

Universidade de São Paulo Escola de Engenharia de São Carlos Departamento de Engenharia de Materiais



# Influência do tratamento superficial em ferramentas de conformação utilizadas na aplicação de terminais para conexões elétricas

Éder Bernardes da Silva

São Carlos, 2013

## EDER BERNARDES DA SILVA

Influência do tratamento superficial em ferramentas de conformação utilizadas na aplicação de terminais para conexões elétricas

> Trabalho apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica da Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica.

> Área de Concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação dos Materiais.

Orientador: Prof. Luiz Carlos Casteletti

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Silva, Eder Bernardes da Influência do tratamento superficial em ferramentas de conformação utilizadas na aplicação de terminais para conexões elétricas / Eder Bernardes da Silva; orientador Prof. Luiz Carlos Casteletti. São Carlos, 2013.
Monografia (Graduação em Engenharia De Materiais e Manufatura) -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2013.
1. Plasma. 2. Nitretação. 3. Cromo. 4. Desgaste. I. Título.

## FOLHA DE AVALIAÇÃO

Candidato: Eden Bermandes da Silva

Título: Tít

# BANCA EXAMINADORA

Doutorando André da Motta Gonçalves Nota atribuída: 9,5 (move emeio

Universidade de São Paulo Curso de Engenharia Mecânica.

(assinatura)

(assinatura)

(assinatura)

NOVEE 9.5 Média: MEIO

Resultado: APROVADO

#### Data: 20/05/2013

Este trabalho tem condições de ser hospedado no Portal Digital da Biblioteca da EESC

SIM 🕅 NÃO 🗆 Visto do orientador \_ SPCes Lieh.

# Sumário

1	Intr	odução	1
<b>2</b>	Rev	isão Bibliográfica	<b>2</b>
	2.1	Engenharia de superfícies	2
	2.2	Aços-ferramenta	2
	2.3	Atrito e Desgaste	3
	2.4	Desgaste em ferramentas de conformação	5
	2.5	Ensaios de microdesgaste	8
	2.6	Nitretação e Nitrocarbonetação iônica	9
		2.6.1 Fenômenos no Plasma	10
		2.6.2 Reações entre o plasma e a superfície	13
		2.6.3 Características das camadas	14
3	Pro	cedimento Experimental	15
	3.1	Preparação das amostras	15
	3.2	Análise da composição do substrato	15
	3.3	Nitretação iônica	16
	3.4	Ensaios de microdureza	16
	3.5	Ensaios de microdesgaste	16
4	$\operatorname{Res}$	ultados e Discussão	18
	4.1	Composição e classificação do material	18
	4.2	Análise microestrutural das camadas	18
	4.3	Resistência ao desgaste das amostras	20
<b>5</b>	Cor	iclusões	<b>24</b>

# Lista de Figuras

1	Coeficiente de desgaste em função do coeficiente de atrito para diversos aços. Adaptado de Saka (1980).	4
2	Classificação dos mecanismos e modos de desgaste por Budinski (1988). Adap- tado de Budinski (apud DAVIS, 2001, p.56)	5
3	Tipos de contato entre corpos na abrasão. (a) Diagrama esquemático da abra- são a três corpos. (b) Diagrama esquemático da abrasão a dois corpos. Adap- tado de Mellor (2006)	6
4	Partícula abrasiva atravessando uma superfície. Adaptado de Davis (2001). $.$	7
5	Partícula encruada causando desgaste abrasivo por sulcamento. Adaptado de Stachowiak e Batchelor (2000).	8
6	Penetração da esfera durante um ensaio de desgaste microabrasivo	9
7	Esquema de um equipamento de microdesgaste com esfera presa	10
8	Diagrama esquemático dos componentes básicos em um equipamento de nitre- tação iônica. Adaptado de Alves Júnior (2001)	11
9	Gráfico da corrente em função da diferença de potencial na câmara. Adaptado de Alves Júnior (2001)	12
10	Choque de íons contra a superfície da peça durante nitretação iônica	13
11	Equipamento de microdes gaste do La ES utilizado. Retirado de Heck $\left(2010\right)$ .	17
12	Fotomicrografia da camada de cromo eletrodepositado	19
13	Fotomicrografia da camada de cromo eletrodepositado após nitretação	19
14	Microdureza dos resvestimentos estudados	20
15	Gráfico de microdesgaste das amostras ensaiadas	21
16	Calotas formadas nas amostras sem revestimento após ensaios de microdes- gaste. (a) Ensaio com 10 min de duração. (b) Ensaio com 15 min de duração	22
17	Calotas formadas nas amostras com revestimento de cromo eletrodepositado após ensaios de microdesgaste. (a) Ensaio com 10 min de duração. (b) Ensaio com 15 min de duração	22

18	Calotas formadas nas amostras cromeadas e nitretadas após ensaios de mi-	
	crodesgaste. (a) Ensaio com 10 min de duração. (b) Ensaio com 15 min de	
	duração	23

# Lista de Tabelas

1	Classificação dos aços-ferramenta e aplicação segundo o AISI	3
2	Condições utilizadas nos ensaios de microdesgaste	17
3	Composição química do substrato, em $\%$ do peso $\hfill \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	18
4	Comparação entre os volumes de material removidos nos ensaios de microdes-	
	gaste nos diferentes recobrimentos estudados	23

