FLÁVIO PARREIRAS MARQUES

**Comportamento tribológico de três superligas de cobalto em
ensaios de microabrasão**

**SÃO PAULO
2018**

FLÁVIO PARREIRAS MARQUES

**Comportamento tribológico de três superligas de cobalto em
ensaio de microabrasão**

**Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo como pré-
requisito para obtenção do título de
Doutor em Ciências – Programa de
Engenharia Metalúrgica e de Materiais**

SÃO PAULO

2018

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Marques, Flávio

Comportamento tribológico de três superligas de cobalto em ensaios de microabrasão / F. Marques -- versão corr. -- São Paulo, 2018.
139 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1. Ensaio de microabrasão em superligas de cobalto, taxas e micromecanismos de desgaste, análise da camada subsuperficial da região desgastada recristalizada a frio. I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II. t.

FLÁVIO PARREIRAS MARQUES

**Comportamento tribológico de três superligas de cobalto em
ensaio de microabrasão**

**Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo como pré-
requisito para obtenção do título de
Doutor em Ciências**

**Área de concentração: Engenharia
Metalúrgica e de Materiais**

**Orientador: Prof. Titular
Dr. André Paulo Tschiptschin**

SÃO PAULO

2018

Dedico este trabalho à minha esposa Núbia, meu filho Flávio Junior e aos meus Pais, Geraldo e Catarina pelo incansável apoio e incentivo, imprescindíveis para a conclusão deste.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor André Paulo Tschiptschin, pela orientação e por seu constante estímulo transmitido durante o trabalho.

Ao Professor Antônio Cesar Bozzi e ao Professor Cherlio Scandian, pelo apoio e valorosas e imprescindíveis contribuições para as conclusões deste trabalho.

Aos Professores Amilton Sinatora e Roberto Martins e demais colegas do Departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica, pela disponibilização dos laboratórios e contribuições intelectuais para conclusão desta tese.

Às instituições, IFES, UFES, e USP.

Aos amigos e colegas do programa, Luiz Bernardo, Guilherme, Anderson e Adriano pelo constante incentivo.

Aos amigos e colegas do TRICORRMAT.

Aos amigos da República “Iquiririm”, Dario, Evandro, Antônio e muitos outros que me acolheram e muito me incentivaram nas horas difíceis longe da família.

Aos muitos outros colegas e amigos, os quais não citei aqui nominalmente, pelas contribuições intelectuais e constante incentivo.

Ao Laboratório LNNano do CNPEM e seus colaboradores, pela disponibilização dos microscópios e discussões.

À CAPES, pelo apoio financeiro ao trabalho.

E a Deus, o qual não poderia deixar de citar, pela vida, saúde e oportunidades a mim concedidas.

RESUMO

MARQUES, F. P. **Comportamento tribológico de três superligas de cobalto em ensaios de microabrasão**. 2018. 139 f. Tese (Doutorado) – Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

As superligas à base de cobalto são bem conhecidas por sua excelente resistência ao desgaste. Muitas pesquisas reportadas na literatura abordam o comportamento do desgaste destas ligas, seja no desgaste por deslizamento, erosivo ou abrasivo. Não obstante, o desgaste microabrasivo destas ligas não tem sido muito investigado, apesar dos danos causados por este tipo de solicitação. O comportamento do desgaste microabrasivo de três superligas à base de cobalto: a) 48% Co, 29 %Cr, 19 % Fe; b) uma liga com composição química próxima à da liga comercial Tribaloy T400 (Co 56 %, Cr 8.5%, Mo 29% Si 3.3 %) e c) uma liga com composição próxima à da liga comercial Stellite 6 (Co 64%, Cr 24 %, W 4.2 %, C 2,3%) foram investigadas. Os ensaios de microabrasão foram conduzidos com três abrasivos SiO_2 , Al_2O_3 , e SiC em suspensão em água destilada, com concentração de $0,1 \text{ g/cm}^3$. A carga aplicada foi de 0,3 N, a velocidade angular 20 rpm e a distância total de deslizamento, 48 metros. A análise das superfícies desgastadas por microscopia óptica, eletrônica de varredura e por perfilometria de contato mostraram que o tamanho, forma e dureza dos abrasivos podem influenciar significativamente os coeficientes de desgaste. Os ensaios conduzidos com partículas abrasivas de SiC e Al_2O_3 apresentaram maiores coeficientes de desgaste que os conduzidos com partículas de SiO_2 . A Liga Co-Cr-Fe mostrou os maiores coeficientes de desgaste quando comparada com as demais ligas, devido à baixa fração volumétrica de partículas de segunda fase, duras, precipitadas em sua microestrutura. Durante os ensaios, as três ligas, ensaiadas com os três diferentes abrasivos, apresentaram coeficientes de desgaste crescentes com o aumento da dureza do abrasivo; observou-se uma variação linear dos coeficientes de desgaste com a razão entre a dureza do abrasivo (H_a) e a dureza composta da liga (H_s), com $R^2 = 0.74$. O micromecanismo dominante em todos os ensaios foi o desgaste abrasivo a dois corpos (grooving wear). A liga com composição próxima à da liga comercial Tribaloy T400, contendo fases de Laves dispersas em sua microestrutura, apresentou uma transição de micromecanismo de desgaste dúctil para frágil, quando submetida a ensaios com partículas abrasivas de Al_2O_3 . Assim sendo, o volume de material removido nesta liga foi ligeiramente maior que o observado no ensaio com partículas de SiC. Na liga contendo baixa fração volumétrica de partículas de segunda fase, com matriz constituída por Co (CFC), observou-se uma camada subsuperficial nanocristalina de aproximadamente $1 \mu\text{m}$ de espessura, severamente deformada, imediatamente abaixo da superfície desgastada. Concluiu-se que o desgaste microabrasivo induziu a recristalização a frio do material encruado, com formação de grãos equiaxiais de dimensões nanométricas.

Palavras Chaves: Ligas à base de cobalto. Microabrasão. Resistência ao desgaste. Micromecanismos de desgaste. Nanocristalina. Recristalização.

ABSTRACT

MARQUES, F. P. **Tribological behavior in microabrasion of three cobalt-based superalloys**. 2018. 139 f. Tese (Doutorado) – Engenharia metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

Abstract. Cobalt alloys are well known for their excellent wear resistance. Many investigations are reported in literature related to the behavior of erosive, abrasive or sliding wear of these alloys. Nevertheless, the micro-abrasive wear of these alloys has not been thoroughly investigated, despite the damage caused by this type of wear. The microabrasive wear behavior of three cobalt alloys: a) 48 wt.% Co, 29 wt.% Cr, 19 wt.% Fe; b) an alloy with chemical composition close to Tribaloy T400 (56 wt.% Co, 8.5 wt.% Cr, 29% wt. Mo, 3.3 wt. %Si) and c) an alloy with chemical composition close to Stellite 6 (64wt.% Co 24 wt.% Cr, 4.2 wt.% W, 2,3 wt.% C were investigated. The tests were carried out using three 0,1 g/cm³ slurries composed by SiO₂, Al₂O₃, and SiC particles, in suspension in distilled water. The applied load was 0.3 N, the rotational speed 20 rpm and the total sliding distance 48 m. Analysis of the worn surfaces of the tested alloys by Optical Microscopy, Scanning Electron Microscopy and Contact Stylus Profilometry showed that abrasive size, shape and hardness could significantly influence the wear coefficients. The tests carried out with SiC and Al₂O₃ slurries resulted in greater wear rates than those carried out in SiO₂ slurry. Stellite 250, showed the greatest wear coefficient, compared to the two other experimental alloys, due to a very low volume fraction of hard second phase particles in the microstructure. Wear coefficients decreased with increasing abrasive particles hardness. An approximate linear correlation with the ratio between the hardness of the abrasives (H_a) and the compound hardness of the alloys (H_c) with a correlation factor $R^2 = 0.74$. The dominant wear micromechanism observed in all tests was two-body abrasion (grooving wear). The modified T400 alloy, containing Laves phase showed a transition from ductile to brittle wear mechanisms when testing with alumina slurries. The worn volume was slightly greater than the one observed with SiC. A severely deformed nanocrystalline layer was identified, immediately below the worn surface. It was concluded that cold recrystallization of the work-hardened material occurred, with the formation of nano sized equiaxed grains.

Keywords: Cobalt Alloys. Micro-scale abrasion. Wear resistance. Wear Mechanism. Nanocrystalline. Recrystallization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Máxima temperatura de trabalho de várias ligas resistentes à fluência [5].	21
Figura 2 - Diagramas de fases ternários cobalto-ferro-níquel a) 800°C, b) 600°C [6].	25
Figura 3 - Diagrama de fases binário cobalto-cromo [6].....	28
Figura 4 - Efeitos dos elementos de liga na transformação HC/CFC em função da solubilidade no cobalto CFC Morral 1967 apud Sims et al. 1987 [3].	31
Figura 5 - Imagens do microscópio eletrônico de transmissão das falhas de empilhamento na superliga de cobalto CFC (Co-25%Cr-11%Ni-7,5%W-0,8%Al-0,5%C-0,25%Ti-0,2%Mo-0,15%Zr-0,14Ta-0,05B). a) antes da deformação; b) depois da deformação [14].	32
Figura 6 - Tipos de desgaste e os respectivos coeficientes de desgaste médios propostos por Zum Gahr [16].	33
Figura 7 - Formação de uma partícula de transferência a partir de uma aspereza, ruptura e agregação. SASADA apud Hutchings [15].	34
Figura 8 – Representação esquemática do desgaste a dois e três corpos [15].	37
Figura 9 - Representação esquemática das diferentes interações entre o deslizamento de partículas abrasivas sobre a superfície dos materiais, a imagem (MEV) de um sulco provocado por desgaste abrasivo (<i>groove</i>) em um aço austenítico e a representação esquemática da seção transversal deste <i>groove</i> [16].	37
Figura 10 - Gráfico que expressa a resistência ao desgaste abrasivo a dois corpos no teste pino/abrasão em função da dureza de vários materiais [16].	39
Figura 11 - Interações entre o deslizamento de partículas duras em materiais com reforço de partículas de segunda fase [16].	40

Figura 12 - Gráfico apresentando a transição de regime de desgaste moderado para severo em função da razão de durezas do abrasivo e da amostra, destacando K_1 como o ponto inicial da transição e K_2 como o ponto final (adaptado) [18].	42
Figura 13 - Esquema de formação do perfil esférico na amostra, vista frontal (a) e da aparência da calota desgastada, vista superior (b). [27]	44
Figura 14 - Esquema de funcionamento do equipamento de microabrasão tipo esfera livre [28].	45
Figura 15 - Esquema do equipamento de microabrasão do tipo esfera fixa [25].	45
Figura 16 - Superfície desgastada por microabrasão (Desgaste por deslizamento) de uma amostra de aço ferramenta temperado e revenido. Abrasivo: diamante ($3\ \mu\text{m}$). MEV [19].	46
Figura 17 - Aspecto da superfície de desgaste (Desgaste por rolamento) produzida por microabrasão de uma amostra de aço ferramenta temperado e revenido. Abrasivo: SiC ($4,25\ \mu\text{m}$). MEV. [19].	47
Figura 18 – Desenho esquemático do mecanismo de fixação do abrasivo anguloso. a) partícula retida na entrada da região de contato permanecendo ali parada; b) partícula retida pela rugosidade da esfera sendo conduzida para a região de contato [29].	48
Figura 19 – Formação de <i>Ridges</i> por partículas que desgastam as regiões periféricas da cratera deixando a região de contato central em que se forma uma banda com pouco ou nenhum desgaste [29].	48
Figura 20 – Modelo idealizado proposto por Williams e Hyncica [35,36].	49
Figura 21 – Mapa com modos de desgaste com base em trabalhos anteriores de Adachi, gráfico da severidade de contato S em função da razão de dureza entre a esfera e superfície da amostra mostrando os modos de desgaste. [32]	51
Figura 22 - Observação MEV das seções transversais das superfícies após o ensaio cilindro sobre disco. a) Stellite 21 MIG; b) Stellite 21 LASER; c) Stellite 6 LASER. [39]	52
Figura 23 – Observação por microscopia das indentações da microdureza e gráfico dureza <i>versus</i> % deformação plástica do Stellite 21 MIG [40].	53

Figura 24 - Principais métodos de deformação plástica severa. a) Método de torção sob alta pressão; b) Método ECAP, adaptado [49].	55
Figura 25 - A hierarquia na formação da microestrutura em materiais metálicos policristalino, deformados por escorregamento. As várias características são mostradas em escala crescente: a) discordâncias; b) contornos de subgrãos criados pelas discordâncias; c) bandas de deformação e de transição dentro dos grãos; d) bandas cisalhadas atravessando vários grãos.	57
Figura 26 – Micrografia do microscópio eletrônico de transmissão (WBDF) mostrando a distância entre as discordâncias dissociadas para o cálculo da EFE [52].	58
Figura 27 – Efeito do grau de deformação a frio no tamanho de grão, na desorientação dos grãos e na densidade de discordâncias em uma amostra de cobre severamente deformada a frio [53].	59
Figura 28 – Desenvolvimento de novos grãos por cDRX observado em OIM (orientation imaging microscopy), liga de alumínio AA1421 processada por EACP sucessivamente até $\epsilon=12$ e temperatura de 673K [54].	60
Figura 29 – Modelo esquemático de formação de estruturas celulares UFG baseado em observações em MET sob SPD. A desorientação entre os subgrãos aumenta com a deformação e o ângulo dos contornos de grãos adquirem maiores valores em severas deformações [49].	61
Figura 30 – Microestrutura severamente deformada: a) Aço inoxidável ferrítico com 15% Cr sujeito a HCP e $\epsilon = 4$ [55]; b) Fe 0,6%, pó preparado por moagem mecânica por 300 horas [56].	61
Figura 31 – Microabrasômetro PLINT TE-66 [17].	68
Figura 32 - Detalhe do microscópio e sistema de iluminação [17].	68
Figura 33 – Parâmetros considerados da determinação do tamanho das partículas	70
Figura 34 - Distribuição de tamanho de partículas acumuladas abaixo (em vermelho) e retido por fração (em azul) (considerando o x_{c_min}).	71
Figura 35 - Detalhe do suporte com o peso morto e a esfera usada nos ensaios [17].	72

Figura 36 – Curva obtida durante o ensaio de microabrasão do aço superdúplex UNS S32750 recozido e envelhecido a 475°C por 12 horas. [17].....	73
Figura 37 – Detalhe do Analisador Topográfico - 3D Marca TAYLOR HOBSON [17].	74
Figura 38 - Micrografia da amostra A com ataque químico (100 ml HCl e 5 ml H ₂ O ₂ - 30%).....	77
Figura 39 – Amostra A destacando as regiões interdendríticas, bem como as análise de EDS de uma inclusão não metálica. A Figura 39b é um aumento da região demarcada com um círculo na Figura 39a.	78
Figura 40 – Imagens da superfície da amostra A após indentações do ensaio de dureza destacando a formação de maclas induzidas por deformação.....	79
Figura 41 – Micrografia da amostra S com ataque químico (100 ml HCl e 5 ml H ₂ O ₂ - 30%). A figura b) apresenta uma magnificação 5 vezes maior que a figura a).	80
Figura 42 – a) micrografia de uma liga Stellite 1 e b) micrografia de uma liga Stellite 6 [7].	80
Figura 43 – Quantificação volumétrica das fases da amostra S.....	81
Figura 44 – Tribaloy T 400 com fase de Laves primária e dendrítica em matriz eutética com fases de Laves secundárias, intercaladas com matriz de solução sólida de cobalto livre de fases duras [61].....	82
Figura 45 – Micrografia ótica da amostra T mostrando a fase de Laves primária dendrítica, dispersa na matriz de cobalto e microconstituente eutético formado por finas lamelas da fase de Laves intercaladas com matriz de cobalto. Magnificação crescente de a para d.....	82
Figura 46 - Micrografia ótica da amostra T com destaque para trinca no interior da fase de Laves primária.	83
Figura 47 – Detalhe da propagação de trinca na amostra T e destaque para as indentações da microdureza Vickers na fase de Laves. Aumento de 200 x.	84
Figura 48 – Quantificação volumétrica de fases de Laves – método da interseção..	85
Figura 49 - Difratoograma da amostra A	87
Figura 50 - Difratoograma da amostra T	87

Figura 51 - Difratoograma da amostra S	88
Figura 52 - Imagens de elétrons retroespalhados (MEV) dos abrasivos a) SiO_2 , b) Al_2O_3 e c) SiC	90
Figura 53 - Distribuição granulométrica das partículas abrasivas	91
Figura 54 – Coeficiente de desgaste do ensaio de microabrasão da amostra S usando o abrasivo Al_2O_3	92
Figura 55 - Coeficiente de desgaste microabrasivo para todas as superligas e abrasivos ensaiados.....	92
Figura 56 – Perfilometria da amostra A desgastada por SiO_2 e a projeção do perfil do centro da calota e de uma circunferência de 12,7mm de raio idêntico ao da esfera usada como contracorpo, indicando a coincidência da impressão da calota e o contracorpo.	94
Figura 57 – Perfil da calota da amostra S desgastada por SiO_2 e a circunferência de 12,7mm de raio, idêntico ao da esfera usada como contracorpo, indicando a diferença entre a impressão da calota e a forma do contracorpo.....	94
Figura 58 – Desempenho tribológico em microabrasão das superligas com base nos dados gerados pela perfilometria.	95
Figura 59 – Evolução do coeficiente de desgaste em função da razão da dureza do abrasivo pela dureza composta das ligas.	97
Figura 60 - Adaptação dos mapas de mecanismos de desgaste microabrasivo proposto por Trezona, Allsopp e Hutchings [24] indicando a posição dos testes deste trabalho nos respectivos campos: a) para o abrasivo SiC e b) para o abrasivo Al_2O_3	99
Figura 61 - Calotas de desgaste da amostra A após 20 minutos de ensaio: a) lama de SiO_2 , b) lama de Al_2O_3 e c) lama de SiC	99
Figura 62 – Imagem do centro da calota de desgaste da amostra A após 20 minutos de ensaio: a) lama de SiO_2 , b) lama de Al_2O_3 e c) lama de SiC	100
Figura 63 – Imagem do centro da calota de desgaste da amostra T após 30 minutos de ensaio: a) lama de SiO_2 , b) lama de Al_2O_3 e c) lama de SiC	101

Figura 64 - Centro da calota da amostra T desgastada por partículas de SiO_2 , destacando as microtrincas nas bordas das fases de Laves e as microindentações na matriz: a) imagens geradas por elétrons retroespalhados; b) imagens geradas por elétrons secundários.	102
Figura 65 - Imagens geradas em microscópio de varredura com canhão de efeito de campo (FEG), com maiores ampliações, mostrando as microindentações secundárias e destacando o mecanismo microcrossulcamento no centro da calota da amostra T desgastada por partículas de Al_2O_3 : a) imagens geradas por elétrons retroespalhados, b) imagens geradas por elétrons secundários.	103
Figura 66 – Centro da calota da amostra T desgastada por partículas de Al_2O_3 mostrando a microtrinca no interior da fase de Laves: a) imagem gerada por elétrons retroespalhados; b) ampliação da microtrinca - imagem gerada por elétrons secundários.	103
Figura 67 – Imagem do centro da calota de desgaste da amostra S após 30 minutos de ensaio: a) SiO_2 , b) Al_2O_3 e c) SiC	104
Figura 68 - Imagens de elétrons retroespalhados da amostra S e T, ambas desgastadas pelo SiC : a) amostra S contra SiC ; b) amostra T contra SiC	105
Figura 69 - Centro da calota da amostra T desgastada por SiO_2 com grande ampliação 16.000x, para destacar as microindentações secundárias dentro dos riscos: a) imagens geradas por elétrons retroespalhados, b) imagens geradas por elétrons secundários.	106
Figura 70 – Distribuição granulométrica dos abrasivos: a) SiO_2 , b) Al_2O_3 e c) SiC	107
Figura 71 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura da região desgastada, no fundo da calota produzida pela ação de partículas de Al_2O_3 na amostra A.	108
Figura 72 – Identação de microdureza($\text{HV}_{0,01}$) em uma trilha deixado pelo abrasivo na região central da calota desgastada.	109
Figura 73 – Gráfico da variação da nanodureza em função da profundidade na seção transversal e respectiva linha de tendência.	110
Figura 74 – Trincheira aberta por ablação de íons de gálio em microscópio eletrônico de duplo feixe (FIB) a) Seção transversal da região desgastada; b) Seção	

transversal com maior magnificação destacando duas regiões com 1 μ m de espessura.....	111
Figura 75 – Sequência de imagens da seção transversal da região desgastada com crescente magnificação, destacando a região altamente deformada e mostrando os nanocristais e os padrões de difração de elétrons (MET).	115
Figura 76 – Imagens produzidas por TKD da região dos nanocristais e da camada de transição.....	116

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química das superligas resistentes ao desgaste.	23
Tabela 2 - Composição química das superligas resistentes ao calor.	24
Tabela 3 – Propriedades físicas do cobalto [9].	26
Tabela 4 - Fases presentes na liga Haynes Alloy 25 com os respectivos parâmetros de rede [7].	30
Tabela 5 – Identificação das amostras.	63
Tabela 6 – Parâmetros operacionais dos ensaios de microabrasão.	69
Tabela 7 - Composição química obtida por análise das amostras A, S e T (em negrito) e composição química nominal inicialmente especificada [58].	75
Tabela 8 – Valores de dureza Vickers.	86
Tabela 9 – Características dos abrasivos.	89

SUMÁRIO

1.INTRODUÇÃO	18
2.REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
2.1 SUPERLIGAS	21
2.1.1 Superligas de cobalto	26
2.1.1.1 Composição química	27
2.1.1.2 Fases e precipitados	29
2.1.1.3 Transformação de fase – Alotropia do cobalto	29
2.1.1.4 Falhas de empilhamento	31
2.2 DESGASTE E SEU COMPORTAMENTO EM SUPERLIGAS DE COBALTO	32
2.2.1 Desgaste por deslizamento	33
2.2.2 Desgaste erosivo.....	34
2.2.2.1 Erosão por partículas sólidas	34
2.2.2.2 Erosão por lama	35
2.2.2.3 Erosão cavitacional e erosão por gotas líquidas	35
2.2.3 Desgaste por abrasão	36
2.2.4 Avaliação do tipo de desgaste	41
2.2.5 Microabrasão	43
2.2.6 Severidade de contato	49
2.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA E RECRISTALIZAÇÃO NA TEMPERATURA AMBIENTE	51
2.3.1 Deformação plástica severa e formação de nanoestruturas.....	55

2.3.1.1 Recristalização dinâmica contínua	58
2.3.2 O desenvolvimento de microestrutura nanorrecristalizada em ensaios tribológicos	62
3.MATERIAIS E MÉTODOS	63
3.1 MATERIAIS	63
3.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS	64
3.2.1 MEV (microscópio eletrônico de varredura)	64
3.2.2 Microscopia óptica	64
3.2.3 Microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão	65
3.3 DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA.....	65
3.4 DETERMINAÇÃO DA DUREZA.....	66
3.5 ENSAIO DE MICROABRASÃO (EIXO FIXO)	66
3.5.1 Medição do diâmetro da calota desgastada	68
3.5.2 Parâmetros do ensaio de microabrasão	69
3.5.3 Abrasivos	69
3.5.4 Força normal no contato (N)	72
3.5.5 Determinação do regime permanente de desgaste.....	72
3.5.6 Análise topográfica para avaliação da esfericidade da calota de desgaste	73
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	75
4.1 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MICROESTRUTURAL	75
4.1.1 Análise química das amostras	75

4.1.2 Microestrutura das amostras	76
4.1.2.1 Microestrutura da amostra A	76
4.1.2.2 Microestrutura da amostra S	79
4.1.2.3 Microestrutura da amostra T	81
4.1.3 Dureza das amostras	85
4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X	86
4.3 CARACTERIZAÇÃO DOS ABRASIVOS	88
4.4 ENSAIOS DE MICROABRASÃO	91
4.5 FORMAÇÃO DA CRATERA DE DESGASTE E ANÁLISE DO PERFIL	93
4.6 CÁLCULO DO COEFICIENTE DE DESGASTE PELO VOLUME DESGASTADO MEDIDO POR PERFILOMETRIA	94
4.7 ANÁLISE DO DESEMPENHO TRIBOLÓGICO DAS LIGAS EM FUNÇÃO DOS ABRASIVOS.....	96
4.8 MICROMECHANISMOS DE DESGASTE.....	98
4.9 ANÁLISE DO MICROMECHANISMO DE DESGASTE ATUANTE NA MATRIZ DA AMOSTRA A.	107
5. CONCLUSÕES	118
6. TRABALHOS COMPLEMENTARES	120
REFERÊNCIAS.....	121
APÊNDICE A – Distribuição granulométrica e parâmetros de forma (SiO₂)	127
APÊNDICE B – Distribuição granulométrica e parâmetros de forma (Al₂O₃) ...	131
APÊNDICE C – Distribuição granulométrica e parâmetros de forma (SiC)	135
APÊNDICE D - Publicações em periódicos de circulação internacional no período da tese:.....	139

1.. INTRODUÇÃO

Tribologia é uma palavra desconhecida por muitos, mas presente na vida e cotidiano de todos. A palavra Tribologia tem origem grega *tribos*, que significa ato de esfregar, mais *lógos*, que significa estudo. Portanto, tribologia é a ciência que estuda o atrito, desgaste e lubrificação e segundo definição proposta por JOST, é a ciência e tecnologia que estuda as interações de superfícies em movimento relativo e assuntos práticos relacionados [1].

