados. De acordo com a literatura, muitos estudos apontam diminuição no coeficiente de atrito após o processo de nitretação por plasma, ou seja, o COF da amostra nitretada deveria ser menor, porém não ocorre este comportamento no presente estudo, e sim uma similaridade nos valores resultantes do COF para ambas as amostras. Esta semelhança no COF pode ser associada à maior rugosidade do corpo de prova ASPN. De fato, uma maior flutuação nos valores de atrito é percebida ao longo da trajetória neste corpo de prova, o que pode ser devido à resistência imposta pela maior rugosidade.

Para auxiliar na análise, as seções transversais foram analisadas, de modo que o fator de abrasão (*fab*) para cada amostra pudesse ser calculado. Este fator poderia ser calculado para diferentes distâncias, mas, novamente, devido à mudança de regime de deformação, sendo que a camada nitretada chegou a apresentar trincas para cargas mais elevadas, o fator foi calculado para uma distância percorrida inicial de 0,5 mm correspondente à carga de 2,26 N.

A Tabela 16 apresenta o fator de abrasão calculado para as amostras ensaiadas. A amostra nitretada apresentou menor *fab* com a carga normal aplicada de 2,26 N, indicando tendência à maior formação de bordas (*pile-up*). A amostra não tratada apresentou maior *fab*, ou seja, houve maior tendência ao mecanismo de corte ser mais efetivo na ausência do tratamento termoquímico.

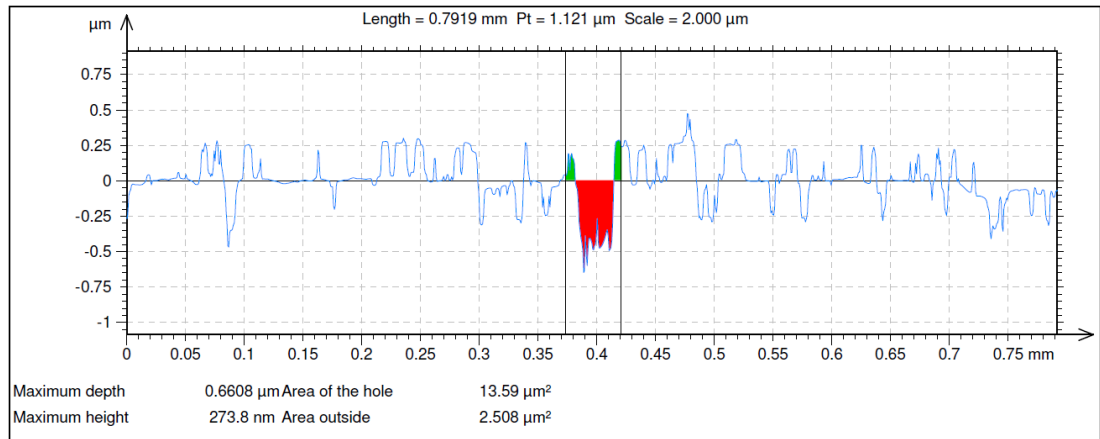
**Tabela 16** - Fator de abrasão após ensaio de riscamento linear – (*Fab*)

Corpo de prova	<i>Fab</i> (distância de 0,5 mm)
Inconel 718	0,76
ASPN	0,60

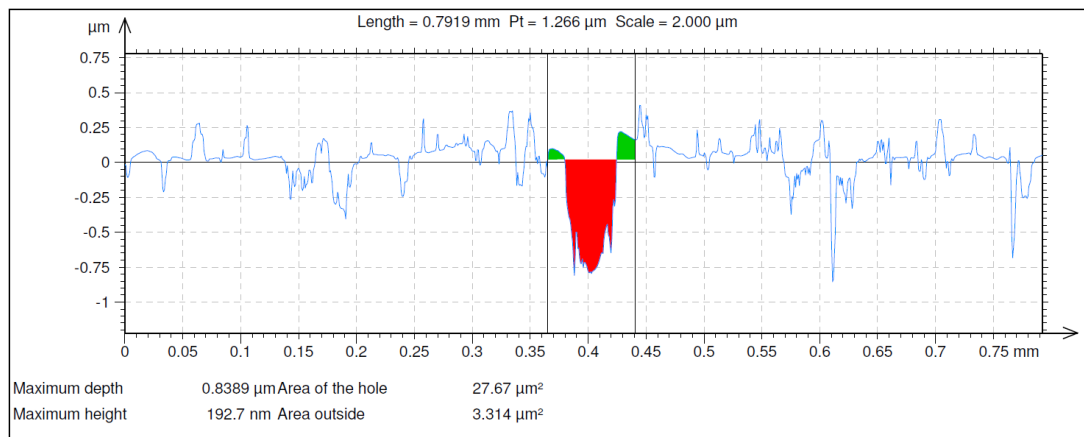
Fonte: Autoria própria.

A Figura 50 apresenta a análise de interferometria 3D após ensaio de riscamento com corpo de prova de Inconel. As análises foram feitas na seção transversal dos riscos nos trechos a 0,5mm (2,26 N) a partir do início da trilha; no meio da trilha na posição 2,5 mm (4 N) e na posição de 4,5 mm (5,93 N), que correspondeu ao final do risco. Para a condição não tratada, a formação de *pile-ups* no início do risco é evidente e possui menor transferência de material para as bordas do risco. Observa-se que nos trechos do meio e fim do risco há menor formação de *pile-up*, uma significativa deformação plástica com formação de proa na região central do risco.

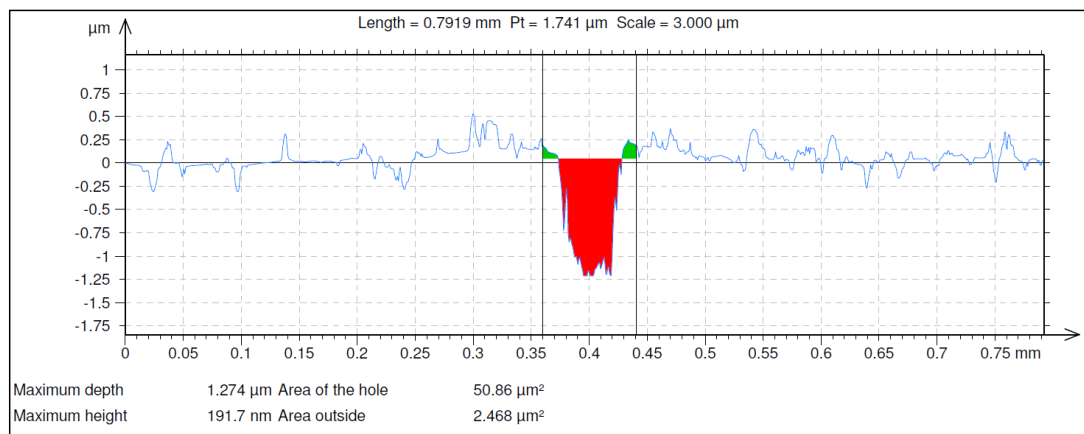
a) início da trilha (Carga aplicada: 2,26 N)



b) meio da trilha (Carga aplicada: 4 N)



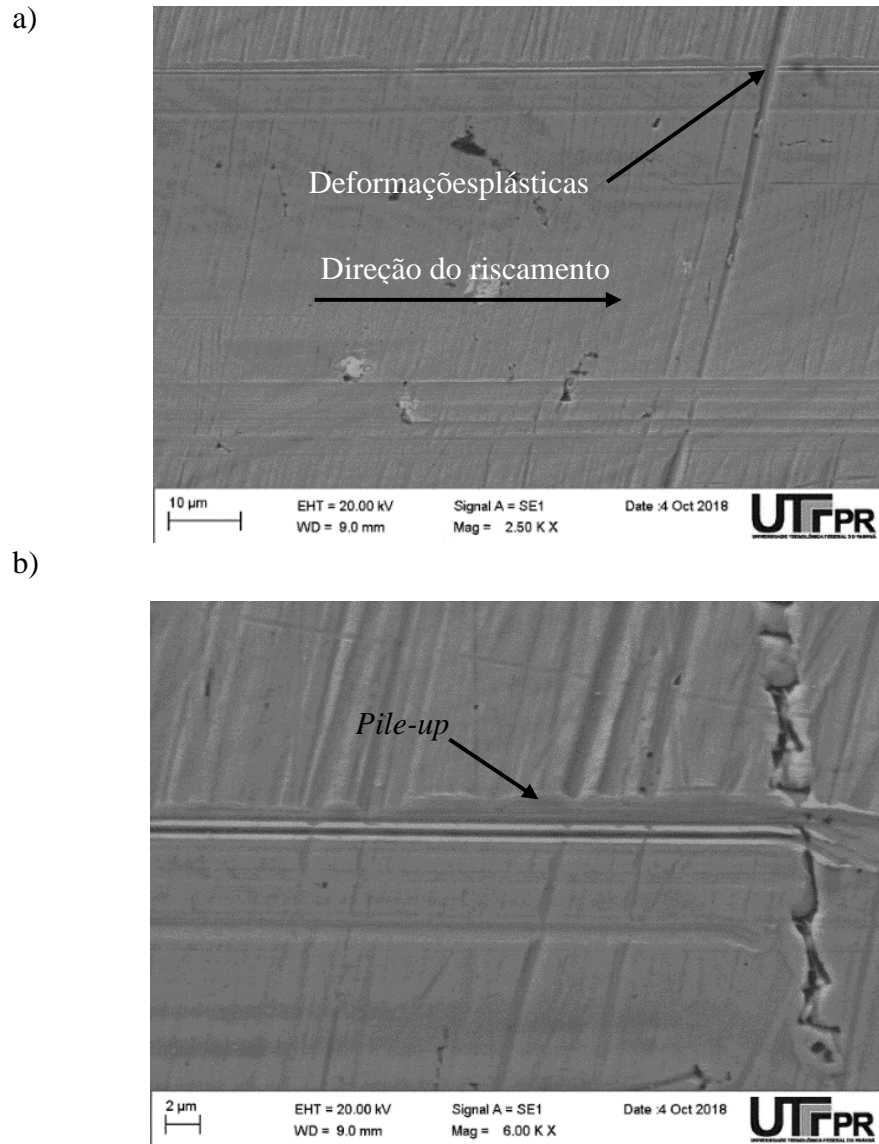
c) final da trilha (Carga aplicada: 5,93 N)



**Figura 50** - Perfil da trilha da amostra Inconel sem tratamento após ensaio de riscamento  
Fonte: Autoria própria.

Os resultados das Figura 50 e Figura 51 indicam importantes mudanças no comportamento dos perfis das trilhas de desgaste, o que pode ser atribuído à mudança dos mecanismos de desgaste abrasivo ao longo do carregamento feito pelo indentedor. Fica visível a redução da altura das bordas à medida que a força foi aumentada.

Na Figura 51(a) nota-se, no corpo de prova de Inconel, deformações plásticas de material sem evidência de microtrincas nesta situação na superfície, sendo visível a formação de bordas laterais (“*pile-up*”), conforme Figura 51(b).



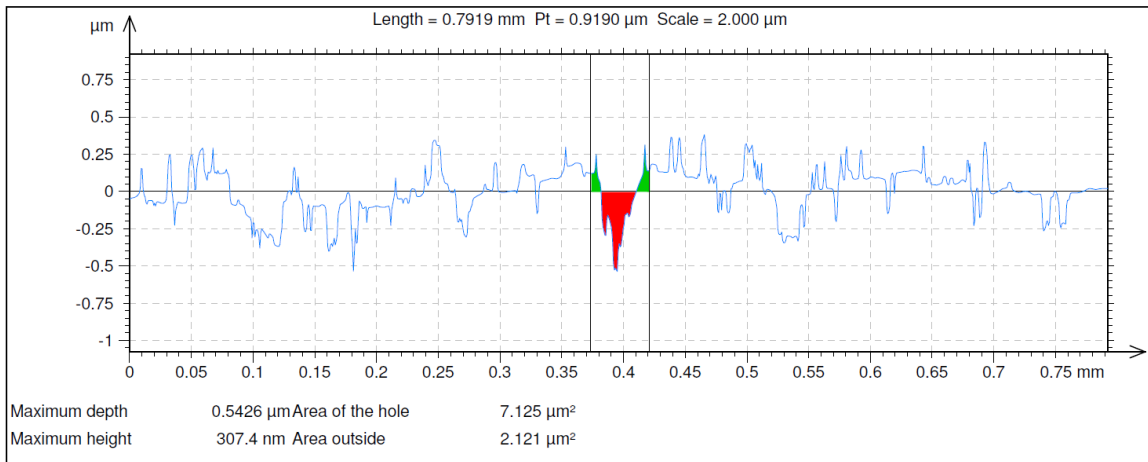
**Figura 51** - Superfície após ensaio de riscamento no corpo de prova Inconel  
Fonte: Autoria própria.

De alguma forma, o que está evidenciado na Figura 51 não foi captado pela seção transversal em interferometria, ou seja, a borda lateral que está apresentada não foi detectada para o cálculo do fator de abrasão. Este tipo de efeito foi discutido em detalhe por Franco e Sinatora (2017).

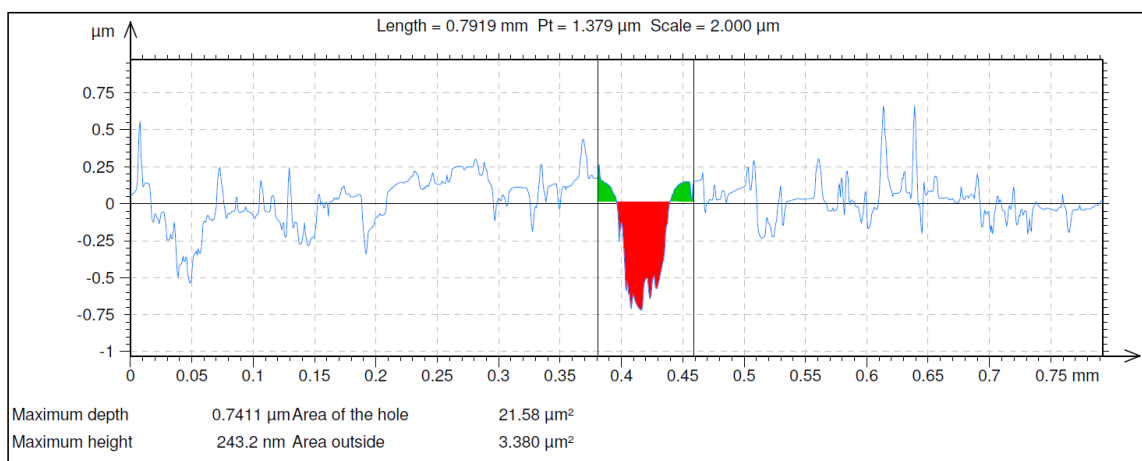
As Figura 52(a) Figura 52(c) apresentam as seções transversais reveladas em interferometria para a amostra nitretada. Conforme as medidas de profundidade apresentadas, a profundidade de penetração não ultrapassou a camada nitretada de  $2,9 \mu\text{m}$ , atingindo uma

profundidade máxima de 1,268  $\mu\text{m}$  (Figura 52(c)). Portanto, o coeficiente de atrito, com menor efeito do substrato, foi muito afetado ao aumento da rugosidade após tratamento termoquímico. Prova deste fato é que, na Figura 52(a), a profundidade não é suficiente para ultrapassar o efeito da rugosidade.

a) início da trilha (Carga aplicada: 2,26 N)



b) meio da trilha (Carga aplicada: 4 N)



c) final da trilha (Carga aplicada: 5,93 N)

