

AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DE UM AÇO ESTRUTURAL REVESTIDO POR CARBONO AMORFO HIDROGENADO

G.P. Raphael, raphaelmecnica@gmail.com.br^{1,2}

H.S. Klaus, klaushigor@yahoo.com.br²

B.S. Ítalo, italobsantos@gmail.com²

L.S. Luiz, silvall@cdtn.br³

S.M. Paulo, paulosabara@yahoo.com.br⁴

S.P. Ernani, ernani@demec.ufmg.br¹

¹ Universidade Federal de Minas Gerais, MG, Brasil

² Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, MG, Brasil

³ Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, MG, Brasil

⁴ Centro Universitário Una

Resumo: Uma crescente busca por materiais de alto desempenho em termos de alta resistência e alta durabilidade tem se intensificado, visando à melhoria de processos industriais e sistemas, a redução de custos globais e o aumento da vida útil de componentes e equipamentos. Desta maneira, pesquisas para o desenvolvimento de novos materiais com alta resistência mecânica, baixa inércia química e estabilidade térmica para aplicações industriais têm aumentado gradativamente. Nesse contexto, filmes de carbono amorfo, como o “Diamond like – carbono (DLS), mostrou-se ser promissor. O carbono forma uma grande variedade de estruturas cristalinas, por existir em três diferentes hibridizações, sp^3 , sp^2 e sp^1 , cuja relação determina suas propriedades mecânicas, ópticas, químicas e elétricas. DLC são filmes de carbono amorfo que possuem um grande número de ligações do tipo sp^3 e sp^2 , os quais podem se dividir em amorfos hidrogenados, amorfos tetraédricos hidrogenados, amorfos tetraédricos não hidrogenados [1]. No presente trabalho, a influência da deposição do filme DLC sobre um aço de elevada aplicação industrial, compatível com a maioria dos materiais utilizados na construção das usinas nucleares de Angra I e Angra II. A deposição do filme foi realizada utilizando-se a técnica de deposição química em fase de vapor assistida por plasma (PECVD – Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) e o seu comportamento tribológico avaliado.

Palavras Chaves: Carbono Amorfo Hidrogenado, Desgaste, SAE 8620.

1. INTRODUÇÃO

O polimorfismo do carbono permite que ele seja encontrado, ou obtido, em estruturas cristalinas distintas, como no grafite, no diamante, fulerenos, nanotubos de carbono, grafeno e também em fases amorfas. Os filmes de Diamond-Like-Carbon (DLC) possuem um grande número de ligações do tipo sp^3 e sp^2 , sendo estes divididos em amorfos hidrogenados, amorfos tetraédricos hidrogenados, amorfos tetraédricos não hidrogenados. Os amorfos hidrogenados (a-C:H), contendo menos de 50% de ligações sp^3 com uma pequena porcentagem de hidrogênio, amorfos tetraédricos hidrogenados (ta-C:H), contém menos do que 70 % de ligações sp^3 e os amorfos tetraédricos não hidrogenados (ta-C), contendo alta porcentagem de ligações sp^3 maior que 70 % e um teor mínimo de hidrogênio [ASTM G99-95A]. Os filmes DLC podem ser depositados de diversas maneiras: deposição iônica, por laser pulsado, por plasma, "sputtering" arco catódico e o método de deposição química na fase vapor assistida por plasma (PECVD – "Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition"). Nesse tipo de deposição, a estrutura dos filmes é composta pelos aglomerados de hibridização sp^2 interconectados por carbonos com hibridização sp^3 [Forsich *et al.*, 2014; Caschera *et al.*, 2011 and Choi *et al.*, 2012].

No diagrama ternário representado na Fig. 1 são relacionados os estados de hibridação e percentual de hidrogênio. A combinação e proporção desses elementos poderá formar ou não os diversos tipos de filmes. Estruturas com níveis elevados de ligações do tipo sp^3 são tetragonais (t), para o carbono amorfo (ta-C) e carbono hidrogenado (ta-C:H). Estudos indicam que a presença de hidrogênio estabiliza as ligações pendentes e melhoram a estabilidade e rigidez do filme [ASTM G99-95A; Capote *et al.*, 2006; Gottardi *et al.*, 2008 Guo *et al.*, 2017 and Mansur, 2003].