Antes de prosseguir, deve-se responder a uma pergunta: *Por que superfícies interagindo em movimento relativo têm tanta importância econômica e afetam tanto nosso dia a dia?* E a resposta é: *Interações superficiais controlam e governam o funcionamento de praticamente todo dispositivo desenvolvido pelo homem.* Pergunta e resposta estão em uma recente publicação sobre oportunidades estratégicas em tribologia [2] que expressa muito bem a motivação inicial de estudos tribológicos como o que será desenvolvido neste trabalho.

A tribologia é uma ciência multidisciplinar, pois une os campos da mecânica, física, química, materiais e medicina. Dentro da tribologia, o desgaste é um fator que demanda muita preocupação, haja vista a grande quantidade de recursos que são gastos em reparos e substituição de peças e equipamentos. Essa situação motiva muitos pesquisadores a buscar cada vez mais materiais que tenham maior resistência mecânica, maior resistência ao desgaste e à corrosão, seja em condições de temperatura ambiente, seja em altas temperaturas, com o objetivo de impedir ou diminuir o desgaste e seus impactos.

Os pesquisadores, em muitos casos, se concentram no desenvolvimento de novos materiais, novas técnicas de tratamentos ou até mesmo na indicação de materiais já existentes e mais adequados a determinadas condições específicas. Com a aplicação do resultado dessas pesquisas na prática, é possível aumentar a vida útil de peças e equipamentos, bem como reduzir os custos de manutenção e de produção. Mas o estudo do desgaste e a compreensão de como ele ocorre e como o material se comporta em relação a esse fenômeno são muito importantes. O desgaste pode ser classificado em vários tipos, entre os quais o desgaste por deslizamento, o desgaste erosivo e o desgaste abrasivo.

Todos os tipos de desgaste têm sido estudados exaustivamente, mas neste trabalho foram concentrados estudos em um grande segmento desse assunto: o desgaste abrasivo. O desgaste abrasivo é responsável por grande parcela de falhas, quebras, substituição de peças e paradas de produção, ocasionando altos custos de manutenção e/ou produção; portanto, o desgaste abrasivo tem sido estudado a fundo com o objetivo de entender seus mecanismos e desenvolver materiais mais resistentes.

Entre os materiais considerados de grande resistência ao desgaste estão as superligas, as quais são assim conhecidas por possuírem boas propriedades mecânicas e elevada resistência ao desgaste e à corrosão, tanto na temperatura ambiente quanto em altas temperaturas e condições ambientais extremas. As superligas são aplicadas nos mais variados segmentos da indústria, tais como na construção de turbinas a jato e peças de motores de combustão interna, em peças das plantas de conversão de energia a partir do carvão, na construção e reparos de turbinas hídricas, na confecção de matrizes e em toda cadeia da indústria do petróleo. As superligas, em sua maioria, são materiais à base de níquel e cobalto. O cobalto é um elemento de liga conhecido por diminuir a energia de falha de empilhamento (EFE) das ligas em que ele está presente. Menor EFE promove nos materiais arranjo planar de discordâncias, maior taxa de encruamento, melhorando a resistência mecânica e ao desgaste desses materiais.

As superligas, em geral, estão sendo estudadas há várias décadas e muito se sabe a respeito de suas estruturas e do comportamento sob solicitações de corrosão e desgaste. Todavia, existe uma lacuna na literatura no que tange ao desgaste microabrasivo dessas ligas e ao comportamento subsuperficial do material quanto à deformação, dureza, encruamento e seus efeitos no coeficiente de desgaste e influência nos micromecanismos de desgaste.

A motivação na escolha das ligas e da técnica de microabrasão originou-se de aplicações reais de superligas. Uma superliga à base de cobalto-cromo-ferro, Stellite 250, é usada na confecção de guias para conformação de tubos sem costura. Estas guias sofrem desgaste severo quando os tubos passam por elas. Parte do desgaste destas guias é atribuído a partículas duras oriundas do processo de conformação dos tubos, que promovem a abrasão das mesmas. Ainda para esta aplicação, foram testados em campo, outras duas superligas à base de cobalto, Stellite 6 e Tribaloy

T400; embora estas ligas possuam alta resistência ao desgaste, sua aplicação não teve sucesso devido à sua fragilidade. Outra situação motivadora foi a aplicação de uma superliga à base de cobalto-cromo, contendo carbonetos do tipo M_7C_3 , Stellite 6, usada na fabricação de componentes mecânicos de reatores empregados na fabricação de etanol de segunda geração. Neste processo a biomassa da cana de açúcar é processada na temperatura de 230°C e sob elevada pressão, 16 atm. Cerca de 8% da biomassa é composta por partículas duras e abrasivas, principalmente por sílica. A biomassa alimenta reatores onde ocorre a redução drástica da pressão para 2 atm e, conseqüentemente, um grande aumento na velocidade da biomassa levando à grandes perdas de massa dos componentes mecânicos devido à ação destas partículas duras.

Com o objetivo de estudar o comportamento microabrasivo e simular os micromecanismos de desgaste ocorridos nas situações acima, nas superligas à base de cobalto, foram escolhidas três ligas fundidas de cobalto com composições químicas próximas às das ligas comerciais, Stellite 250, Stellite 6 e Tribaloy 400, para o estudo detalhado do desgaste microabrasivo desses materiais. A primeira possui uma microestrutura homogênea e poucos precipitados; a segunda é composta por uma matriz (solução sólida rica em cobalto) e carbonetos precipitados; a terceira também tem uma matriz de solução sólida rica em cobalto e precipitados intermetálicos, conhecidos como fases de Laves. As ligas foram submetidas a ensaios tribológicos de microabrasão no intuito de avaliar as respostas tribológicas no tribossistema montado, bem como conhecer os micromecanismos de desgaste envolvidos nesse processo e as modificações microestruturais e subsuperficiais da região desgastada dos materiais durante os ensaios.

2.. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 SUPERLIGAS

As superligas são ligas fabricadas com elementos do grupo VIII A e desenvolvidas para serviços em altas temperaturas, que combinam elevada resistência mecânica com elevada estabilidade superficial. As superligas têm um papel vital na fabricação de motores a jato, nas plantas de conversão de carvão, na cadeia da indústria do petróleo, confecção de matrizes e demais aplicações que envolvam altas temperaturas e condições ambientais severas. Algumas dessas ligas chegam a operar em temperaturas acima de 90% do seu ponto de fusão, característica que as difere da maioria das outras classes de materiais [3]. Existem ainda aplicações biomédicas dessas superligas em implantes ortopédicos e dentários, das quais uma bastante conhecida é a denominada Vittalium.

As superligas exibem algumas combinações altamente desejáveis, tais como: alta resistência mecânica a altas temperaturas; resistência a ambientes corrosivos e oxidantes; excelente resistência à fluência, tenacidade, fadiga térmica; e alta resistência à corrosão [4]. No gráfico da Figura 1, mostra-se um comparativo entre vários materiais e demonstra-se a boa resistência mecânica das superligas.

Figura 1 - Máxima temperatura de trabalho de várias ligas resistentes à fluência [5].

As superligas podem ser divididas em três grupos – superligas à base de níquel, superligas à base de cobalto e superligas à base de ferro; existe ainda um grande subgrupo que possui características metalúrgicas similares às das superligas à base de níquel, mas que contém altas concentrações de ferro e é denominado como superligas à base de níquel-ferro. As superligas de níquel-ferro são consideradas como uma extensão da família dos aços inoxidáveis e geralmente são trabalhadas [4]. As superligas de níquel e níquel-ferro em geral passam por complexos processos de fusão, como o processo a vácuo, pois geralmente possuem, em suas composições, elementos muito reativos, como o alumínio e o titânio, sendo posteriormente refundidas ou forjadas. Por outro lado, as superligas de cobalto possuem a vantagem de serem obtidas por processos de fusão mais simples, ao ar ou argônio [5].

A primeira superliga à base de níquel foi patenteada, em 1906, com o nome de Monel Alloy 400 e continha 67% de níquel e 33% de cobre [6]. Já a primeira superliga de cobalto foi patenteada, em 1907, por Elwood Haynes e recebeu o nome de Stellite, derivado do latim *stella*, que significa estrela, devido ao constante brilho da liga como de uma estrela [6] [7]. Hoje as patentes da linha Stellite pertencem a Kennametal. Essa primeira liga de cobalto abriu caminho para o desenvolvimento de uma grande linha de ligas à base de cobalto, as quais são subdivididas em *wear resistant* e *heat resistant*, ou seja, resistentes ao desgaste e resistentes ao calor, conforme disposto abaixo nas Tabelas 1 e 2, nas quais são apresentadas algumas das principais superligas de cobalto com as respectivas composições químicas nominais. Na Tabela 1, mostram-se as superligas consideradas resistentes ao desgaste e, na Tabela 2, as superligas resistentes ao calor, embora muitas destas superligas desenvolvidas para trabalhos a quente também podem expressar boa resistência ao desgaste, bem acima de muitas ligas especiais de aço carbono com alta resistência ao desgaste.

Tabela 1 - Composição química das superligas resistentes ao desgaste.

Liga	Número	Composição nominal, % em peso									
Nome comercial (a)	UNS	Co	Cr	W	Mo	C	Fe	Ni	Si	Mn	Outros
Fundidas, metalurgia do pó (M/P), metal para solda - ligas resistentes ao desgaste											
Stellite 1	R 30001	bal.	30	13	0,5	2,5	3	1,5	1,3	0,5	...
Stellite 3 (M/P)	R 30103	bal.	30,5	12,5	...	2,4	5(max)	3,5(max)	2(max)	2(max)	1 B(max)
Stellite 4	R 30404	bal.	30	14	1(max)	0,57	3(max)	3(max)	2(max)	1(max)	...
Stellite 6	R 30006	bal.	29	4,5	1,5(max)	1,2	3(max)	3(max)	1,5(max)	1(max)	...
Stellite 6 (M/P)	R 30106	bal.	28,5	4,5	1,5(max)	1	5(max)	3(max)	2(max)	2(max)	1B(max)
Stellite 12	R 30012	bal.	30	8,3	...	1,4	3(max)	1,5	0,7	2,5	...
Stellite 21	R 30021	bal.	27	...	5,5	0,25	3(max)	2,75	1(max)	1(max)	0,007B(max)
Stellite 98M2 (M/P)	...	bal.	30	18,5	0,8(max)	2	5(max)	3,5	1(max)	1(max)	...
Stellite 190	R 30014	bal.	27	14	1(max)	3,5	3(max)	4(max)	2(max)	1(max)	...
Stellite 703	...	bal.	32	...	12	2,4	3(max)	3(max)	1,5(max)	1,5(max)	...
Stellite 704	...	bal.	30	...	14	1	2(max)	3(max)	1(max)	0,5(max)	...
Stellite 706	...	bal.	29	...	5	1,2	3(max)	3(max)	1,5(max)	1,5(max)	...
Stellite 712	...	bal.	29	...	8,5	2	3(max)	3(max)	1,5(max)	1,5(max)	...
Stellite 720	...	bal.	33	...	18	2,5	3(max)	3(max)	1,5(max)	1,5(max)	0,3B
Stellite P	R 30002	bal.	25	12,3	1(max)	1,75	3(max)	22	2(max)	1(max)	...
Stellite Star J (M/P)	R 30102	bal.	32,5	17,5	...	2,5	3(max)	2,5(max)	2(max)	2(max)	1B(max)
Stellite Star J	R 31001	bal.	32,5	17,5	...	2,5	3(max)	2,5(max)	2(max)	2(max)	...
Tantung G	...	bal.	29,5	16,5	...	3	3,5	7(max)	...	2(max)	4,5Ta/Nb
Tantung 144	...	bal.	27,5	18,5	...	3	3,5	7(max)	...	2(max)	5,5Ta/Nb
Ligas resistentes ao desgaste com fase de Laves											
Tribaloy T-400	R 30400	bal.	9	...	28	...	...	...	2,6	...	...
Tribaloy T-400C	...	bal.	14	...	27	...	...	...	2,6	...	...
Tribaloy T-800	...	bal.	18	...	28	...	...	...	3,9	...	...
Tribaloy T-900	...	bal.	31	...	4,3	1,6	3(max)	3(max)	2(max)	2(max)	...
Ligas resistentes ao desgaste – trabalhadas											
Stellite 6B	R 30016	bal.	30	4	1,5(max)	1	3(max)	2,5	0,7	1,4	...
Stellite 6K	...	bal.	30	4,5	1,5(max)	1,6	3(max)	3(max)	2(max)	2(max)	...
Stellite 706K	...	bal.	31	...	...	...	3(max)	3(max)	2(max)	2(max)	...

(a) Stellite e Tribaloy são marcas registradas da Deloro Stellite Inc.; Tantung é marca registrada da Asteg Sales Pry Ltd.

Tabela 2 - Composição química das superligas resistentes ao calor.

Liga	Número	Composição nominal, % em peso									
Nome comercial	UNS	Co	Cr	W	Mo	C	Fe	Ni	Si	Mn	Outros
Ligas trabalhadas resistentes ao calor											
Haynes 25 (L605)	R 30605	bal.	20	15	...	0,1	3	10	0,4	1,5	...
Haynes 188	R 30188	bal.	22	14	...	0,1	3(max)	10	0,4(max)	1,5	0,3 La
Inconel 783	R 30783	bal.	3	...	...	0,3(max)	22,5	28	0,5(max)	0,5(max)	5,5 Al, 3 Nb, 3,4 Ti(max)
S 816	R 30816	40(min)	20	4	4	0,37	5(max)	10	1(max)	1,5	4Nb
Haynes Alloy 6b	...	bal.	30	4	1,5(max)	1	3(max)	2,5	0,7	1,4	...
Haynes Alloy 31	...	bal.	22,5	7,5	...	0,5	2(max)	10,5	1(max)	1(max)	...
Haynes Alloy 150	...	bal.	28	...	...	0,5(max)	2(max)	...	1(max)	1(max)	...
Ligas trabalhadas resistentes à corrosão											
MP 35 N Alloy	R 30035	35	20	...	10	...	...	35	...	...	...
MP 159 Alloy	R 30159	bal.	19	...	7	...	9	22,5	...	...	0,2 Al, 0,6 Nb, 3 Ti
Ligas resistentes à corrosão											
Ultimet 1233	R 31233	bal.	26	2	5	0,06	3	9	0,3	0,8	0,08 N
Duratherm 600	R 30600	41,5	12	3,9	4	0,05(max)	8,7	Bal	0,4	0,75	2 Ti, 0,7 Al, 0,05 Be
Elgiloy	R 30003	40	20	...	7	0,15(max)	bal	15,5	...	2	1 Be(max)
Havar	R 30004	42,5	20	2,8	2,4	0,2	bal	13	...	1,6	0,06 Be(max)
Superligas fundidas											
AiResist 13	...	62	21	11	...	0,45	...	...	...	...	0,1 Y, 3,4 Al, 2 Ta
AiResist 213	...	64	20	4,5	...	0,2	0,5	0,5	...	...	0,1 Y, 3,5 Al, 6,5 Ta, 0,1 Zr
AiResist 215	...	63	19	4,5	...	0,35	0,5	0,5	...	...	0,1Y, 4,3Al, 7,5 Ta
FSX-414	...	52,5	29	7,5	...	0,25	1	10	...	...	0,010 B
J 1650	...	36	19	12	...	0,2	...	27	...	...	0,02 B, 9 Ta, 0,2 Zr
Mar-M 302	...	58	21,5	10	...	0,85	0,5	...	...	...	0,005 B, 9 Ta, 0,2 Zr
Mar-M 322	...	60,5	21,5	9	...	1	0,5	...	...	...	0,75Ti, 4,5Ta, 2 Zr
Mar-M 509	...	54,5	23,5	7	...	0,6	...	10	...	...	0,2 Ti, 3,5Ta, 0,5 Zr
NASA Co-W-Re	...	67,5	3	25	...	0,4	...	...	...	...	2 Re, 1 Ti, 1 Zr
S-816	R 30816	42	20	4	4	0,4	4	20	0,4	1,2	4 Nb
V-36	...	42	25	2	4	0,27	3	20	0,4	1	2 Nb
WI-52	...	63,5	21	11	...	0,45	2	...	...	...	2 Nb+Ta
Stellite 23	R 30023	65,5	24	5	...	0,4	1	2	0,6	0,3	...
Stellite 27	R 30027	35	25	...	5,5	0,4	1	32	0,6	0,3	...
Stellite 30	R 30030	50,5	26	...	6	0,45	1	1,5	0,6	0,6	...
Stellite 31	R 30031	57,5	22	7,5	...	0,5	1,5	10	0,5	0,5	...

Ferro e cobalto sofrem transformação alotrópica, assumindo a estrutura cristalina Cúbica de Face Centrada (CFC), em temperaturas elevadas. O níquel, por outro lado, possui estrutura CFC em todas as faixas de temperatura. Quando elevados teores de Ni são adicionados às ligas à base de Co, a estrutura cristalina Cúbica de Face Centrada (CFC) fica estabilizada, conforme mostrado no diagrama ternário da Figura 2 abaixo, já que o níquel age como estabilizante de estrutura (CFC) nas superligas de cobalto e ferro-níquel [6].

Figura 2 - Diagramas de fases ternários cobalto-ferro-níquel a) 800°C, b) 600°C [6].

As superligas possuem em geral matriz CFC (γ) que pode ser endurecida por solução sólida ou por precipitação de fase intermetálica. O intermetálico γ' (Ni_3AlTi) promove endurecimento das superligas de níquel endurecidas por envelhecimento; já nas superligas não envelhecidas de níquel, ferro e cobalto, o endurecimento da matriz é conseguido pela presença de solutos substitucionais. Por outro lado, nas superligas de cobalto, ocorre precipitação de carbonetos, que endurecem a matriz [8]. Além dos carbonetos, intermetálicos podem ser encontrados nas superligas de cobalto. Com mais detalhe, vamos tratar desse assunto posteriormente.

Como este trabalho se concentra no estudo de superligas à base de cobalto, uma abordagem mais profunda sobre essas superligas será discutida na próxima seção.

2.1.1 Superligas de cobalto

As superligas de cobalto, como já exposto anteriormente, possuem excelentes propriedades, seja na temperatura ambiente, seja em altas temperaturas: elevada resistência mecânica, excelente resistência à corrosão e à oxidação, e extrema resistência ao desgaste. Na Tabela 3 abaixo, podemos observar algumas das propriedades físicas do cobalto puro, comparadas com as de outros metais, bem como uma referência de custo.

Tabela 3 – Propriedades físicas do cobalto [9].

As superligas de cobalto podem ser usadas na fabricação de peças para turbinas de aviões a jato, turbo compressores automotivos, turbinas a gás, no recobrimento de

válvulas de exaustão de motores de combustão interna, na indústria química e do petróleo, na confecção de matrizes, tanto para fundição como para fabricação de tubos sem costura, na fabricação de materiais magnéticos, dispositivos para reatores nucleares e como ligante de carbonetos em ferramentas de corte. Uma aplicação bastante específica é o uso dessas ligas como bio-tribo-material, seja na substituição de ossos, como nos implantes de quadril, seja em próteses dentárias [7,9]. Uma liga comercial muito conhecida para implantes é a Vitallium (Co-30% Cr-5% Mo- 0,5% C- 0,5% Si). A baixa expansão térmica do cobalto propicia a utilização de ligas, tais como 54% Co- 37% Fe- 9% Cr, que possui um coeficiente de expansão térmica próximo de zero, no intervalo de -60 a 60°C, permitindo a construção de dispositivos com tolerâncias muito rígidas nessa faixa de temperatura [9].

2.1.1.1 Composição química

A composição química e microestrutura das superligas de cobalto são a base para a compreensão e previsão das propriedades mecânicas e tribológicas desses materiais.

Como comentado anteriormente, Haynes, no início do século 20, descobriu as superligas de cobalto, inicialmente usando o binário Co-Cr e posteriormente introduzindo os ternários Co-Cr-Mo e Co-Cr-W. Ele descobriu o poderoso efeito endurecedor por solução sólida desses elementos no sistema cobalto-cromo, sendo as atuais ligas, na grande maioria, derivadas desses sistemas [6,7].

Um elemento considerado chave nas superligas de cobalto é o cromo e deve ser adicionado na faixa de 20% a 30%, a fim de conferir resistência à oxidação e à corrosão em temperaturas elevadas, além de reforçar a matriz por solução sólida. Quando a precipitação de carbonetos é uma característica desejável, o cromo tem um papel importante devido à possível formação de uma série de carbonetos. O sistema binário Co-Cr exibe uma fase estável e considerada deletéria, chamada sigma (σ), em torno de 58% de cromo. Conforme podemos observar, no diagrama ternário Co-Cr-Ni na Figura 3, as concentrações mais altas desse elemento devem ser evitadas.

Figura 3 - Diagrama de fases binário cobalto-cromo [6].

Outro elemento-chave nessa superliga é o carbono, cuja primeira e principal função é o endurecimento da liga por precipitação de carbonetos, além de conferir níveis mais altos de resistência à fluência e ruptura. Mas a sua adição a essas ligas geralmente se restringe a percentuais menores que 3%. O controle do percentual de carbono é crítico, pois um aumento não linear na resistência à tração e à ruptura é sentido na faixa de 0,3% a 0,6% de carbono. Mais importante ainda é uma expressiva redução na ductilidade devido à precipitação de carbonetos, quando as ligas são expostas a temperaturas de trabalho na faixa de 650°C a 927°C [3].

Elementos como o tungstênio e o molibdênio são mais fortes endurecedores por solução sólida, tanto em ligas fundidas quanto nas trabalhadas. Outros elementos com menor solubilidade, como tântalo, nióbio, zircônio e háfnio, são mais efetivos no endurecimento por formação de carbonetos.

Um elemento que merece destaque nessa revisão é o silício, que possui baixa solubilidade nas superligas de cobalto e, muitas vezes, é evitado por formar fases deletérias como as fases de Laves.

2.1.1.2 Fases e precipitados

As superligas de Co possuem uma microestrutura complexa composta de uma matriz geralmente austenítica (CFC) e carbonetos ou fases de Laves duras, dispersas nessa matriz. Os carbonetos precipitados nessas ligas são basicamente ricos em cromo do tipo M_3C_2 , M_7C_3 , $M_{23}C_6$, podendo os átomos de cromo ser substituídos por átomos de cobalto, tungstênio ou molibdênio [3]; ligas que contêm molibdênio apresentam ainda carbonetos do tipo M_6C , M_2C [7] e MC [3]. A presença de carbonetos do tipo MC , também relatada na literatura [3], é responsável pelo maior endurecimento dessas ligas, especialmente quando balanceado com carbonetos do tipo $M_{23}C_6$. Os elementos com maior tendência a formar o carboneto do tipo MC são o háfnio, zircônio, tântalo, nióbio e titânio.

Existe uma classe dessas superligas, com o nome comercial de Tribaloy, que possui silício e molibdênio acima do limite de solubilidade, para propositadamente formar grandes quantidades de fase de Laves, principalmente para uso em condições de desgaste severo. Entretanto, a grande quantidade de fases de Laves precipitadas promove redução drástica de tenacidade à fratura e de ductilidade (< 1% alongamento) [7]. $CoMoSi$ e Co_3Mo_2Si [10] são composições químicas usualmente encontradas nessas ligas.