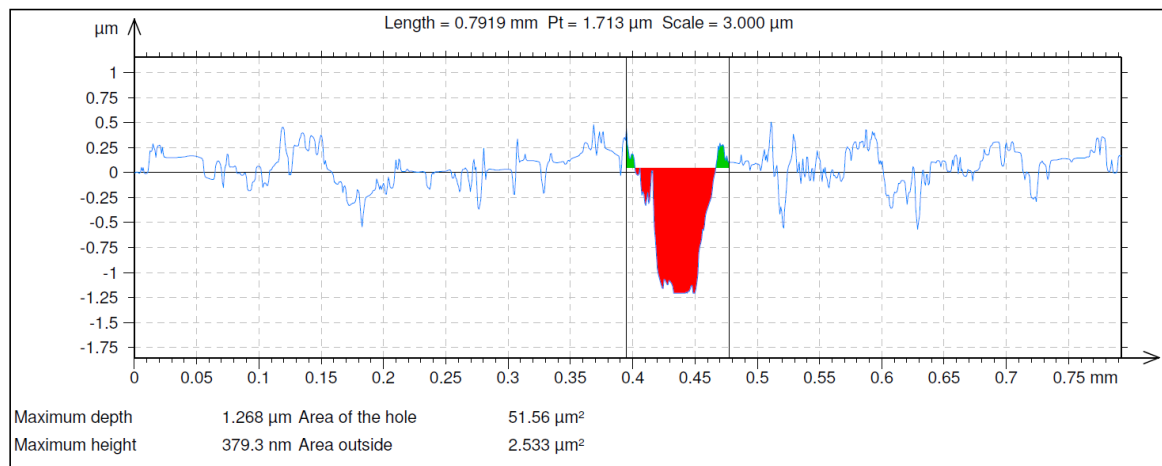
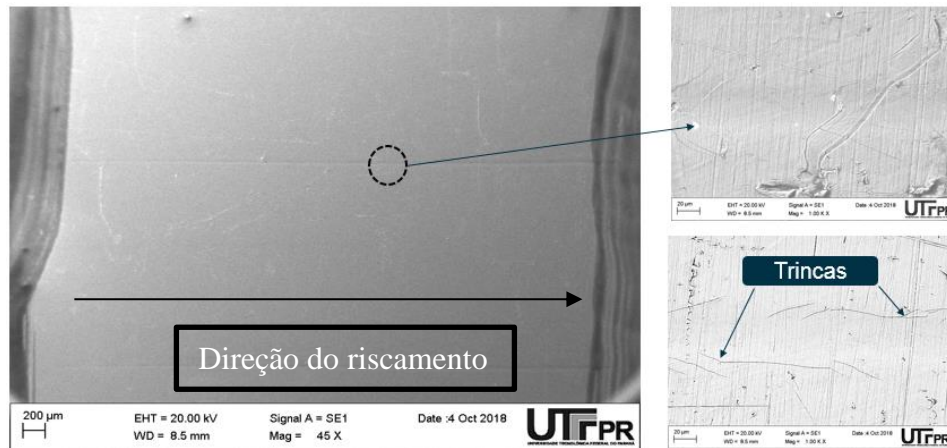


Figura 52 - Perfil da trilha da amostra ASPN após ensaio de riscamento

Fonte: Autoria própria.

A Figura 53 apresenta a superfície após o riscamento no corpo de prova de Inconel nitretado por plasma, na qual se percebe que diversas trincas foram originadas durante o ensaio. As trincas são visíveis próximas de 3 mm a partir do início da trilha, o que corresponde ao valor de carga crítica determinado como 5 N para a faixa de cargas utilizada.



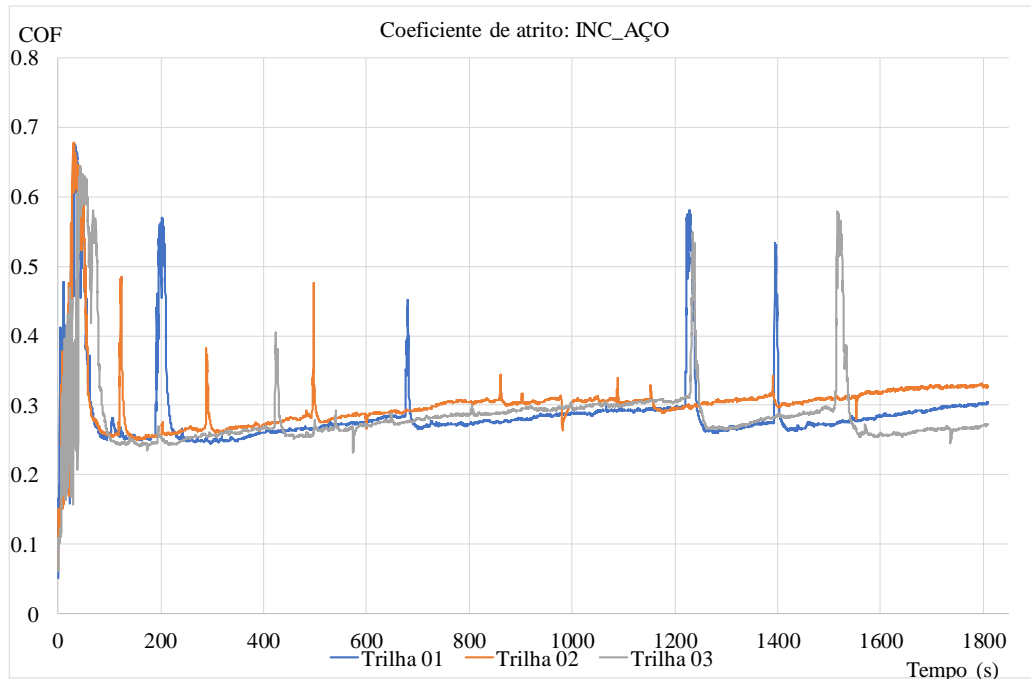
**Figura 53** - Formação de trincas na superfície nitretada por plasma após ensaio de riscamento correspondente a aproximadamente 5 N para a faixa de cargas utilizada

Fonte: Autoria própria.

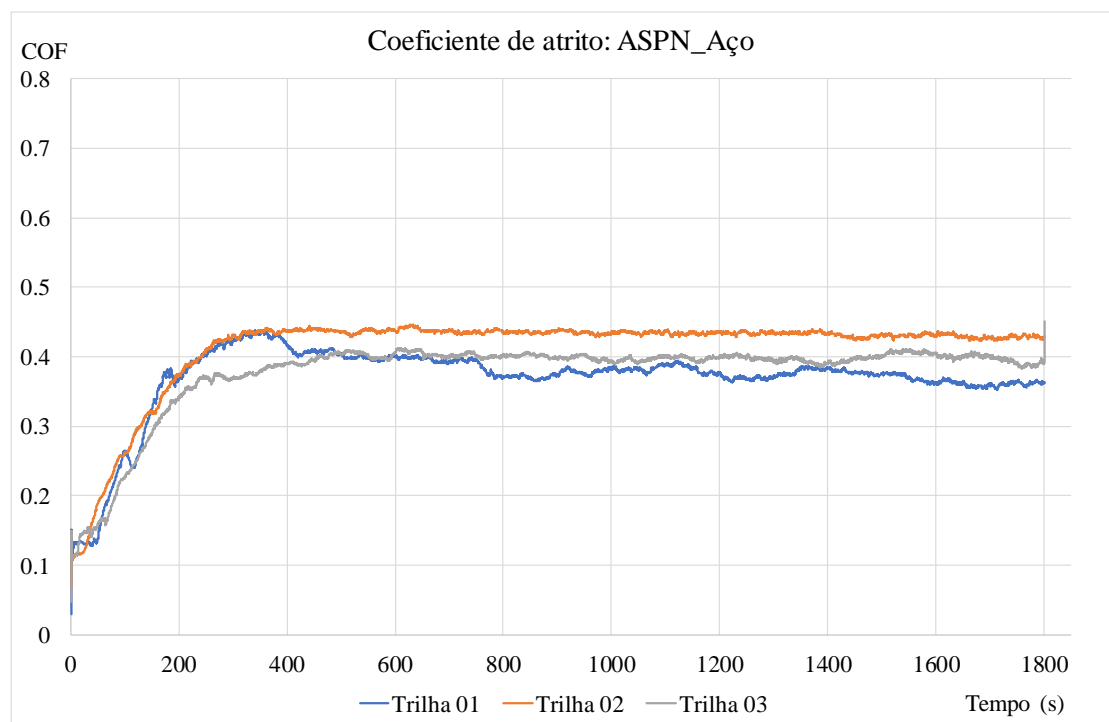
### 4.3 COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO EM DESLIZAMENTO

#### 4.3.1 Atrito

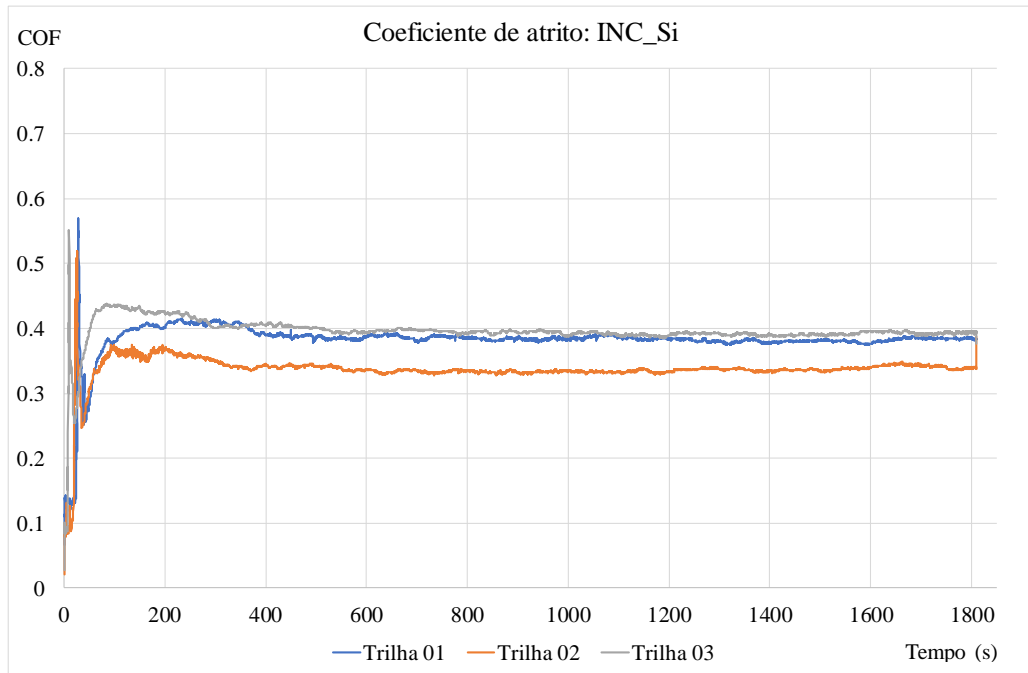
Durante a realização dos ensaios de movimento alternado submersos em solução salina artificial, foi verificada a variação do coeficiente de atrito (COF) em função da distância de deslizamento durante os ensaios. As Figura 54, Figura 55, Figura 56 e Figura 57 apresentam as curvas do coeficiente de atrito de cada sistema. No período inicial do ensaio, todas as condições apresentam uma região transiente com tempos diferentes, visto que o coeficiente de atrito oscila significativamente até atingir uma condição estável.



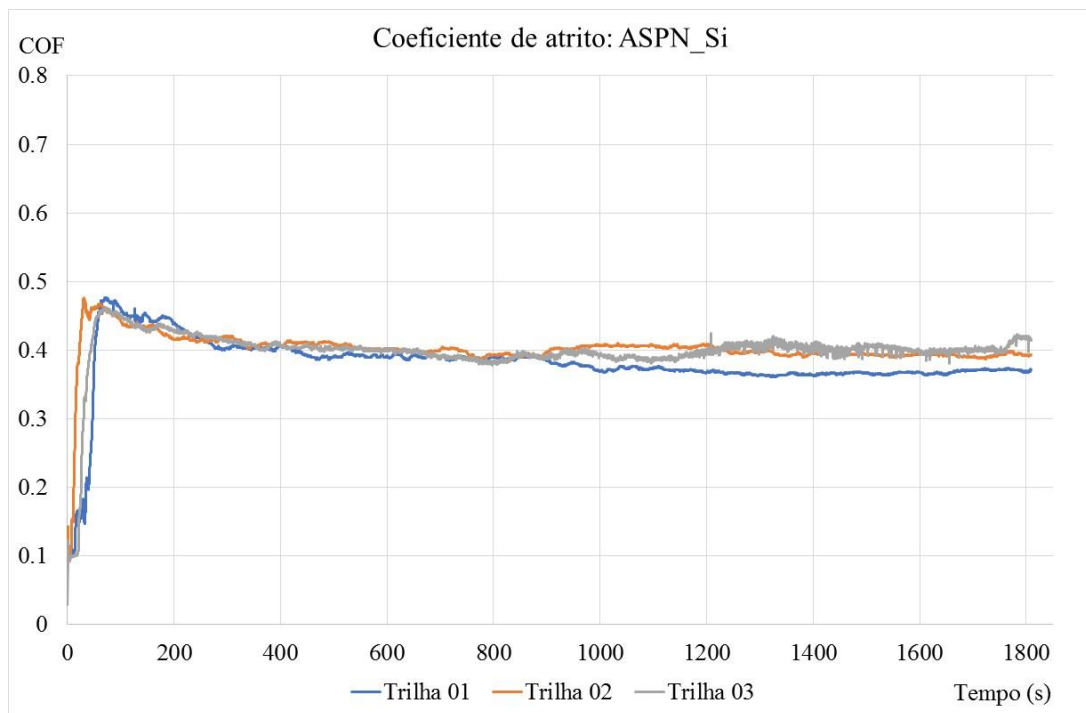
**Figura 54** - Evolução do coeficiente de atrito da superfície desgastada após ensaio de reciprocating do corpo de prova INC\_Aço  
Fonte: Autoria própria.



**Figura 55** - Evolução do coeficiente de atrito da superfície desgastada após ensaio de reciprocating do corpo de prova ASPN\_Aço  
Fonte: Autoria própria.



**Figura 56** - Evolução do coeficiente de atrito da superfície desgastada após ensaio de reciprocating do corpo de prova INC\_Si  
 Fonte: Autoria própria.



**Figura 57** - Evolução do coeficiente de atrito da superfície desgastada após ensaio de reciprocating do corpo de prova ASPN\_Si  
 Fonte: Autoria própria.

Conforme Rigney (1997) observou em seu estudo, durante as fases iniciais de deslizamento existe um período de adaptação da superfície (*running-in*), sendo que o

mecanismo de atrito caracterizado pelo fenômeno de adesão e a força de atrito resultante do movimento relativo tendem a se tornar constantes, assim como o coeficiente de atrito e a rugosidade da superfície. Para os ensaios realizados, após um período inicial de instabilidade, o valor do coeficiente de atrito também ficou estável em todas as configurações executadas nos tribossistemas.

O sistema INC\_Aço apresentado na Figura 54 obteve um tempo de estabilização com aproximadamente 150 segundos antes da transição para o regime permanente. A oscilação apresentada no início do ensaio pode estar ocorrendo devido a um desgaste maior na superfície de contato do substrato e da esfera, e assim desprender partículas que ocasionam deformações plásticas nas superfícies.

Conforme visto na Figura 55, o sistema ASPN\_Aço levou o maior tempo até a estabilização do COF, em torno de 400 segundos representando quase 25% do tempo total do ensaio para iniciar o regime estável. Cabe ressaltar que a menor dureza da esfera e a alta rugosidade da superfície podem ter sido os fatores determinantes na estabilização e no aumento do coeficiente de atrito.

Para os sistemas INC\_Si e ASPN\_Si as esferas  $\text{Si}_3\text{N}_4$  apresentaram um comportamento muito semelhante entre si: estabilização do coeficiente de atrito a partir de 200 segundos, conforme visto nas Figura 56 e Figura 57, sendo possível notar também um período de “amaciamento” do sistema. Esta maior estabilização do sistema pode ser atrelada ao material da esfera cerâmica, que apresenta alta dureza e excelente resistência à oxidação.