#### Resumo

As propriedades do cromo eletrodepositado tais como alta dureza, baixo coeficiente de atrito e baixa tendência à adesão são bastante conhecidas. Estas propriedades tornam este tipo de recobrimento escolha recorrente em diversas aplicações industriais, e, particularmente, como revestimento das ferramentas utilizadas na aplicação de terminais para conexões elétricas. Entretanto ocorrem limitações na aplicação do cromo eletrodepositado, uma vez que as micro-trincas geradas durante a eletrodeposição diminuem sua resistência ao desgaste, abreviando a vida útil deste tipo de ferramenta. Os tratamentos de nitretação iônica têm a capacidade de vedar as micro-trincas do recobrimento de cromo, pela formação de nitretos de cromo com elevadas durezas, resultando em um melhor comportamento ao desgaste das superfícies tratadas. Neste trabalho foi estudado o comportamento ao desgaste de ferramentas tipicamente utilizadas na aplicação de terminais elétricos. Amostras com revestimento de cromo foram enviadas para nitretação iônica industrial. O material do substrato foi caracterizado por espectrofotometria e análise química via úmida e as camadas de recobrimento por meio de microscopia óptica e medidas de microdureza. Posteriormente as amostras foram submetidas a ensaios de microdesgaste. Verificou-se a tendência de aumento de dureza superficial nas amostras nitretadas bem como a grande efetividade desse tipo de tratamento no aumento da resistência ao desgaste das amostras estudadas.

Palavras-chave: Plasma, Nitretação, Cromo, Desgaste.

#### Abstract

The properties of electroplated chromium such as high hardness, low coefficient of friction and low tendency of adhesion are well known. These properties make this type of coating a usual choice in industrial applications and, particulary, as coating in terminal crimping tools. Nevertheless limitations occur in the application of electroplated chromium, since the microcracks generated during electrodeposition decreases its resistance to wear, reducing the tool life. The ion nitriding treatment have the ability to seal micro-cracks of the coating of chromium by the formation of chromium nitrides with high hardness, resulting in improved wear behavior of the treated surfaces. This study investigated the wear behavior of tools typically used to crimping electrical terminals. Samples received with chromium plating were sent to industrial ion nitriding. The substrate material was characterized by spectrophotometry and chemical analysis and the layers of coating by optical and microhardness measurements. Subsequently the samples were subjected to micro-wear tests. There was a upward trend of the surface hardness in ion-nitrided samples and also the great effectiveness of such treatment to increase the wear resistance of the studied samples.

Key-words: Plasma, Nitriding, Chromium, Wear.

## 1 Introdução

Ferramentas de conformação utilizadas pela indústria na aplicação de terminais para conexões elétricas são submetidas usualmente a condições de trabalho não lubrificadas. A vida útil desse tipo de ferramenta é limitada principalmente pelo desgaste superficial que altera sua geometria, comprometendo a qualidade da aplicação. Nesse contexto, as características do revestimento de cromo duro<sup>1</sup> eletrodepositado tais como elevada dureza, alta resistência ao desgaste e baixa tendência à adesão o tornam escolha largamente utilizada nesse tipo de aplicação.

No entanto, os depósitos de cromo duro apresentam uma estrutura micro-trincada induzida pela decomposição de hidretos que se formam durante sua eletrodeposição e sua dureza decresce com o aumento da temperatura, contribuindo para a redução de sua resistência ao desgaste (MENTHE; RIE, 1999). Para superar estas desvantagens a superfície cromeada pode ser modificada visando-se a produção de nitretos de cromo tais como CrN e  $Cr_2N$ , que podem atuar no endurecimento superficial e na vedação das micro-trincas presentes no revestimento.

No caso específico analisado, a geometria da ferramenta é de vital importância para a qualidade final da aplicação. O terminal elétrico aplicado fora dos padrões apresentará um aumento inaceitável da resistência elétrica e consequente sobreaquecimento devido ao efeito Joule. Dessa forma, o tratamento de nitretação iônica que tem entre suas vantagens a baixa temperatura de tratamento, e consequente mínima distorção dimensional, apresenta-se como alternativa atraente para o tratamento das superfícies previamente cromeadas.

Nesse trabalho avaliou-se o efeito da nitretação iônica na dureza e resistência ao desgaste das camadas cromeadas de ferramentas de conformação utilizadas na aplicação de terminais para conexão elétricas.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Os depósitos de cromo espessos aplicados para propósitos de alteração das características tribológicas da superfície são referidos como "cromo duro" para distingui-los dos depósitos decorativos, usualmente com espessuras entre 0,15  $\mu$ m e 1,5  $\mu$ m

## 2 Revisão Bibliográfica

## 2.1 Engenharia de superfícies

O desgaste e a corrosão, ou a combinação destes fatores acarretam, anualmente, bilhões de dólares em custos à economia mundial. Uma das maneiras mais efetivas para atenuar o dano causado por estes processos é o tratamento, ou engenharia, da superfície (DAVIS, 2001). A engenharia de superfície introduz modificações na superfície do componente permitindo que este cumpra funções específicas em determinadas aplicações sem introduzir modificações significativas nas dimensões do componente.