A dureza dessas fases é de aproximadamente 1.100 HV [10,11,12,13]. As ligas comerciais Tribaloy são um exemplo de ligas com essas fases e a fração volumétrica de intermetálicos varia de 35% a 70% [10,11,13].

2.1.1.3 Transformação de fase – Alotropia do cobalto

O cobalto puro sofre uma transformação alotrópica a 417°C (martensítica), mudando da estrutura cristalina CFC, fase indicada com a letra grega α ou γ , dependendo do autor, para a estrutura hexagonal compacta (HC) representada pela letra grega ϵ . Essa reação exibe reversibilidade ao longo do ciclo térmico. Durante o resfriamento,

a transformação α para ϵ ocorre a 390°C (*Ms temperature*) e, no ciclo de aquecimento, a reversão para α ocorre a 430°C (*As temperature*) [3]. A estrutura α (CFC) possui parâmetro de rede $a = 3,569 \text{ \AA}$ e na estrutura ϵ (HC) os parâmetros de rede são $a = 0,2524$ e $c = 0,4099$, com relação $c/a = 1,624$. Os demais parâmetros dessas estruturas e de alguns precipitados que podem ser encontrados nessas ligas estão na Tabela 4 abaixo, que expressa os parâmetros para as fases encontradas na liga Haynes 25 [7].

Tabela 4 - Fases presentes na liga Haynes Alloy 25 com os respectivos parâmetros de rede [7].

Fase	Estrutura cristalina	Parâmetros de rede, nm
M_7C_3	Hexagonal (trigonal)	$a = 1,398$, $c = 0,053$, $c/a = 0,0324$
$M_{23}C_6$	CFC	$a = 1,055$ a $1,068$
M_6C	CFC	$a = 1,099$ a $1,102$
Co_2W	Hexagonal	$a = 0,4730$, $c = 0,7700$, $c/a = 0,1628$
A- Co_3W	CFC ordenada	$a = 0,3569$
B- Co_3W	Hexagonal ordenada	$a = 0,5569$, $c = 0,410$, $c/a = 0,0802$
Co_7W	Hexagonal (romboédrica)	$a = 0,473$, $c = 2,55$, $c/a = 0,539$
Matrix	CFC	$a = 0,3569$
	HC	$a = 0,2524$, $c = 0,4099$, $c/a = 0,1624$

Além disso, o grau de formação de estrutura HC no resfriamento depende da quantidade de impurezas na liga e do tamanho do grão do material inicial. Quando o nível de impureza é alto e os grãos são pequenos, a reação de transformação é inibida, mas um trabalho complementar de deformação a frio no material pode ativar e completar essa reação.

Sob condições de equilíbrio, a adição de elementos de liga no cobalto pode alterar a estabilidade termodinâmica das fases HC e CFC, aumentando ou diminuindo, desse modo, os respectivos campos. Simultaneamente esses elementos de liga podem causar efeitos na transformação martensítica por cisalhamento, por alterarem as temperaturas *As* e *Ms* [3]. No gráfico da Figura 4 adiante, proposto por Morral 1967 apud Sims et al. 1987 [3], podemos observar a influência dos elementos de liga quanto à solubilidade no cobalto e os efeitos na estabilização das estruturas HC e CFC, bem como o aumento ou redução na energia de falha de empilhamento (EFE).

Figura 4 - Efeitos dos elementos de liga na transformação HC/CFC em função da solubilidade no cobalto CFC Morral 1967 apud Sims et al. 1987 [3].

2.1.1.4 Falhas de empilhamento

Russel e Lee [9] afirmam que “A fase α CFC estável em alta temperatura se transforma para HC (ϵ) com $c/a = 1,6233$ a 421°C . Essa transformação é do tipo martensítico por movimentação de discordâncias nos planos octaédricos da estrutura CFC e promove um aumento de densidade de 0,15%. Como a energia associada com a transformação $\alpha \rightarrow \epsilon$ é somente de 360 J/mol, a transformação é lenta e Co puro e suas ligas apresentam com frequência estrutura mista CFC e HC a 20°C . Como as fases CFC e HC diferem somente na sequência de empilhamento de planos compactos, as regiões α e ϵ são separadas por falhas de empilhamento; os planos (111) do CFC formam um empilhamento ABCABCABC e os planos (0001) do HC a sequência (ABABAB). A direção $\langle 212 \rangle$ do CFC é paralela à direção $\langle 1010 \rangle$ do HC nessas falhas de empilhamento; as energias de falha de empilhamento são baixas: 31 mJ/m² no ϵ -Co a 20°C e 18,5 mJ/m² na fase α -Co a 710°C , energias comparáveis à energia de contorno de macla do cobre, 25 mJ/m²”. A Figura 5a mostra a microestrutura de uma superliga de Co CFC, a qual contém falhas de empilhamento. A Figura 5b mostra a mesma amostra após deformação plástica destacando as regiões de fase ϵ HC, nas interseções das falhas de empilhamento, formada martensiticamente [14].

Figura 5 - Imagens do microscópio eletrônico de transmissão das falhas de empilhamento na superliga de cobalto CFC (Co-25%Cr-11%Ni-7,5%W-0,8%Al-0,5%C-0,25%Ti-0,2%Mo-0,15%Zr-0,14Ta-0,05B). a) antes da deformação; b) depois da deformação [14].

2.2 DESGASTE E SEU COMPORTAMENTO EM SUPERLIGAS DE COBALTO

Existem vários tipos distintos de desgaste e a maioria pode ser enquadrada dentro de três grandes grupos: desgaste por deslizamento, desgaste erosivo e desgaste abrasivo [15,16].

A Figura 6 mostra esquematicamente os três tipos de desgaste descritos acima, de acordo com a cinética, mecanismos e suas dependências das interações físicas e químicas entre os elementos do tribossistema. Tais interações que resultam em retirada de material das superfícies sólidas e para cada uma destas interações são apresentadas os respectivos coeficientes de desgaste médios. É importante lembrar que estes coeficientes representam uma estimativa grosseira visto que o coeficiente de desgaste não é uma propriedade do material nem uma característica do desgaste em si, mas uma resposta ao tribossistema. As variações de parâmetros do tribossistema podem levar a variações do coeficiente desgaste em várias ordens de grandeza [16]. Na sequência, será detalhado melhor cada um desses tipos de desgaste.

Tipo de desgaste	Mecanismo de desgaste	Coeficiente de desgaste $k = \frac{W_v \cdot H}{F_N \cdot s}$
		10 ⁻⁷ 10 ⁻⁶ 10 ⁻⁵ 10 ⁻⁴ 10 ⁻³ 10 ⁻² 10 ⁻¹ 10 ⁰
Desgaste por deslizamento		<div>Suave</div> <div>Severo</div>
Desgaste abrasivo		<div>2 corpos</div> <div>3 corpos</div>
Desgaste erosivo

Figura 6 - Tipos de desgaste e os respectivos coeficientes de desgaste médios propostos por Zum Gahr [16].

2.2.1 Desgaste por deslizamento

O desgaste por deslizamento, as vezes chamado de desgaste adesivo, acontece quando duas superfícies são pressionadas uma contra a outra e existe um movimento relativo entre elas. A probabilidade de ocorrer o desgaste é maior quando as duas superfícies são metálicas e um aumento na taxa de desgaste ocorre quando pouco ou nenhum lubrificante existe entre essas superfícies. No desgaste por deslizamento os mecanismos estão ligados à deformação plástica e ao processo de formação de óxidos. Existem alguns modelos que mostram o processo de desgaste por deslizamento, entre eles está o apresentado por Sasada (1984) apud Hutchings [15] conforme Figura 7. De acordo com o modelo proposto por Sasada, com o movimento das superfícies, inicialmente ocorre o contato entre duas asperezas (1) e devido à alta pressão no contato forma-se a junção (2). Como as superfícies estão em movimento há a ruptura desta junção com transferência de material (3). Na sequência um novo contato ocorre (4) formando uma nova junção entre os dois elementos. A nova junção se rompe e outra transferência de material ocorre (5) formando uma partícula maior (6). Quando esta nova partícula atinge uma dimensão suficiente para suportar a pressão de contato entre as superfícies (7) ela se interpõe entre elas (8) sofrendo compressão e cisalhamento (9). Na sequência, o possível desprendimento desta

partícula dará origem a um debri que poderá continuar ou não entre as superfícies de contato.

Figura 7 - Formação de uma partícula de transferência a partir de uma asperidade, ruptura e agregação. SASADA apud Hutchings [15].

2.2.2 Desgaste erosivo

Quatro formas de desgaste erosivo foram identificadas e assim nomeadas:

Erosão por partículas sólidas

Erosão por gotas de líquido

Erosão cavitacional

Erosão por lama.

2.2.2.1 Erosão por partículas sólidas

O desgaste erosivo de partículas sólidas é causado pelo choque de pequenas partículas sólidas a contra a superfície dos materiais, as quais podem ser transportadas pelo ar ou por qualquer outro meio gasoso. O tamanho das partículas geralmente oscila em uma faixa de 5 μm a 500 μm . A velocidade típica associada às partículas sólidas erosivas varia de 2 m/s a 500 m/s [15]. A taxa de desgaste erosivo demonstra forte dependência com a velocidade, ângulo de colisão com a superfície (o

ângulo crítico que promove o desgaste severo na superfície varia se o material é dúctil ou frágil), forma, tamanho e dureza da partícula erosiva.

2.2.2.2 Erosão por lama

Este tipo de desgaste erosivo é semelhante ao anterior; a diferença reside na viscosidade do fluido que conduz as partículas, na erosão por partículas sólidas que são conduzidas por um meio gasoso e, na erosão por lama, a condução é feita por um fluido líquido.

Nessa condição, o desgaste ocorre pela colisão das partículas na superfície que estão dispersas no fluido. Uma similaridade com a abrasão surge do fato de que as partículas são hidrodinamicamente forçadas contra a superfície dos materiais.

2.2.2.3 Erosão cavitacional e erosão por gotas líquidas

Embora exista uma grande diferença na mecânica entre a erosão por gotas líquidas e erosão cavitacional, há um efeito similar na superfície erodida por esses dois processos. O desgaste ocorre após uma sequência de ondas de choques ou de pressão atingir a superfície dos materiais. Por essa razão, os materiais que apresentam boa resistência ao desgaste erosivo por gotas também performam bem quando sujeitos à erosão cavitacional e vice-versa.

A erosão por gotas líquidas é facilmente compreendida, mas a erosão cavitacional envolve mecanismos mais complexos. Para a erosão cavitacional ocorrer, é necessário que surjam bolhas próximas à superfície dos materiais, as quais surgirão depois que o líquido atingir pressões inferiores à sua pressão de vapor e posteriormente essas bolhas serão implodidas quando a pressão no líquido aumentar repentinamente. Quando as bolhas implodem repentinamente, ondas de choque atingem a superfície dos materiais, causando deformações nessas superfícies e posterior desprendimento de material.

Para suportar essas condições de desgaste, o material deverá ter boa capacidade de absorver choques e de deformar, sem essencialmente ocorrer microfraturas. Em superligas de cobalto da família *wear resistant*, que em geral possuem grande

quantidade de precipitados duros, a resistência à cavitação geralmente é baixa. Por outro lado, superligas de cobalto sem a presença de precipitados exibem melhor resistência à cavitação, cuja eficácia está relacionada à matriz delas e a sua capacidade de deformar [6].

2.2.3 Desgaste por abrasão

No desgaste abrasivo, o material é deslocado ou retirado da superfície sólida por partículas duras entre duas superfícies e/ou partículas duras encrustadas nas superfícies, tanto em uma ou nas duas superfícies que estão em movimento relativo. O desgaste abrasivo pode ocorrer também quando existem protuberâncias duras em uma das superfícies, denominada contracorpo, as quais deslizam uma contra a outra com velocidade relativa.

Os termos abrasão de alta tensão e abrasão de baixa tensão são usados para correlacionar a condição do processo abrasivo. Considera-se abrasão de alta tensão quando os abrasivos sofrem fraturas durante o processo devido a elevadas cargas compressivas. E analogamente abrasão de baixa tensão se dá quando as cargas a que os abrasivos estão submetidos durante o processo não excedem sua resistência e a fratura nestes não acontece.

Outros termos usados para correlacionar desgaste abrasivo são desgaste abrasivo a dois corpos e desgaste abrasivo a três corpos. O desgaste abrasivo a dois corpos é causado por partículas duras encrustadas na superfície ou protuberâncias duras, enquanto, no desgaste abrasivo a três corpos, as partículas duras se movem livremente na região de contato entre as duas superfícies que estão em movimento, conforme o desenho esquemático da Figura 8 apresentado por Hutchings [15].

Figura 8 – Representação esquemática do desgaste a dois e três corpos [15].

Ainda com o objetivo de entender os mecanismos de desgaste envolvidos na abrasão e descrever as interações entre as partículas duras e a superfície dos materiais, quatro tipos de interações são apresentados: *microploughing*, *microcutting*, *microfatigue* e *microcracking*. Podemos traduzir, respectivamente, como microsulcamento, microcorte, microfadiga e microtrincamento. Um modelo esquemático desses mecanismos está apresentado na Figura 9.

Figura 9 - Representação esquemática das diferentes interações entre o deslizamento de partículas abrasivas sobre a superfície dos materiais, a imagem (MEV) de um sulco provocado por desgaste abrasivo (*groove*) em um aço austenítico e a representação esquemática da seção transversal deste *groove* [16].

Em uma situação ideal de microsulcamento devido a um passe de um único abrasivo sobre a superfície, nenhuma retirada de material acontece. O material apenas se desloca. O material se desloca em forma de “proa” na frente e acima da partícula e depois vai sendo rearranjado continuamente nas laterais do sulco que se forma atrás da partícula, conforme mostra a Figura 9. Quando essa única partícula ou qualquer

outra passam na mesma região várias vezes, deformando o material, as bordas que se formam na lateral dos sulcos podem quebrar-se por fadiga de baixo ciclo ou microfadiga e, enfim, gerar perda de material. O microcorte resulta em perda de material em pequenas lascas com volume igual ao dos sulcos gerados no material. Por último, o microtrincamento ocorre quando altas concentrações de tensões são impostas pelas partículas abrasivas, particularmente na superfície de materiais frágeis. Neste caso, grande quantidade de material é perdida devido à formação e propagação de trincas.

Em materiais dúcteis, os processos de perda de material por desgaste abrasivo são dominados por microcorte e microsulcamento, enquanto o microtrincamento se torna importante em materiais frágeis [16].

Em um ensaio com único risco, chamado de *Scratch Test* ou de esclerometria linear, a razão do volume removido do material como *debris* em relação ao volume total do risco deixado no material é descrita como f_{ab} , que se define conforme a equação 1. Onde, A_V é a área da seção transversal do risco deixado na superfície desgastada e A_1 e A_2 são respectivamente, o volume deslocado para as laterais direita e esquerda desses sulcos, por deformação plástica, conforme mostrado na Figura 9.

$$f_{ab} = \frac{A_V - (A_1 + A_2)}{A_V} \quad \text{Equação 1(1)}$$

Para as condições de microtrincamento, os valores de A_1 e A_2 são negativos. Isso faz com que o valor de f_{ab} seja maior que 1. O valor de f_{ab} é igual a 1 quando temos uma condição ideal de microcorte; já para a condição de puro microsulcamento ideal, o valor de f_{ab} é zero.

É importante salientar que os mecanismos de desgaste por abrasão, em grande parte, são governados por processos ligados à deformação plástica e, em muitos casos, os materiais apresentam boa correlação com a sua dureza, entretanto, nem sempre essa correlação é válida, como mostra a Figura 10.

Quanto aos materiais endurecidos por precipitação, observa-se, no gráfico da Figura 10, que a resistência ao desgaste aumenta. Os precipitados ou segundas fases promovem um aumento na dureza do material, mas a resposta ao desgaste pode ser bem diferente. Essa condição é mais complexa, pois envolve geralmente duas ou mais

fases com propriedades diferentes: em geral os precipitados são bem mais duros que a matriz em que eles se encontram. Vários fatores influenciam a resistência ao desgaste de materiais com partículas de segunda fase, entre os quais podemos citar a dureza da matriz e do precipitado, a coesão entre matriz e precipitado, a quantidade e tamanho dessas fases e a distância média entre os precipitados. Conforme pode-se observar, as variáveis são muitas e cada caso de desgaste é único e deve ser analisado como tal.

Figura 10 - Gráfico que expressa a resistência ao desgaste abrasivo a dois corpos no teste pino/abrasão em função da dureza de vários materiais [16].

Um guia de possíveis interações entre abrasivos e materiais com mais de uma fase está na Figura 11. Nela pode-se observar três tipos de materiais com partículas de segunda fase sendo desgastados por abrasivos mais moles e abrasivos de maior dureza. Tanto na Figura 11a quanto na Figura 11d, observamos que o material possui precipitados bem menores que o tamanho médio das partículas abrasivas e, dessa forma, o microcorte acontece como se o material fosse homogêneo; em outras palavras, a presença de partículas muito pequenas não chega a afetar o movimento de uma partícula grande de alta dureza. Na Figura 11b, o abrasivo, com maior dureza, é capaz de cortar tanto a matriz quanto os precipitados, cujo tamanho é

aproximadamente o mesmo do das partículas abrasivas. Na Figura 11c, o abrasivo, também mais duro que os precipitados, é capaz de cortar a matriz, entretanto causa o trincamento dos precipitados, não tão moles e que não possuem tenacidade suficiente para suportar as altas tensões geradas no contato e, com isso, promovendo maior remoção de material. Na Figura 11e e na Figura 11f, as partículas abrasivas possuem durezas menores que as dos precipitados, e não conseguem cortar nem deformar os precipitados. Na primeira situação, a coesão entre precipitados e matriz é baixa, assim sendo, os abrasivos deslocam os precipitados em seu caminho ou fazem com que sejam, até mesmo, arrancados da matriz por completo.

Figura 11 - Interações entre o deslizamento de partículas duras em materiais com reforço de partículas de segunda fase [16].

No caso da Figura 11f, a coesão das fases é alta e os precipitados se comportam como barreiras, bloqueando a passagem dos abrasivos e assim interrompendo as trilhas de desgaste. Esses mecanismos podem agir isoladamente em um processo de desgaste, ou em conjunto e simultaneamente.

Zum Gahr [16], em seu trabalho, mostrou o comportamento do desgaste feito por uma ponta de SiC deslizando em materiais com partículas de segunda fase TiC (≈ 2600 HV) e TaC (≈ 1800 HV), dispersas em uma matriz martensítica com 810 HV. No ensaio

com o material com TaC, o indentador foi capaz de sulcar ou esmagar os carbonetos. Por outro lado, no material com carbonetos TiC de maior dureza, o indentador de SiC não foi capaz de promover sulcos ou apenas riscou levemente os carbonetos. Quando a carga no teste foi aumentada, os carbonetos TiC trincaram por ocasião da passagem do indentador.

Marques [17], em um estudo anterior sobre desgaste microabrasivo em lama de SiO₂, de um aço inoxidável superduplex UNS 32750, tratado termicamente para induzir a precipitação de fases duras, mostrou que dois micromecanismos ocorriam simultaneamente, riscamento e múltiplas indentações, embora o micromecanismo dominante fosse o riscamento característico de desgaste a dois corpos. Os riscos apresentavam a mesma profundidade independente da fase riscada. Por outro lado, as indentações, características de desgaste a três corpos, apresentavam maior densidade nas fases sem precipitados [17].

Esses dois trabalhos indicam que mecanismos diferentes de desgaste podem operar simultaneamente em um mesmo sistema tribológico.

2.2.4 Avaliação do tipo de desgaste

A dureza é um parâmetro importante na abrasão, não só do material a ser desgastado, como também do abrasivo. Kruschov em 1957 [18] demonstrou que a taxa de desgaste *versus* a razão entre a dureza do abrasivo e a dureza da amostra (H_a/H_s) apresenta uma curva característica de transição com dois níveis de desgaste: o primeiro denominado desgaste moderado e o segundo desgaste severo.

O gráfico da Figura 12 apresenta K1 e K2 como os valores que definem a região de transição dos regimes moderado e severo. Ainda segundo Kruschov, estes valores são de 0,7 a 1,1 para K1 e 1,3 a 1,7 para K2. Neste trabalho, Kruschov propôs os valores de K1 e K2, considerando a dureza dos materiais determinada previamente aos ensaios de desgaste. Estudos posteriores foram conduzidos por vários pesquisadores sobre esse tema. Larsen-Basse [19] em 1966 mostrou que a dureza

determinada após o processo de abrasão apresenta melhor relação com a resistência ao desgaste do que a dureza inicial, que é corroborada pelo que já consideramos anteriormente sobre a influência da dureza da amostra e a sua resistência ao desgaste.

Figura 12 - Gráfico apresentando a transição de regime de desgaste moderado para severo em função da razão de durezas do abrasivo e da amostra, destacando K_1 como o ponto inicial da transição e K_2 como o ponto final (adaptado) [18].

Mais tarde, em 1968, Richardson [20], com base nas medidas de dureza da superfície encruada, H_{max} , apresentou valores da razão H_a/H_{max} para definir a região de transição: 0,8 para o início e 1,2 para o final. Tais considerações foram importantes e levaram Zum Gahr [21] a definir como abrasivo "duro" aquele que possui dureza 20% maior do que a dureza da superfície desgastada ou 50% maior do que a dureza prévia ao processo de desgaste.

2.2.5 Microabrasão

Nas últimas décadas, uma nova técnica para a avaliação do desgaste abrasivo em microescala foi desenvolvida e recebeu o nome de microabrasão. Tal técnica permite que ensaios sejam feitos em pequenas amostras, com pequenas cargas (0,1 N a 5 N) e abrasivos com tamanhos de 1 μm a 15 μm sejam empregados, simplificando e facilitando, desse modo, as investigações desse tipo de desgaste em laboratório. A microabrasão ocorre em muitas situações práticas, pois as superfícies em movimento muitas vezes estão expostas a partículas duras com tamanhos da ordem de micrômetros.

A microabrasão é uma técnica utilizada para produzir desgaste abrasivo em escala micrométrica. Nas últimas décadas, vem sendo utilizada para avaliar a resistência ao desgaste, assim como estudar seus micromecanismos, tanto de materiais duros quanto de materiais moles [22]. Nesse método, o desgaste promove a formação de uma cratera de desgaste geometricamente esférica, podendo ser aplicado também em materiais revestidos e amostras com superfícies cilíndricas [22,23,24,25,26].

Na microabrasão, o desgaste é produzido a partir da rotação de uma esfera de raio (R) sobre uma amostra fixa, tendo como meio entre elas uma lama contendo pequenas partículas abrasivas. A geometria da calota de desgaste formada sobre a amostra é, em princípio, considerada como sendo a reprodução da geometria do contracorpo esférico. Em materiais homogêneos e não revestidos, o volume de desgaste (V) pode ser calculado em função da distância total de deslizamento (S) e da força normal sobre o contato (N). Esse modelo simples de desgaste abrasivo equivale à equação 2, apresentada por Archard, para desgaste por deslizamento [22,24]:

$$V = k \cdot S \cdot N \quad (2)$$

Onde: k é o 'coeficiente de desgaste' que possui a unidade $\text{mm}^3 \cdot (\text{N} \cdot \text{m})^{-1}$; a resistência ao desgaste abrasivo é definida como k^{-1} e sua unidade $(\text{N} \cdot \text{m}) \cdot \text{mm}^{-3}$. A utilidade do coeficiente de desgaste como medida da resposta do material ao desgaste abrasivo

é, dessa forma, limitada a situações em que o volume de desgaste é diretamente proporcional à carga e à distância de deslizamento [22,24].

Em uma impressão de desgaste de geometria esférica feita sobre uma amostra inicialmente plana e não revestida, o volume de desgaste pode ser calculado com base nas dimensões da cratera (diâmetro da calota esférica b ou profundidade h), conforme se mostra na Figura 13:

$$V \approx \frac{\pi \cdot b^4}{64 \cdot R} \quad \text{para } b \ll R \quad (3)$$

$$V \approx \pi \cdot h^2 \cdot R \quad \text{para } h \ll R \quad (4)$$

Figura 13 - Esquema de formação do perfil esférico na amostra, vista frontal (a) e da aparência da calota desgastada, vista superior (b). [27]

Em materiais recobertos com revestimentos finos, o coeficiente de desgaste pode ser calculado para a camada e para o substrato, independentemente, em um ensaio simples [22,23]. No caso de amostras com superfícies cilíndricas, o desgaste pode ser determinado usando expressões adequadas para o cálculo do volume de desgaste [22].