Embora em muitos estudos tribológicos realizados em superfícies nitretadas tenham demonstrado uma redução do coeficiente de atrito (KOVACI *et al.*, 2012 e AW *et al.*, 1996), os corpos de prova nitretados na presente dissertação resultaram nos maiores coeficientes de atrito dentre os sistemas estudados (Tabela 17). Este resultado pode estar relacionado com o aumento de 88% na rugosidade podendo ser atrelado pela formação da fase S após o processo de nitretação por plasma. A rugosidade possui uma influência significativa no coeficiente de atrito, uma vez que há maior chance de aumentar o contato entre as asperezas da superfície e da esfera, aumentando assim a parcela de deformação do atrito.



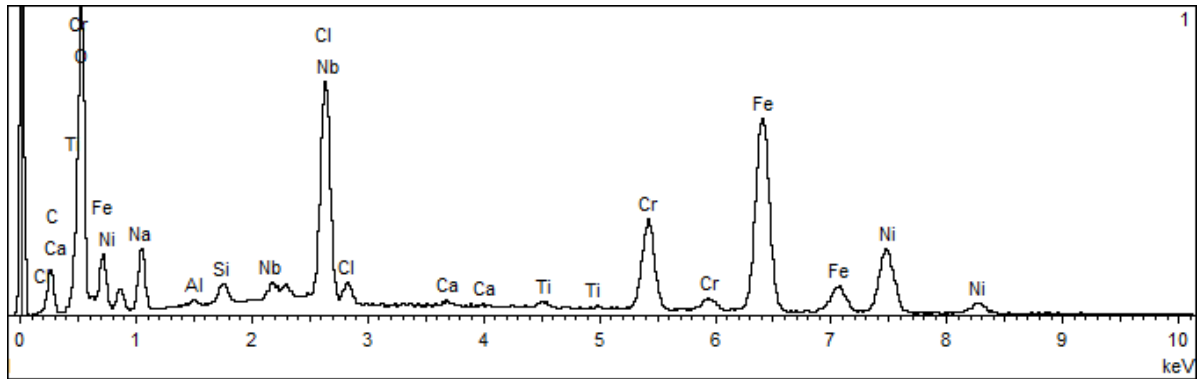
**Tabela 17** - Coeficiente de atrito dos sistemas tribológicos ensaiados em movimento alternado

<b>Corpo de prova</b>	<b>Coeficiente de atrito</b>
INC_Aço	0,29 ± 0,01
ASPN_Aço	0,40 ± 0,02
INC_Si	0,37 ± 0,03
ASPN_Si	0,39 ± 0,01

Fonte: Autoria própria.

Nos corpos de prova sem nitretação, observa-se um coeficiente de atrito menor, em especial no sistema INC\_Aço (0,29). Além da superfície estar com uma rugosidade bem menor, esta diferença pode ser relacionada a um processo oxidativo devido ao material da esfera de aço. Soares (2016) reitera que uma tribocorrosão pode apresentar uma película protetora de óxido na superfície devido à reação dos materiais imersos em soluções aquosas. Esta película de óxido pode auxiliar numa redução no coeficiente de atrito. Zum Gahr (1987) menciona que a presença de óxidos no deslizamento entre duas superfícies de contato pode ajudar na redução do coeficiente de atrito e desgaste. No sistema INC\_Aço, a esfera de aço pode contribuir significativamente neste processo oxidativo combinado com a solução salina artificial em que a esfera e o corpo de prova estavam submersos, devido ao material da esfera de aço ser mais suscetível à oxidação, além do corpo de prova não ter sido tratado.

A Figura 59 apresenta o espectro obtido por EDS feito pelo MEV e realizado após ensaio de movimento alternado. Ainda para diminuir efeitos externos relacionados a processos oxidativos, logo após ensaio a amostra foi enclausurada em um dessecador e posteriormente feitas as análises pelo MEV. A análise qualitativa por EDS foi realizada numa região da trilha desgastada a fim de verificar um processo oxidativo no sistema. O espectro de EDS apresenta a presença do oxigênio, assim como do ferro. Devido à presença destes elementos, existe um indicativo de formação de óxido ferro neste tribossistema do INC\_Aço. Por consequência, este óxido pode ajudar na diminuição COF.



**Figura 58** - Espectro obtido por EDS da trilha desgastada do sistema Inc\_Aço  
**Fonte: Autoria própria.**

### 4.3.2 Desgaste

Para avaliar o desgaste nas trilhas, perfis topográficos 3D foram realizados nas superfícies ensaiadas. O cálculo da média do volume de desgaste das trilhas após ensaios de movimento alternado é apresentado na Tabela 18.

**Tabela 18** - Volume de desgaste nas trilhas dos corpos de prova ensaiados

Corpo de prova	Média do volume [m <sup>3</sup> ]
INC_Aço	$2,2 \times 10^{-12} \pm 0,56 \times 10^{-12}$
ASPN_Aço	$0,2 \times 10^{-12} \pm 0,047 \times 10^{-12}$
INC_Si	$5,7 \times 10^{-12} \pm 1,4 \times 10^{-12}$
ASPN_Si	$4,7 \times 10^{-12} \pm 1,06 \times 10^{-12}$

Fonte: Autoria própria.

Para o sistema INC\_Aço observa-se que, devido à superfície possuir menor dureza e rugosidade superficial quando comparada a superfície tratada, a esfera contribuiu mais no desgaste da superfície não tratada.

É possível notar que no sistema ASPN\_Aço a esfera não gerou grandes desgastes na superfície nitretada, conforme Tabela 18. Este sistema (ASPN\_Aço) apresentou menor volume de desgaste e também pode ser verificado na Figura 59 que não houve grandes diferenças de rugosidade na pista. É possível concluir, por conseguinte, que a esfera sofreu maior desgaste aderindo partículas no sistema, obtendo assim um maior coeficiente de atrito.

O sistema INC\_Si apresentou o maior desgaste que pode ser resultante da combinação do par tribológico, ou seja, o comportamento da esfera gerou maior efeito no desgaste na superfície sem tratamento.

Com base nos valores do volume de material removido para as condições ensaiadas, o melhor resultado apresentado foi para o sistema ASPN\_Si com desempenho de cerca de 10% melhor do que o par INC\_Si (sem camada nitretada). Essa diminuição do volume desgastado pode ser associada ao aumento da capacidade da camada nitretada suportar carregamento, ressaltando que dureza da superfície aumentou em 126% após nitretação resultante da formação de nitretos pela inserção de nitrogênio no material.

Conforme Leyland & Matthews (2000), é possível estimar uma força limite próxima da eminência de deformação plástica em superfícies. Considerando que o desgaste deva ser controlado pela deformação plástica, este cálculo pode ser um bom indicativo de susceptibilidade a um maior desgaste. Esta força máxima para manutenção do regime elástico (*Flim*) pode ser expressada através da Equação 2, tendo como dado de entrada a dureza do material (*H*), raio da esfera num contato esfera-plano (*R*) e módulo elástico do material (*E*). Os dados de entrada para dureza Berkovich e módulo de elasticidade dos corpos de prova são encontrados na Tabela 13.

$$\text{Equação 2: } \mathbf{Flim} = 0.78R^2(H^3/E^2)$$

A Tabela 19 apresenta os valores da força limite para os corpos de prova ensaiados. As superfícies nitretadas apresentam maior resistência à deformação plástica, principalmente no sistema ASPN\_Aço, obtendo o maior valor devido à combinação da amostras serem nitretadas e a esfera por apresentar um material com menor dureza e menor módulo de elasticidade. Na sequência, o sistema ASPN\_Si possui uma força limite superior aos outros dois sistemas sem nitretação, mais uma vez pela superfície nitretada possuir maior dureza.

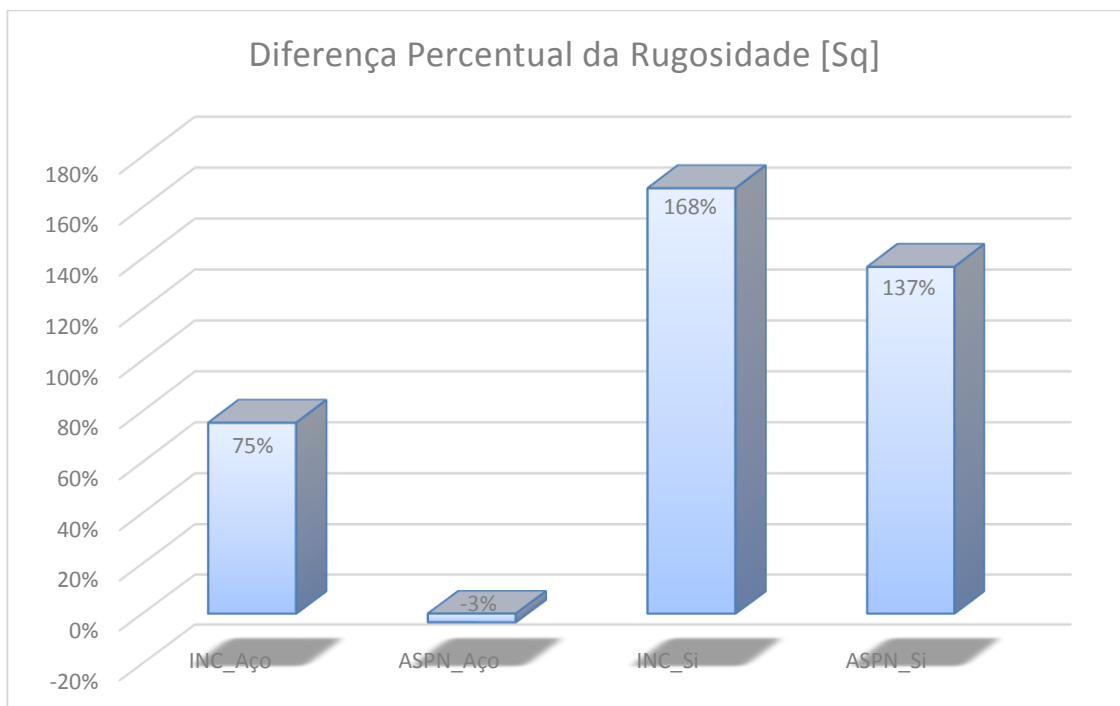
**Tabela 19** - Força limite para deformação plástica

<b>Corpo de prova</b>	<b>Flim [N]</b>
INC_Aço	0,03
ASPN_Aço	0,60
INC_Si	0,03
ASPN_Si	0,41

Fonte: Autoria própria.

Os resultados obtidos na Tabela 19 mostram o volume de desgaste para cada sistema, ou seja, os sistemas com as superfícies nitretadas são menos suscetíveis à deformação plástica e, por consequência, ao desgaste. Nota-se que a maior força limite está no sistema ASPN\_Aço que, por sua vez, apresentou o menor desgaste dentre todos os sistemas. Por outro lado, o resultado da força limite para o sistema ASPN\_Si acaba não refletindo uma resistência ao desgaste elevado, por conta do mecanismo atuante de desgaste, que será descrito em maior detalhe na próxima seção.

Na Figura 59 encontra-se a diferença percentual no parâmetro Sq dentro da trilha desgastada e numa região externa às trilhas para efeito de comparação de rugosidade. Verifica-se uma grande variação, principalmente para os casos em que a esfera de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> foi utilizada. Para ambos os corpos de prova foram obtidos valores de diferenças acima de 140%. Esta diferença vem de encontro com os resultados do volume de desgaste, pois estes sistemas com esferas Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> sofreram os maiores desgastes. Diante disso, pode-se concluir que a esfera tem papel importante no desgaste da superfície para ambos os sistemas com esfera nitreto de silício, pois ambas as superfícies (com e sem nitretação) tiveram um aumento significativo na rugosidade dentro da pista desgastada, ou seja, a esfera aumentou a rugosidade dentro da trilha que, por sua vez, refletiu diretamente no volume de desgaste nos sistemas.



**Figura 59** - Diferença percentual no parâmetro Sq antes e após desgaste  
Fonte: Autoria própria.

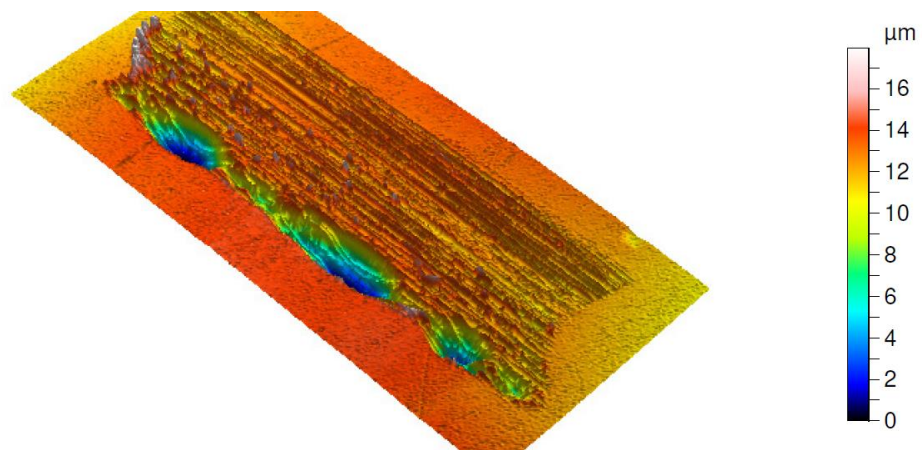
O comportamento da esfera de aço na amostra nitretada representou que este sistema ASPN\_Aço teve baixo desgaste na superfície. O indicativo para esta análise é a rugosidade estar menor na trilha do que na região externa, ocorrendo a quebra das asperezas da superfície e baixo desgaste na superfície, resultando uma diferença de apenas -3% na rugosidade dentro da trilha, o que caracteriza que a esfera de aço, por ter um material mais “macio” do que a superfície nitretada, não foi capaz de originar grandes deformações plásticas na superfície nitretada. Outro fator a se levar em conta é a dureza na superfície nitretada ser duas vezes maior, reduzindo assim o desgaste na superfície ensaiada e desgastando mais a esfera de aço. Na Figura 60 é possível comparar as superfícies ensaiadas pela esfera de aço, notando-se grandes deformações plásticas no interior da pista do sistema INC\_Aço.

Conforme Zhang *et al.* (2017), Makishi & Nakata (2004), uma superfície tende a melhorar a resistência ao desgaste após tratamento de nitretação. Tal comportamento pode ser observado na Figura 60(a) com o tribossistema INC\_Aço, pois são observadas marcas de desgaste mais severas e sulcamento visíveis quando realizada comparação com a Figura 60(b), que é o sistema ASPN\_Aço.

Na Figura 60(a) as marcas de desgaste no sistema INC\_Aço são visíveis, ou seja, a superfície sofreu maior influência da esfera, obtendo maior volume de desgaste, maior rugosidade e deformações plásticas dentro da trilha. Outro ponto a ser analisado neste sistema INC\_Aço é a tendência de partículas se desprenderem da superfície e da esfera e atuarem no tribossistema gerando assim desgaste abrasivo (sulcamentos na superfície) e/ou serem aderidas, caracterizando assim um desgaste adesivo principalmente nas bordas das trilhas.