Embora o *handbook* da ASM defina a engenharia de superfícies como "o tratamento da superfície de um material para permitir que a superfície do material execute funções distintas das funções exigidas da maior parte do material" (ASM INTERNATIONAL, 2001) o substrato não deve ser considerado como totalmente independente do tratamento superficial (DAVIS, 2001).

Assim engenharia de superfície, traduzida no tratamento superficial escolhido, aparece como parte fundamental do projeto de componentes industriais. Aliando as propriedades desejadas no núcleo, como resistência mecânica e tenacidade, com uma superfície resistente ao desgaste e corrosão o projeto deve ser capaz de maximizar a vida útil dos componentes. O resultado é a diminuição dos custos devido à substituição de peças, menor consumo de recursos naturais, e redução no gasto de energia associado à fabricação e reciclagem de componentes.

## 2.2 Aços-ferramenta

Os aços normalmente utilizados em aplicações de corte, estampagem, fabricação de matrizes e moldes pertencem a uma classe denominada aços-ferramenta.

Estes aços caracterizam-se pela presença de diversos elementos de liga como Cr, W, V, Si, Mo, Mn e Co. De acordo com a quantidade de cada um desses elementos adicionada ao sistema Fe-C haverá a formação de ligas com diferentes propriedades.

De fato, uma vasta quantidade de ligas pode ser obtida adicionando-se diferentes quantidades dos elementos citados. No entanto, estas ligas podem ser agrupadas de acordo com as características e propriedades consideradas convenientes em cada tipo de aplicação.

Na tabela 1 encontram-se agrupadas as diferentes ligas classificadas de acordo com o tipo

de aplicação a que se destinam, segundo especificações do American Iron and Steel Institute, AISI.

Utilização	Denominação	Nomenclatura das Ligas	
	W	W1, W2, W3	
Trabalho a Frio	О	O1, O2, O6, O7	
Habanio a Filo	А	A2, A4, A6, A7, A9, A10, A11	
	D	D2, D3, D4, D5, D7	
Impacto	S	S1, S2, S4, S5, S6, S7	
		H10 - H19 ao Cr	
Trabalho a quente	Н	H20 - H39 ao W	
		H40 - H59 ao Mo	
Acos rápidos	М	M1, M2, M3, M7, M10, M33, M42, M50 ao Mo	
Aços tapídos	Т	T1, T4, T5, T6, T8, T15 ao W	
Moldes	Р	P6, P20, P21	
Especiais	L	L2, L6	

Tabela 1: Classificação dos aços-ferramenta e aplicação segundo o AISI.

Aços-ferramenta têm custo elevado em relação aos aços carbono de uso comum, e geralmente estão presentes em aplicações onde as condições de operação são bastante severas. Assim um bom projeto de componentes fabricados com este tipo de matéria prima deve considerar o comportamento ao desgaste do material, de maneira a aumentar o máximo possível sua vida útil.

## 2.3 Atrito e Desgaste

O desgaste pode ser definido como a remoção, ou deslocamento, de material de uma superfície sólida como resultado do movimento relativo entre a superfície e um sólido, líquido ou gás (DAVIS, 2001; HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

Atrito e desgaste são resultado de um mesmo processo de interação entre superfícies que se movem. Embora essa relação não seja completamente compreendida (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

Verifica-se, frequentemente, uma relação direta entre atrito e desgaste como demonstrado por Saka (1980), e como se pode notar na figura 1.



Figura 1: Coeficiente de desgaste em função do coeficiente de atrito para diversos aços. Adaptado de Saka (1980).

Embora não haja uma classificação universalmente aceita para os mecanismos e modos de desgaste, existe certa convergência entre características dos modelos propostos pelos diversos autores (DAVIS, 2001).

De acordo com a classificação proposta por Budinski (1988), figura 2, os mecanismos básicos de desgaste são:

- Desgaste abrasivo
- Desgaste adesivo
- Desgaste erosivo
- Fadiga Superficial



Figura 2: Classificação dos mecanismos e modos de desgaste por Budinski (1988). Adaptado de Budinski (apud DAVIS, 2001, p.56).

## 2.4 Desgaste em ferramentas de conformação

Em ferramentas de conformação, onde deslizamento é o principal modo de interação entre as superfícies, as formas de desgaste que estão normalmente presentes são o desgaste abrasivo e o desgaste adesivo (ROOIJ, 1998).

O desgaste abrasivo é definido como o desgaste devido a partículas ou protuberâncias duras que se movem em relação a uma superfície sólida. Em geral, um material só é seriamente desgastado ou riscado por um material de dureza superior (DAVIS, 2001).

De acordo com o tipo de contato, pode-se subdividir o desgaste abrasivo em: abrasão a dois corpos e abrasão a três corpos (MELLOR, 2006).

A figura 3 ilustra os dois tipos de contato na abrasão.

Há diversos mecanismos segundo os quais é possível explicar os danos promovidos à uma superfície pela abrasão, entre eles pode-se citar: sulcamento, formação de cunha, abrasão por corte, micro fadiga, e micro fratura.



Figura 3: Tipos de contato entre corpos na abrasão. (a) Diagrama esquemático da abrasão a três corpos. (b) Diagrama esquemático da abrasão a dois corpos. Adaptado de Mellor (2006).

Na figura 4 pode-se observar a ação de uma partícula dura sobre uma superfície em seus diversos mecanismos.