Existe uma grande variedade de equipamentos de ensaio microabrasivo, mas podemos dividi-los em duas categorias: a primeira é baseada em mecanismo de “esfera livre”, em que a esfera é movimentada indiretamente através do atrito com um eixo motor de rotação contrária ao movimento da esfera e consequentemente da

direção de desgaste, no qual a carga aplicada sobre a amostra se deve, essencialmente, ao peso da esfera [22,23], conforme ilustrado esquematicamente na Figura 14. A segunda categoria de equipamentos é baseada em mecanismos de atuação com 'esfera fixa', nos quais a esfera é movimentada diretamente por meio de uma fixação entre eixos coaxiais. A aplicação da força normal, nesse último caso, ocorre por meio de uma alavanca em que é colocado o peso morto que age sobre a esfera, conforme esquema detalhado na Figura 15.

Figura 14 - Esquema de funcionamento do equipamento de microabrasão tipo esfera livre [28].

Um microtribômetro da marca PLINT, do tipo esfera fixa, foi utilizado para produzir os resultados deste trabalho, sendo mais bem detalhado no próximo capítulo.

Figura 15 - Esquema do equipamento de microabrasão do tipo esfera fixa [25].

Trezona e Hutchings [25], usando uma máquina com a configuração da Figura 15, estudaram a influência dos parâmetros de ensaio sobre o mecanismo de desgaste resultante. Para isso, eles realizaram ensaios usando uma esfera de rolamento de aço martensítico com 25,4 mm de diâmetro e com uma dureza de 990 ± 40 HV, sobre amostras de aço ferramenta. Todas as amostras foram temperadas e revenidas com a dureza final de 775 ± 10 HV. Foram usados três abrasivos de natureza diferente: SiC, Al_2O_3 e diamante. As partículas foram suspensas em água destilada em concentrações que variaram de 0,0001g a 1,0 g de abrasivo por centímetro cúbico de água. Foi também analisado o efeito da força normal, entre 0,1 N e 5,0 N.

A Figura 16 mostra o aspecto típico de uma superfície desgastada usando altas cargas e lamas com baixas concentrações de abrasivo. A carga utilizada foi 0,25 N e a fração volumétrica do abrasivo 0,0009 (concentração $0,003 \text{ g.cm}^{-3}$).

Figura 16 - Superfície desgastada por microabrasão (Desgaste por deslizamento) de uma amostra de aço ferramenta temperado e revenido. Abrasivo: diamante ($3 \mu\text{m}$). MEV [19].

Em baixas concentrações e/ou altas cargas, o mecanismo dominante foi o riscamento, característico do desgaste abrasivo a dois corpos para todos os abrasivos testados. Esse tipo de interação aconteceu quando uma quantidade significativa de partículas ficou engastada na superfície da esfera e agiu como indentador fixo, produzindo uma série de riscos finos e paralelos sobre a superfície. A correspondência existente entre a largura do risco e o tamanho das partículas abrasivas indica que os riscos são formados pela ação das partículas abrasivas e não devido à ação das asperezas da esfera [24].

A Figura 17 mostra o aspecto típico de uma superfície desgastada usando baixas cargas e/ou altas concentrações de abrasivo [24]. A força normal no ensaio foi 0,25 N, e a fração volumétrica do abrasivo igual a 0,237 (concentração 1,0 g/cm³).

Figura 17 - Aspecto da superfície de desgaste (Desgaste por rolamento) produzida por microabrasão de uma amostra de aço ferramenta temperado e revenido. Abrasivo: SiC (4,25 µm). MEV. [19].

Nessa condição, de baixas cargas e/ou altas concentrações da lama abrasiva, as partículas abrasivas não ficam engastadas na esfera e rolam entre as duas superfícies produzindo deformação generalizada na superfície da amostra e múltiplas indentações. A Figura 17 mostra uma grande quantidade de indentações causadas pelo rolamento dos abrasivos sobre a superfície. Esse tipo de interação física é característico do desgaste a três corpos, que não permite detectar a direção do movimento sobre a superfície [24].

Para cargas e/ou concentrações de abrasivo intermediários as marcas de desgaste na superfície apresentam as duas características: riscos na região central da cratera e indentações na região periférica da cratera [24].

Trezona et al. [24] também discutem a classificação da abrasão em dois corpos e três corpos e apresentam uma nova classificação para o desgaste abrasivo em dois tipos: “desgaste abrasivo por riscamento” e “desgaste abrasivo por rolamento”. No desgaste abrasivo por riscamento, a partícula abrasiva adere ao contracorpo e desliza sobre a superfície desgastada como uma asperidade dura, provocando riscos paralelos na direção do desgaste. No desgaste abrasivo por rolamento, a partícula abrasiva rola sobre a superfície provocando um alto nível de deformação plástica, identificado pelo mecanismo de indentações múltiplas. Neste último tipo, a superfície apresenta pouca ou nenhuma evidência da direção do desgaste [24].

Conforme citações da literatura [28,29], a rugosidade da superfície da esfera influencia a confiabilidade e a reprodutibilidade da medição do coeficiente de desgaste. Tal efeito é explicado pelo modo como o abrasivo é conduzido pela esfera para dentro da calota desgastada, ficando evidenciada a diferença no momento em que a superfície está polida ou rugosa, conforme se ilustra na Figura 18.

Figura 18 – Desenho esquemático do mecanismo de fixação do abrasivo angular. a) partícula retida na entrada da região de contato permanecendo ali parada; b) partícula retida pela rugosidade da esfera sendo conduzida para a região de contato [29].

Quando a esfera é nova e polida, os abrasivos não conseguem se fixar na superfície da esfera nem são conduzidos de forma ideal à parte interna do contato entre a esfera e a amostra, podendo levar ao rolamento das partículas ou a um padrão de desgaste irregular. Esse padrão irregular de desgaste pode apresentar bandas ou regiões sem desgaste, paralelas ao sentido de deslizamento, conhecidas na literatura como *Ridges*, conforme ilustrado esquematicamente na Figura 19. Em contrapartida, quando a esfera já é usada e possui certa rugosidade superficial, as partículas abrasivas encontram uma situação mais propícia para se fixarem nessa superfície e entram na região de contato esfera-amostra, agindo como indentadores fixos [29].

Figura 19 – Formação de *Ridges* por partículas que desgastam as regiões periféricas da cratera deixando a região de contato central em que se forma uma banda com pouco ou nenhum desgaste [29].

2.2.6 Severidade de contato

Um ponto relevante ainda não foi abordado: a severidade do contato. Na última década, vários pesquisadores têm tratado da severidade do contato na microabrasão [30,31,32,33,34]. Em seus estudos, Adachi e Hutchings [32,33] consideram que, se a transição entre desgaste abrasivo a dois e três corpos é causada pela mudança do movimento da partícula no contato de deslizamento para rolamento, então a partir de um modelo bidimensional para movimentação da partícula proposto por Williams e Hyncica [35,36], que sugerem que esta mudança está associada com um valor crítico de D/h em torno de 1,74, onde D é o comprimento da maior dimensão da partícula e h é a separação entre as superfícies e pode ser calculado conforme a equação 6, como mostrado na Figura 20.

Figura 20 – Modelo idealizado proposto por Williams e Hyncica [35,36].

$$h = D \left(1 - \frac{2W}{Acv H'} \right) \quad (6)$$

W é a carga aplicada entre a esfera e amostra, A é a área da calota de desgaste, c é uma constante de proporcionalidade, v é fração volumétrica do abrasivo e H' pode ser calculado pela equação 7, onde H_b é dureza da esfera e H_s é a dureza da superfície da amostra.

$$\frac{1}{H'} = \frac{1}{H_b} + \frac{1}{H_s} \quad (7)$$

Assim sendo, a transição entre os mecanismos de riscamento e rolamento ocorrerá em um certo valor de (D/h) , portanto espera-se que ocorra a um valor crítico de (W/AvH') . O grupo adimensional (W/AvH') contém valores que são todos medidos experimentalmente; então, a severidade do contato (S) pode ser medida e a condição de transição pode ser escrita conforme a equação 8.

$$S = \frac{W}{AvH'} > S^* \quad (8)$$

Isso sugere que a mudança de mecanismo de riscamento para rolamento ocorre quando o valor de S excede o valor limite de S^* .

Adachi e Hutchings [32] montaram um mapa de desgaste, que relaciona a severidade de contato, com a relação entre as durezas da superfície da amostra e da esfera (H_s/H_b), mostrado na Figura 21, com base em valores experimentais de seus trabalhos anteriores. Fica evidente, nessa figura, a transição dos mecanismos de desgaste abrasivo de dois para três corpos.

Em pesquisas mais recentes, Gomes et al. [31] e Gava et al. [34] demonstraram que o cálculo da severidade de contato dinâmico mostrou maior aproximação dos mecanismos observados com os calculados a partir da severidade de contato, pois a área de contato entre esfera e superfície da amostra aumenta continuamente durante a evolução do teste e, conseqüentemente, muda a pressão efetiva nas partículas abrasivas, na área de contato.

Figura 21 – Mapa com modos de desgaste com base em trabalhos anteriores de Adachi, gráfico da severidade de contato S em função da razão de dureza entre a esfera e superfície da amostra mostrando os modos de desgaste. [32]

2.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA E RECRISTALIZAÇÃO NA TEMPERATURA AMBIENTE

Antes de iniciar esta breve revisão sobre a plasticidade, é importante lembrar que esse assunto é muito complexo e extenso e aqui será discutido de forma bem sucinta. Cottrell [37], em 1953, afirmou que nossos conhecimentos sobre a plasticidade dos cristais ainda são imperfeitos, em 2004 Humphreys e Matherly [38] também confirmaram esta afirmação. Muitos desafios ainda estão sem solução ou com soluções controversas.

Conforme já comentado anteriormente, a deformação plástica está presente na maioria dos mecanismos de desgaste, principalmente nos materiais dúcteis; portanto, torna-se imprescindível uma breve reflexão sobre o assunto. A ação de partículas abrasivas contidas em uma lama, em ensaios microabrasivos, tem-se deformação

plástica localizada nas camadas subsuperficiais da região desgastada. A espessura da camada deformada depende da tensão imposta pelas partículas abrasivas na superfície de desgaste do material, do tamanho das partículas abrasivas e da velocidade de atuação das partículas na superfície de contato.

A literatura sobre os mecanismos de deformação plástica atuantes em ensaios microabrasivos é relativamente escassa.

Cabrol et al. [39], em um trabalho recente, fazem um *link* entre a deformação plástica das camadas subsuperficiais de superligas de cobalto e o desgaste promovido pelo ensaio tribológico em um tribômetro com configuração *cylinder on plate*. Nesse trabalho, Cabrol et al. [39] fizeram observações através de microscopia eletrônica da seção transversal da região desgastada pelos ensaios e observaram uma orientação no sentido do deslizamento das camadas abaixo da superfície, como exposta na Figura 22.

Figura 22 - Observação MEV das seções transversais das superfícies após o ensaio cilindro sobre disco. a) Stellite 21 MIG; b) Stellite 21 LASER; c) Stellite 6 LASER. [39]

Foram realizados ensaios de microdureza nessa região abaixo da superfície desgastada e mostrou um gradiente de dureza a partir da superfície, demonstrando que a deformação próxima à superfície promoveu um endurecimento por deformação (encruamento) bem maior que nas camadas mais profundas, como se vê na Figura 23, que apresenta a distribuição das indentações a partir da superfície da seção transversal da amostra e o gráfico dureza por % de deformação plástica.

Cabrol et al. [39] ainda realizaram ensaios de difração de raios X nas amostras antes e depois dos ensaios tribológicos, a fim de verificar as transformações de fases impostas pela deformação plástica. Para tal, foi realizado a difração de raios X com

baixo ângulo para restringir a profundidade de penetração. Com um ângulo de incidência de 5° , os autores afirmam que a penetração, do feixe dos raios X na amostra, se restringe a $2\ \mu\text{m}$.

Figura 23 – Observação por microscopia das indentações da microdureza e gráfico dureza *versus* % deformação plástica do Stellite 21 MIG [40].

Recentemente, Sun e colaboradores [40] estudaram a microabrasão/corrosão e seus efeitos em uma liga fundida de Co-Cr-Mo, utilizada para produção de bioimplantes, em fluido sintético, semelhante ao fluido corporal. Eles descobriram, imediatamente abaixo da superfície desgastada, uma camada nanocristalina severamente deformada e concluíram que tal camada foi formada por um processo de recristalização e/ou transformação de fase induzida por deformação plástica, decorrente do processo de microabrasão. Essa questão foi brevemente discutida por eles.

Em outra publicação, Sebastiani e colaboradores [41] analisaram os mecanismos de desgaste por deslizamento, em serviço, de uma liga à base de cobalto denominada Stellite 6B. Eles avaliaram, ainda, as modificações microestruturais na secção transversal abaixo da região onde ocorreu o contato deslizante. A avaliação microestrutural da secção transversal da região desgastada mostrou a presença de uma camada nanocristalina endurecida, com presença de falhas de empilhamento.

Outros investigadores também discutiram a formação de uma fina camada altamente deformada abaixo das superfícies desgastadas depois de testes tribológicos em laboratório ou em campo, mas em diferentes materiais. Rajahram e colaboradores [42] estudaram a evolução do desgaste na superfície e subsuperfície do Aço UNS S31603 após o ensaio de erosão-corrosão. Eles mostraram que, na camada abaixo da região

desgastada, houve formação de grãos altamente deformados e grande quantidade de maclas no interior desses grãos. Eles também apontaram um refinamento de grão significativo abaixo da superfície desgastada devido aos impactos repetitivos, promovendo aumento na densidade de discordâncias, que eventualmente formaram subgrãos dentro dos grãos deformados.

Yao, Han e Lu [43] apresentaram uma pesquisa sobre desgaste por deslizamento em uma liga de cobre e identificaram nesse estudo que a taxa de desgaste decresce significativamente com o decréscimo do tamanho de grão na camada deformada e, segundo os autores, recristalizada dinamicamente (DRX). Houve também uma redução na taxa de desgaste relacionada ao aumento da dureza no topo da camada deformada nanoestruturada. Essa fina camada é composta de grãos manométricos e elementos oriundos do tribossistema. Sendo assim, eles a chamaram de camada nanoestruturada mista (NML). Em vista disso, concluíram que a transformação da camada deformada e recristalizada, na sua parte superior, em camada nanoestruturada mista (NML) é o processo mais importante que pode influenciar a taxa de desgaste de cobre puro.

Embora em microabrasão as cargas envolvidas no ensaio sejam baixas, geralmente de 0,3N a 5N, e os abrasivos empregados possuam partículas micrométricas abaixo de 15 μm , a análise da região desgastada não apresenta um mecanismo de deformação suave como seria esperado. Quando se faz uma análise em escala nano nas regiões desgastadas, em ensaios de microabrasão, observam-se deformações extremamente severas.

Nas últimas décadas, vêm sendo estudados os efeitos da deformação plástica severa (DPS) nos metais, entre os quais está a recristalização a frio (temperatura ambiente). A recristalização a frio ocorre devido ao acúmulo de energia adquirida durante a deformação e é a força motriz para a mudança na microestrutura desses materiais [38].

Humphreys e Matherly [38] comentam que estudos mostram que metais, quando sofrem deformação plástica severa a frio em processo industrial como a laminação, podem apresentar uma estrutura com subgrãos, com contornos de altos ângulos. Em virtude das propriedades mecânicas atraentes desses materiais com subgrãos, estudos recentes têm sido conduzidos sobre os processos para a obtenção dessas

estruturas e suas propriedades [44,45,46,47], bem como análises de ensaios tribológicos que produziram, abaixo da região desgastada, camadas altamente deformadas e compostas de nanogrãos [48,41,40,42].

2.3.1 Deformação plástica severa e formação de nanoestruturas

Existem vários métodos industriais para a produção de materiais nanoestruturados, entre os quais podemos destacar os métodos de torção sob alta pressão, ECAP e multiforjamento [49].

O método de torção sob alta pressão, Severe Plastic Torsion straining (SPRS), consiste em um suporte em que um disco é fixado, pressionado e rotacionado por um pistão sob uma alta carga (P), conforme exposto no desenho esquemático na Figura 24a. O método ECAP, Equal Channel Angular Pressing, consiste em uma matriz com dois canais dispostos em um ângulo ϕ em que o material é forçado por um pistão fazendo-o passar por canais internos da matriz sob uma alta carga (P), conforme desenho esquemático mostrado na Figura 24b. Outro método para a obtenção de materiais nanoestruturados é o Multidirectional Forging (MDF), em que o material é forjado várias vezes com mudanças no eixo de aplicação dos esforços de forjamento [49]. Tais métodos são aplicados geralmente a peças aquecidas, mas é possível obter materiais nanoestruturados a frio como nos processos de laminação a frio [38].

Figura 24 - Principais métodos de deformação plástica severa. a) Método de torção sob alta pressão; b) Método ECAP, adaptado [49].

A deformação plástica promove mudanças na microestrutura dos materiais de várias formas: a mais óbvia é a mudança na forma dos grãos e um surpreendente aumento na área total dos contornos de grãos. A quantidade de contornos aumenta devido à incorporação de discordâncias continuamente criadas durante o processo de deformação; além disso, subestruturas internas, como formação de estruturas celulares de discordâncias e formação de subgrãos podem ocorrer, somente vistas em microscópios eletrônicos de transmissão com grandes aumentos. Essas subestruturas se formam devido ao acúmulo e rearranjo de discordâncias, durante o processo de deformação plástica. A somatória de todas as energias associadas às discordâncias e das novas interfaces criadas constitui a energia total armazenada no processo da deformação. Outra consequência relevante é que, durante a deformação, as orientações de grãos e subgrãos em um material policristalino passam por mudança em função das direções da tensão imposta. Tais mudanças não são aleatórias e envolvem rotações internas diretamente ligadas à cristalografia da deformação. Como consequência, os grãos adquirem uma orientação preferencial ou textura que podem torná-los mais resistentes à deformação [38].

O desenvolvimento de subestruturas no interior dos grãos, em materiais altamente deformados, é ilustrado esquematicamente na Figura 25, onde pode-se observar o desenvolvimento da subestruturas em várias condições de magnificação, decrescente de “a” para “d”. Com pequenos aumentos, podemos observar, na Figura 25d, que, em materiais policristalinos, se formam bandas de cisalhamento que transcendem os grãos. Na Figura 25c, podemos observar as chamadas bandas de transição que são frequentemente encontradas dentro dos grãos, em geral de materiais com grãos grosseiros. Neste estado, devido à deformação, os grãos se subdividem em regiões com diferentes orientações como consequência da heterogeneidade da tensão imposta pelos grãos vizinhos ou simplesmente pela instabilidade intrínseca dentro de cada grão. Na Figura 25b, observam-se as células e subgrãos que se formam devido às discordâncias que estabelecem os contornos desses menores volumes de material deformado. Já na Figura 25a, observamos, em escala nano, o emaranhado de discordâncias que se formam mesmo nos estágios iniciais de deformações, principalmente em materiais com valores médios ou altos de EFE [38].

Figura 25 - A hierarquia na formação da microestrutura em materiais metálicos policristalino, deformados por escorregamento. As várias características são mostradas em escala crescente: a) discordâncias; b) contornos de subgrãos criados pelas discordâncias; c) bandas de deformação e de transição dentro dos grãos; d) bandas cisalhadas atravessando vários grãos.

A energia de falha de empilhamento (EFE) de uma liga metálica é um fator que influencia muito os mecanismos de deformação plástica e pode determinar se a deformação plástica ocorre por cisalhamento ou maclação mecânica. Nos metais com baixa EFE, a deformação por escorregamento é reduzida, devido à diminuição de mobilidade das discordâncias. Já a maclação mecânica ocorre quando o número de sistemas de escorregamento é reduzido ou quando o material possui EFE muito baixa. Maclas mecânicas formam-se com maior frequência em metais e ligas com menor energia de falha de empilhamento e são raramente observadas em metais e ligas com elevada energia de falha de empilhamento [50].

Nas ligas metálicas com baixos valores de EFE, nos primeiros estágios da deformação, podem também, ser formadas maclas mecânicas [51]. Além disso, as discordâncias unitárias, dissociadas em parciais de *Shockley*, delimitam um semiplano com empilhamento diferente do plano original, criando as falhas de empilhamento induzidas por deformação. Essas falhas podem ser observadas por microscopia eletrônica de transmissão [10,52]. A distância entre as discordâncias parciais dissociadas permite calcular a energia de falha de empilhamento, conforme

demonstrado por Lehnhoff, Findley e Cooman [52], com base na distância entre as discordâncias parciais, medida no MET, em modo Weak Beam Dark Field (WBDF), sabendo-se a direção dos vetores de Burgers e o eixo de zona, conforme mostrado na Figura 26.

Figura 26 – Micrografia do microscópio eletrônico de transmissão (WBDF) mostrando a distância entre as discordâncias dissociadas para o cálculo da EFE [52].

2.3.1.1 Recristalização dinâmica contínua

Sakai et al [51] discutem a evolução da subestrutura de discordâncias desenvolvida em metais e ligas severamente encruados. Nos estágios iniciais da deformação, os metais de baixa energia de falha de empilhamento, apresentam elevada taxa de encruamento, pois a maior separação entre as discordâncias parciais dificulta a recombinação para formação de discordâncias unitárias, de maior mobilidade. Com o aumento da deformação, uma elevada densidade de discordâncias é gerada, formando estruturas de blocos de células, com paredes de célula e contornos de subgrãos. As paredes de células contendo elevada densidade de discordâncias apresentam desorientações entre subgrãos mais elevadas que as paredes de células formadas nos estágios iniciais da deformação. Quanto maior o grau de deformação, maior é o acúmulo de discordâncias em contornos de células e maior é a desorientação entre os subgrãos. Além desse processo de deformação, bandas de deformação são geradas na estrutura, dando origem a desorientações ainda maiores entre os blocos de células e subgrãos existentes no interior do material. Esse processo dá origem à fragmentação dos grãos originais, e formação de pequenos grãos com

alta grau de desorientação, formando contornos de grão de grande ângulo (CGGA). A Figura 27 mostra o efeito do grau de deformação a frio no tamanho de grão, na desorientação entre grãos e na densidade de discordâncias em cobre severamente deformado a frio [51].

Figura 27 – Efeito do grau de deformação a frio no tamanho de grão, na desorientação dos grãos e na densidade de discordâncias em uma amostra de cobre severamente deformada a frio [53].

A estrutura do material, portanto, evolui de uma estrutura fortemente deformada, para uma estrutura constituída por pequenos blocos de células, com paredes de célula contendo elevada densidade de discordâncias, formando contornos de grão de pequeno ângulo (CGPA), para uma estrutura contendo bandas de deformação,

fragmentação da estrutura original, menor tamanho de grão, rotação de grãos e formação de contornos de grão de grande ângulo (CGPA).

O processo acima descrito é denominado de recristalização dinâmica contínua a frio, (cDRX). Esse processo dá origem a estruturas de granulação ultra fina e é de interesse na obtenção de ligas metálicas com propriedades melhoradas. Segundo Sakai [51], esse processo pode ocorrer nos metais, independentemente do valor da EFE, desde que a deformação seja severa, mesmo na temperatura ambiente.

Na Figura 28, mostra-se a evolução da microestrutura de uma amostra de liga de alumínio AA 1421 submetida a sucessivos passes de ECAP. Nota-se que, nas fases iniciais, aparecem, no interior dos grãos, linhas finas indicando a presença de novos contornos de baixo ângulo; na fase intermediária começam a aparecer alguns pequenos grãos com contornos de alto ângulo; na fase final, com severa deformação acumulada, nota-se que todo material passou pelo processo de recristalização dinâmica e agora os grãos são pequenos e com contornos de alto ângulo.

Figura 28 – Desenvolvimento de novos grãos por cDRX observado em OIM (orientation imaging microscopy), liga de alumínio AA1421 processada por EACP sucessivamente até $\epsilon=12$ e temperatura de 673K [54].

O desenho esquemático da Figura 29 foi montado com base nas observações em microscópio eletrônico de transmissão (MET) da evolução de formação de grãos ultrafinos (UFG) em um processo com severa deformação plástica (SPD). Pode-se observar que os subgrãos formados pelas paredes de discordâncias, inicialmente de

baixo ângulo, sofrem rotação devido à tensão imposta pela deformação. Assim sendo, os contornos passam a ser de alto ângulo e os grãos passam a ter orientações cristalográficas diferentes [51].