(continua)

a)



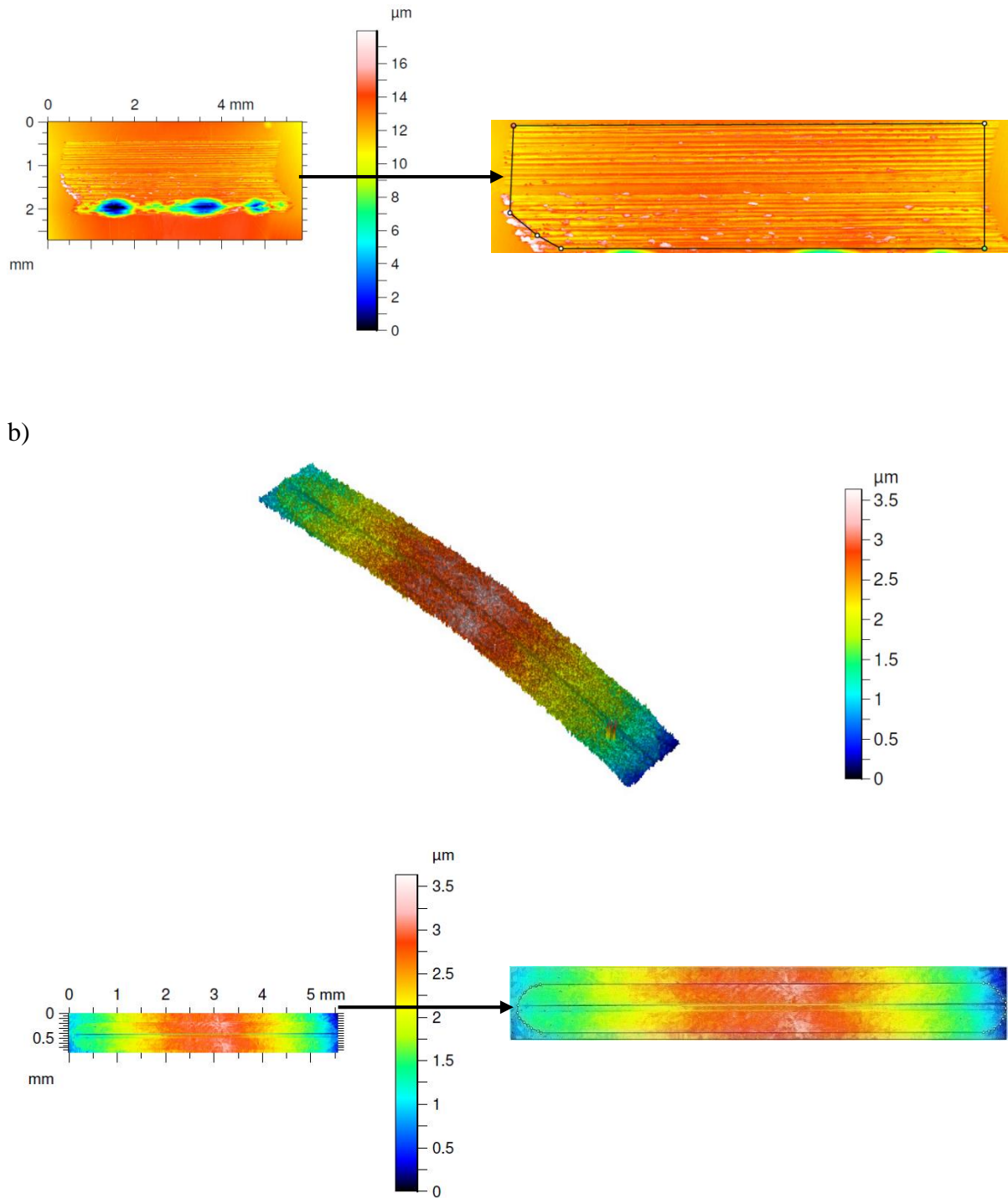
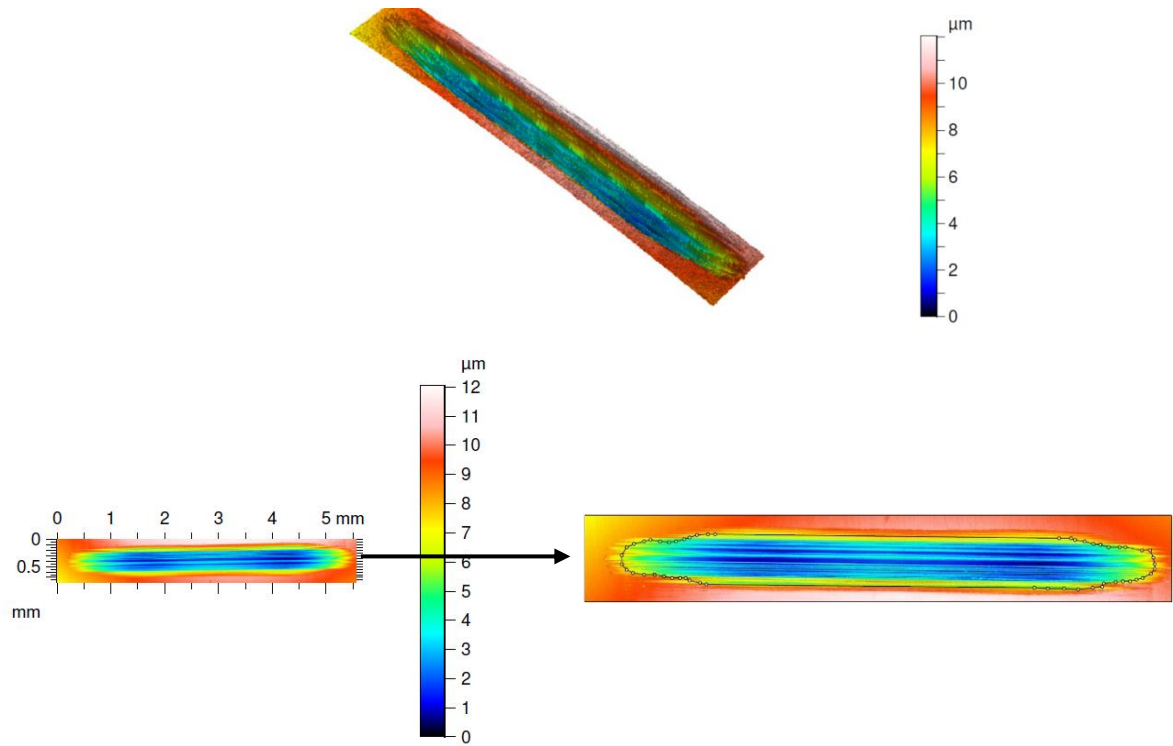


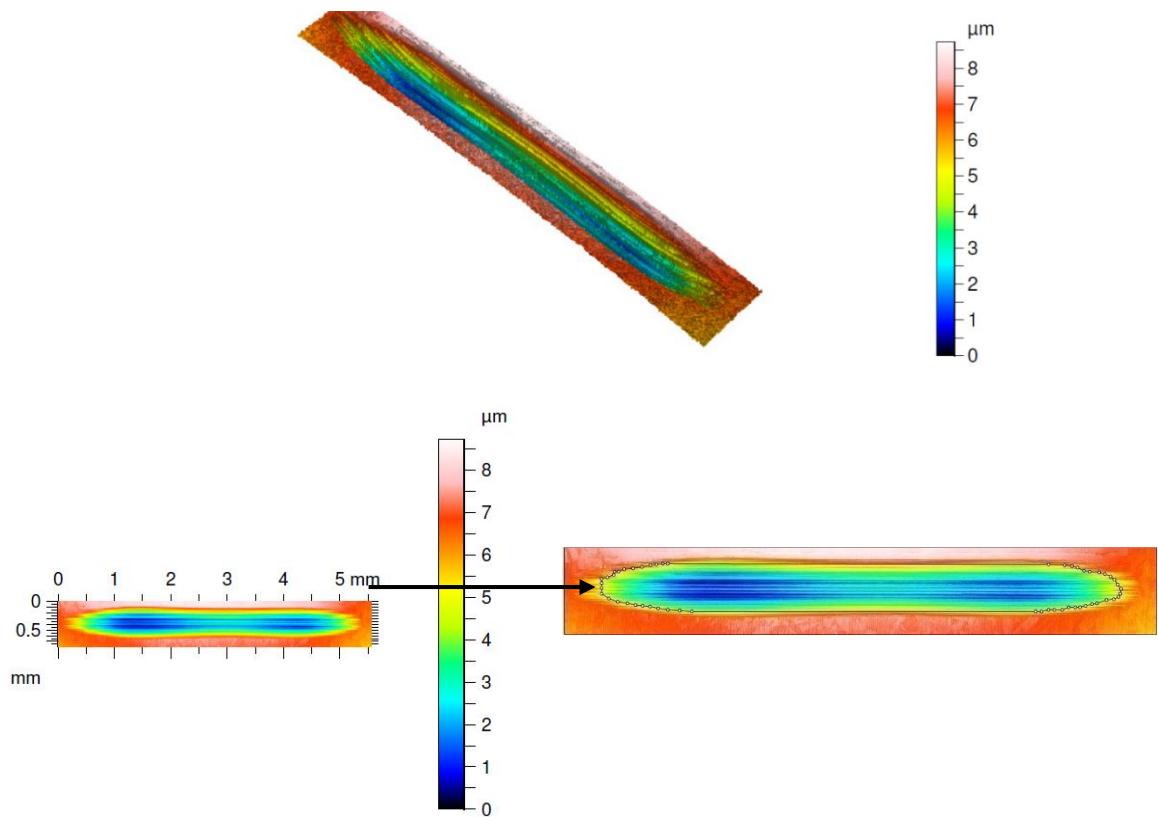
Figura 60 - Trilha das amostras após ensaios pelo método movimento alternado – a) Trilha desgastada da amostra INC\_Aço; b) Trilha desgastada da amostra ASPN\_Aço  
 Fonte: Autoria própria.

O perfil trilha desgastada para o sistema com a esfera  $\text{Si}_3\text{N}_4$  pode ser visto na Figura 61, (a) e (b), apresentando um perfil de desgaste das trilhas bem similares, porém os sulcamentos são mais pronunciados no sistema INC\_Si, sendo visível a ação da esfera na superfície.

a)



b)



**Figura 61** - Trilha das amostras após ensaios pelo método movimento alternado – a) Trilha desgastada da amostra INC\_Si; b) Trilha desgastada da amostra ASPN\_Si  
Fonte: Autoria própria.

### 4.3.3 Análise das superfícies desgastadas

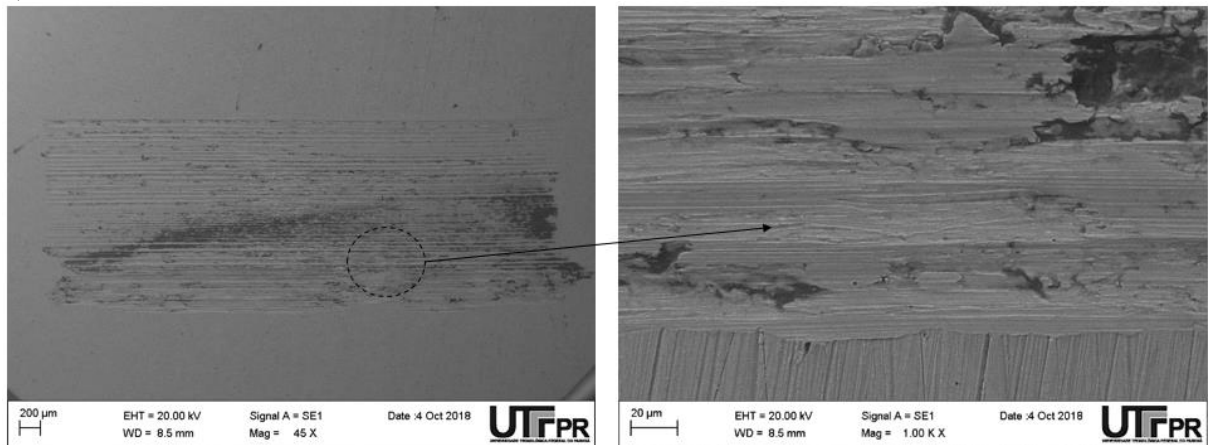
Nesta seção apresenta-se o aspecto morfológico através das imagens do MEV mostrando as superfícies desgastadas após ensaios de movimento alternado nos corpos de prova INC\_Aço, INC\_Si, INC\_Aço e ASPN\_Si submersos em solução salina artificial (3,5% Vol. NaCl).

#### 4.3.3.1 Análise das superfícies desgastadas do par INC\_Aço

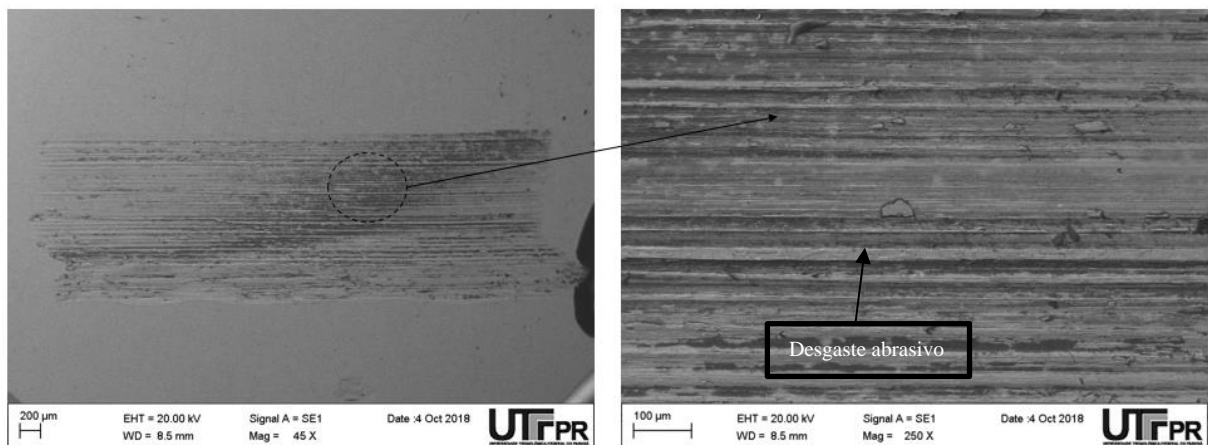
A Figura 62 apresenta as imagens da trilha para a superfície do corpo de prova de Inconel desgastado pela esfera de aço (INC\_Aço).

(continua)

a)

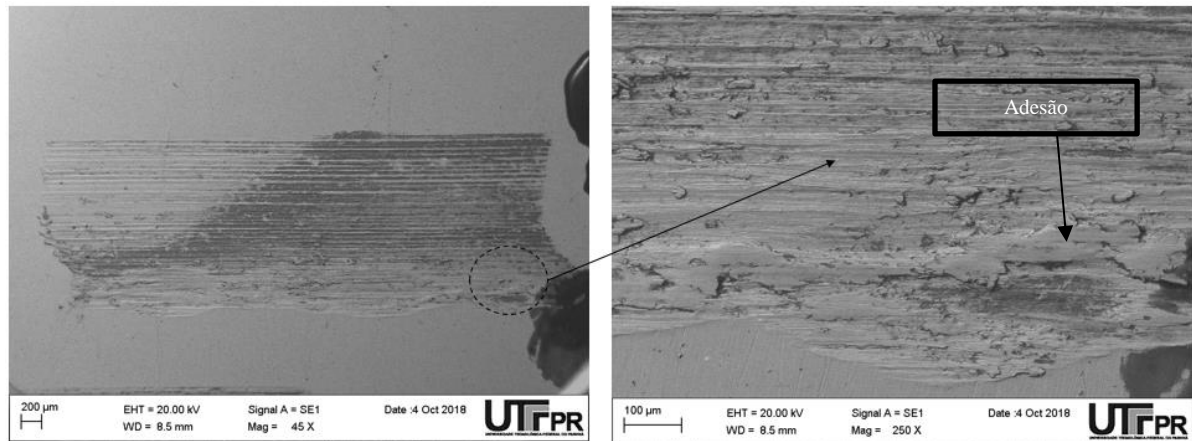


b)





c)



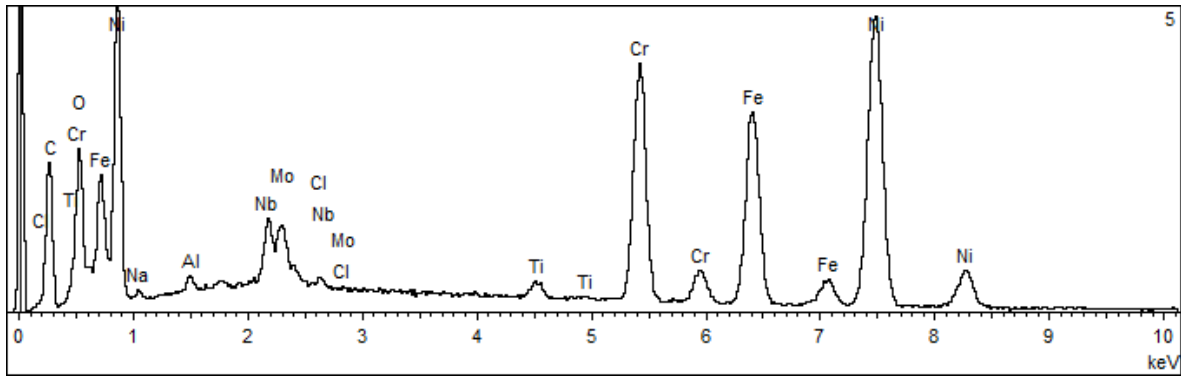
**Figura 62** - Amostra INC\_Aço após ensaio de movimento alternado a) Trilha 01; b) Trilha 02; c) Trilha 03

Fonte: Autoria própria.