O desgaste adesivo acontece quando há transferência de material entre as superfícies durante o movimento relativo de deslizamento, na presença de uma carga normal.

A adesão entre os materiais - que podem ser metálicos, cerâmicos, poliméricos ou uma combinação destes tipos - depende de fatores como a lubrificação, presença de filmes de óxidos, e da afinidade química entre as superfícies.

Devido ao fato da área de interação real entre duas superfícies ser muito menor que a área aparente de contato, e, das superfícies apresentarem rugosidade, o deslizamento pode levar ao aparecimento de tensões locais superiores ao limite de resistência de um, ou de ambos os materiais, causando a transferência de material para uma das superfícies (ARCHARD; HIRST, 1956).

Archard e Hirst (1956) propõe uma relação que descreve o desgaste entre dois materiais que deslizam entre si:

$$W = \frac{KSP}{H} \tag{1}$$

Onde W é a taxa de desgaste, representada pelo volume desgastado, S é a distância de deslizamento, P é a carga normal aplicada, H é a dureza do material mais mole e K é o coeficiente de desgaste, adimensional.

Além da carga e da dureza, que estão diretamente representadas na Equação 1, as condições de lubrificação e afinidade entre os materiais têm papel importante no processo de desgaste e estão representadas pelo adimensional K.



Figura 4: Partícula abrasiva atravessando uma superfície. Adaptado de Davis (2001).

Embora definidos e tratados separadamente em diversos trabalhos, deve-se atentar para a ressalva feita por Hutchings (1992) de que não há uma fronteira bem definida entre estes dois tipos de desgaste, podendo ocorrer, inclusive, simultânea ou consecutivamente.

Mesmo em aplicações onde partículas abrasivas estão inicialmente ausentes, o desgaste pode evoluir de puramente adesivo para abrasivo devido à formação de partículas duras (encruadas) (STACHOWIAK; BATCHELOR, 2000).

A figura 5 ilustra o mecanismos proposto por Stachowiak e Batchelor (2000) para a evolução do desgaste adesivo para abrasivo.



Figura 5: Partícula encruada causando desgaste abrasivo por sulcamento. Adaptado de Stachowiak e Batchelor (2000).

## 2.5 Ensaios de microdesgaste

Apesar da existência de métodos padronizados, muitas vezes é mais adequado o uso de testes específicos em determinados problemas de desgaste. Nesse âmbito os ensaios de microdesgaste aparecem como uma alternativa aos ensaios tradicionais como, por exemplo, pino sobre disco (GEE et al., 2003).

Em especial, quando o objetivo é testar amostras muito pequenas, ou amostras com revestimentos finos os testes de microdesgaste com utilização de esferas é particularmente eficiente (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1997).

Neste tipo de ensaio a rotação de uma esfera em relação a uma amostra plana cria uma marcação circular que guarda relações geométricas com o raio da esfera. Desta maneira é possível definir o volume de material removido e a profundidade de penetração da esfera de acordo com as relações:

$$V \approx \frac{\pi b^4}{64R} \tag{2}$$

$$h \approx \frac{b^2}{8R}$$
 ,  $b \ll R$  (3)

Onde V é o volume de material removido da amostra, h é a profundidade de penetração

da esfera, b é o diâmetro da marcação circular e R é o raio da esfera utilizada no ensaio. A figura 6 ilustra a formação da calota pela penetração de uma esfera na amostra.



Figura 6: Penetração da esfera durante um ensaio de desgaste microabrasivo.

Rutherford e Hutchings (1997) demonstram ainda que a relação de Archard pode ser utilizada para definir o coeficiente de desgaste em função do volume removido, da carga P e distância de deslizamento S, em ensaios de microdesgaste. Assim:

$$k = \frac{V}{SP} \approx \frac{\pi b^4}{64RSP} \quad , \quad b \ll R \tag{4}$$

A configuração de ensaio de microdesgaste com esfera presa, mostrada na figura 7, é utilizada para promover cargas elevadas durante o ensaio. A utilização deste tipo de equipamento permite, ainda, simular diversas condições de carga e lubrificação, bem como introduzir partículas abrasivas na interface de deslizamento.

## 2.6 Nitretação e Nitrocarbonetação iônica

A nitretação compreende o conjunto de técnicas que faz uso da introdução de nitrogênio na superfície de um material com o objetivo de conferir-lhe propriedades específicas como maior dureza superficial, resistência ao desgaste, fadiga e corrosão (BALLES et al., 2004).

Particularmente, a nitretação e nitrocarbonetação à plasma têm recebido especial atenção



Figura 7: Esquema de um equipamento de microdesgaste com esfera presa.

devido à diversas vantagens sobre os tratamentos tradicionais de nitretação como, controle preciso das camadas, baixo consumo de energia, grande repetibilidade e baixíssimo impacto ambiental (ALVES JÚNIOR, 2001).

A aplicação de uma diferença de potencial entre dois eletrodos em uma atmosfera contendo  $N_2$  a baixa pressão converte o gás em um plasma, resultando na aceleração de íons positivos para o catodo.

A seguir é descrito como este processo ocorre e quais são as principais modificações superficiais na peça tratada. O diagrama esquemático de um equipamento de nitretação iônica é mostrado na figura 8.