Figura 29 – Modelo esquemático de formação de estruturas celulares UFG baseado em observações em MET sob SPD. A desorientação entre os subgrãos aumenta com a deformação e o ângulo dos contornos de grãos adquirem maiores valores em severas deformações [49].

Na Figura 30a, observa-se uma imagem típica de uma amostra severamente deformada por HPT (*High pressure torsion*), exibindo uma estrutura composta de nanocristais resultantes de cDRX. Nessa imagem, pode-se observar que o padrão de difração exibe círculos concêntricos indicando grande quantidade de estruturas celulares e diferentes orientações cristalográficas. Uma microestrutura bastante similar (Figura 30b) foi observada em materiais moídos mecanicamente com alta energia.

Figura 30 – Microestrutura severamente deformada: a) Aço inoxidável ferrítico com 15% Cr sujeito a HCP e $\epsilon = 4$ [55]; b) Fe 0,6%, pó preparado por moagem mecânica por 300 horas [56].

2.3.2 O desenvolvimento de microestrutura nanorrecrializada em ensaios tribológicos

Muitos estudos, como o de Humphreys e Matherly [38] e Sakai et al. [51], tratam da formação de nanoestruturas em materiais severamente deformados, os métodos e as demais características. Contudo, recentes estudos têm correlacionado a formação dessas nanoestruturas ao desgaste em ensaios tribológicos ou em condições de uso em serviço.

3.. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Foram escolhidas três superligas à base de cobalto, das quais duas são classificadas como *wear resistant*, ou seja, da classe de materiais desenvolvidos para resistir ao desgaste, e uma terceira liga, pouco conhecida e classificada como *heat resistant* (especialmente desenvolvida para resistir ao calor). Embora muitas superligas sejam classificadas como *heat resistant*, apresentam resistência ao desgaste, compatível ou até maior que a de materiais convencionais reconhecidos como resistentes ao desgaste. As amostras foram retiradas de guias fundidas usadas na conformação de tubos sem costura. As composições químicas dessas ligas estão próximas às das superligas comerciais Stellite 6, Tribaloy T400 e Stellite 250. Para facilitarmos a identificação dos materiais neste trabalho, nomeamos as amostras conforme disposto na Tabela 5 abaixo.

Tabela 5 – Identificação das amostras

Identificação das amostras	Produto comercial com composição próxima à das amostras fundidas
Amostra A	Stellite 250
Amostra S	Stellite 6
Amostra T	Tribaloy T400

Corpos de prova de cada um desses materiais foram confeccionados com as dimensões aproximadas de 30 mm x 25 mm x 5 mm, para a realização tanto da caracterização metalográfica e metalúrgica, quanto de propriedades mecânicas e ensaios de desgaste. As amostras foram lixadas com lixas de SiC, sequência #180, #220, #320, #500, #800 e #1200, e polidas com pasta de diamante com os respectivos tamanhos 6, 3 e 1 μm . Durante o processo de preparação, cargas elevadas foram evitadas, a fim de preservar as características originais das amostras e impedir ou minimizar transformações de fases devido à deformação plástica eventualmente causada durante os processos de preparação.

3.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS

3.2.1 MEV (microscópio eletrônico de varredura)

Parte da caracterização microestrutural foi realizada no microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca ZEISS, modelo EVO 40 pertencente ao Laboratório de Caracterização e Análise de Superfície da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). Esse equipamento foi utilizado para observar a microestrutura das amostras e os micromecanismos de desgaste utilizando elétrons secundários (imagem de relevo) e elétrons retroespalhados (imagens composicionais).

3.2.2 Microscopia óptica

As amostras foram observadas em um microscópio óptico Nikon modelo Eclipse MA 200 do Laboratório TRICORRMAT do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). A caracterização das amostras foi efetuada pelo procedimento metalográfico convencional, utilizando-se os seguintes ataques para revelar a microestrutura:

- 100ml de HCl + 5 ml de H_2O_2 para a amostra A (imersão de 10 a 15 segundos);
- ataque eletrolítico em solução 100ml de H_2O + 5 ml de HCl + 10 g FeCl_3 aplicando-se uma voltagem de 3V por 10s para as amostras S e T.

Nas amostras com fases duras precipitadas, a quantificação das fases existentes foi realizada com o programa de análise de imagem do próprio MEV, já citado, ou pelo método quantitativo usando uma malha sobre as imagens e quantificando as interseções nas fases de interesse.

3.2.3 Microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão

A caracterização e observação das camadas subsuperficiais abaixo da região desgastada foram realizadas no Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), situado em Campinas-SP. Foi utilizado um microscópio de duplo feixe FEI Helios 660 Focused Ion Beam (FIB), para abertura de uma trincheira e preparação de lâmina fina, por ablação utilizando feixe de íons de gálio.

A observação da lâmina fina, extraída por ablação por feixe de íons de gálio, foi feita em microscópio eletrônico de transmissão TEM-HR (JEOL 3010), em modo varredura-transmissão (STEM), para adquirir imagens de alta resolução e em modo transmissão para obter padrões de difração de elétrons em áreas selecionadas da subsuperfície da calota. Utilizou-se, também, um microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta (650 FEG), em modo varredura-transmissão (STEM) para a caracterização microestrutural da seção transversal da região desgastada por difração de elétrons retroespalhados em modo transmissão (t-EBSD), técnica também chamada de Transmission Kikuchi Diffraction (TKD). A principal vantagem do TKD é uma resolução espacial significativamente maior em comparação com o EBSD convencional devido ao menor volume de interação do feixe incidente com a amostra. Essa técnica permite visualizar grãos individuais de tamanho manométrico por mapeamento de orientações (OIM).

3.3 DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Foram retiradas 50 gramas de cavacos finos de cada uma das três ligas estudadas, para determinar a composição química dos materiais. Foram utilizadas as seguintes técnicas e equipamentos de análise:

- Analisador de enxofre e carbono marca Leco Modelo CS 200, para análise química do teor de carbono.

- Espectrômetro de plasma Varian, modelo ICP/OES VISTA MPX, e espectrômetro de absorção atômica Agilent, modelo 240FS, para análise dos demais elementos.

3.4 DETERMINAÇÃO DA DUREZA

Os ensaios de dureza global do corpo das amostras foram realizados em um durômetro Vickers WPMA (TRICORRMAT/UFES) com uma carga de 10 kgf aplicada durante 15 segundos. O valor médio da dureza e o respectivo desvio padrão de cada amostra foi obtido após dez medições, cujas posições foram dispostas aleatoriamente nas amostras.

Para as ligas S e T contendo partículas de segunda fase, tais como carbonetos e fases de Laves, foi realizado o teste de microdureza na matriz e nas fases duras. Utilizou-se o equipamento microdurômetro, Shimadzu – HMV-2, com carga de 10 gramas e tempo de 15 segundos de aplicação da carga, para todos os materiais. A média dos valores de microdureza foi obtida de 15 medições, no mínimo.

Foram feitas medidas de nanodureza em um triboindentador Hysitron TI 930, com penetrador de diamante Berkovich e carga de 700 μN (LFS - Eng° Mecânica - USP).

3.5 ENSAIO DE MICROABRASÃO (EIXO FIXO)

Os ensaios de microabrasão foram realizados em tribômetro Marca PLINT TE-66 pertencente ao TRICORRMAT/UFES. Nesses ensaios, a esfera é fixada entre dois semieixos: o da esquerda motriz e o da direita movido. O eixo motriz possui um pequeno motor de rotação variável podendo atingir até 150 RPM. A esfera, quando rotacionada, fica fixa no eixo e a amostra é pressionada contra a esfera. A carga é aplicada por um braço em ângulo de 90 graus: em uma extremidade, é fixada a amostra e, na outra, coloca-se o peso morto. A esfera é de aço inoxidável martensítico com diâmetro de 25,4mm e seu contato com o corpo de prova é feito em um meio abrasivo em fluxo contínuo, conforme apresentado na Figura 31. Uma bomba peristáltica com ajuste de vazão foi usada para garantir o suprimento de lama abrasiva na quantidade desejada.

A esfera utilizada como contracorpo é de aço AISI 52100 martensítico com dureza aproximada de 800 HV, cuja superfície era condicionada antes de cada bateria de testes. Após cada teste, a esfera era ligeiramente deslocada para que uma nova trilha fosse estabelecida para o novo teste. Para o condicionamento superficial, a esfera foi colocada dentro de um pequeno pote com água destilada e 20 gramas de Areia Normal Brasileira NBR-7214. O pote foi vigorosamente agitado durante cinco minutos e, após essa operação, a esfera era lavada e colocada no banho ultrassônico, imersa em álcool etílico por cinco minutos. Desta forma, garantimos a limpeza completa da superfície da esfera, bem como padronizamos a rugosidade superficial, a fim de garantir a mesma condição para cada ensaio.

Para realizar o ensaio, foi necessário usar um agitador magnético (em detalhe na Figura 31), com o objetivo de manter a lama abrasiva em constante agitação evitando a sedimentação. Para avaliar e medir a calota de desgaste produzida durante o ensaio, o aparelho possui um microscópio acoplado com aquisição de imagens digital pelo programa Infinity Capture versão 4.5.0. O aparelho possui controlador de velocidade, de tempo, visor com contador de número de rotações e célula de carga que mede a força normal no contato esfera/corpo de prova, com dados fornecidos pelo programa Compend 2000 versão 2.23.

No ensaio de microabrasão, admite-se que a calota de desgaste possui o mesmo perfil geométrico do contracorpo, conforme foi mostrado na Figura 13, o raio da esfera (R) na vista frontal e o diâmetro da calota de desgaste (b) mostrado na vista lateral.

Desse modo, é possível determinar o volume de material desgastado usando a equação 3.

Substituindo “V” da equação 2 pela equação 3, obtém-se a equação 5 em que é calculado o (k) coeficiente de desgaste dimensional a partir do diâmetro (b) da calota desgastada, o raio (R) da esfera (contracorpo), a distância deslizada (S) e a força normal sobre o contato (N).

$$k = \frac{\pi \cdot b^4}{32 \cdot \varnothing_{\text{esfera}} \cdot S \cdot N}, \text{ para } b \ll \varnothing_{\text{esfera}} \quad (5)$$

Figura 31 – Microabrasômetro PLINT TE-66 [17].

3.5.1 Medição do diâmetro da calota desgastada

A medição do diâmetro da calota desgastada foi feita por meio de imagem adquirida eletronicamente por um microscópio acoplado ao microabrasômetro (em detalhe na Figura 32) e analisado pelo programa Infinity Analyze versão 4.5. Como as medições foram realizadas a cada dois minutos de ensaio, pode-se, assim, acompanhar a formação da calota ao longo do tempo e conferir a sua circularidade.

Figura 32 - Detalhe do microscópio e sistema de iluminação [17].

3.5.2 Parâmetros do ensaio de microabrasão

Os parâmetros operacionais adotados nos ensaios estão descritos na Tabela 6.

Tabela 6 – Parâmetros operacionais dos ensaios de microabrasão.

Rotação de eixo motor	20 RPM
Distância deslizada	3,19; 6,38; 9,57; 12,77; 15,95; 19,15; 22,34; 25,53; 28,73; 31,92; 35,11; 38,30; 41,49; 44,68; 47,88 metros
Força normal estática	0,3 N
Abrasivo 1 marca Sigma – Aldrich	Sílica (SiO ₂)
Abrasivo 2 marca Sigma – Aldrich	Alumina (Al ₂ O ₃)
Abrasivo 3 marca Logitech	Carbeto de silício (SiC)
Granulometria	5 µm - Tamanho médio informado pelo fabricante
Concentração do abrasivo	100 mg/cm ³ (suspensão em água destilada)
Alimentação de abrasivo	25 a 30 gotas por minuto
Número de ensaios por amostra	3 Ensaios

Obs.: Para evitar os efeitos hidrodinâmicos entre a esfera e a amostra, a velocidade angular foi fixada em 20 rpm.

3.5.3 Abrasivos

Conforme relacionado na Tabela 6, foram usados três tipos de abrasivos: SiO₂, Al₂O₃ e SiC. Para caracterizar esses abrasivos, foram realizados ensaios para obter a distribuição granulométrica e os respectivos parâmetros de forma. Os ensaios foram

realizados no Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, nos equipamentos CAMSIZER L e CAMSIZER XT.

O método de medição utilizado pelos equipamentos é baseado no processamento eletrônico de imagens digitais dinâmicas, empregando a norma ISO 13322-2 *Particle size analysis – Image analysis methods*.

Parâmetros para determinação de tamanho de partículas:

O tamanho e a forma das partículas podem ser definidos em função de diferentes parâmetros, tais como esquematicamente apresentados na Figura 33.

x_{c_min} = diâmetro da partícula, menor valor entre os diâmetros máximos para distintas orientações de medida (equiparável ao peneiramento).

$x_{\text{área}}$ = diâmetro do círculo de área equivalente à área da partícula.

X_{Fe_max} = diâmetro máximo de Ferret, que consiste na maior distância entre duas retas paralelas que tangenciam a partícula, e X_{Fe_min} = diâmetro mínimo de Ferret, que consiste na menor distância entre duas retas paralelas que tangenciam a partícula.

x_{Ma_min} = diâmetro da partícula, diâmetro mais curto que divide a partícula em duas metades de área.

Figura 33 – Parâmetros considerados da determinação do tamanho das partículas

A frequência de partículas por intervalo granulométrico pode ser apresentada em forma de tabela e também na forma gráfica, como o gráfico da Figura 34, para as

porcentagens retidas e passantes na fração. Nas tabelas são também apresentados os valores médios de forma para cada intervalo granulométrico.

Figura 34 - Distribuição de tamanho de partículas acumuladas abaixo (em vermelho) e retido por fração (em azul) (considerando o xc_min).

A severidade de uma partícula está ligada a quantidade de material que ela consegue remover da superfície de uma amostra. Quanto mais arestas com ângulos agudos a partícula possuir, maior será a possibilidade de remoção de material. Por outro lado, quando mais arredondada for a partícula, menor a possibilidade e capacidade de remoção de material em um desgaste abrasivo. Para expressar o parâmetro de forma e tentar caracterizar a severidade da partícula, foram usados dois métodos, assim detalhados

Esfericidade média (SPHT) = relação entre a área da partícula e seu perímetro, definida por $(4\pi \cdot \text{Área}) / (\text{Perímetro})^2$.

Relação de aspecto médio (b/l) = razão entre o maior e o menor diâmetro da partícula.

3.5.4 Força normal no contato (N)

A carga aplicada durante o ensaio foi 0,3 N, para evitar a formação indesejada de “ridges” (finas bandas no interior da cratera que não sofreram abrasão e podem formar-se em condições de baixa concentração e altas cargas) [57]. A força no contato foi promovida por um peso morto pendurado em um braço com ângulo de 90 graus com extremidades equidistantes. Em uma extremidade do braço, fica posicionado o peso morto e, na outra, o porta-amostra com a respectiva amostra pressionada contra a esfera girante, conforme desenho esquemático mostrado na Figura 15. Na Figura 35, vê-se o suporte para o peso morto ao lado da esfera usada como contracorpo no ensaio.

Figura 35 - Detalhe do suporte com o peso morto e a esfera usada nos ensaios [17].

3.5.5 Determinação do regime permanente de desgaste

Um dos fatores precípuos no que tange aos ensaios tribológicos é a determinação do tempo a partir do qual se estabelece um regime permanente de desgaste. Somente nesse regime é possível coletar dados confiáveis quanto ao comportamento de um específico tribossistema.

Na Figura 36, vê-se o gráfico de um ensaio de microabrasão, apresentado em um trabalho anterior de Marques [17] em aço superdúplex UNS S32750 recozido e envelhecido a 475°C por 12 horas, destacando os últimos quatro pontos em que se atingiu o regime permanente. Os ensaios tribológicos com as superligas eram conduzidos até 30 minutos, com interrupções a cada dois minutos, para a aquisição de dados e cálculo do coeficiente de desgaste. Considerou-se que o regime permanente havia sido atingido, quando os coeficientes de variação (% erro) resultaram menores que 7%.

Figura 36 – Curva obtida durante o ensaio de microabrasão do aço superdúplex UNS S32750 recozido e envelhecido a 475°C por 12 horas. [17]

3.5.6 Análise topográfica para avaliação da esfericidade da calota de desgaste

A análise topográfica foi necessária para a comparação da geometria do contracorpo esférico com a geometria da calota de desgaste formada no corpo de prova, após ensaio, visto que a expressão apresentada no item 3.5 foi fundamentada para cálculo do volume de material desgastado, tendo por premissa que a calota desgastada seria esférica com diâmetro igual ao do contracorpo.

Figura 37 – Detalhe do Analisador Topográfico - 3D Marca TAYLOR HOBSON [17].

Na Figura 37, mostra-se o Analisador Topográfico – 3D, marca TAYLOR HOBSON, modelo TALYSURF CLI 2000, do Laboratório de Caracterização e Análise de Superfícies (UFES). A análise e geração dos perfis em imagens 3D foram realizadas por meio do programa TalyMap Gold versão 4.1.2.4621.

A resolução utilizada foi a de 200 pontos por milímetro na direção de rolamento do contracorpo e 2000 pontos por milímetro na direção perpendicular a esta, analisando uma área de $4,84 \text{ mm}^2$ ($2,2\text{mm} \times 2,2\text{mm}$) da calota desgastada.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MICROESTRUTURAL

Conforme descrito no capítulo anterior, foram estudadas neste trabalho três ligas das classes de materiais denominados superligas à base de cobalto denominadas amostras A, S e T, conforme descrito na Tabela 5.

A composição química das ligas fundidas eram próximas às ligas: Stellite 250, Stellite 6 e Tribaloy T400 (referências comerciais e patenteadas pela Kennametal). Seguem-se as características dessas ligas.

4.1.1 Análise química das amostras

As composições químicas das três amostras se encontram na Tabela 7.

Tabela 7 - Composição química obtida por análise das amostras A, S e T (em negrito) e composição química nominal inicialmente especificada [58].

Material	C	Co	Cr	Fe	W	Mo	Si
Stellite 250	0,1	Bal.	28	20			1
Amostra A	0,2	47,7	29,8	19,1	0,18	0,3	1
Stellite 6	0,9-1,4	Bal.	27-32		4 - 6		
Amostra S	2,3	64,2	24,2	0,6	4,2	0,02	1,2
Tribaloy T400		Bal.	9			28	2,6
Amostra T	0,2	57	8,5	0,8	0,1	29,4	3,4

A amostra A apresenta distribuição dos constituintes bem próxima à da liga Stellite 250, que, segundo o catálogo do fabricante [58], é uma liga fundida que possui excelente resistência à corrosão, boa resistência a altas temperaturas, além de boa ductilidade e excelente resistência a choques térmicos [59]. Nota-se que o teor de carbono na amostra A é ligeiramente mais alto que o na liga comercial, o que pode aumentar a sua dureza e melhorar sensivelmente sua resistência ao desgaste.

A amostra S apresentou teor de carbono de 2,3%, quando o máximo admitido na liga comercial é de 1,4% e teor de cromo inferior ao da liga comercial. Pode-se prever que o maior teor de carbono deve induzir a uma maior formação de carbonetos e diminuir a quantidade de cromo em solução sólida da matriz.

A amostra T apresentou um percentual bem maior de silício (3,36%), do que o especificado (2,6%). O percentual de 3,36% de silício está de acordo com a composição nominal da liga comercial Tribaloy T800. Esse maior percentual de silício, acima do limite de solubilidade do cobalto, deve promover uma maior precipitação de fase de Laves.

4.1.2 Microestrutura das amostras

4.1.2.1 Microestrutura da amostra A

A amostra A apresenta estrutura bruta de fusão com grãos grosseiros e algumas inclusões não metálicas, resultado do processo de obtenção e de fundição utilizados. Trata-se de uma matriz de cobalto com átomos de cromo, molibdênio e ferro em solução sólida substitucional.

Embora o material apresente estrutura homogênea com poucos precipitados, os grãos são grosseiros, alguns dos quais maiores que 2mm, conforme micrografia mostrada na Figura 38. Notam-se, na Figura 38, as dendritas de solidificação, além de contornos de grãos bem-definidos.

Figura 38 - Micrografia da amostra A com ataque químico (100 ml HCl e 5 ml H₂O₂ - 30%).

Nas Figura 39a e b, nota-se, com maior clareza, que, nas regiões interdentriticas, ocorreu precipitação de carbonetos de cromo eutéticos, possivelmente do tipo $M_{23}C_6$, com alternância de lamelas finas de carbonetos e de matriz metálica rica em cobalto. O espectro EDS da região 1 confirma que a lamela é rica em cromo. Por outro lado, o EDS da região 2 mostra que os precipitados globulares são intermetálicos ricos em enxofre e manganês, inclusões não metálicas formadas durante obtenção e fundição da liga. Embora a microestrutura da amostra A possua esses precipitados globulares e fina rede de carbonetos eutéticos nas regiões interdentriticas, esses pouco vão influenciar no desgaste. Assim sendo, pode-se tratar a amostra A como uma amostra homogênea.

Figura 39 – Amostra A destacando as regiões interdendríticas, bem como as análise de EDS de uma inclusão não metálica. A Figura 39b é um aumento da região demarcada com um círculo na Figura 39a.

O cobalto puro solidifica formando estrutura CFC. Essa estrutura é mantida durante resfriamento até 417°C. Nessa temperatura, inicia-se a transformação para a estrutura cristalina HC (ϵ), por transformação do tipo martensítica. Essa transformação é bastante lenta e, portanto, a maioria das ligas de cobalto possui, na temperatura

ambiente, uma estrutura CFC metaestável. A transformação dessa estrutura metaestável pode ser facilmente ativada por deformação plástica [3]. Outra ocorrência bastante frequente nesse material é o aparecimento de maclas induzidas por deformação plástica, como se vê na Figura 40. As Figura 40 (a e b) foram obtidas após os ensaios de dureza, realizados com penetrador piramidal cônico (a) e piramidal de base quadrada (b); pode-se notar um grande número de maclas mecânicas em torno das indentações formadas na superfície após cada um dos ensaios de dureza. Outra característica da deformação da liga de Co CFC é citada na literatura: as falhas de empilhamento induzidas por deformação, não visíveis nas micrografias obtidas por microscopia óptica ou microscopia eletrônica de varredura (assunto discutido mais adiante).

Figura 40 – Imagens da superfície da amostra A após indentações do ensaio de dureza destacando a formação de maclas induzidas por deformação.

4.1.2.2 Microestrutura da amostra S

A amostra 2 apresenta uma microestrutura com características mais próximas de uma microestrutura eutética, com uma matriz de cobalto contendo cromo e molibdênio em solução sólida, além de grande quantidade de precipitados de carbonetos, principalmente de cromo.

Nota-se grande quantidade de carbonetos maior que a encontrada na literatura, quando comparamos a micrografia da amostra S nas Figura 41 a e b com a micrografia encontrada na literatura, mostrada na Figura 42 b. Tal aumento na fração volumétrica desses carbonetos é devido ao maior teor de carbono na amostra S, quando comparado com o Stellite 6, conforme discutido anteriormente. É possível perceber maior semelhança entre a microestrutura da amostra S e a microestrutura da liga

hipereutética Stellite 1, apresentada na Figura 42 a. A análise de imagens obtidas no MEV, por estereologia quantitativa, Figura 43, permitiu avaliar a fração volumétrica de carbonetos nessa liga, 38,7%. A grande quantidade de carbonetos pode conferir maior resistência ao desgaste a essa liga fundida.

Figura 41 – Micrografia da amostra S com ataque químico (100 ml HCl e 5 ml H₂O₂ - 30%). A figura b) apresenta uma magnificação 5 vezes maior que a figura a).

Figura 42 – a) micrografia de uma liga Stellite 1 e b) micrografia de uma liga Stellite 6 [7].

A amostra S apresentou grande quantidade de carbonetos. Em uma avaliação qualitativa, a fração volumétrica da amostra S se aproxima da fração volumétrica do Stellite 1 apresentada por Klarstron [7] na Figura 42. Por outro lado, a literatura [60] relata fração volumétrica para o Stellite 6b, que possui, no máximo, 1,4% de carbono, aproximadamente 16% em volume, e corrobora as conclusões de que a amostra S

possui uma fração volumétrica maior que o esperado, devido ao maior percentual de carbono nessa liga.