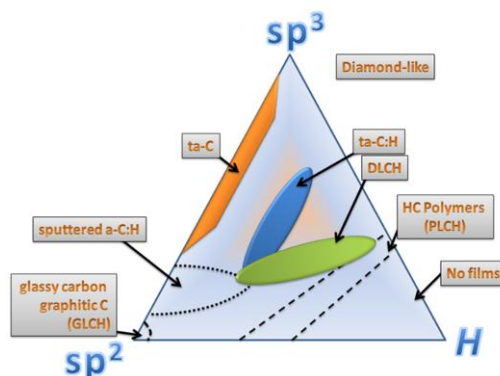


Figura 1: Diagrama ternário representando os estados de hibridação e percentual de hidrogênio

As propriedades dos filmes DLC estão relacionadas com a elevada concentração de átomos de carbono com hibridização sp^3 , o estado de hibridização dos átomos de carbono do diamante [ASTM G99-95A and Capote *et al.*, 2006].

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material utilizado para realização deste trabalho foi o aço SAE 8620. Esse aço é amplamente usado na indústria mecânica e automotiva, para confecção de parafusos sem fim, em setores de direção, eixos de comandos de válvulas, árvores secundárias, engrenagens para caminhões, cruzetas, coroas, pinhões e virabrequins. Além disso, é um material quimicamente compatível como o utilizado na construção de parte das tubulações e do vaso de pressão dos reatores das Usinas Nucleares de Angra I e II [Oliveira, 2005 and Podgornik *et al.*, 2001]. A composição química do mesmo está indicada na Tab.1.

Tabela 1: Composição química do aço SAE 8620.

NORMA	EQUIVALENTES	COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% EM PESO)								Fe
		C	Mn	P Máx.	S Máx.	Si	Ni	Cr	Mo	
SAE 8620	AISI 8620	0,18% 0,23%	0,70% 0,90%	0,03%	0,04%	0,15% 0,35%	0,40% 0,70%	0,40% 0,60%	0,15% 0,25%	Bal.

A deposição dos filmes foi realizada pela técnica PECVD. Através dessa técnica, o plasma é gerado dentro de uma câmara (Fig. 2), por um processo de colisões entre os elétrons livres, acelerados por um campo elétrico e pelos átomos/moléculas da atmosfera precursora composta por um gás hidrocarboneto. O mecanismo de deposição envolve a criação de espécies reativas que ativadas pela descarga, tendem a interagir através de colisões com a superfície do material, se difundindo e formando o filme [Robertson, 2002; S.-S. Hadinata *et al.*, 2013 and Trava-Airoldi *et al.*, 2007A]



Figura 1: Câmara do reator.

Após a realização do revestimento, a caracterização superficial foi realizada a partir da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV). O ensaio de pino sobre disco foi realizado variando a carga normal, para levantamento do comportamento tribológico do sistema e avaliação da estabilidade do filme sobre o aço. Pino e disco foram confeccionados com o aço SAE 8620 retirados de uma barra de 5/8 de polegada. O pino foi usinado, conforme indicado esquematicamente na Figura 2. Os materiais foram cuidadosamente lixados e polidos. Para o disco a rugosidade média Ra foi de 9 μm e para o pino de aproximadamente 0,8 μm no topo esférico.

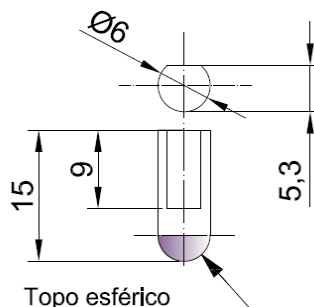


Figura 2: Dimensões do pino utilizados no ensaio pino sobre disco.

Para o estudo do desgaste e do coeficiente de atrito, os ensaios foram realizados de acordo com a norma ASTM G99 em um equipamento da marca Microtest modelo MT/60/NE (Fig. 3) [Trava-Airoldi *et al.*, 2007A].



Figura 3: Tribômetro Microtest modelo MT/60/NE

Para o primeiro teste (sem revestimento) foi utilizada a carga 5 N e diâmetro 14 mm para pista de deslizamento e no segundo, uma carga de 3 N e diâmetro 8,4 mm para pista de deslizamento. O mesmo procedimento foi realizado para o material revestido. Os valores de velocidade e rotação foram variados para manter a mesma velocidade periférica durante os ensaios. Na Tabela 2 são indicados todos os parâmetros pré estabelecidos para o estudo do desgaste e do coeficiente de atrito

Tabela 2: Parâmetros pré estabelecidos para o estudo do desgaste e do coeficiente de atrito

Teste	Carga normal (N)	(rpm)	Diâmetro (mm)	Revoluções	Distância Percorrida (m)
1	5	295,7	14	3000	131
2	3	492,8	8,4	5038	131

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Microestrutura

A microestrutura é constituída de ferrita e perlita. Na Fig. 5 é indicado o estado do material de partida. A metalografia foi realizada a partir de um corte transversal das barras de 5/8". A figura mostra as áreas de perlita (regiões escuras) e ferrita (regiões claras), ataque nital 2%, aumento 100x.