#### 2.6.1 Fenômenos no Plasma

Em um sistema hermeticamente fechado e a uma pressão suficientemente baixa a aplicação de uma diferença de potencial faz com que íons e elétrons sejam acelerados pelo campo elétrico, colidindo com outras moléculas e gerando ainda mais partículas carregadas de acordo com a equação:

$$e^- + G^0 \longrightarrow G^+ + 2e^- \tag{5}$$



Figura 8: Diagrama esquemático dos componentes básicos em um equipamento de nitretação iônica. Adaptado de Alves Júnior (2001)

Onde  $G^0$  é um átomo ou molécula do gás no seu estado fundamental e  $G^+$  representa um íon deste gás.

A corrente elétrica produzida devido à movimentação destas cargas está relacionada com a diferença de potencial aplicada e apresenta três comportamentos distintos: a descarga de *Towsend*, a descarga normal e a descarga anômala (ALVES JÚNIOR, 2001).

A figura 9, representa a curva característica para a corrente em função da diferença de potencial no processo de nitretação iônica.

Na primeira região a corrente é muito baixa porque é proporcional à velocidade com que os elétrons e ions podem se mover para os eletrodos. Com o aumento da tensão os elétrons produzidos pelo bombardeamento do catodo adquirem energia suficiente para ionizar outros átomos e produzir mais elétrons em uma reação em cadeia. Devido a esses elétrons adicionais, uma grande quantidade de cargas é produzida e surge uma tensão de ruptura,  $V_b$ , como resposta do circuito externo à esta variação brusca de corrente. A descarga, que ocorre até esta tensão de ruptura é denominada *Townsend*.

Após esse patamar a tensão cai para um valor mínimo necessário para a manutenção do plasma, essa região é chamada descarga normal. A partir desse valor se a tensão é aumentada



Figura 9: Gráfico da corrente em função da diferença de potencial na câmara. Adaptado de Alves Júnior (2001)

ainda mais entra-se na região de descarga anômala, onde o plasma é auto-sustentado e a corrente aumenta com o aumento da tensão. Essa é a região que, por ter maior densidade de corrente, portanto maior eficiência, é a região de interesse para os tratamentos de nitretação e nitrocementação iônica.

Para além da região de descarga anômala o valor da corrente se torna demasiadamente alto, nessas condições ocorre aquecimento substancial do catodo, e a emissão termiônica contribuirá para um aumento substancial da corrente mesmo a baixa tensão, ocasionando abertura de arco elétrico que é prejudicial por causar danos associados à alta temperatura como perda de dureza e fusões localizadas (ALVES JÚNIOR, 2001).

### 2.6.2 Reações entre o plasma e a superfície

Diferentes eventos ocorrem quando há o choque dos íons acelerados contra o catodo. A maior parte da energia dos íons é convertida em calor. A energia restante está relacionada com processos de movimentação dos átomos.

A figura 10 mostra os eventos que podem ocorrer quando um íon se choca com a superfície da peça tratada.



Figura 10: Choque de íons contra a superfície da peça durante nitretação iônica.

Tais eventos estão relacionados e são sucintamente explicados abaixo:

- Bombardeio iônico: é um dos mecanismos de introdução de nitrogênio na peça (o outro é a adsorção). Os íons de nitrogênio gerados são acelerados até o catodo e após o choque acabam implantados no substrato.
- 2. *Sputtering*: é a ejeção de átomos da superfície devido a troca de momento linear associada ao bombardeio iônico. Se a colisão fornece energia suficiente ao átomo, a ejeção acontece.
- 3. Retropulverização: este processo determina a volta dos átomos ejetados no processo de sputtering sob a forma de nitretos. Os átomos ejetados reagem com a atmosfera nitretante formando, por exemplo FeN, metaestável. A transformação de FeN em formas mais estáveis e pobres em nitrogênio libera nitrogênio atômico que se difunde para o substrato.

- 4. Adsorção: os íons eventualmente implantados durante o bombardeio iônico podem ser adsorvidos e permanecer no interior da superfície. Outra forma possível é a adsorção de átomos de nitrogênio provenientes dos nitretos formados na superfície no processo de retropulverização.
- 5. Difusão: a superfície exposta ao plasma, e portanto, sujeita ao bombardeio iônico têm um aumento significativo no número de vacâncias e espaços intersticiais, ficando portanto muito mais sujeita à difusão. Assim, o nitrogênio liberado e próximo à superfície penetra na peça por difusão devido ao gradiente de concentração desse elemento (BOTH, 2011).

#### 2.6.3 Características das camadas

A estrutura da superfície de uma amostra de aço nitretado ou nitrocarbonetado por plasma é constituída por uma camada de compostos e uma camada de difusão. A formação de ambas as camadas pode ser controlada variando-se os parâmetros de nitretação. O' Briem (1991) sugere que o controle da composição do gás pode impedir a formação da camada de compostos.

A camada de compostos é a camada mais superficial, sendo a região onde as fases intermetálicas  $\gamma' - Fe_4N$  e  $\epsilon - Fe_{2-3}(C, N)$  são formadas. A profundidade e composição dessa camada podem ser selecionadas pelas condições de tratamento, sendo inclusive, possível evitar a formação da camada de compostos (O' BRIEM, 1991).