A trilha apresenta tanto sinais de abrasão quanto de adesão. Os riscos na direção de deslizamento no corpo de prova são sinais de abrasão, ou seja, algum corpo mais duro que a superfície gerou os sulcos deformando plasticamente a superfície durante o deslizamento. A Figura 62(b) mostra um sulco de abrasão. As Figura 62(a) e (c) mostram partículas de desgaste aderidas nas bordas da trilha, característica de desgaste adesivo, tendo adesão de partículas e transferência de material entre as superfícies. Para este caso, é provável que o material da superfície desgastada tenha ficado aderido no contracorpo(esfera) e posteriormente transferido para amostra. A dureza relativamente baixa do material sem nitretação, quando comparada ao contracorpo, pode ter sido fator determinante para este comportamento apresentando e assim gerado um desgaste maior, conforme relatado na seção 4.2.

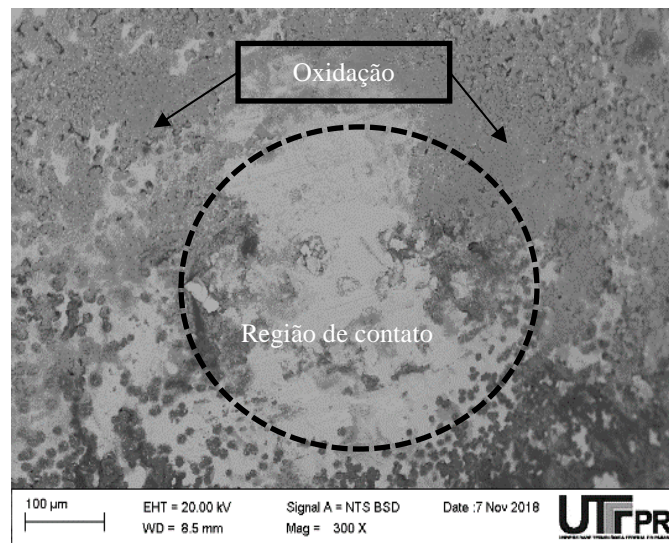
Em todas as trilhas nota-se um desgaste adesivo e em algumas regiões desgaste abrasivos na superfície. O espectro de EDS, de acordo com a Figura 63, revelou a presença de presença de Ni, Cr, Fe e C como elementos constituintes do tribofilme formado em todas as trilhas desgastadas. Com base nestas análises pode-se supor que as partículas aderidas durante os ensaios são provenientes do desprendimento da superfície do substrato e da esfera.

A presença de oxigênio no espectro de EDS também indica a formação de óxidos e sustenta a hipótese de desgaste oxidativo predominante, conforme discutido anteriormente. Esta película protetora influencia diretamente o coeficiente de atrito do sistema.



**Figura 63** - Espectro obtido por EDS da superfície desgastada do sistema INC\_Aço.  
Fonte: Autoria própria.

A Figura 64 apresenta a imagem da esfera de aço deslizada contra a superfície do corpo de prova de Inconel 718. Nota-se, na superfície de deslizamento da esfera, uma região considerável recoberta por óxidos. É razoável supor que este óxido tenha se mantido estável o suficiente para que tenha ocorrido uma diminuição do coeficiente de atrito, sendo o sistema com o menor coeficiente de atrito dentre os ensaiados.

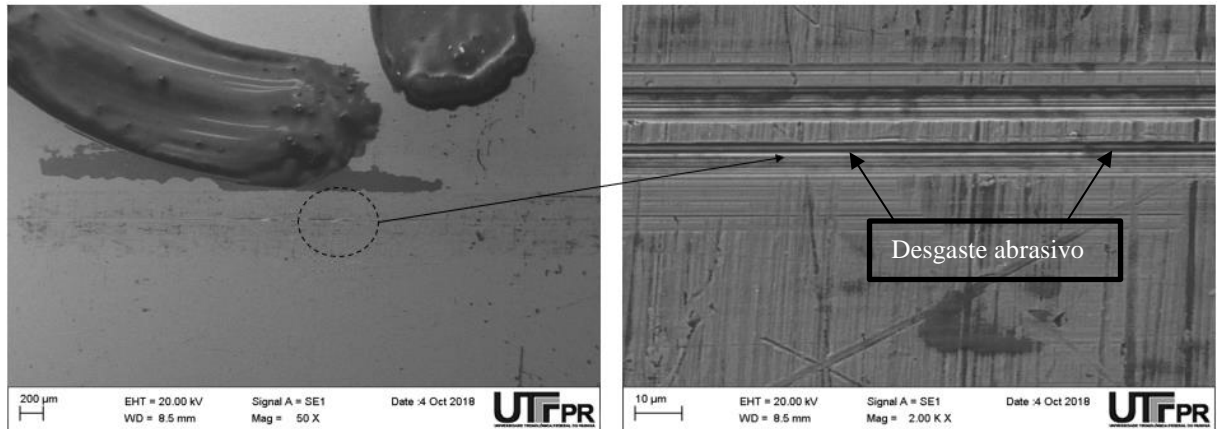


**Figura 64** - Superfície da esferado sistema INC\_Aço  
Fonte: Autoria própria.

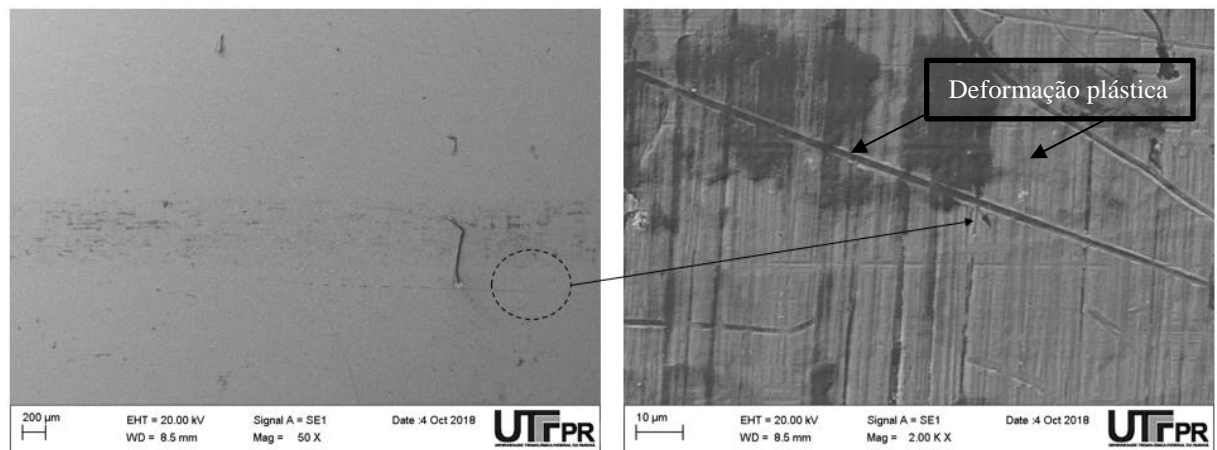
#### 4.3.3.2 Análise das superfícies desgastadas do par ASPN\_Aço

As trilhas de desgaste para o corpo de prova nitretado por plasma e ensaiado com a esfera de aço estão apresentadas na Figura 65.

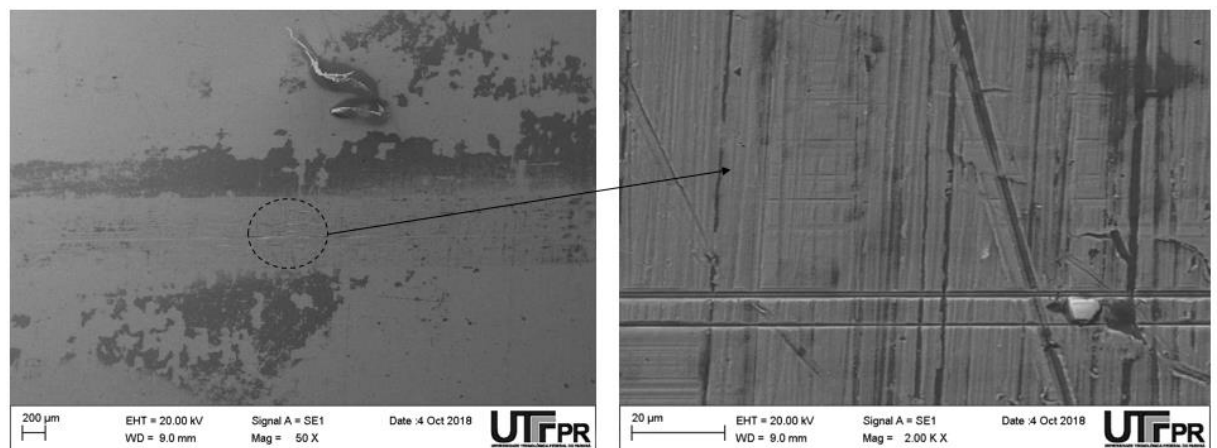
a)



b)



c)



**Figura 65** - Amostra ASPN\_Aço após ensaio de movimento alternado – a) Trilha 01; b) Trilha 02; c) Trilha 03

Fonte: Autoria própria.

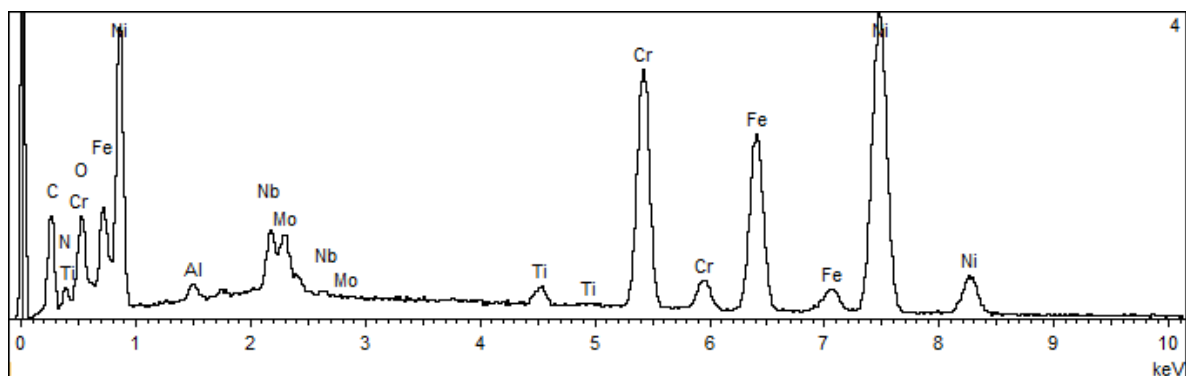
A característica da trilha com a esfera de aço no corpo de prova nitretado (ASPN\_Aço) apresentou desgaste aparente leve; observam-se sinais de abrasão. A pista é lisa e de aspecto polido, apresentando pequenas deformações plásticas na superfície. As Figura 65(a) e (c)

apresentam as respectivas trilhas 01 e 03, sendo visto um risco mais profundo que caracteriza um mecanismo de desgaste abrasivo. A baixa na perda de massa e uma superfície mais “polida” após ensaios somente reforçam a hipótese de que a esfera sofreu maior desgaste.

O espectro de EDS da Figura 66, revelou concentrações de oxigênio na trilhas, caracterizando um processo oxidativo. Mesmo com esta oxidação no tribossistema, a mesma não foi capaz de ajudar na redução do coeficiente de atrito, principalmente devido às altas deformações ocorridas no sistema, pois uma vez que a superfície nitretada estava bem mais rugosa e posteriormente apresentou-se mais polida, é possível concluir que houve grande influência do atrito por deformação, ou seja, a superfície apresentou elevada deformação ao ponto de obter um aspecto visualmente mais liso, ou o material da esfera se depositou junto à superfície combinado com as deformações plásticas da superfície nitretada. Com base nesta análise, pode-se supor que houve desprendimento de material da esfera, ocorrendo adesão na superfície do corpo de prova, o que caracteriza um desgaste adesivo.

Adicionalmente, o espectro de EDS evidencia que as regiões que sofreram maior deformação apresentaram a presença de ferro. A presença deste elemento representa que pode ter ocorrido a transferência de ferro da esfera para a superfície tratada durante o movimento relativo, caracterizando assim um desgaste adesivo no sistema.

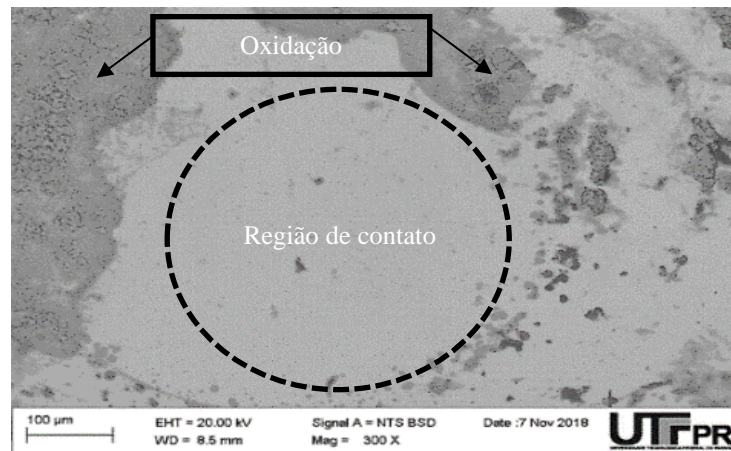
Outros elementos como níquel, nióbio e molibdênio foram detectados no espectro de EDS (Figura 66). Estes elementos são provenientes do substrato, pois o EDS no MEV tem resolução espacial e a resolução de profundidade, sendo estes na ordem de poucos microns. Então o feixe de elétrons aplicado pode varrer uma área da amostra para produzir mapas de distribuição de elementos em áreas maiores da imagem observada, revelando elementos abaixo da camada tratada.



**Figura 66** - Espectro obtido por EDS da superfície desgastada do sistema ASPN\_Aço

**Fonte:** Autoria própria.

A Figura 67 apresenta a esfera de aço utilizada no sistema ASPN\_Aço. É visível a presença de óxidos na superfície da esfera.