Figura 43 – Quantificação volumétrica das fases da amostra S.

4.1.2.3 Microestrutura da amostra T

A amostra T, assim como as demais, foi fundida e é constituída de uma matriz de cobalto contendo outros elementos em solução sólida, principalmente o cromo e molibdênio. O cobalto forma, com o molibdênio e o silício, precipitados de fases intermetálicas, conhecidas como fase de Laves (Co-Mo-Si ou $\text{Co}_3\text{Mo}_2\text{Si}$) [10]. Essa superliga deve, de acordo com a literatura, conter baixos percentuais de carbono para evitar a precipitação de carbonetos em detrimento da precipitação das fases de Laves.

De acordo com Liu et al. [61], essas ligas, conhecidas comercialmente como Tribaloy, contêm de 35% a 70% de fases intermetálicas (Laves), precipitadas em uma matriz de solução sólida de cobalto. A precipitação de fases de Laves confere a essas ligas maiores valores de resistência mecânica e ao desgaste, tanto na temperatura ambiente quanto em altas temperaturas. Devido à grande quantidade dessas fases duras, elas governam as propriedades desses materiais e algumas dessas superligas podem ser usadas em temperaturas de até 90% da sua temperatura de fusão [13]. As Triballoys são usualmente hipereutéticas e contêm fases de Laves (duras) primárias e

dendríticas em uma matriz eutética formada por pequenas lamelas de fases de Laves embebidas em uma matriz de cobalto. Existem também regiões de solução sólida de cobalto livres de fases de Laves, como se vê na Figura 44.

Figura 44 – Tribaloy T 400 com fase de Laves primária e dendrítica em matriz eutética com fases de Laves secundárias, intercaladas com matriz de solução sólida de cobalto livre de fases duras [61].

Figura 45 – Micrografia óptica da amostra T mostrando a fase de Laves primária dendrítica, dispersa na matriz de cobalto e microconstituente eutético formado por finas lamelas da fase de Laves intercaladas com matriz de cobalto. Magnificação crescente de a para d.

As micrografias da amostra T são apresentadas na Figura 45. Na Figura 45 a, um aumento menor dá uma visão geral da liga e pode-se perceber a grande quantidade de fases de Laves. Nas Figura 45 (a, b e c) com maior aumento, pode-se ver, com maior clareza, a distribuição das fases de Laves primárias, o eutético e a matriz rica em Co, livre de fases duras.

Na Figura 46, é possível observar em destaque uma trinca na fase de Laves primária demonstrando que, embora seja dura, ela é bastante frágil. Tais trincas foram induzidas provavelmente no processo de preparação da amostra durante o corte, lixamento e polimento.

Figura 46 - Micrografia ótica da amostra T com destaque para trinca no interior da fase de Laves primária.

Figura 47 – Detalhe da propagação de trinca na amostra T e destaque para as indentações da microdureza Vickers na fase de Laves. Aumento de 200 x.

Na Figura 47, pode-se notar a propagação da trinca pelas fases de Laves, que, por serem grandes e próximas e possuírem certa orientação, facilitaram a referida propagação. Observa-se, ainda, que a matriz que se encontra entre as fases de Laves absorve a energia de deformação, sem sofrer trincamento. Esse mecanismo mostra que, embora a matriz seja mole e tenaz, não atua como barreira para o avanço das trincas, tornando essa liga frágil e com baixa resistência à propagação de trincas. Relatos na literatura corroboram essa explicação, como os de Halstead e Rawlings [62], que comentam que a liga Tribaloy T400 possui uma resistência à propagação de trincas relativamente baixa, com a tenacidade à fratura em torno de $20 \text{ MNm}^{3/2}$.

Observam-se, na parte superior em destaque da Figura 47, as indentações do ensaio de microdureza realizado nas fases de Laves, que também, em sua maioria, apresentam trincas, pois não foram capazes de absorver a energia nem de suportar a deformação imposta pelo ensaio de dureza.

Figura 48 – Quantificação volumétrica de fases de Laves – método da interseção.

A fração volumétrica de fases de Laves primárias na amostra T é de 41,6% e a fração volumétrica total, incluindo o eutético, é de 53%. A fração volumétrica de fases de Laves dessa liga está de acordo com a literatura que afirma que, em ligas Tribaloy, a fração volumétrica varia de 35% a 70% [61]. Para quantificar a fração volumétrica, foi gerada uma grade com 500 interseções, conforme se vê na Figura 48. O tamanho da malha utilizada na contagem, foi da mesma ordem de grandeza do tamanho das fases de Laves.

4.1.3 Dureza das amostras

A Tabela 8 mostra as durezas das amostras, bem como a microdureza localizada das fases duras e da matriz de cobalto de cada liga. A dureza das fases de Laves está

próxima do valor reportado por vários pesquisadores [10,11,12,13,62]. Podemos destacar que a dureza da amostra A e das matrizes das amostras S e T varia de 400HV_{0,01} a 500 HV_{0,01}, valores relativamente próximos, pois tanto a amostra A quanto as demais matrizes são constituídas de uma solução sólida de cobalto; assim sendo, possuem propriedades semelhantes.

Tabela 8 – Valores de dureza Vickers.

Materiais	Dureza macro HV ₁₀	Dureza da matriz HV _{0,01}	Dureza da fase dura HV _{0,01}
Amostra A	208 ± 17	407 ± 20	...
Amostra S	431 ± 10	426 ± 08	1581 ± 81
Amostra T	521 ± 26	507 ± 27	1528 ± 84

Quanto à dureza macro das amostras, nota-se que as fases duras dispersas na matriz aumentam a dureza das ligas. Embora a amostra T possua precipitados de menor dureza, foi a que apresentou a maior dureza média entre as ligas. É provável que a maior dureza média esteja relacionada com a maior fração volumétrica de fases duras nessa liga e também com o tamanho dessas fases, que são bem maiores que os carbonetos da amostra S.

Na Figura 40, mostram-se as indentações feitas na superfície da amostra A e pode-se observar uma quantidade muito grande de linhas de deformação ao redor da indentação. É bem provável que sejam maclas induzidas por deformação, o que evidencia a grande capacidade da solução sólida de cobalto, tanto de se deformar quanto de absorver choques. Por outro lado, na Figura 47, na qual vemos as indentações na fase de Laves da amostra T, o comportamento é totalmente diferente: observamos muitas trincas na indentação, reforçando a baixa tenacidade dessas fases.

4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Foram realizados ensaios de difratometria de raios X das amostras. Os difratogramas podem ser vistos na Figura 49, na Figura 50 e na Figura 51.

Figura 49 - Difratoograma da amostra A

Figura 50 - Difratoograma da amostra T

Figura 51 - Difratoograma da amostra S

As amostras A e T apresentam um pico de grande intensidade referente ao plano (200), que indica forte texturização da amostra durante o processo de fusão, devido à formação de grãos colunares com orientação (200). Por outro lado, a amostra S apresentou uma forte texturização em outro sentido, mostrando uma solidificação preferencial no plano (111). Outra importante observação é a presença, nas matrizes das ligas de cobalto, das fases alotrópicas CFC e também HC, formando uma matriz mista.

4.3 CARACTERIZAÇÃO DOS ABRASIVOS

Os três abrasivos empregados neste trabalho foram sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3) e carbetto de silício (SiC). A dureza desses abrasivos é bem discutida na literatura, e como referência vamos utilizar as faixas de dureza informadas por Hutchings [15]. Na Tabela 9, condensamos os valores de dureza, parâmetros de forma e tamanho desses abrasivos. O abrasivo com menor tamanho médio é a SiO_2 , seguida do SiC e, por último, da Al_2O_3 , que apresentou o maior tamanho médio entre todos os abrasivos. Caso sejam considerados os parâmetros de forma da Tabela 9, pode-se classificar os abrasivos pela sua severidade. A SiO_2 e a Al_2O_3 apresentaram parâmetros de forma,

(b/l e SPHT), muito semelhantes, embora a Al_2O_3 tem quase o dobro do tamanho da SiO_2 . Já o SiC mostrou os parâmetros de forma menores que dos dois abrasivos anteriores. As micrografias desses abrasivos são apresentadas na Figura 52, pode-se concluir que a SiO_2 e Al_2O_3 apresentam formas mais arredondadas que o SiC, que apresentou formas mais alongadas e arestas com ângulos agudos formando pontas afiadas e cortantes. Assim sendo, a análise qualitativa e quantitativa dos abrasivos apresentam resultados convergentes.

Após essas observações, fica evidenciado que a SiO_2 é o abrasivo de menor dureza e formas menos agressivas, apresentando grande quantidade de partículas menores que $4\text{ }\mu\text{m}$. A Al_2O_3 tem o maior tamanho médio e dureza ligeiramente menor que o SiC que tem as formas mais angulosas e severas, embora tenha a maior dureza entre os abrasivos e o menor tamanho médio.

Tabela 9 – Características dos abrasivos.

Abrasivo	Dureza - (faixa) HV [14]	D médio x área (μm)	Parâmetro de forma (SPHT)	Parâmetro de forma (b/l)
SiO_2	750 - 1200	5,5	0,782	0,699
Al_2O_3	1800 - 2000	9,4	0,785	0,691
SiC	2100 - 2600	6,5	0,768	0,664

Figura 52 - Imagens de elétrons retroespalhados (MEV) dos abrasivos a) SiO_2 , b) Al_2O_3 e c) SiC .

Figura 53 - Distribuição granulométrica das partículas abrasivas

O gráfico da distribuição granulométrica das partículas abrasivas na Figura 53 mostra que as partículas de Al_2O_3 possuem uma distribuição bimodal mais pronunciada, indicando ainda um grande número de partículas, aproximadamente 10%, com tamanho próximo a 11 μm .

4.4 ENSAIOS DE MICROABRASÃO

Para todos os materiais, foram obtidas três curvas de ensaios de microabrasão. Para o cálculo do coeficiente de desgaste, foi feita a média dos últimos três pontos de cada curva, conforme a Figura 54, que se refere ao ensaio da amostra S com o abrasivo Al_2O_3 . O teste foi conduzido até que a coeficiente de variação dos últimos quatro pontos fosse menor que 7%. Após três ensaios para cada condição, os últimos três pontos de cada curva foram usados para o cálculo da média, totalizando 9 pontos. Os coeficientes médios para cada condição estão apresentados na Figura 55.

Entre os materiais ensaiados, a amostra S foi o material que apresentou os menores coeficientes de desgaste; portanto, o material com maior resistência ao desgaste.

Figura 54 – Coeficiente de desgaste do ensaio de microabrasão da amostra S usando o abrasivo Al_2O_3 .

Figura 55 - Coeficiente de desgaste microabrasivo para todas as superligas e abrasivos ensaiados.

O material que apresentou o maior coeficiente de desgaste foi a amostra A. O material da amostra T apresentou um desgaste intermediário, mas próximo ao da amostra S,

que foi a mais resistente. Fica evidente que os materiais com partículas de segunda fase duras possuem maior resistência ao desgaste que os materiais homogêneos, conforme já demonstrado por Zum Gahr [16]. Marques [17], em trabalho anterior, também mostrou que, quando o aço inoxidável superduplex UNS 32750 era submetido a tratamento térmico de endurecimento por precipitação de intermetálicos duros, ele também tinha sua resistência ao desgaste aumentada.

4.5 FORMAÇÃO DA CRATERA DE DESGASTE E ANÁLISE DO PERFIL

Os cálculos dos coeficientes de desgaste foram feitos com base na medição do diâmetro da calota no microscópio acoplado ao tribômetro, utilizando a equação 3 para determinar o volume desgastado, supondo que a cratera desgastada tenha um formato de calota esférica, copiada do contra corpo. Entretanto, medidas perfilométricas das crateras resultaram em perfis não esféricos e permitiram recalcular o volume desgastado: os resultados foram em média 30% menores quando comparado com a medição tradicional.

Vários autores, como Trezona e Hutchings [25], Gant e Gee [26] e Gee et al. [63], comentam a incerteza na medição por microscopia óptica de campo claro. Trezona e Hutchings argumentam que, no entorno da calota de desgaste, se forma um anel com múltiplas indentações, fenômeno classificado por eles de “Scuffing”, região que ainda é plana. Tal fenômeno pode induzir a uma medição errônea, pois essa situação é muito difícil de ser observada com clareza na medição pelo microscópio óptico. Há grande discussão na literatura sobre procedimentos e métodos de medida do diâmetro da calota. Alguns autores consideram que a medição feita por perfilometria é mais precisa [25,63], mas indicam o uso da perfilometria apenas para materiais não revestidos.

Outro fator digno de nota é a formação de uma cratera de desgaste que não reproduz a forma esférica do contracorpo, inviabilizando o uso da equação 3 e deixando como única opção a perfilometria.

Após a análise do perfil das calotas, ficou evidenciado que algumas calotas têm a forma do contracorpo, como na Figura 56, e outras possuem uma forma ligeiramente diferente do contracorpo, como na Figura 57, que levaria a um erro de cálculo quando aplicada a equação 3.

Figura 56 – Perfilometria da amostra A desgastada por SiO₂ e a projeção do perfil do centro da calota e de uma circunferência de 12,7mm de raio idêntico ao da esfera usada como contracorpo, indicando a coincidência da impressão da calota e o contracorpo.

Figura 57 – Perfil da calota da amostra S desgastada por SiO₂ e a circunferência de 12,7mm de raio, idêntico ao da esfera usada como contracorpo, indicando a diferença entre a impressão da calota e a forma do contracorpo.

4.6 CÁLCULO DO COEFICIENTE DE DESGASTE PELO VOLUME DESGASTADO MEDIDO POR PERFILOMETRIA

Como a formação de algumas calotas não reproduziu a forma exata do contracorpo, conforme pode ser visto na Figura 56 e na Figura 57, e também para evitarmos o possível erro na aquisição de dados do diâmetro da calota devido ao *scuffing* na borda da calota, os valores dos coeficientes de desgaste foram recalculados.

Para os novos valores dos coeficientes, foram usados os valores absolutos do volume desgastado de cada calota fornecido pelo programa de análise de dados do perfilômetro, *Mountains Map*. Esses novos valores dos coeficientes de desgaste estão apresentados no gráfico dos Coeficientes de desgaste (desempenho tribológico) da Figura 58.

Figura 58 – Desempenho tribológico em microabrasão das superligas com base nos dados gerados pela perfilometria.

O motivo para algumas calotas não apresentarem a forma do contracorpo esférico está na microestrutura da amostra desgastada. As amostras S e T apresentaram maior variação no volume removido calculado pela equação 3, quando confrontado com o volume removido calculado pela perfilometria. Essas amostras apresentaram

precipitados em sua microestrutura que aumenta significativamente a sua resistência ao desgaste e, portanto, dificulta a formação de uma calota perfeitamente esférica.

4.7 ANÁLISE DO DESEMPENHO TRIBOLÓGICO DAS LIGAS EM FUNÇÃO DOS ABRASIVOS

Embora existam poucos trabalhos que relacionem superligas de cobalto com microabrasão, Sun, Wharton e Wood (a) [64], ao estudarem a liga CoCrMo semelhante à Vitallium (já citada), usada para bioimplantes e com algumas condições semelhantes à do tribossistema deste estudo, concluíram que o coeficiente de desgaste decresce quando os abrasivos são menores e mais moles. Neste trabalho encontramos condições análogas, pois menor coeficiente de desgaste foi obtido no ensaio da amostra A conduzido com o abrasivo SiO_2 , como era esperado, pois se trata da amostra mais mole e quase sem precipitados contra o abrasivo de menor tamanho médio e menor dureza. SiO_2 foi o abrasivo que apresentou as condições menos agressivas – menor dureza, menor tamanho médio e formas arredondadas (apresentou o maior parâmetro de forma (b/l) 0,699), e ausência de arestas.

Embora o SiC tenha dureza um pouco mais elevada e formas ligeiramente mais angulosas que a Al_2O_3 , esta por sua vez, combinando o seu maior tamanho médio com forma e dureza próxima ao SiC, tornou-se o abrasivo mais agressivo na maioria dos ensaios, promovendo, na maioria das vezes, os maiores desgastes.

A exceção está na amostra A, pois o abrasivo que promoveu o maior desgaste foi o SiC. Para esta liga quase sem precipitados prevaleceram a maior dureza do abrasivo e formas mais agressivas, menores parâmetros de forma (b/l) 0,664 e (SPHT) 0,768 do abrasivo, pois, neste caso, não existiam os reforços em forma de precipitados na matriz. Os resultados completos dos ensaios de parâmetros de forma e distribuição granulométrica dos abrasivos se encontram no apêndice 1.

O menor coeficiente de desgaste foi obtido no ensaio com a amostra S, que possui elevada dureza macro e com os precipitados mais duros, contra SiO_2 , que é o abrasivo com menor agressividade entre os demais, podendo-se afirmar neste caso, que os carbonetos governaram a alta resistência ao desgaste do material.

Quando se compara o desempenho tribológico das ligas em relação a um mesmo abrasivo, nota-se que a maior diferença está entre as amostras A e S, quando desgastadas por SiO_2 . O coeficiente de desgaste da amostra A é 14,8 vezes maior que o da amostra S. Isso indica um aumento muito relevante promovido estritamente pelos carbonetos que agem como reforço, visto que a matriz de ambos os materiais possui propriedades mecânicas bastante semelhantes.

Na Figura 59, mostra-se o gráfico do coeficiente desgaste em função da razão da dureza do abrasivo (H_a) pela dureza da amostra (H_s). Considerou-se para os abrasivos a dureza média da faixa informada previamente. Para a amostra A adotou-se a dureza $H_{v0,01}$ informada na Tabela 2. Já para as amostras S e T, que possuem fases duras precipitadas, adotou-se uma dureza composta, obtida calculando a média aritmética ponderada entre a dureza da matriz e a dureza das fases duras, considerando as respectivas frações volumétricas das fases, informadas anteriormente.

Figura 59 – Evolução do coeficiente de desgaste em função da razão da dureza do abrasivo pela dureza composta das ligas.

Observa-se, no gráfico da Figura 59, que o aumento dos valores dos coeficientes de desgaste é proporcional ao da razão entre as durezas. Tais considerações reforçam a conclusão anterior deste trabalho e o trabalho de Sun, Wharton e Wood (a) [64]

comentado no início deste tópico. A linha de tendência apresentou um coeficiente de determinação de 0,7356, indicando uma razoável correlação linear entre os coeficientes de desgaste e a razão entre as durezas. A condição que apresentou menor correlação com a linha de tendência, indicada com uma seta no gráfico, e, portanto, o ponto mais distante dessa linha, foi a amostra T ensaiada com Al_2O_3 . Esse fato pode ser devido a uma possível alteração nos mecanismos de desgaste atuantes.

No gráfico da Figura 59, não é possível observar claramente uma transição de regime de desgaste moderado-severo. Deve-se ressaltar que, no presente trabalho, a maioria dos valores de H_a/H_s são maiores que 1,8, que é o limite superior da referida transição (K_2).

4.8 MICROMECHANISMOS DE DESGASTE

Trezona, Allsopp e Hutchings [24], em suas experiências, concluíram que a transição do mecanismo de três corpos para dois corpos ocorria a uma taxa constante entre carga e fração volumétrica dos abrasivos para cargas até 1N. Para o SiC a taxa foi aproximadamente 7 e para a Al_2O_3 aproximadamente 5. Neste trabalho, as respectivas taxas para o SiC e a Al_2O_3 são 12 e 10, que nos posicionam bem no campo de desgaste por deslizamento a dois corpos (*grooving wear*), embora o material usado, nos testes desses autores, fosse um aço ferramenta com dureza de 775 HV. Pode-se fazer uma comparação com os materiais usados neste trabalho. Observa-se, nos mapas de desgaste da Figura 60, que, ao se inserirem os pontos relativos às condições deste trabalho, estes se posicionam na região delimitada para desgaste a dois corpos em ambas as situações.

Figura 60 - Adaptação dos mapas de mecanismos de desgaste microabrasivo proposto por Trezona, Allsopp e Hutchings [24] indicando a posição dos testes deste trabalho nos respectivos campos: a) para o abrasivo SiC e b) para o abrasivo Al_2O_3 .

Após a análise das imagens obtidas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, vistas na Figura 61, na Figura 62, na Figura 63 e na Figura 67, conclui-se que, entre os micromecanismos que influenciaram o desgaste neste estudo, o micromecanismo dominante foi o riscamento ou *grooving wear*, mecanismo também conhecido como desgaste a dois corpos. A Figura 61, mostra o aspecto de calotas de desgaste na amostra A, sem precipitados, após 20 minutos de ensaio microabrasivo, com lamas de SiO_2 , Al_2O_3 e SiC. A menor calota foi produzida devido ao desgaste com lama de SiO_2 , seguida da calota formada em ensaio com lama de Al_2O_3 e, por último, a maior calota gerada pelo desgaste ocorrido em lama de SiC. Nas três calotas observadas pode-se ver riscamento unidirecional característico do micromecanismo mencionado acima.

Figura 61 - Calotas de desgaste da amostra A após 20 minutos de ensaio: a) lama de SiO_2 , b) lama de Al_2O_3 e c) lama de SiC.

Marques et al. [17], estudando um aço inoxidável superduplex contendo precipitados duros, e Sun et al. (b) [65], estudando uma liga Co-Cr-Mo, ambos em condições tribológicas semelhantes, obtiveram o mesmo micromecanismo dominante. Embora

existam outros micromecanismos secundários, tais como microindentações e algumas fraturas frágeis localizadas em algumas amostras, Marques et al. [17], em seu estudo, mostraram a mudança de mecanismos secundários devido à diferença das propriedades das fases distintas de um mesmo material, na fase mole do material a densidade de indentações era bem maior que na fase mais dura e com precipitados. A amostra A, cuja microestrutura é constituída, predominantemente por uma solução sólida de cobalto, contendo frações muito pequenas de fases duras precipitadas, apresentou riscos em toda superfície desgastada, independentemente do abrasivo utilizado nos ensaios. Não foram identificadas mudanças significativas nos micromecanismos de desgaste entre os diferentes abrasivos, como se observa nas imagens ampliadas do centro das calotas, formadas após 20 minutos de ensaio na Figura 62, em que se ilustram os ensaios conduzidos com lamas de SiO_2 , Al_2O_3 e SiC , respectivamente.

Nota-se que os riscos são paralelos e bem definidos e que o mecanismo de retirada de material é, predominantemente, por microcorte, como proposto por Zum Gahr [16], processo já discutido na revisão bibliográfica.

Figura 62 – Imagem do centro da calota de desgaste da amostra A após 20 minutos de ensaio: a) lama de SiO_2 , b) lama de Al_2O_3 e c) lama de SiC .

Na Figura 63, pode-se ver imagens ampliadas do centro das calotas, geradas por cada um dos tipos de lama abrasiva, na amostra T. Nota-se que, embora o mecanismo dominante seja o riscamento, existem diferenças sutis para os diferentes abrasivos. No ensaio conduzido com lama de SiO_2 , os riscos estão por toda a superfície desgastada sem distinção entre as fases, Figura 63a. Em uma observação mais detalhada, nota-se que as partículas de SiO_2 não deixaram indentações nas fases duras, conforme pode ser visto na Figura 63a, e com maiores ampliações, na Figura 64a e na Figura 64b. As partículas de SiO_2 não causaram marcas de indentações nas fases de Laves, pois as fases de Laves possuem dureza maior que a do abrasivo, 1528 HV para fase de Laves comparado com 975 HV, para a SiO_2 . Tal condição foi discutida por Zum Gahr [21] e Pintaúde et al. [66], quando eles postulam que, se a razão (H_a/H_s) entre a dureza do abrasivo e a dureza da superfície da amostra é inferior a 1,5, o abrasivo não é capaz de indentar a superfície da amostra. A razão entre as durezas H_a/H_s para o par tribológico, fase de Laves e SiO_2 deste trabalho é 0,64; portanto, validam-se as considerações.

Figura 63 – Imagem do centro da calota de desgaste da amostra T após 30 minutos de ensaio: a) lama de SiO_2 , b) lama de Al_2O_3 e c) lama de SiC .

Por outro lado, quando a amostra T é ensaiada com lamias de Al_2O_3 e de SiC , Figura 63b e c, nota-se que os abrasivos agem sem distinção entre as fases dura e mole e, neste caso, a relação H_a/H_s é aproximadamente 1,5; portanto, promove um desgaste severo. Tal condição pode ser observada melhor na Figura 65 da amostra T, desgastada por partículas de Al_2O_3 , com grande ampliação, quando se nota que os riscos passam pelas duas fases com mesma profundidade e as microindentações também ocorrem na fase dura.