Os nitretos de ferro FeN formados pela combinação de átomos de ferro ejetados durante o bombardeio iônico são metaestáveis nas temperaturas típicas de tratamento. A dissociação desses nitretos, condensados na superfície da peça, forma nitretos mais estáveis como  $Fe_2N$ ,  $Fe_3N$  e  $Fe_4N$  liberando nitrogênio. Parte desse nitrogênio retorna para o plasma e parte se difunde para a estrutura cristalina do substrato formando a camada de difusão (ALVES JÚNIOR, 2001).

## **3** Procedimento Experimental

Foram utilizadas como amostras ferramentas de conformação que são comumente utilizadas na aplicação de terminais em conexões elétricas.

## 3.1 Preparação das amostras

As amostras foram recebidas na condição de trabalho, com e sem cromo eletrodepositado, e preparadas para medição da camada de cromo, análise da microestrutura e composição do substrato, ensaio de microdesgaste e tratamento de nitretação iônica de acordo com os seguintes procedimentos:

1. Preparação para medição da camada, perfil de microdureza e análise da microestrutura

As amostras foram cortadas, embutidas em baquelite e preparadas para análise metalográfica por lixamento e polimento da superfície. Em seguida utilizou-se um ataque com o reagente Nital 2%, por imersão, durante 5 segundos para destacar a camada de cromo e revelar as fases do metal base.

2. Preparação para análise da composição do substrato

Para a análise da composição do substrato utilizou-se a técnica da espectrofotometria. Para tanto as amostras foram preparadas por lixamento - com lixa de granulometria 80 - para eliminação do recobrimento de cromo e preparação da superfície analisada pelo espectrofotômetro.

3. Preparação para ensaios de microdesgaste e nitretação iônica

As amostras utilizadas para ensaios de desgaste adesivo da camada de cromo, e para nitretação iônica - e posterior ensaio da camada nitretada - foram polidas com alumina  $0,05 \ \mu m$ . O objetivo do polimento foi uniformizar a rugosidade superficial das superfícies ensaiadas.

## 3.2 Análise da composição do substrato

As amostras preparadas conforme descrito na seção 3.1, item 2, foram submetidas à espectrofotometria para determinação dos elementos de liga presentes no metal base.

A análise por espectrofotometria foi capaz de detectar e quantificar os seguintes elementos na composição da liga: C, Mn, Si, P, S, Cu, Al, Nb, Cr, V, Ni, Mo, Ti, B, Sn, As. Adicionalmente, amostras foram submetidas à análise química, via úmida para detecção e quantificação de W.

Os resultados da análise estão descritos na seção 4

## 3.3 Nitretação iônica

As amostras recebidas e preparadas conforme descrito na seção 3.1, item 3, foram enviadas para o tratamento térmico industrial de nitretação iônica.

## 3.4 Ensaios de microdureza

As amostras preparadas conforme descrito na seção 3.1, item 1, antes do ataque químico foram submetidas à medidas de microdureza Vickers a cada,  $5\mu$ m, a partir da superfície para a obtenção dos perfis de microdureza. O objetivo foi possibilitar a comparação do perfil presente nas amostras recebidas com os perfis obtidos após a realização de tratamentos de nitretação iônica.

As amostras nitretadas industrialmente seguiram o mesmo procedimento de preparação e medição de microdureza.

As medidas foram obtidas utilizando-se um microdurômetro digital Buehler - 1600-6300, com aplicação de uma carga de 25 gf.

### 3.5 Ensaios de microdesgaste

Os ensaios de microdesgaste nas amostras sem revestimento, cromeada, e cromeada e nitretada, foram realizados utilizando-se o equipamento de microdesgaste com esfera presa, ilustrado na Figura 11 do Laboratório de Engenharia de Superfícies do SMM - EESC/USP.

Com o objetivo de reproduzir o melhor possível as condições usuais que ocorrem na aplicação de terminais para conexões elétricas, optou-se pela realização dos ensaios sem a utilização de abrasivos ou lubrificantes.

As fotomicrografias das calotas obtidas nos ensaios foram feitas utilizando-se um microscópio ótico Zeiss - Axiotech acoplado à uma câmera fotográfica digital Sony - Cyber-shot 8.1



Figura 11: Equipamento de microdesgaste do LaES utilizado. Retirado de Heck (2010)

Mp. Utilizou-se ainda o software de distribuição livre ImageJ - versão para Windowns XP, para a determinação dos diâmetros, b, das calotas.

O volume desgastado foi calculado para diferentes distâncias de deslizamento de acordo com a equação 2. O Coeficiente de desgaste foi obtido utilizando-se a equação 4, por regressão linear no gráfico de  $V \ge SP$ .

As condições adotadas para a realização dos ensaios de desgaste estão descritas na tabela 2.

Duração do Ensaio	Distancia de deslizamento	Carga	Diâmetro da esfera
5,0 min	200 m		
$10,0 \min$	400 m	120 of	95.4 mm
$15,0 \min$	600 m	120 gi	23,4 IIIII
$20,0 \min$	800 m		

Tabela 2: Condições utilizadas nos ensaios de microdesgaste

## 4 Resultados e Discussão

## 4.1 Composição e classificação do material

As análises por espectrofotometria e por via úmida forneceram a composição química do substrato, inicialmente desconhecida. Os resultados são descritos na tabela 3.