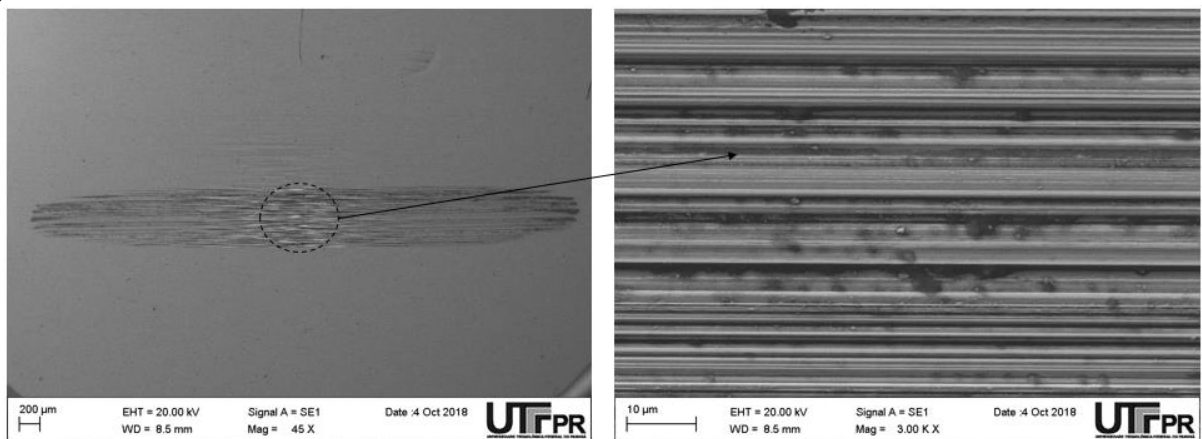
**Figura 67** - Superfície da esfera do sistema ASPN\_Aço  
Fonte: Autoria própria.

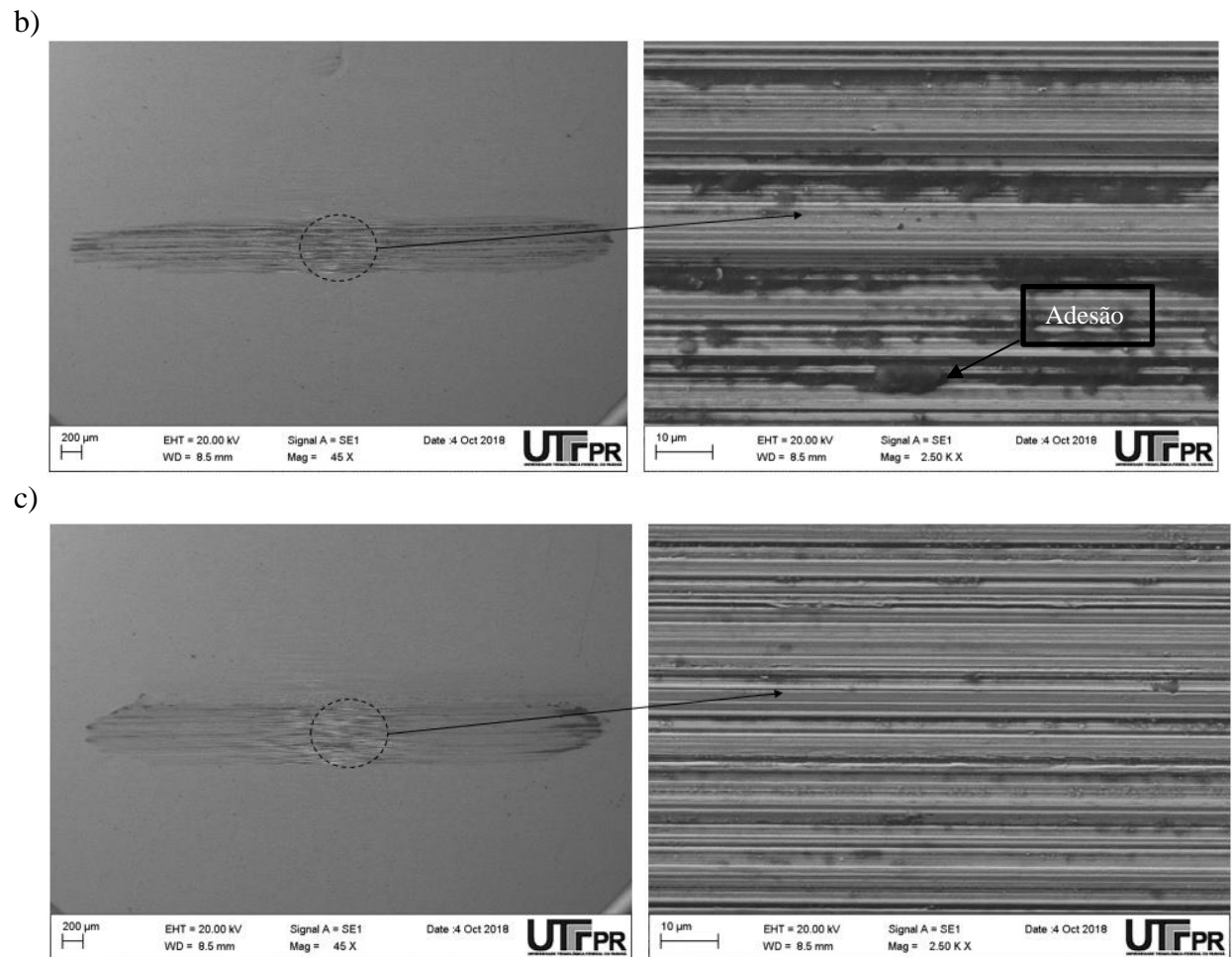
#### 4.3.3.3 Análise das superfícies desgastadas do par INC\_Si

A Figura 68 mostra as trilhas desgastadas da superfície de Inconel 718 pela esfera de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . É evidente a presença de inúmeros sulcos, o que evidencia a abrasão como mecanismo predominante de desgaste.

(continua)

a)



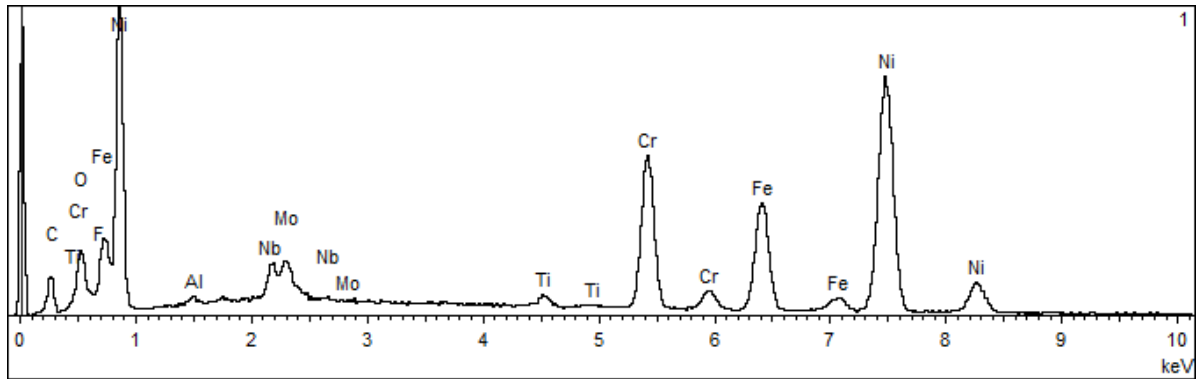


**Figura 68** - Amostra INC\_Si após ensaio de após ensaio de movimento alternado – a) Trilha 01; b) Trilha 02; c) Trilha 03

Fonte: Autoria própria.

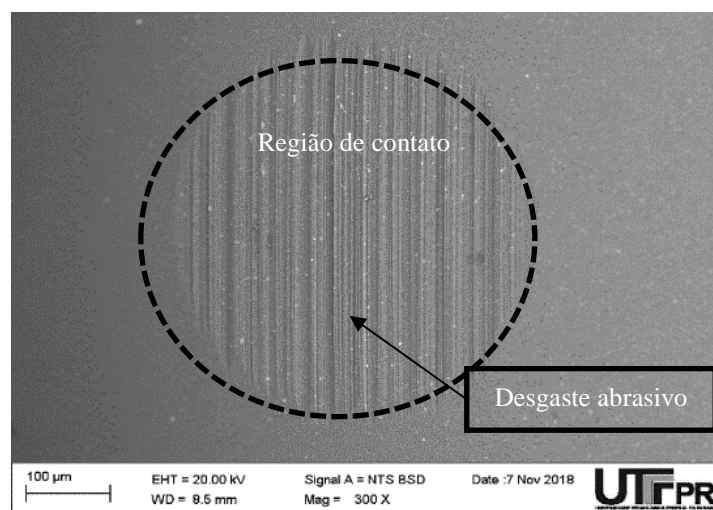
Em todos os ensaios realizados para este sistema (INC\_Si), partículas aderidas na esfera podem atuar como abrasivos na superfície do corpo de prova e serem consideradas com um terceiro elemento. As asperidades duras do contracorpo, por sua vez, podem causar um modo de abrasão por deslizamento, tendo uma porção de material possivelmente deformado no interior da trilha e pequenas quantidades de material aderido dentro da pista, conforme visto na Figura 68(a).

Na Figura 68(b) podem ser observados materiais aderidos na pista desgastada, ou seja, pode ter ocorrido um desgaste adesivo nesta trilha. Este indicativo pode ser confirmado pelo espectro de EDS, conforme Figura 73, tendo concentração de C, Fe, Cr e Ni, uma vez que o carbono aderido na superfície pode ser proveniente do material da esfera e o níquel do substrato.



**Figura 69** - Espectro obtido por EDS da superfície desgastada do sistema INC\_Si  
**Fonte:** Autoria própria.

Na Figura 70 são evidentes os microssulcamentos na esfera de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Conforme EDS da Figura 69, houve concentração de carbono, cromo, ferro e níquel na superfície ensaiada. Estas partículas podem ter se desprendido do par tribológico, originando desgaste abrasivo no sistema e microssulcamentos na superfície da esfera.



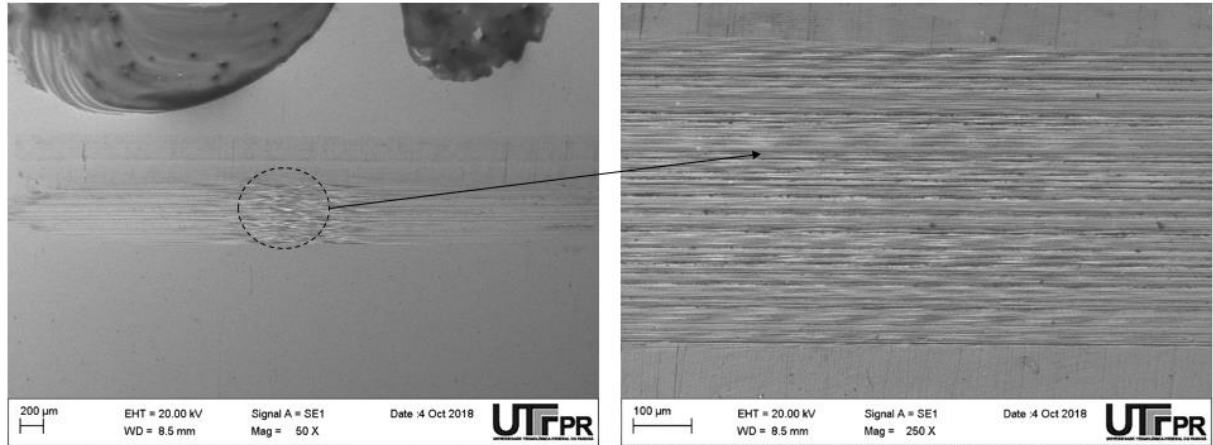
**Figura 70** - Superfície da esfera do sistema INC\_Si  
**Fonte:** Autoria própria.

#### 4.3.3.4 Análise da superfície desgastadas do par ASPN\_Si

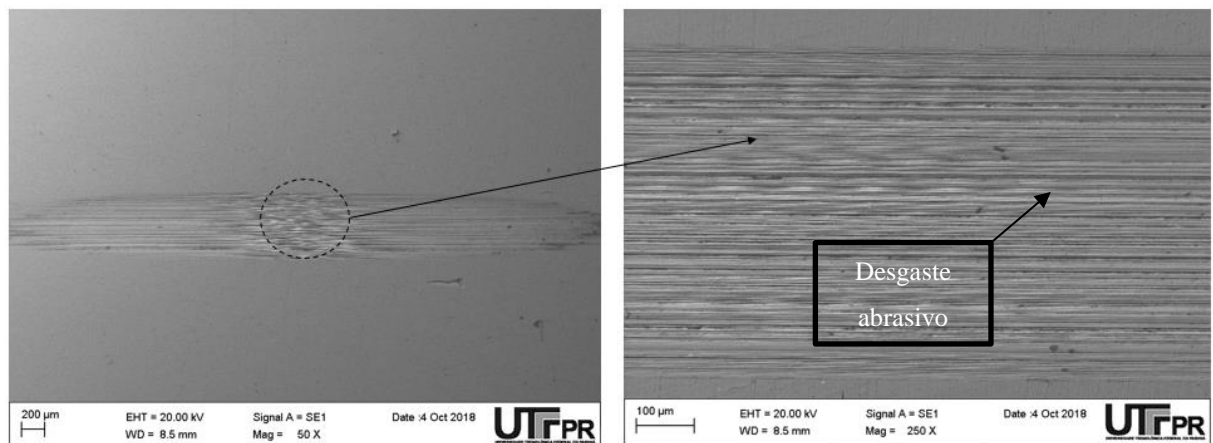
As superfícies desgastadas após os ensaios de movimento alternado dos corpos de prova ASPN apresentaram um aspecto morfológico praticamente idêntico ao sistema INC\_Si, conforme pode ser observado na Figura 71. Nota-se a predominância de mecanismos de desgaste por abrasão, demonstrados pela presença de vários sulcos ao longo da superfície, principalmente na região central da trilha. Foram observadas as características de abrasão pelos

micromecanismos de microcorte assim como microssulcamento, com predominância do microssulcamento.

a)



b)



c)

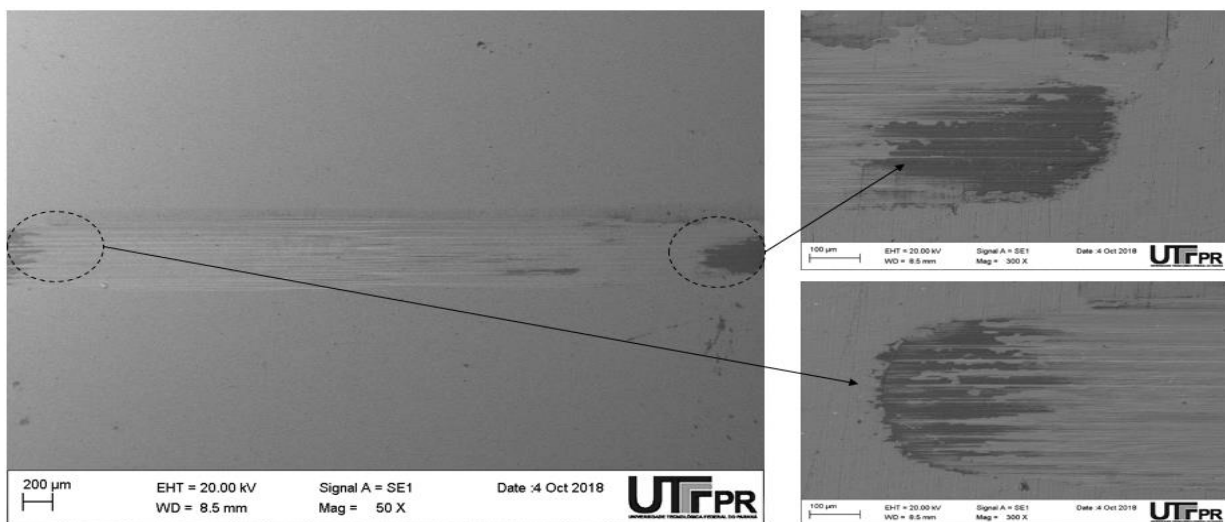


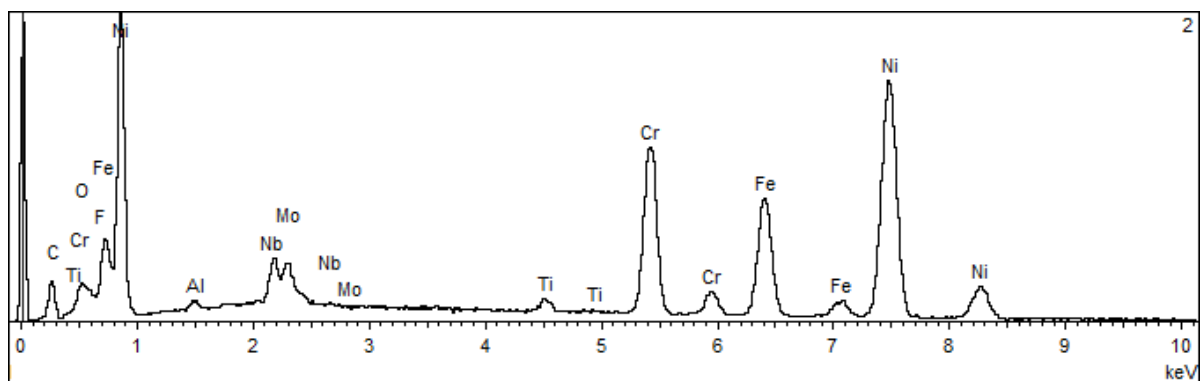
Figura 71 - Amostra ASPN\_Si após ensaio de movimento alternado – a) Trilha 01; b) Trilha 02; c) Trilha 03

Fonte: Autoria própria.