Ainda na Figura 65, pode-se observar o mecanismo de microcorte e microsulcamento em destaque na figura, bem como o sentido do deslizamento do abrasivo.

A Figura 66a e a Figura 66 b apresentam uma mudança de mecanismo de desgaste de dúctil para frágil. As fases de Laves possuem baixa tenacidade à fratura e, quando submetidas ao desgaste por partículas de Al_2O_3 , de maior tamanho médio, em algumas situações não resistiram à deformação imposta por esse abrasivo, ocorrendo a fratura. Na Figura 66a e, na Figura 66b, observa-se que a fratura ocorre na fase de Laves, com características frágeis; sendo assim, podemos classificar esse desgaste localizado como microtrincamento.

Figura 64 - Centro da calota da amostra T desgastada por partículas de SiO_2 , destacando as microtrincas nas bordas das fases de Laves e as microindentações na matriz: a) imagens geradas por elétrons retroespalhados; b) imagens geradas por elétrons secundários.

Algumas trincas nessa mesma amostra T, também podem ser observadas na Figura 64. Quando desgastadas por partículas de SiO_2 , essas trincas se iniciam na interface da matriz com a fase de Laves e aparecem em menor quantidade neste par tribológico. Não foi registrado o destacamento de material nessas superfícies trincadas.

Figura 65 - Imagens geradas em microscópio de varredura com canhão de efeito de campo (FEG), com maiores ampliações, mostrando as microindentações secundárias e destacando o mecanismo microssulcamento no centro da calota da amostra T desgastada por partículas de Al_2O_3 : a) imagens geradas por elétrons retroespalhados, b) imagens geradas por elétrons secundários.

Figura 66 – Centro da calota da amostra T desgastada por partículas de Al_2O_3 mostrando a microtrinca no interior da fase de Laves: a) imagem gerada por elétrons retroespalhados; b) ampliação da microtrinca - imagem gerada por elétrons secundários.

Os micromecanismos de desgaste da amostra T para todos os abrasivos são mostrados na Figura 66, em que se observa que o micromecanismo dominante é o riscamento.

Na Figura 67a, é possível ver que as partículas de SiO_2 não causaram um desgaste severo nos carbonetos da amostra S. Vale notar que a relação de durezas $H_a/H_s \approx 0,6$ (dureza do abrasivo/dureza da partícula dura), para esse caso, foi considerada por Zum Gahr [21] como causadora de desgaste suave. Além disso, a Figura 66a mostra a ocorrência de mudança de direção dos sulcos provocados pelas partículas abrasivas de SiO_2 . Por outro lado, para a matriz, cuja relação entre dureza do abrasivo e dureza da matriz $H_a/H_s \approx 4$ ocorre desgaste severo com exposição dos carbonetos.

As Figura 67b e c, mostram a amostra S desgastada, respectivamente, por Al_2O_3 e SiC . Nessas micrografias, observa-se desgaste igualmente intenso tanto na matriz quanto nos carbonetos, não tendo havido distinção no riscamento por esses dois abrasivos.

Figura 67 – Imagem do centro da calota de desgaste da amostra S após 30 minutos de ensaio: a) SiO_2 , b) Al_2O_3 e c) SiC .

Foi enfatizado que o micromecanismo dominante em todos os ensaios foi o riscamento. Mas, devido à quantidade de microindentações presentes em todas as amostras ensaiadas, é importante salientar esse micromecanismo, pois também contribui para remoção de material das superfícies desgastadas por abrasão. Marques [17], em um trabalho anterior, comentou que as indentações estavam presentes em toda superfície desgastada, mas, na fase mais mole do aço superduplex ensaiado, a densidade de indentações era maior e estas eram mais profundas. Cozza, Tanaka e Souza [30] e Gomes et al. [31] também identificaram esse micromecanismo em seus estudos. Já Cozza [30] classificou esse fenômeno como micro-rolling abrasion.

No estudo em questão, fica bem clara a presença dessas microindentações e sua ocorrência é preferencial nos sulcos criados pelo micromecanismo de riscamento, como se pode observar na Figura 68a e b. Na Figura 69a e b, que possuem maiores ampliações, pode-se observar, com mais clareza, a concentração dessas microindentações no fundo do vale criado pelo risco do abrasivo, conforme destaque nestas imagens:

Figura 68 - Imagens de elétrons retroespalhados da amostra S e T, ambas desgastadas pelo SiC: a) amostra S contra SiC; b) amostra T contra SiC.

Figura 69 - Centro da calota da amostra T desgastada por SiO₂ com grande ampliação 16.000x, para destacar as microindentações secundárias dentro dos riscos: a) imagens geradas por elétrons retroespalhados, b) imagens geradas por elétrons secundários.

A ocorrência do micromecanismo de microindentação, no interior dos sulcos de desgaste feitos por riscamento pode ser explicada com base na distribuição dos abrasivos. A Figura 70, mostra que a distribuição de partículas abrasivas é gaussiana, assim sendo existem abrasivos com diferentes tamanhos agindo na interface entre a esfera e amostra.

Quando as partículas abrasivas de maior tamanho indentam a superfície da amostra e se deslocam abrindo os sulcos, estas partículas também suportam a carga imposta pela esfera, mantendo uma distância entre a amostra e esfera. Os sulcos abertos na superfície da amostra constituem caminho preferencial, sendo as partículas abrasivas menores direcionados para eles. Já as partículas abrasivas de maior tamanho iniciam a formação de novos sulcos. Os abrasivos extremamente pequenos praticamente não interagem com as superfícies. Por outro lado, os abrasivos com tamanho ligeiramente superior à distância entre o vale do sulco e a esfera indentam de leve a superfície da amostra. Essa indentação é pouco profunda, visto que a distância entre a amostra e a esfera permanece constante devido à interação entre as superfícies e os abrasivos maiores que estão abrindo os sulcos. Assim sendo, as partículas abrasivas de menor tamanho não encontram condições para promover o sulcamento e começam a rolar dentro desses sulcos, promovendo as indentações.

Figura 70 – Distribuição granulométrica dos abrasivos: a) SiO_2 , b) Al_2O_3 e c) SiC .

Após essas observações e considerações, o termo *micro rolling* pode não ser o mais apropriado, pois esse micromecanismo é claramente secundário, uma vez que apenas acontece após a abertura dos sulcos pelos abrasivos que maior tamanho médio. Uma terminologia que remete melhor a essas condições é desgaste abrasivo secundário por rolamento ou *secondary abrasive wear by rolling*.

4.9 ANÁLISE DO MICROMECHANISMO DE DESGASTE ATUANTE NA MATRIZ DA AMOSTRA A.

Com o intuito de entender os micromecanismos de desgaste atuantes na matriz dúctil das ligas estudadas, foi feita uma análise da amostra A ensaiada em lama de Al_2O_3 , visto que esta amostra possui um matriz de solução sólida de cobalto, cromo e ferro e apresenta poucos precipitados, aproximando-se das características das matrizes das demais amostras. A escolha do abrasivo Al_2O_3 foi feita por este possuir as partículas com o maior tamanho médio entre os demais abrasivos deste estudo, podendo, assim, produzir uma deformação um pouco mais pronunciada na amostra em questão, como se observa a seguir.

A Figura 71, mostra a superfície de desgaste no centro da calota produzida por partículas de alumina em ensaio microabrasivo. Observam-se vários micromecanismos, tais como microcorte, microsulcamento e múltiplas indentações. Todos os mecanismos de desgaste citados são mecanismos associados à deformação plástica, enfatizando a grande capacidade de deformação da liga A, utilizada neste estudo. Nota-se, na Figura 71a, um sulco com 5 μm de largura e, na Figura 71e, outro sulco com 8 μm de largura. Destacam-se, nas Figura 71b-e, os abrasivos incrustados nas respectivas trilhas de desgaste. O tamanho dos abrasivos incrustados e das respectivas trilhas de desgaste, 8 μm , está próximo ao tamanho médio apontado pela distribuição granulométrica das partículas abrasivas de Al_2O_3 .

Figura 71 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura da região desgastada, no fundo da calota produzida pela ação de partículas de Al_2O_3 na amostra A.

Após testes de microabrasão, foi medida a microdureza no centro da cratera, em uma trilha deixada pelo abrasivo, conforme mostrado na Figura 72 e em uma região polida e próxima da calota de desgaste. O valor encontrado na trilha desgastada foi $920 \text{ HV}_{0,01} \pm 20$, aproximadamente 9,0 GPa, e o valor encontrado, na região polida, foi aproximadamente $400 \text{ HV}_{0,01}$. O valor da microdureza da superfície desgastada foi superior a duas vezes ao valor encontrado na superfície polida. Esse aumento considerável na dureza foi proporcionado pelo encruamento na região desgastada,

corroborando a afirmação anterior a respeito da grande capacidade de deformação plástica da amostra A.

Figura 72 – Identação de microdureza($HV_{0,01}$) em uma trilha deixado pelo abrasivo na região central da calota desgastada.

Observou-se que a grande plasticidade das amostras submetidas aos testes de microabrasão é acompanhada de elevada capacidade de encruamento, promovendo endurecimento considerável na superfície desgastada. Essas observações, mais o fato da pequena quantidade de trabalhos que abordam o assunto, em especial a ausência de estudos sobre esse material (Co-30Cr-19Fe), motivaram a análise da secção transversal das regiões desgastadas, a fim de observar e compreender os mecanismos de deformação plástica atuantes na subsuperfície das crateras de desgaste.

Inicialmente foi feita uma análise do perfil de nanodureza na secção transversal da calota de desgaste. A realização de impressões próximas à interface entre a amostra e a resina não é recomendada, uma vez que a resina de embutimento da amostra não oferece suporte mecânico suficiente. Observou-se, ainda, que a largura da impressão deixada pelo ensaio de nanodureza foi da ordem de 300 nm.

Com base nas considerações apresentadas, as impressões realizadas sobre a interface, até uma profundidade de 2 μm abaixo desta foram desprezadas. Admitiu-se que o valor da dureza próxima à interface pode ser medido pela impressão de topo, o qual foi feito em uma trilha deixada pelo deslocamento da partícula de Al_2O_3 no interior da calota desgastada. O valor medido no topo de uma trilha de desgaste no interior da calota de desgaste, foi apresentado anteriormente, e é de 9,0 GPa. Os valores de

nanodureza são apresentados no gráfico da figura 6 em função da profundidade, a partir da superfície. Nota-se que a dureza diminui com o aumento da profundidade. A linha de tendência, quando projetada até o ponto de profundidade zero, ou seja, a superfície da amostra, remete ao valor de 9,0 GPa. No gráfico da Figura 73, esse valor é representado por um triângulo vermelho. A carga aplicada no teste de nanodureza foi 700 μN e do teste de microdureza foi de 10g, a profundidade atingida pelo indentador Vickers foi 0,9 μm . Embora as cargas e os indentadores fossem diferentes, os valores de dureza e nanodureza confirmam a tendência de obtenção de maiores valores de dureza quanto mais próximo da superfície desgastada.

Figura 73 — Gráfico da variação da nanodureza em função da profundidade na seção transversal e respectiva linha de tendência.

Uma observação na microestrutura da secção transversal foi conduzida em um lâmina fina retirada da seção transversal de uma trilha situada no fundo da calota de desgaste. Foi aberta uma trincheira no fundo da trilha e retirada por ablação de íons de gálio, uma lâmina fina para microscopia eletrônica de transmissão. A retirada da lâmina fina foi feita em microscópio de duplo feixe FIB/FEG. Na Figura 74a, pode-se ver a região onde foi feito o corte por FIB, expondo a secção transversal, bem como o recobrimento de Pt utilizado para preservar a borda do corte. Observam-se, na Figura 74b, abaixo da camada de platina, duas regiões com microestruturas distintas: a primeira camada, com espessura de 1 μm , mostra uma estrutura muito deformada e extremamente refinada; a segunda, também medindo 1 μm , mostra uma estrutura com grãos maiores que os da anterior, indicando uma região de transição. Abaixo dessas

duas regiões é possível observar a estrutura dos grãos da matriz de solução sólida rica em Co contendo bandas de deformação.

Figura 74 – Trincheira aberta por ablação de íons de gálio em microscópio eletrônico de duplo feixe (FIB) a) Seção transversal da região desgastada; b) Seção transversal com maior magnificação destacando duas regiões com 1µm de espessura.

Em seguida, foi retirada uma lâmina fina da secção transversal analisada acima para observações em microscópio eletrônico de transmissão. A sequência de imagens

apresentada na Figura 75 fornece uma visão, em escala nano, das transformações induzidas pelo desgaste microabrasivo. Na Figura 75a, mostra-se o suporte com a lâmina fina, e as demais imagens são apresentadas em escala crescente de magnificação. Pode-se observar com clareza, nessa sequência de imagens, que a primeira camada abaixo da superfície desgastada é formada por pequenos cristais de dimensões manométrica, confirmando as observações anteriores. A segunda camada, chamada de transição, mostrou grãos ligeiramente maiores quando comparados com os da primeira camada. Abaixo da segunda camada, aparecem umas regiões com alta densidade de maclas ou bandas de deformação. Na Figura 75a, observam-se duas regiões onde foi realizada análise por difração elétrons em áreas selecionadas, nas quais foram identificados dois padrões de difração que possuem estrutura CFC, embora possuam direções distintas. Na Figura 75b, em uma região em forma de agulha, o padrão de difração revelou uma estrutura HC $[1\bar{2}1\bar{3}]$. A energia necessária para essa transformação, CFC-HC, tem origem na deformação imposta pelo abrasivo durante o processo de microabrasão. Na Figura 75c, apresentam-se em destaque a primeira camada e o padrão de difração. Nota-se que o padrão SAD de difração é formado por círculos concêntricos, resultado da contribuição de dezenas de grãos individuais, com diferentes orientações cristalinas. A região analisada é policristalina, formada de muitos grãos de tamanho manométrico e com orientações cristalográficas diferentes. As sequências da Figura 75d à Figura 75f mostram a primeira camada com maior magnificação, nas quais é possível ver, com maior clareza, os nanocristais e observar que em seu interior apresentam elevada densidade de discordâncias.

Figura 75 – Sequência de imagens da seção transversal da região desgastada com crescente magnificação, destacando a região altamente deformada e mostrando os nanocristais e os padrões de difração de elétrons (MET).

Utilizando a mesma lâmina fina, procedeu-se à análise de difração de elétrons retroespalhados por transmissão na região nanocristalina, que compreende a primeira e a segunda camadas. Essa análise, chamada TKD - Transmission Kikuchi Diffraction, permite visualizar grãos individuais com orientações cristalográficas distintas, utilizando a técnica de mapeamento de orientações de grãos (OIM). O resultado pode ser observado na Figura 76. A análise TKD, mostra que, na primeira camada, formada por nanocristais, alguns grãos foram indexados e outros não. O motivo de alguns grãos não terem sido indexados provavelmente está relacionado à grande deformação interna do grão ou à sobreposição de vários grãos naquela região. Na camada de transição, pode-se observar parte de um grande grão original sendo fragmentado em porções menores. Notam-se também linhas internas nesses fragmentos do grão original, que são maclas ou bandas de deformação, causadas pela intensa deformação, durante passagem de partículas abrasivas.

Figura 76 – Imagens produzidas por TKD da região dos nanocristais e da camada de transição.

O desgaste microabrasivo descrito anteriormente é dominado por deformação plástica e pode ser entendido como um processo de deformação plástica severa (SPD). Durante os estágios iniciais da deformação ocorre aumento da densidade de discordâncias, formando estruturas celulares. As células de deformação evoluem para a formação de blocos de células, subdivididos por densas paredes formadas por arranjos de discordâncias, com desorientações maiores que as normalmente encontradas em materiais deformados plasticamente. Com o aumento da deformação plástica, formam-se bandas de deformação que aumentam, ainda mais, a desorientação entre sub-grãos, levando à fragmentação dos grãos maiores em pequenos grãos de dimensões nanométricas, como descrito por Sakai et al. [51]. A

ação das partículas de alumina na superfície da liga, durante ensaio de microabrasão provoca deformação plástica severa e refinamento adicional do grão. Em ligas de baixa energia de falha de empilhamento a recuperação é inibida levando a um aumento da tensão acumulada e da energia de deformação armazenada, possibilitando a ocorrência de recristalização dinâmica contínua (cDRX) – processo contínuo de transformação de células e sub-grãos, separados por contornos de baixo-ângulo, em grãos ultra-finos separados por contornos de grande ângulo – na temperatura ambiente.

Os mecanismos de desgaste abrasivo: microsulcamento, microcorte e indentações múltiplas resultantes das interações entre as partículas abrasivas de Al_2O_3 e a superfície da liga, impõe tensões elevadas em direções aleatórias e aumento de energia armazenada de deformação, possibilitando a formação de maclas de deformação, falhas de empilhamento e de bandas de cisalhamento com elevada densidade de discordâncias. Esses defeitos formam um emaranhado de linhas, que contribuem para a formação de novos contornos, dando origem aos novos grãos com orientações aleatórias, por processo contínuo de recristalização dinâmica.

5. CONCLUSÕES

Neste trabalho foi analisado o desempenho tribológico em microabrasão e os efeitos da microplasticidade na região desgastada de três superligas à base de cobalto: amostra A, solução sólida de cobalto, cromo e ferro; amostra S, solução sólida de cobalto, cromo e tungstênio com grande quantidade de carbonetos de cromo dispersos homogeneamente; amostra T, solução sólida de cobalto, cromo e molibdênio com grande quantidade de fases de Laves grosseiras dispersas. Chegou-se as seguintes conclusões:

- A liga que mostrou a maior resistência ao desgaste foi a liga S. A maior resistência desta liga é devido à grande quantidade de carbonetos homogeneamente distribuídos, que promovem um forte aumento da sua resistência ao desgaste. De maneira análoga, a amostra A foi a liga que apresentou a menor resistência ao desgaste, pois possui uma fração desprezível de fases duras, dispersas em sua microestrutura.
- Os valores dos coeficientes de desgaste em função da razão entre a dureza média do abrasivo e a dureza composta da liga mostraram razoável correlação linear.
- O micromecanismo de desgaste dominante, em todos os tribossistemas, foi o riscamento.
- A liga chamada de amostra S, apresentou riscos em toda superfície desgastada, para todas as condições ensaiadas. Notam-se também indentações múltiplas, as quais tiveram a sua densidade alterada dependendo da fase da liga e do tipo de abrasivo utilizado. As partículas de SiO_2 não foram capazes de indentar os carbonetos e em algumas situações, elas chegavam a ter sua trajetória alterada, sofrendo desvios. Já as partículas abrasivas de Al_2O_3 e SiC foram capazes de indentar os carbonetos, embora com menor densidade que na matriz.
- A liga denominada amostra T, quando desgastada por Al_2O_3 , mostrou mudanças de micromecanismo de desgaste nas fases de Laves, de dúctil para frágil. Esta transição ocorreu devido ao maior tamanho médio das partículas de Al_2O_3 . Quando estas partículas abrasivas eram pressionadas contra a fase de Laves, imprimiam uma deformação não suportada, induzindo naquela região

da fase de Laves a nucleação de trincas e posteriormente destacamento de grandes porções de material.

- Um micromecanismo secundário foi identificado na maioria das amostras, a microindentação no fundo dos vales criados pelo riscamento e foi classificado como desgaste abrasivo secundário por rolamento.
- As condições nos testes da amostra A contra Al_2O_3 foram suficientemente severas para promover uma contínua recristalização dinâmica (cDRX) à temperatura ambiente da camada imediatamente abaixo da região desgastada, formando nanogrãos.
- A camada nanocristalina pode ser subdividida em duas camadas de aproximadamente $1\mu\text{m}$ cada uma: a primeira consiste em nanogrãos na ordem de poucos nanômetros; a segunda é formada por grãos ligeiramente maiores, indicando que se trata de uma camada de transição. Abaixo dessas duas camadas, nota-se ainda a presença de grande quantidade de discordâncias ou maclas.
- A tensão induzida pela deformação plástica durante a microabrasão foi capaz de estimular a transformação CFC-HC em algumas pequenas regiões, em forma de agulhas.
- A energia associada às deformações plásticas resultantes do desgaste microabrasivo foi capaz de induzir a formação de inúmeras discordâncias e/ou maclas. Estas estabeleceram novos limites, como paredes, no interior do grão original, que deram origem aos contornos dos novos nanogrãos. Estes nanogrãos sofrem rotações devido às tensões a eles impostas e adquirem orientações cristalográficas diferentes.

6. TRABALHOS COMPLEMENTARES

Como relatado anteriormente, as superligas de cobalto já foram muito bem estudadas pelo meio acadêmico e por renomados pesquisadores, mas muito pouco se tem a respeito do desgaste microabrasivo das superligas à base cobalto, principalmente no que tange à correção da severidade de contato com micromecanismo de desgaste dessas superligas e às interações relacionadas à deformação das subcamadas abaixo da superfície com os respectivos coeficientes e modos de desgaste.

Neste estudo foi feito uma análise nas camadas abaixo da superfície da amostra A, que possui poucos precipitados, contra Al_2O_3 . Portanto, seria importante a continuidade do estudo, a fim de avaliar as camadas deformadas nas demais condições em que as amostras possuem precipitados em grande quantidade e abrasivos de tamanhos e durezas diferentes.

REFERÊNCIAS

1. JOST, H. P. A report on the present position and industrys needs. **Lubrication (Tribology)**, Department of education and science - London, 1966.
2. KLEIN, A. N. et al. Materiais avançados no Brasil. **Centro de gestão e estudos estratégicos 2010-2022**, p. 335-360, 2010.
3. SIMS, C. T.; STOLOFF, N. S.; HAGEL, W. C. **THE SUPERALLOYS II**. [S.I.]: John Wiley e Sons, 1987.
4. DONACHIE, M. J.; DONACHIE, S. J. **Superalloys - A technical guide**. Second edition. ed. [S.I.]: ASM INTERNATIONAL, 2002.
5. ASM International - Specialty Handbook - Heat resistant materials. [S.I.]: ASM INTERNATIONAL, 1987.
6. DAVIS, J. R. **ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt and their Alloys**. [S.I.]: ASM INTERNATIONAL, 2000.
7. KLARSTROM, D.; CROOK, P.; WU, J. Metallography and microstructure of cobalt and alloys - Metallography and microstructure. **ASM INTERNATIONAL**, v. 9, p. 762-774, 2000.
8. ASM International - Heat traters guide - Pratices and procedures for nonferrous-alloys. **ASM INTERANATIONAL**, 1996.
9. RUSSEL, A. M.; LEE, K. L. **Structure property relations in nonferrous metals**. [S.I.]: John Wiley e Sons, 2005.
10. HALSTEAD, A.; RAWLING, R. D. **Structure and hardness of Co-Mo-Cr-Si wear resistant alloys**. [S.I.]: Tribaloys, 1984.
11. CAMERON, C. B.; FERRIS, D. P. Tribaloy* intermetallic materials: New wear-and-corrosion-resistant alloys. **Anti corrosion**, 1975.
12. SCHIMIDT, R. D.; FERRIS, D. P. New materials resistant to wear and corrosion to 1000°C. **wear**, v. 32, p. 279-289, 1975.
13. NSOESIE, S. et al. High temperature hardness and wear resistance of cobalt-based Tribaloy alloy. **IJMME**, v. 2, n. 3, 2013.
14. LU, Z.; XU, Y.; HU, Z. Low cycle fatigue behavior of a directionally solidified cobalt base superalloy. **Materilas science & Engineering**, v. A 270, p. 162-169, 1999.
15. HUTCHINGS, I. M. **Tribology: Friction and wear of engineering materials**. Boca Raton: CRC Press, 1992.
16. ZUM GAHR, K. H. Wear by hard particles. **Wear**, v. 31,10, p. 587-596, 1999.
17. MARQUES, F. M. **Influencia das fases edurecedoras α' , σ , e χ do aço Super Duplex UNS 32750 no comportamento em microabrasão**. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Espírito Santo. Vitoria, p. 89. 2009.