Fe	С	Mn	Si	$\operatorname{Cr}$	V	W	Mo	Р	S
Bal	0, 51	0, 35	1,02	1, 18	0, 29	1, 49	0, 33	-	-

Tabela 3: Composição química do substrato, em %do peso

Comparando a composição do aço, descrita na tabela 3, com os valores da norma ASTM A 681, podemos classificar o aço utilizado como sendo um aço-ferramenta resistente ao choque do tipo S1.

## 4.2 Análise microestrutural das camadas

A figura 13 mostra a camada de cromo eletrodepositada sobre o substrato. É possível observar a morfologia bastante uniforme da camada de cromo. Observa-se também a presença de micro-trincas espalhadas pelo revestimento, como ocorre tipicamente nesse tipo de recobrimento.

Utilizando-se microscopia óptica não é possível notar a formação da camada de compostos na amostra cromeada e nitretada, figura 12, no entanto, a análise comparativa dos perfis de microdureza apresentados na figura 14, evidencia o endurecimento superficial pela formação de CrN e  $Cr_2N$ , e vedação das micro-trincas, típicas do tratamento de cromeação, em consonância com os resultados apresentados por Menthe e Rie (1999) e Munoz et al. (2001).

A figura 14 apresenta os perfis de microdureza das amostras revestidas com cromo eletrodepositado, da amostra cromeada e nitretada, bem como traz a média da microdureza nas amostras sem revestimento, denotada pela linha tracejada. Nota-se, no caso das amostras revestidas e tratadas uma queda bastante acentuada da dureza a partir da profundidade de aproximadamente 10  $\mu$ m. Esta descontinuidade de dureza é devido à grande diferença de dureza entre o substrato e os revestimentos utilizados, eminentemente mais duros.

A análise dos perfis de microdureza revela ainda a tendência de aumento da dureza superficial resultante do tratamento de nitretação iônica. Entretanto nota-se, tanto pelos



Figura 12: Fotomicrografia da camada de cromo eletrodepositado

perfis obtidos quanto pela análise foto micrográfica da figura 13, que não houve formação evidente de camada de difusão sob o cromo nitretado.



Figura 13: Fotomicrografia da camada de cromo eletro<br/>depositado após nitretação



Figura 14: Microdureza dos resvestimentos estudados

### 4.3 Resistência ao desgaste das amostras

As figuras 16, 17 e 18 exibem calotas formadas pelo deslizamento da esfera durante os ensaios de microdesgaste nas amostras sem revestimento, cromeadas, e cromeadas e nitretadas, respectivamente. A presença de riscos paralelos na direção do deslizamento evidencia a ocorrência de desgaste por abrasão a dois corpos.

E possivel notar também a presença de uma segunda marcação circular nas amostras cromeada, e cormeada e nitretada, evidenciando que os recobrimentos foram perfurados durante os ensaios.

A comparação da resistência ao desgaste das amostras testadas é apresentada no gráfico  $V \ge SP$ , na figura 15.

Utilizando-se os pontos plotados no gráfico de microdesgaste é possível estabelecer a relação entre o volume de material removido, V e o produto entre a distância de deslizamento e a carga aplicada, SP, por regressão linear. A comparação da equação 4 com as regressões lineares feitas, permite extrair os coeficientes de desgaste médios, no intervalo estudado. Assim:



Figura 15: Gráfico de microdesgaste das amostras ensaiadas

$$V = k_1 SP = 2, 3.10^{-2} SP$$
$$\therefore$$
$$k_1 = 2, 3.10^{-2} \frac{mm^2}{kgf}$$
$$V = k_2 SP = 1, 9.10^{-2} SP$$
$$\therefore$$
$$k_2 = 1, 9.10^{-2} \frac{mm^2}{kgf}$$
$$V = k_3 SP = 0, 7.10^{-2} SP$$

$$\therefore$$

$$k_3 = 0, 7.10^{-2} \frac{mm^2}{kgf}$$

Onde,  $k_1$ ,  $k_2$  e  $k_3$ , são os coeficientes de desgaste do material sem recobrimento, cromeado, e cromeado e nitretado, respectivamente.



Figura 16: Calotas formadas nas amostras sem revestimento após ensaios de microdesgaste. (a) Ensaio com 10 min de duração. (b) Ensaio com 15 min de duração



Figura 17: Calotas formadas nas amostras com revestimento de cromo eletrodepositado após ensaios de microdesgaste. (a) Ensaio com 10 min de duração. (b) Ensaio com 15 min de duração



Figura 18: Calotas formadas nas amostras cromeadas e nitretadas após ensaios de microdesgaste. (a) Ensaio com 10 min de duração. (b) Ensaio com 15 min de duração

A análise simultânea das curvas de desgaste - e seus respectivos coeficientes de desgaste - e dos perfis de microdureza, permite estabelecer relação entre a microdureza dos recobrimentos e sua resistência ao desgaste.

As propriedades, já bem conhecidas dos recobrimentos de cromo duro eletrodepositado, tais como a elevada dureza, baixo coeficiente de atrito e baixa tendência à adesão notadamente contribuíram para a diminuição do volume desgastado em comparação com o material não revestido.