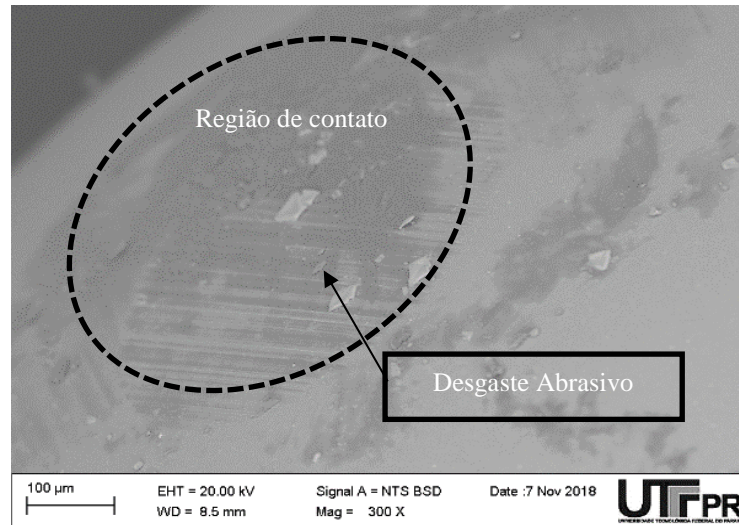
Nota-se, nas Figura 71 (a) e (b), um desgaste abrasivo mais aparente na região central da trilha desgastada. Este desgaste mais expressivo pode ser atribuído à característica do ensaio, pois durante o movimento recíproco do contracorpo, o mesmo pode perder força de contato nas extremidades, concentrando assim maior desgaste na região central da trilha. Pinto *et al.* (2013) observaram o mesmo comportamento de desgaste abrasivo no centro, devido ao despreendimento de partículas duras de nitretos da camada que permanecem na região da pista durante o ensaio tribológico.

A presença de vários elementos como Fe, Cr, Ni pode caracterizar partículas aderidas à superfície desgastada indicando a ocorrência de desgaste por adesão conforme apresentado na Figura 71(c). Neste caso, é bem provável que a cominação de materiais tanto da esfera quanto da superfície desgastada tenha sido aderida no contracorpo e posteriormente transferida para superfície do corpo de prova, conforme indicado pelo espectro de EDS na Figura 72.



**Figura 72** - Espectro obtido por EDS da superfície desgastada do sistema ASPN\_Si  
**Fonte:** Autoria própria.

É aparente na Figura 73 que a esfera de nitreto de silício sofreu grande desgaste no sentido do deslizamento após ensaio. O desgaste na superfície pode estar ligado com as características mecânicas/tenacidade e de resistência à corrosão da esfera  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . O atrito da esfera contra as superfícies ensaiadas provocou deformação plástica, originando a ocorrência dos mecanismos de microsulcamento nas superfícies dos corpos de prova e da esfera.



**Figura 73** - Superfície desgastada da esfera do sistema ASPN \_Si  
 Fonte: Autoria própria.

#### 4.3.4 Resumo dos resultados dos sistemas ensaiados

A Tabela 20 sumariza os resultados obtidos após ensaio de movimento recíproco para dos sistemas submersas em solução salina artificial (3,5% Vol. NaCl), sendo ordenados de acordo com seus desempenho e comportamento tribológico.

**Tabela 20** - Resumo dos resultados obtidos após ensaio de movimento alternado do sistema

Sistema	Menor COF	Menor Volume de desgaste	Tipo de mecanismo predominante
INC_Aço	1°	2°	Desgaste oxidativo
ASPN_Aço	4°	1°	Desgaste adesivo
INC_Si	2°	4°	Desgaste abrasivo
ASPN_Si	3°	3°	Desgaste abrasivo

Fonte: Autoria própria.

Considerando os resultados de coeficiente de atrito, o sistema INC\_Aço apresentou o menor COF dentre todos os tribossistemas. Esta redução do coeficiente de atrito está associada ao resultado da combinação provável de eventos ocorridos na superfície, atuando como uma interface protetora e lubrificante, uma vez que o sistema estava submerso em solução salina artificial (3,5% Vol. NaCl). O volume de desgaste neste sistema apresentou maior perda se comparado ao sistema com a superfície nitretada. Com base nos resultados e análises das

superfícies, é possível afirmar que o mecanismo predominante foi o desgaste oxidativo, conforme discutido anteriormente. Outros dois mecanismos foram encontrados neste sistema: o desgaste adesivo, com a adesão de ferro na parte inferior da trilha, assim como o desgaste abrasivo, pois a superfície apresentou microsulcamentos após o ensaio. A tendência à oxidação de esfera de aço foi verificada mesmo num ensaio a seco por Kraszczuk (2017), ao ensaiar uma superfície nitretada de aço AISI 440B.

No par tribológico ASPN\_Aço, observa-se que o coeficiente de atrito apresenta o maior valor dentre os sistemas ensaiados. Novamente, vale salientar que este aumento no COF está diretamente relacionado à alta rugosidade da superfície nitretada. Ainda com uma oxidação no tribossistema devido ao sistema estar submerso em meio interfacial de solução salina artificial (3,5% Vol. NaCl) e a esfera de aço ser mais suscetível em oxidar do que a esfera de nitreto de silício, a mesma não foi capaz de ajudar na redução do coeficiente de atrito principalmente devido às altas deformações ocorridas no sistema. Mesmo com o maior coeficiente de atrito, o par tribológico ASPN\_Aço obteve o menor desgaste, visto que a superfície tratada se comporta como um corpo rígido e praticamente toda a deformação resultante se dá no filme de óxido presente na superfície da esfera. No estudo realizado por Travi (2016), apesar do aumento da rugosidade do substrato AISI M2 após nitretação por plasma em gaiola catódica, este pesquisador também observou uma maior resistência ao desgaste quando ensaiado contra um material de menor dureza em deslizamento. No sistema ASPN\_Aço, o mecanismo predominante foi o desgaste adesivo, com adesão de materiais provenientes da esfera na superfície nitretada devido ao incremento de dureza superficial e rugosidade, promovendo assim uma superfície de topografia mais lisa. Evidências de desgaste abrasivo também foram observadas, porém em menor proporção.

No sistema INC\_Si a abrasão foi o principal mecanismo de desgaste observado, além da presença de adesão durante os ensaios de movimento recíproco com esfera de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Sobre o Inconel 600, Mindivan e Mindivan (2013) notaram também que os coeficientes de atrito das superfícies tanto nitretadas quanto sem tratamento resultaram em valores próximos, da mesma maneira como ocorreu para os sistemas ensaiados com esfera de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  neste trabalho. Entretanto, apesar do elevado desgaste do sistema INC\_Si (maior dentre os sistemas), o coeficiente de atrito foi o 2º menor, provavelmente devido ao material da esfera ter a característica de promover um menor atrito entre as superfícies, reduzindo assim a componente de adesão do atrito.

No sistema ASPN\_Si o mecanismo de abrasão foi igualmente predominante, eliminando inclusive o efeito benéfico da camada nitretada sobre a superfície, tanto no atrito

quanto no volume desgastado. Os danos ocasionados por partículas sólidas provenientes da cominação de materiais da esfera e da superfície desgastada presentes na zona de deslizamento produziram microssulcamentos na superfície nitretada, caracterizando o desgaste abrasivo principalmente na região central da trilha. O desgaste adesivo também foi observado por conta da adesão de partículas de ferro provavelmente provenientes do substrato e aderidas na superfície nitretada após ensaio. Pinto *et al.* (2013) também observaram a predominância do desgaste abrasivo na região central da pista desgastada na superfície nitretada. Além desse fenômeno, houve o aparecimento de desgaste por adesão, concentrado nas extremidades (da mesma maneira ocorrida no sistema ASPN\_Si). Também foi visto no estudo destes autores que a resistência ao desgaste para a condição apenas nitretada foi a que resultou em melhoria de desempenho sob desgaste devido à sua alta dureza superficial em comparação com as outras condições sem tratamento.

## 5 CONCLUSÕES

No estudo do comportamento tribológico por riscamento linear e movimento alternado do material Inconel 718 nitretado por plasma em gaiola catódica, puderam ser obtidas as seguintes conclusões:

Quanto à microdureza, o corpo de prova nitretado apresentou valor médio de  $1200 \pm 100 \text{HV}_{0.050}$ , enquanto a amostra do material do substrato (Inconel 718) em sua condição solubilizada e envelhecida atingiu  $530 \pm 10 \text{HV}_{0.050}$ . As medições de nanodureza Berkovich também comprovam um aumento da dureza superficial das superfícies após nitretação com o valor médio de  $13,46 \pm 0,58 \text{ GPa}$  e a superfície sem tratamento com o valor médio de  $5,11 \pm 0,25 \text{ GPa}$ .

Após o tratamento de nitretação houve um aumento da rugosidade podendo ser relacionado à formação de fase S, uma vez que as bandas de deslizamentos formadas seguem a orientação dos grãos do substrato, indicando, talvez uma deformação plástica na superfície e, conseqüentemente, num aumento da rugosidade superficial. O parâmetro  $S_q$  (rugosidade média quadrática) foi  $0,081 \pm 0,007 \mu\text{m}$  para o Inconel e para a superfície ASPN  $0,153 \pm 0,004 \mu\text{m}$ .

Através do ensaio de riscamento linear foi possível determinar a carga máxima de 5 N, que a camada nitretada resiste antes de se observar falha na superfície tratada. Os valores do coeficiente de atrito foram de aproximadamente 0,087 para amostra não tratada, enquanto no corpo de prova nitretado por plasma se obteve um coeficiente de atrito com uma média de 0,086. Esta similaridade entre os resultados do COF para ambas as amostras pode estar associada à maior rugosidade do corpo de prova ASPN, pois, de acordo com a literatura, estudos indicam que o COF diminui após processos de nitretação por plasma. A amostra nitretada apresentou menor *fab* com a carga normal aplicada de 2,26 N, indicando tendência à maior formação de bordas (*pile-up*). A amostra não tratada apresentou maior *fab*, ou seja, houve maior tendência ao mecanismo de corte ser mais efetivo na ausência do tratamento termoquímico.

Nos ensaios de movimento alterando o quê? foi observado um processo oxidativo no sistema INC\_Aço, sendo identificada a presença predominante de desgaste do tipo oxidativo, potencializado pela característica do material da esfera de aço ser mais suscetível a oxidar do que a esfera de nitreto de silício, além do sistema estar submerso em meio interfacial de solução salina artificial.

A resistência ao desgaste da amostra tratada termoquimicamente mostrou ser bem superior do que a resistência do Inconel 718 na condição ensaiada com esfera de aço.

O coeficiente de atrito no sistema Inconel com a esfera de aço obteve o valor  $0,29 \pm 0,01$ , porém nos outros sistemas os valores ficaram próximos de 0,4. Esta diferença no coeficiente de atrito no sistema de Inconel e esfera de aço pode ser devido ao mecanismo de oxidação ocorrido durante o ensaio.

O mecanismo de desgaste abrasivo foi observado nos ensaios de desgaste por deslizamento com as esferas  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , obtendo os maiores volumes de desgaste.

## 6 SUGESTOES PARA TRABALHOS FUTUROS

Durante o desenvolvimento deste trabalho surgiram algumas considerações visando à complementação e continuação do presente estudo. Seguem algumas sugestões de estudos a serem desenvolvidos em trabalhos futuros:

- Referente à matéria-prima e processo de nitretação:

- Comparar o Inconel 718 com outro material similar a fim de verificar similaridade de comportamento tribológico;

- Realizar diferente processo termoquímico no Inconel 718 como, por exemplo, a nitretação por plasma convencional combinando diferentes tempos e temperaturas a fim de comparar o comportamento tribológico;

- Referente aos ensaios tribológicos:

- Realizar ensaios para avaliação do atrito e desgaste com contracorpos com acabamentos e rugosidades diferentes;

- Realizar ensaios interrompidos de movimento alternado, para avaliar a superfície antes da estabilização do COF e observar outros mecanismos como fadiga;

- Realizar ensaios com areia;

- Avaliar o comportamento tribológico com diferentes cargas e velocidades aplicadas ao teste de riscamento e movimento alternado.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AKCA, E.; GURSEL, A. Review on Superalloys and IN718 Nickel-Based INCONEL Superalloy. **Periodicals of Engineering and Natural Sciences**, v. 3, n. 1, 2015.
- ALVES JÚNIOR, C. **Nitretação a plasma: Fundamentos e Aplicações**. Natal: EdUFRN, 2001.
- API 6A718. Specification of nickel base alloy 718 (UNS N07718) for oil and gas drilling and production equipment. **API Specification 6A718**, first edition, Washington, D.C., 2004.
- ASM. **ASM Handbook**, v. 3, Alloy Phase Diagrams. [S.l.]: [s.n.], 1992.
- ASM. **ASM Handbook**, v. 18, Friction, Lubrication, and Wear. [S.l.]: [s.n.], 1992.
- ASM. **ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys**. [S.l.]: [s.n.], 2010.
- ASM. **ASTM G 40-10: Standard Terminology Relating to Wear and Erosion**. USA, 2010.
- ASTHANA, R.; KUMAS, A.; DAHOTRE, N. **Materials Processing and Manufacturing Science**. 1.ed. Butterworth-Heinemann: Elsevier, 2006.
- ASTM. **Standard Guide for Developing and Selecting Wear Tests**. G190-15 Annual Book of ASTM Standards, 2015.
- AW, P. K.; BATCHELOR, A. W.; LOH, N. L. Structure and Tribological properties of plasma nitrided surface films on Inconel 718. *Surface and Coatings Technology*, Singapore, n. 89, p. 70-76, 1996.
- AW, P. K.; BATCHELOR, A. W.; LOH, N. L. Failure mechanisms of plasma nitrided Inconel 718 film. **Wear**, p. 208, 1997.
- BAYER, R. G. **Mechanical Wear Fundamentals and Testing**. 2.ed. New York: Marcel Dekker, Inc., 2004 .
- BAI, Y.; BAI Q. **Subsea Engineering Handbook**. 1.ed. Houston: Elsevier, 2010.
- BAUM, I. J. R.; BASSO, R. L. O.; FIGUEROA, C. V.; LEITE, M. V.; MEI, P. R.; SINATORA, A. Desgaste e atrito da camada nitretada do aço ABNT H13 nitretado por plasma pulsado. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, n. 6, p. 67-72, 2009.
- BENABDALLAH. S. M. H. Reciprocating Sliding Friction and Wear Test Apparatus. **Polymer Testing**, n. 9, p. 195-211, 1990.
- BOROWSKI, T.; BROJANOWSKA, A.; KOST, M.; GARBACZ, H. & WIERZCHÓN, T. Modifying the properties of the Inconel 625 nickel alloy by glow discharge assisted nitriding. **Vacuum**, p. 1489-1493, 2009.
- BREGANON, R. **Comportamento tribológico do aço inoxidável martensítico CA-6NM nitretado por plasma em ensaio de riscamento**. 2015. Dissertação (Mestrado) – UFPR, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015.