18. KRUSCHOV, M. M. **Resistance of metals to wear by abrasion as related to hardness**. In Conference on Lubrication and Wear. London: Institution of Mechanical Engineering. 1957. p. 655-9.
19. LARSEN, B. J. The abrasion resistance of some hardened and tempered carbon steels. **AIME MET SOC TRANS**, v. 236, n. 10, p. 1461-1466, 1966.
20. RICHARDSON, R. C. D. The wear of metals by relatively soft abrasives. **Wear**, v. 11, p. 245-275, 1968.
21. ZUM GAHR, K. H. Microstructure and wear of materials. **Tribology series**, Amsdertã, v. 10, 1987.
22. RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M. Theory and application of a micro-scale abrasive wear test. **Journal of testing and evaluation - JTEVA**, v. 25, p. 250-260, March 1997.
23. RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M. A micro-abrasive wear with particular application to coated systems. **Surface Coating Technology**, March 1995.
24. TREZONA, R. I.; ALLSOPP, D. N.; HUTCHINGS, I. M. Transitions between two-body and three-body abrasive wear: Influence of test conditions in the micro scale abrasive wear test. **Wear**, p. 205-214, 1999.
25. TREZONA, R. I.; HUTCHINGS, I. M. Three-body abrasive wear testing of soft materials. **Wear**, v. 233, p. 233-235, 1999.
26. GANT, A. J.; GEE, M. G. A review of micro-scale abrasion testing. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 44, p. 073001 15 pp, 2011.
27. MARQUES, F. M. et al. Influence of heat treatments on the micro-abrasion wear resistance of a superduplex stainless steel. **Wear**, v. 271, n. 9-10, p. 1288-1294, 2011.
28. LOZZER, A. M. **Microabrasão De Compósitos De Matriz Metálica a Base De Tungstênio Empregados Em Coroas De Perfuração Utilizadas Em Sondagem Mineral**. Dissertação - Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Espírito Santo. Vitória. 2008.
29. ALLSOPP, D. N.; TREZONA, R. I.; HUTCHINGS, I. M. The effects of ball surface condition in the micro-scale abrasive wear test. **Tribology Letters**, v. 5, p. 259-264, 1998.
30. COZZA, R. C.; TANAKA, D. K.; SOUZA, R. M. Friction coefficient and wear transition in micro-scale abrasion tests. **Tribology International**, p. 1878-1889, 2011.
31. GOMES, V. A. O. et al. Effects of abrasive particle size distribution on the wear rate and wear mode in micro-scale abrasive wear tests. **Wear**, v. 328-329, p. 563-568, 2015.
32. ADACHI, K.; HUTCHINGS, I. M. Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test. **Wear**, v. 255, p. 23-29, 2003.
33. ADACHI, K.; HUTCHINGS, I. M. Sensitivity of wear rates in the micro-abrasion test to test condition and material hardness. **Wear**, v. 258, p. 318-321, 2005.

34. GAVA, G. H. S. et al. Effect of load partion and particle distribution on the micro-abrasive wear mapping of two-phase metal matrix composites. **Wear**, v. 301, p. 130-136, 2013.
35. WILLIAMS, J. A.; HYNICICA, A. M. Mechanisms of abrasive wear lubricated contacts. **Wear**, v. 152, p. 57-74, 1992.
36. WILLIAMS, J. A.; HYNICICA, A. M. Abrasive wear in lubricated contacts. **J. Phys**, p. 81-90, 1992.
37. COTTRELL, A. H. **Dislocations and Plastic Flow in Crystals**. Oxford: OUP, 1953.
38. HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. Second Edition. ed. Oxford: Elsivier, 2004.
39. CABROL, E. et al. Plastic strain of cobalt-based hardfacings under friction loading. **Wear**, v. 330-331, p. 354-363, 2015.
40. SUN, D. et al. Microabrasion–corrosion of cast CoCrMo alloy in simulated body fluids. **Tribology International**, v. 21, p. 99-110, 2009.
41. SEBASTIANI, M. et al. Wear mechanisms and in-service surface modifications of a Stellite 6B Co–Cr alloy. **Wear**, v. 290-291, p. 10-17, 2012.
42. RAHAHRAM, S. S. et al. A study on the evolution of surface and subsurface wear of UNS S31603 during erosion-corrosion. **Wear**, v. 271, p. 1322-1313, 2011.
43. YAO, B.; HAN, Z.; LU, K. Correlation between wear resistance and subsurface recrystallization structure in copper. **Wear**, v. 294-295, p. 438-445, 2102.
44. AZUSHIMA, A. et al. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. **Manufacturing Technology**, v. 57, p. 716-735, 2008.
45. LASZLO, S.; GUB, C. Ultrafine-grain metals by severe plastic deformation. **Materials characterization**, v. 9.2, p. 1-14, 2014.
46. WANG, Z. W. A. Influence of stacking fault energy on deformation mechanism and dislocation storage capacity in ultrafine-grained materials. **Scripta Materialia**, v. 60, p. 52-55, 2009.
47. VILLEGAS, J. C. et al. Nanocrystallization of a nickel alloy subjected to surface severe plastic deformation. **Materials Science and Engineering**, v. A 410-411, p. 257-260, 2005.
48. YAO, B.; HAN, Z.; LU, K. Correlation between wear resistance and subsurface recrystallization structure in copper. **Wear**, v. 294-295, p. 438-445, 2012.
49. VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV, I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. **Progress in materials science**, v. 45, p. 103-189, 2000.
50. ROHATGI, A.; VECCHIO, K.; GRAY, G. The influence of stacking fault energy on the mechanical behavior of Cu and Cu-Al alloy: Deformation twinning, work hardening, and dynamic recovery. **Metallurgical and Materials Transactions**, v. 32A, p. 135-145, 2001.

51. SAKAI, T. et al. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. **Progress in Materials Science**, v. 60, p. 130-207, 2014.
52. LEHHOFF, G. R.; FINDLEY, K. O.; DE COOMAN, B. C. The influence of silicon and aluminium on the lattice parameter and stacking fault energy of austenitic steel. **Scripta Materialia**, v. 92, p. 19-22, 2014.
53. BELYAKOV, A. et al. Grain refinement in copper under large strain deformation. **Philos Mag A**, v. 81, p. 2629-2643, 2001.
54. MUSIN, F. et al. Microstructure evolution in a cast 1421Al alloy during hot equal-channel angular extrusion. **Rev Adv Mater Sci**, v. 25, p. 107-112, 2010.
55. BELYAKOV A, K. R. Structural changes of ferritic stainless steel during severe plastic deformation. *Nanostruct Mater*. **Nanostruct Mater**, v. 6, p. 893-896, 1995.
56. BELYAKOV, A. et al. Evolution of grain boundary assemblies in Fe-0.6%O under mechanical milling followed by consolidating rolling. **Scripta Mater**, v. 48, p. 1111 - 1116, 2003.
57. SHIPWAY, P. H.; HODGE, C. J. B. Microabrasion of glass - the critical role of ridge formation. **Wear**, v. 237, p. 90-97, 2000.
58. STELLITE, C. D. P. K.-.
<http://stellite.com/ProductsServices/HardfacingAlloys/WeldingRod/tabid/299/Default.aspx>,
Access in June 10th, 2015.
59. DEAL, A. et al. Tensile property investigation os cast and wrought Co-Cr-Fe. **Microsc microanal**, v. 13, n. Suppl 2, 2007.
60. ASM International - Friction, Lubrication and wear technology. **ASM Handbook**, USA, v. 18, 1992. ISSN ISBN 0-87170-377-7 (v.1).
61. LIU, R. et al. Effects of heat treatment on mechanical and tribological properties of cobalt-base Tribaloy Alloys. **JMEPEG**, v. 14, p. 634-640, 2005.
62. HALSTEAD, A.; RAWLINGS, R. D. The effects of iron additions on the microstructure and properties of the "Tribaloy" Co-Mo-Cr-Si wear resistant alloys. **Journal of materials science**, v. 20, p. 1693-1704, 1985.
63. GEE, M. G. et al. Progress towards standardisation of ball cratering. **Wear**, v. 255, p. 1-13, 2003.
64. SUN, D.; WHARTON, J. A.; WOOD, R. J. J. Micro-abrasion-corrosion of cast CoCrMo Effects of micro and sub-micron sized abrasives. **Wear**, v. 267, p. 52-60, 2009 a.
65. SUN, D.; WHARTON, J. A.; WOOD, R. J. K. Micro-abrasion mechanism of cast CoCrMo in simulated body fluids. **Wear**, v. 267, p. 1845-1855, 2009 b.
66. PINTAÚDE, G.; TANAKA, D. K.; SINATORA, A. Effects of indentation size and microhardness calculation on abrasive wear severity. **Scripta Materialia**, v. 44, p. 569-663, 2001.

APÊNDICE A – Distribuição granulométrica e parâmetros de forma (SiO₂)

Sumário da distribuição de tamanho e forma das partículas

Parâmetros	D[10]	D[50]	D[90]	D[médio]	SPAN	(SPHT)	(b/l)
xc_min	2,9	4,5	7,3	4,9	0,990	0,790	0,723
x_area	3,4	5,0	8,0	5,5	0,922	0,782	0,699

xc_min. = largura da partícula; menor valor dentre os diâmetros máximos para distintas orientações de medida.

X_área = diâmetro da partícula, igual ao diâmetro do círculo de área equivalente à área da partícula

D[10] = diâmetro xc_min ou x_área abaixo do qual estão 10% das partículas.

D[50] = diâmetro xc_min ou x_área abaixo do qual estão 50% das partículas = diâmetro mediano das partículas.

D[90] = diâmetro xc_min ou x_área abaixo do qual estão 90% das partículas.

D[médio] = diâmetro xc_min médio ou X_área médio.

SPAN = descrição da largura da distribuição granulométrica, definido por:

$$([90] - [10]) / ([50]).$$

Esfericidade (SPHT) = relação entre a área da partícula e seu perímetro, definida por: $(4\pi \times \text{Área}) / (\text{Perímetro})^2$.

(b/l) = relação de aspecto médio, razão entre o maior e o menor diâmetro da partícula (b/l).

Distribuição de tamanho de partícula considerando dois parâmetros diferentes de medida

Diâmetro; intervalo (µm)		Xc_min				X_area			
		Distribuição (%)		Forma média		Distribuição (%)		Forma média	
		retida	ac.abaixo	SPHT	b/l	retida	ac.abaixo	SPHT	b/l
45,0	53,0					0,1	100,0	0,727	0,554
38,0	45,0	0,1	100,0	0,937	0,817	0,1	99,9	0,786	0,722
32,0	38,0	0,0	99,9	0,789	0,608	0,0	99,8	0,811	0,627
27,0	32,0	0,1	99,9	0,679	0,560	0,1	99,8	0,670	0,576
23,0	27,0	0,0	99,9	0,595	0,557	0,0	99,8	0,646	0,632
19,0	23,0	0,1	99,8	0,701	0,656	0,1	99,7	0,708	0,678
16,0	19,0	0,1	99,7	0,685	0,658	0,1	99,7	0,693	0,664
13,0	16,0	0,2	99,7	0,772	0,751	0,3	99,6	0,730	0,662
11,0	13,0	0,5	99,5	0,792	0,754	0,9	99,3	0,756	0,676
10,0	11,0	0,7	99,1	0,815	0,766	1,4	98,4	0,768	0,680
8,0	10,0	4,5	98,4	0,809	0,752	7,0	97,0	0,780	0,688
7,0	8,0	5,9	93,9	0,812	0,745	8,4	90,0	0,783	0,693
6,0	7,0	10,2	88,0	0,797	0,735	13,0	81,6	0,780	0,686
5,0	6,0	16,3	77,9	0,801	0,726	18,5	68,6	0,783	0,693
4,0	5,0	23,7	61,6	0,784	0,722	26,4	50,1	0,784	0,690
3,0	4,0	25,2	37,9	0,791	0,716	20,7	23,7	0,788	0,736
2,0	3,0	11,0	12,7	0,767	0,698	2,8	3,1	0,771	0,685
0,0	2,0	1,7	1,7	0,744	0,773	0,3	0,3	0,756	0,771

Distribuição de tamanho de partículas acumuladas abaixo e retido por fração(xc_min)

Distribuição de tamanho de partículas acumuladas abaixo e retida por fração (x_área)

Frequência de partículas para diferentes intervalos de SPHT e b/l (valores em %)

Forma; Intervalo (µm)		Xc_min				X_area			
		SPHT		b/l		SPHT		b/l	
		abaixo	intervalo	abaixo	intervalo	abaixo	intervalo	abaixo	intervalo
0,00	0,30	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1
0,30	0,35	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,3	0,2
0,35	0,40	0,2	0,1	0,7	0,5	0,2	0,1	1,0	0,7
0,40	0,45	0,4	0,2	1,6	0,9	0,6	0,4	2,1	1,1
0,45	0,45	0,9	0,5	5,5	3,9	1,1	0,5	6,8	4,7
0,50	0,50	2,9	2,0	18,4	12,9	3,4	2,3	21,1	14,3
0,60	0,65	5,7	2,8	26,7	8,3	6,5	3,1	29,9	8,8
0,65	0,70	11,5	5,8	40,6	13,9	12,9	6,4	44,1	14,2
0,70	0,75	25,8	14,3	65,8	25,2	27,7	14,8	68,6	24,5
0,75	0,80	43,1	17,3	80,8	15,0	45,2	17,5	82,8	14,2
0,80	0,85	86,3	43,2	89,6	8,8	87,1	41,9	90,9	8,1
0,85	0,90	98,8	12,5	93,4	3,8	98,9	11,8	94,3	3,4
0,90	0,95	100,0	1,2	99,8	6,4	100,0	1,1	99,9	5,6
0,95	1,00	100,0	0,0	100,0	0,2	100,0	0,0	100,0	0,1

Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) (xc_min)

Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) (X_área)

APÊNDICE B – Distribuição granulométrica e parâmetros de forma (Al₂O₃)

Sumário da distribuição de tamanho e forma das partículas

Parâmetros	D[10]	D[50]	D[90]	D[médio]	SPAN	(SPHT)	(b/l)
xc_min	4,7	8,1	11,9	8,3	0,892	0,793	0,717
x_area	5,6	9,1	13,0	9,4	0,804	0,784	0,691

xc_min. = largura da partícula; menor valor dentre os diâmetros máximos para distintas orientações de medida.

X_área = diâmetro da partícula, igual ao diâmetro do círculo de área equivalente à área da partícula

D[10] = diâmetro xc_min ou x_área abaixo do qual estão 10% das partículas.

D[50] = diâmetro xc_min ou x_área abaixo do qual estão 50% das partículas = diâmetro mediano das partículas.

D[90] = diâmetro xc_min ou x_área abaixo do qual estão 90% das partículas.

D[médio] = diâmetro xc_min médio ou X_área médio.

SPAN = descrição da largura da distribuição granulométrica, definido por:

$$([90] - [10]) / ([50]).$$

Esfericidade (SPHT) = relação entre a área da partícula e seu perímetro, definida por: $(4\pi \times \text{Área}) / (\text{Perímetro})^2$.

(b/l) = relação de aspecto médio, razão entre o maior e o menor diâmetro da partícula (b/l).

Distribuição de tamanho de partículas considerando dois parâmetros diferentes de medida

Diâmetro; intervalo (µm)		Xc_min				X_area			
		Distribuição (%)		Forma média		Distribuição (%)		Forma média	
		retida	ac.abaixo	SPHT	b/l	retida	ac.abaixo	SPHT	b/l
53,0	63,0					0,1	100,0	0,349	0,188
45,0	53,0					0,0	99,9	0,658	0,437
38,0	45,0					0,1	99,9	0,737	0,549
32,0	38,0	0,1	100,0	0,744	0,629	0,1	99,8	0,805	0,673
27,0	32,0	0,1	99,9	0,787	0,608	0,1	99,7	0,753	0,650
23,0	27,0	0,1	99,8	0,672	0,603	0,1	99,6	0,630	0,638
19,0	23,0	0,2	99,7	0,688	0,734	0,3	99,5	0,685	0,650
16,0	19,0	0,7	99,5	0,756	0,763	1,6	99,2	0,712	0,674
13,0	16,0	4,4	98,8	0,777	0,768	7,6	97,6	0,759	0,698
11,0	13,0	10,1	94,4	0,788	0,757	15,0	90,0	0,781	0,700
10,0	11,0	9,2	84,3	0,802	0,751	12,9	75,0	0,791	0,696
8,0	10,0	26,0	75,1	0,802	0,726	27,3	62,1	0,794	0,691
7,0	8,0	14,1	49,0	0,802	0,705	12,5	34,8	0,791	0,688
6,0	7,0	12,6	34,9	0,790	0,695	9,6	22,2	0,787	0,683
5,0	6,0	9,9	22,3	0,792	0,689	6,8	12,7	0,788	0,688
4,0	5,0	6,8	12,4	0,778	0,682	4,2	5,8	0,786	0,689
3,0	4,0	3,7	5,6	0,784	0,683	1,5	1,7	0,787	0,732
2,0	3,0	1,5	1,9	0,761	0,678	0,2	0,2	0,762	0,677
0,0	2,0	0,4	0,4	0,746	0,752	0,0	0,0	0,750	0,752

Distribuição de tamanho de partículas acumuladas abaixo e retido por fração(xc_min)

Distribuição de tamanho de partículas acumuladas abaixo e retido por fração (x_área)

Frequência de partículas para diferentes intervalos de SPHT e b/l (valores em %)

Forma; Intervalo (μm)	Xc_min				X_area			
	SPHT		b/l		SPHT		b/l	
	abaixo	intervalo	abaixo	intervalo	abaixo	intervalo	abaixo	intervalo
0,00 0,30	0,7	0,7	0,1	0,1	0,7	0,7	0,1	0,1
0,30 0,35	0,8	0,1	0,1	0,0	0,8	0,1	0,2	0,1
0,35 0,40	1,0	0,2	0,5	0,4	1,0	0,2	0,8	0,6
0,40 0,45	1,2	0,2	1,7	1,2	1,3	0,3	2,3	1,5
0,45 0,45	1,6	0,4	5,1	3,4	1,7	0,4	6,3	4,0
0,50 0,50	3,6	2,0	19,4	14,3	3,9	2,2	22,1	15,8
0,60 0,65	6,6	3,0	30,8	11,4	7,2	3,3	34,1	12,0
0,65 0,70	12,8	6,2	46,0	15,2	13,8	6,6	49,4	15,3
0,70 0,75	25,0	12,2	64,4	18,4	26,7	12,9	67,3	17,9
0,75 0,80	45,3	20,3	79,5	15,1	47,3	20,6	81,5	14,2
0,80 0,85	75,5	30,2	92,3	12,8	76,8	29,5	93,2	11,7
0,85 0,90	95,7	20,2	97,7	5,4	96,1	19,3	98,0	4,8
0,90 0,95	100,0	4,3	100,0	2,3	100,0	3,9	100,0	2,0
0,95 1,00	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0

Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) (xc_min)

Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) (X_area)

APÊNDICE C – Distribuição granulométrica e parâmetros de forma (SiC)

Sumário da distribuição de tamanho e forma das partículas

Parâmetros	D[10]	D[50]	D[90]	D[médio]	SPAN	(SPHT)	(b/l)
xc_min	3,5	5,3	8,0	5,6	0,850	0,781	0,695
x_area	4,3	6,1	9,1	6,5	0,785	0,768	0,664

xc_min. = largura da partícula; menor valor dentre os diâmetros máximos para distintas orientações de medida.

X_área = diâmetro da partícula, igual ao diâmetro do círculo de área equivalente à área da partícula

D[10] = diâmetro xc_min ou x_área abaixo do qual estão 10% das partículas.

D[50] = diâmetro xc_min ou x_área abaixo do qual estão 50% das partículas = diâmetro mediano das partículas.

D[90] = diâmetro xc_min ou x_área abaixo do qual estão 90% das partículas.

D[médio] = diâmetro xc_min médio ou X_área médio.

SPAN = descrição da largura da distribuição granulométrica, definido por:

$$([90] - [10]) / ([50]).$$

Esfericidade (SPHT) = relação entre a área da partícula e seu perímetro, definida por: $(4\pi \times \text{Área}) / (\text{Perímetro})^2$.

(b/l) = relação de aspecto médio, razão entre o maior e o menor diâmetro da partícula (b/l).

Distribuição de tamanho de partículas considerando dois parâmetros diferentes de medida

Diâmetro; intervalo (µm)		Xc_min				X_area			
		Distribuição (%)		Forma média		Distribuição (%)		Forma média	
		retida	ac.abaixo	SPHT	b/l	retida	ac.abaixo	SPHT	b/l
45,0	53,0					0,0	100,0	0,845	0,629
38,0	45,0					0,0	99,9	0,810	0,655
32,0	38,0					0,0	99,9	0,858	0,696
27,0	32,0	0,0	100,0	0,822	0,704	0,0	99,9	0,763	0,679
23,0	27,0	0,1	99,9	0,765	0,710	0,0	99,9	0,703	0,676
19,0	23,0	0,1	99,9	0,639	0,624	0,1	99,8	0,676	0,640
16,0	19,0	0,1	99,8	0,721	0,725	0,3	99,7	0,648	0,618
13,0	16,0	0,4	99,7	0,721	0,720	0,9	99,5	0,667	0,612
11,0	13,0	0,9	99,3	0,743	0,719	2,1	98,6	0,699	0,621
10,0	11,0	1,2	98,4	0,764	0,727	2,6	96,5	0,720	0,630
8,0	10,0	7,1	97,2	0,775	0,722	12,1	94,0	0,747	0,641
7,0	8,0	8,9	90,0	0,790	0,717	13,8	81,9	0,764	0,653
6,0	7,0	15,7	81,1	0,782	0,706	20,0	68,1	0,770	0,655
5,0	6,0	22,7	65,4	0,791	0,699	24,0	48,1	0,780	0,670
4,0	5,0	23,7	42,7	0,776	0,684	18,2	24,1	0,784	0,683
3,0	4,0	14,8	19,0	0,781	0,669	5,4	5,9	0,787	0,725
2,0	3,0	3,8	4,3	0,757	0,668	0,4	0,5	0,752	0,658
0,0	2,0	0,4	0,4	0,739	0,767	0,1	0,1	0,750	0,776

Distribuição de tamanho de partículas acumuladas abaixo e retido por fração(xc_min)

Distribuição de tamanho de partículas acumuladas abaixo e retida por fração (x_área)

Frequência de partículas para diferentes intervalos de SPHT e b/l (valores em %)

Forma; Intervalo (μm)	Xc_min				X_area			
	SPHT		b/l		SPHT		b/l	
	abaixo	intervalo	abaixo	intervalo	abaixo	intervalo	abaixo	intervalo
0,00	0,30	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,2	0,2
0,30	0,35	0,2	0,2	0,4	0,2	0,1	0,6	0,4
0,35	0,40	0,4	0,2	1,4	0,5	0,3	2,0	1,4
0,40	0,45	0,9	0,5	3,7	1,1	0,6	4,8	2,8
0,45	0,45	1,6	0,7	9,5	2,0	0,9	11,5	6,7
0,50	0,50	4,7	3,1	28,1	5,4	3,4	31,7	20,2
0,60	0,65	8,6	3,9	37,7	9,8	4,4	41,5	9,8
0,65	0,70	15,9	7,3	53,3	17,8	8,0	57,0	15,5
0,70	0,75	31,0	15,1	73,2	33,5	15,7	75,9	18,9
0,75	0,80	51,9	20,9	85,0	54,3	20,8	86,8	10,9
0,80	0,85	86,4	34,5	93,7	87,5	33,2	94,6	7,8
0,85	0,90	99,0	12,6	97,2	99,1	11,6	97,6	3,0
0,90	0,95	100,0	1,0	99,9	100,0	0,9	99,9	2,3
0,95	1,00	100,0	0,0	100,0	100,0	0,0	100,0	0,1

Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) (xc_min)

Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) (X_área)

APÊNDICE D - Publicações em periódicos de circulação internacional no período da tese:

1. MARQUES, F. P. ; SCANDIAN, C. ; BOZZI, A. C. ; FUKUMASU, N.K. ; TSCHIPTSCHIN, A. P. Formation of a nanocrystalline recrystallized layer during microabrasive wear of a cobalt-chromium based alloy (Co-30Cr-19Fe). TRIBOLOGY INTERNATIONAL **JCR**, v. 116, p. 105-112, 2017.
2. MARQUES, F. P. ; BOZZI, A. C.; SCANDIAN, C.; TSCHIPTSCHIN, A. P. Microabrasion OF three experimental Cobalt-CHROMIUM alloys: Wear rates and wear mechanisms. WEAR **JCR**, v. 390391, p. 176-183, 2017.