Adicionalmente, o tratamento de nitretação a plasma sobre a superfície previamente revestida com cromo duro eletrodepositado foi efetivo na vedação das microtrincas típicas deste tipo de recobrimento, resultando em considerável redução do desgaste, tanto em relação ao material não revestido como ao material com cromo eletrodepositado.

A tabela 4 apresenta os coeficientes médios de desgaste calculados e uma comparação entre os volumes de material removidos para cada configuração testada.

Tipo de Revestimento	Coeficiente de	$\operatorname{Sem}$	Cromo duro
	desgaste $(10^{-2})$	revestimento	eletrodepositado
Sem revestimento	2, 3	-	-
Cromo eletrodepositado	1,9	-19%	-
Cromo eletrodepositado	0.7	-70%	-63%
e nitretado	0, 1	-1070	-0370

 Tabela 4: Comparação entre os volumes de material removidos nos ensaios de microdesgaste nos diferentes recobrimentos estudados

## 5 Conclusões

O presente estudo avaliou como o tratamento de nitretação influencia na resistência ao desgaste de ferramentas de conformação utilizadas para aplicação de terminais em conexões elétricas. Para tanto, verificou-se primeiramente o comportamento do material sem a aplicação de recobrimentos superficiais.

Os resultados obtidos para o comportamento ao desgaste das amostras sob as condições de ensaio demonstraram a efetividade do revestimento de cromo duro eletrodepositado na redução do desgaste das ferramentas testadas.

O aumento da microdureza superficial após o tratamento de nitretação iônica indica difusão de nitrogênio na camada de cromo com formação de nitretos finos dispersos, podendo também ter ocorrido a vedação das microtrincas tipicamente presentes em recobrimentos de cromo duro eletrodepositado.

O tratamento de nitretação iônica aplicado em superfície previamente cromeada foi altamente efetivo no incremento da resistência ao desgaste superficial constituindo-se numa alternativa para o aumento da vida útil das ferramentas utilizadas industrialmente.

# Referências

ALVES JÚNIOR, C. **Nitretação a plasma**: Fundamentos e aplicações. Natal: EDUFRN, 2001.

ARCHARD, J. F.; HIRST, W. The wear of metals under unlubricated conditions. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, London, v. 236, n. 1206, p. 397–410, 1956.

ASM INTERNATIONAL, H. C. **ASM Handbook**: Surface engineering. [S.l.]: ASM International, 2001. (ASM Handbook, v. 5).

BALLES, A. C. et al. Nitretação a Plasma Como Meio Alternativo ou Complementar à Oxidação Negra na Proteção à Corrosão do Aço de Baixo Teor de Carbono. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro, RJ, v. 3, n. 4, p. 360–369, 2004.

BOTH, G. B. Caracterização e avaliação tribológica de superfícies resistentes ao desgaste para aplicação em ferramentas de conformação a frio. 122 f. Dissertação (Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e dos Materiais) — Escola de Engenharia - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

BUDINSKI, K. Surface engineering for wear resistance. [S.l.]: Prentice Hall, 1988.

DAVIS, J. Surface engineering for corrosion and wear resistance. [S.l.]: ASM International, 2001. (IOM book).

GEE, M. et al. Progress towards standardisation of ball cratering. Wear, v. 255, n. 1-6, p. 1 - 13, 2003.

HECK, S. C. Influência da Boretação com pó na resistência ao desgaste, corrosão, e oxidação dos aços AISI 1060 e AISI H13. 92 f. Dissertação (Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Interunidades Ciência e Engenharia de Materiais) — Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A. **Coatings tribology**: properties, mechanisms, techniques and applications in surface engineering. [S.l.]: Elsevier Science, 2009. (Tribology and interface engineering series, v. 56).

HUTCHINGS, I. **Tribology**: friction and wear of engineering materials. [S.l.]: CRC Press, 1992. (Metallurgy & Materials Science Series).

MELLOR, B. Surface coatings for protection against wear. Boca Raton, FL: Woodhead, 2006. (Woodhead Publishing in materials).

MENTHE, E.; RIE, K.-T. Plasma nitriding and plasma nitrocarburizing of electroplated hard chromium to increase the wear and the corrosion properties. Surface and Coatings Technology, v. 112, n. 1-3, p. 217 – 220, 1999.

MUNOZ, R. M. et al. Efeito da nitretação e carbonitretação na resistência ao desgaste de revestimento de cromo duro eletrodepositado. XIV CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA MECÂNICA, São Paulo, SP, v. 3, p. 193 – 198, 2001.

O' BRIEM, M. Plasma (ion)nitriding. [S.l.]: ASM, 1991. (Metals Handbook, v. 4).

ROOIJ, M. B. **Tribologycal aspects of unlubricated deepdrawing processes**. 185 f. Tese (Ph.D. Thesis) — University of Twente, Enschede, 1998.

RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M. Theory and application of a micro-scale abrasive wear test. Journal of Testing and Evaluation, v. 25, n. 2, p. 250–260, 1997.

SAKA, N. Effect of microstructure on friction and wear of metals. In: \_\_\_\_\_. **Fundamentals of tribology**: proceedings of the International Conference on the Fundamentals of Tribology. London: MIT Press, 1980. p. 135–170.

STACHOWIAK, G.; BATCHELOR, A. **Engineering tribology**. 2. ed ilustrada. ed. [S.l.]: Butterworth-Heinemann, 2000. (Referex Engineering).