CALIARI, F. R.; CANDIOTO, K. C. G.; REIS, D. A. P.; COUTO, A. A.; DE MOURA NETO, C.; NUNES, C. Â. **Efeito do tratamento de envelhecimento na superliga Inconel 718: aplicação em temperaturas elevadas.** TTT 2012. VI CONFERÊNCIA BRASILEIRA SOBRE TEMAS DE TRATAMENTO TÉRMICO, Atibaia, SP, 2012.

CAETANO, R. R.; FRANCO JR., A. R.; PINEDO, C. E. Características de formação da austenita expandida na nitretação por plasma do aço inoxidável austenítico AISI 316 Grau ASTM F138. CBECMAT, **Anais...**, 2003

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica.** 2.ed. São Paulo: Mc-Grawhill, 1986.

CHOUDHURY, I. A.; EL-BARADIE, M. A. Machinability of nickel-base super alloys: a general review. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 77, n. 1-3, p. 278-284, 1998.

CZERWIEC, T.; RENEVIER, N.; MICHEL, H. Low-temperature plasma-assisted nitriding. **Surface and Coatings Technology**, v. 131, n. 1-3, p. 267-277, 2000.

DECKER, R. F. **The Evolution of Wrought Age-Hardenable Superalloys - Nickel:** a century of Innovation – Overview, p. 32-36, 2006.

DONG, H. S-phase surface engineering of Fe-Cr, Co-Cr and Ni-Cr alloys. **International Material Reviews**, p. 65-98, 2010.

DONACHIE, M.; DONACHIE, S. **SUPERLLOYS: A Technical Guide.** 2.ed. Metals Park: ASM INTERNATIONAL, v. Único, 2002.

DU, J. H.; LU, X. D.; DENG, Q.; QU, J. L.; ZHUANG, J.Y.; ZHONG, Z. Y. High temperature stability and mechanical properties of novel 718 superalloy. **Materials Science and Engineering**, v. 452-453, p. 584-591, 2007.

ESPITIA, L. A.; DONG, H.; XIAO-YING, L.; PINEDO, C. E.; TSCHIPTSCHIN, A.P. Scratch test of active screen low temperature plasma nitrided AISI410. **Wear**, p. 376-377, 2017.

EISELSTEIN, H. L.; TILLACK, D. J. The Invention And Definition Of Alloy 625. In: LORIA, E. A. **The Minerals, Metals & Materials Society**, 1991.

FAROKHZADEH, K.; EDRISY, A.; PIGOTT, G.; LIDSTER, P. Scratch resistance analysis of plasma-nitrided Ti-6Al-4V alloy. **Wear**, n. 302, p. 845-853, 2013.

FRANCO JÚNIOR, A. R. **Obtenção de revestimento duplex por nitretação a plasma E Pvd-Tin Em Aços Ferramenta AISI D2 E Aisi H13.** 2003. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

FRANCO, L. A.; SINATORA, A. Material removal factor (fab): A critical assessment of its role in theoretical and practical approaches to abrasive wear of ductile materials. **Wear**, n. 382, p. 51-61, 2017.

GALO, R. **Efeito da tribocorrosão em materiais odontológicos metálicos.** 2008. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2008.

GEDDES, B.; LEON, H.; HUANG, X. **ASM Superalloys: Alloying and Performance**. [S.l.]: [s.n.], 2010.

HUTCHINGS, I. M. **Tribology, Friction and Wear of Engineering Materials**. United Kingdom: Butterworth-Heinemann, 1992.

HUTCHINGS, I. M.; SHIPWAY, P. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. 2<sup>nd</sup> ed. United Kingdom: Butterworth-Heinemann, 2017.

JAMBOR, M.; BOKUVKA, O.; NOVY, F.; TRSKO, L.; BELAN, J. Phase Transformations in Nickel base Superalloy Inconel 718 during Cyclic Loading at High Temperature. **Production Engineering Archives**, n. 15, 2017.

JING, Y. *et al.* Phase transformations during low temperature nitrided Inconel 718 superalloy. **ISIJ International**, v. 56, n. 6, p. 1076-1082, 2016.

JONES, F. D.; OBERG, E.; HORTON, H. L. **Machinery's handbook**. New York, USA: Industrial Press Incorporated, 2004.

KRASZCZUK, A. **Caracterização microestrutural, mecânica e tribológica de um aço AISI 440B após os tratamentos de têmpera e nitretação a plasma**. 2017. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017.

KAHRAMAN, F.; KARADENIZ, S. Characterization and wearbehaviorof plasma nitridednickelbased dental alloy. **Plasma Chem Plasma Process**, v. 31, p. 595-604, 2011.

KOVACI, H.; ASL, H.; ALBAYRAK, Ç.; ALSARAN, A. **Wear Propertiesof Plasma Nitrided Inconel 718 Superalloy**. 13<sup>TH</sup> INTERNATIONAL CONFERENCE ON PLASMA SURFACE ENGINEERING, Germany, 2012.

KUO, C. M.; YANG, Y. T.; BOR, H.Y.; WEI, C. N.; TAI, C. C. Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 510-511, p. 289-294, 2009.

KUSHAN, M. C. *et al.* ALLVAC 718 Plus™ superalloy for aircraft engine applications. In: **Recent Advances in Aircraft Technology**. InTech, 2012.

LEYLAND, A.; MATTHEWS, A. On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behaviour. **Wear**, v. 246, n. 1, p. 1-11, 2000.

LI, C. X. Active screen plasma nitriding—an overview. **Surface engineering**, v. 26, n. 1-2, p. 135-141, 2010.

LI, C. X. Principles, mechanisms and applications of active screen plasma nitriding. **Heat Treatment of metals**, v. 1, p. 1, 2003.

LI, C. X.; BELL, T. Sliding wear properties of active screen plasma nitrided 316 austenitic stainless steel. **Wear**, v. 256, n. 11-12, p. 1144-1152, 2004.

LIN, J.; WECK, O.; NEUFVILLE, R.; YUE, R. Enhancing the value of offshore developments with flexible subsea tiebacks. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, n. 102, p. 73-83, 2013.

MANHABOSCO, T. M. **Tribocorrosão da Liga Ti6Al4V, Liga Nitretada, Ti6Al4V Revestida por Filmes Diamond-LikeCarbon (DLC) e obtenção eletroquímica de filmes**. 2009. Tese (Doutorado) – UFRGS, Porto Alegre, 2009.

MASHIBA, M. **Influência dos parâmetros de operação e projeto no desempenho de atuação hidráulica de válvulas submarinas do tipo gaveta**. 2011. Dissertação (Mestrado) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.

MAKISHI, T.; NAKATA, K. Surface hardening of nickel alloys by means of plasma nitriding. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 35, n. 1, p. 227-238, 2004.

MINDIVAN, F.; MINDIVAN, H. Comparisons of Wear Performance of Hardened Inconel 600 by Different Nitriding Processes. **Procedia Engineering**, v. 68, p. 730-735, 2013.

NASCIMENTO, I. A.; NASCIMENTO, A. M.; BAPTÍSTA, A. L.; BAPTÍSTA, L. A.; SILVEIRA, R. M. S. **Aspectos Técnicos da superliga de Inconel 718 utilizada para fabricação de tubos centrífugados empregados na exploração de petróleo em águas profundas**. Contribuição técnica. 68º CONGRESSO ANUAL DA ABM – INTERNACIONAL, 2013.

NEGRONI, A. **Corrosion and tribocorrosion study of CoCrMo biomedical alloys**. 2014. Dissertation (Master degree) – Politecnico di Milano, Milano, 2014.

NIANG, A.; VIGUIER, B.; LACAZE, J. Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718. **Materials Characterization**, v. 61, p. 525-534, 2010.

OLIVEIRA, L. F.; LIMA, E. S.; ROCHA, A. da S. **Um estudo sobre a nitretação a plasma com tela ativa do aço AISI M2**. CONFERENCIA 5º SEMINÁRIO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA DO IFSUL, p. 693-704, 2016.

PARKES, K.; HODKIEWICS, M.; MORISSON, D. The Role of Organizational Factors in Achieving Reliability in the Design and Manufacture of Subsea Equipment. **Human Factors and Ergonomics in Manufacturing & Service Industries**, v. 22, n. 6, p. 487-505, 2012.

PESSOA, E. F. **Soldagem de Revestimento com Ligas de Níquel Empregando o Processo MIG/MAG com Duplo Arame para Aplicações em Componentes do Setor de Óleo e Gás Natural**. 2014. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2014.

PINA, C.; DAHM, K.; FISHER, J.; DEARNLEY, P. The damage tolerance of S-phase coated biomedical grade stainlesssteel. **Wear**, n. 263, p. 1081-1086, 2007.

PINTO, R.A.; HUNGRIA, V.; BORGES, P. C; PINTAÚDE, G. **Desgaste por deslizamento da camada martencítica obtida por meio do SHTP no aço inoxidável Ferrítico AISI 409**. CIBEM – VI CONGRESSO IBERO-AMERICANO EM ENGENHARIA MECÂNICA, 2013.

PRETECNOLOGIES – **Subsea Gate Valve**. Disponível em: <<http://www.pretechnologies.com/experience/gate-valve>>. Acesso em: 07 abr. 2018.

RAZA, S. S. Superalloys: an introduction with thermal analysis. **Journal of Fundamental and Applied Sciences**, v. 7, n. 3, p. 364-374, 2015.

REED, R. C. **The Superalloy – Fundamentals e Applications**. 1.ed. United Kingdom: Cambridge University Press, 2006.

RIGNEY, D. A. **Comments of metals on the sliding wear**, v. 30, n. 5, p. 361-367, 1997.

ROVANI, A. C.; BREGANON, R.; SOUZA, G. S.; BRUNATTO, S. F.; PINTAÚDE, G. Scratch resistance of low-temperature plasma nitride and carburized martensitic stainless steel. **Wear**, p. 376-377, 2017.

SERGICI, O. A.; RANDALL, X. N. Explaining the principles and the terminology of the scratch test. **Advanced Materials & processes**, 2006.

SKARRA, R. M. **The Effect of Pulse Plasma Surface Treatment on the Corrosion Properties of Inconel 718**. Norway: Trondheim, 2011.

SOARES, R. **Corrosion and tribocorrosion resistance of supermartensitic stainless steels used in petroleum and gas industry**. 2016. Thesis (Doctoral) – Belo Horizonte, 2016.

SOUSA, R. M.; DE ARAÚJO, F. O.; RIBEIRO, K. J. B.; DE SOUSA, R. S.; BARBOSA, J. C. P.; ALVES JÚNIOR, C. Nitretação iônica em gaiola catódica do aço inoxidável martensítico AISI 420. **Revista Matéria**, v. 13, n. 1, p. 104-109, 2008.

SOUSA, R. R. M. **Nitretação iônica sem efeito de borda: Desenvolvimento e avaliação de uma nova técnica**. 2006. Dissertação (Mestrado) – UFRG, Natal, 2006.

SUGAHARA, T. **Estudo do comportamento em fluência da superliga 718**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Aeronáutica) – ITA , 2011.

THOMAS, A.; EL-WAHABI, M.; CABRERA, J. M.; PRADO, J. M. High temperature deformation of Inconel 718. **Journal of Materials Processing Technology**, n. 177, p. 469-472, 2006.

TRAVI, L. **Análise do desgaste na interface do aço rápido AISI M2 nitretado a plasma formando pares tribológicos com materiais metálicos**. 2016. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016.

TRIBONET. **About tribology**. Disponível em: <<https://www.tribonet.org/>>. Acesso em: 07 abr. 2018.

VALADÃO, E. M. **Avaliação do desempenho do aço AISI D2 tratado termicamente e nitretado em plasma com gaiola catódica visando aplicação industrial**. 2008. Dissertação (Mestrado) – UFRG, Natal, 2008.

VERSPUI, M. A.; VELDEN, P van der; WITH, G. de; SLIKKERVEER, P. J. Angularity determination of abrasive powders. **Wear**, v. 199, p. 122-126, 1996.

ZHANG, H.; QIN, H.; REN, Z.; ZHAO, J.; HOU, X.; DOLL, G. L.; DONG, Y.; YE, C. Low-temperature nitriding of nanocrystalline Inconel 718 alloy. **Surface and Coatings Technology**, n. 330, 2017.

ZHAO, C.; LI, C. X.; DONG, H.; BELL, T. Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism. **Surface and Coatings Technology**, p. 2320-2325, 2016.

ZUM GAHR, K. H. **Microstructure and Wear of Materials**, v. 10. Amsterdam: Elsevier, 1987 (Tribology Series)

## APÊNDICE A - CERTIFICADO DE MATÉRIA-PRIMA



Catbrook Street  
 Sheffield S9 2JN  
 Telephone: +44 114 244 6711  
 Facsimile: +44 114 244 7469



Centre 96236

Results quoted only refer to the items tested.

Material Specification IN HK9 075 (TYPE JJ) REV A

<b>Customer Order</b> 4500181971 - 04 <b>Customer Order Date</b> 30Oct08 <b>Sales Order Number</b> EUR-253754-4 <b>Report Date</b> 26Aug09 <b>Quantity</b> 4 Pcs 210 Kgs 2.5" DIA X 3.9 METRES (2 MULTS OF 1950MM)	<b>Trade Number</b> 326449 <b>Part Number</b> BRF-0001267 <b>Case Number</b> LT2027EV13 <b>Cart Number</b> EUR-202080
<b>Test Certificate</b>	
<b>To:</b> APER SOLUTIONS DO BRASIL LTDA RUA FRANCISCO SOBRINHA, 6136-070 CURITIBA PR, BRAZIL	
<b>Description</b> UNS N07718 TO IN HK9 075 TYPE II (120KPSL 3) SHEET TYPE ALLOY 718	

Heat Treatment Spec	Temp (°C)	Soak	Coolant	Change Rate	Quenchant (°C)	Temp recorded using	HEAT SINK	Integral Predelongation
Heat Practice	VIM/VAR							
Heat Treatment	1029	1 HRS 5 MINS	WATER QUENCH		20	Max	24	
SOLUTION TREAT								
AGE HARDEN	788	7 HRS	TABLE COOL					

Location	Direction	Rp 0.20%	Rm	A5	Inputs		Direction	CIV
					2%	25 Min		
1/4T	LONGITUDINAL	120 Min	150 Min	18 Min (4d)	25 Min	1/4T	LONGITUDINAL	10/15 Min/Min Ave
Results (MS)		127.7	178.3	29	47	Results (/Fib)	-60 Centigrade	94 91 89

Carbon Equivalents											
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Cu	Ti	Microstructure
0.0150	0.0500	0.0700	0.0030	0.0078	16.4300	2.8800	53.5000	0.2300	0.0800	1.0200	3
											Max
											3

**PLEASE SEE LAST PAGE FOR IMPORTANT INFORMATION**

Names of Approved Signatories : S.Marked G.Smith S.Suter J.Walmsley  
 This report is not to be reproduced without written approval.

Signature Page 1 of 2