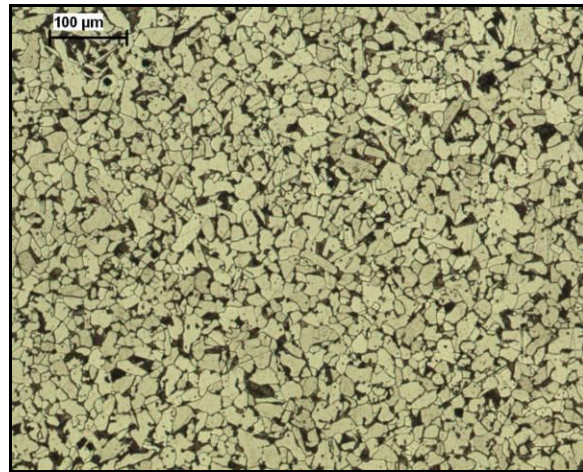


Figura 4: Microestrutura do aço SAE 8620.

3.2 Dureza

Os ensaios foram realizados com uma carga de 10 Kgf e tempo de penetração de 15 segundos. Foram realizadas 10 medições para cada grupo de amostra. O valor médio foi de aproximadamente 193HV.

3.3 Caracterização Tribológica

Pela análise das imagens, verifica-se que ocorreu desgaste tanto nos discos Fig. 7 e 8 (A) e Pinos Fig. 7 e 8 (B). O desgaste foi mais intenso para a condição de carregamento com 5 N, como indicado na Fig. 9.

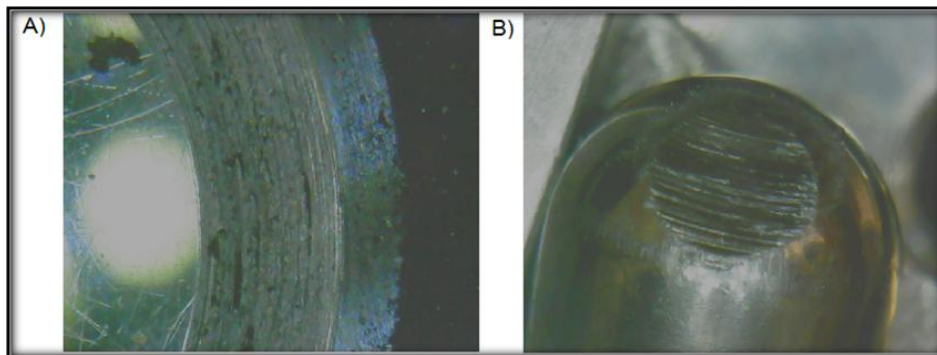


Figura 7: Imagens de microscopia do desgaste do disco (A) e do pino (B) após o primeiro experimento, carga 5 N.

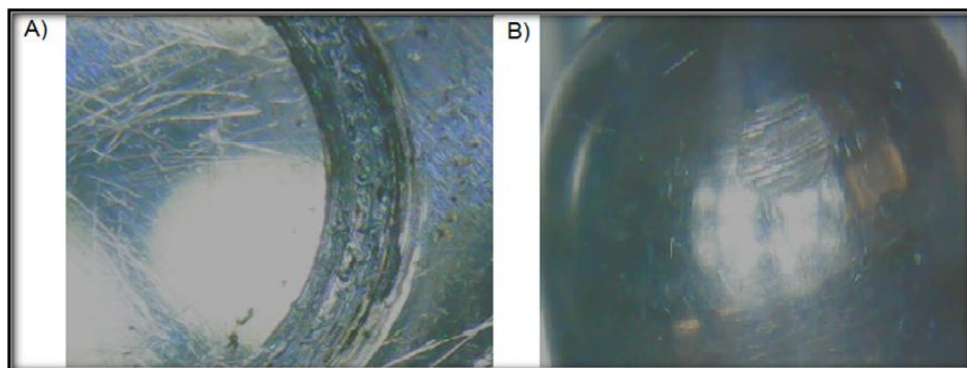


Figura 8: Imagens de microscopia do desgaste do disco (A) e do pino (B) após o segundo experimento, carga 3 N.

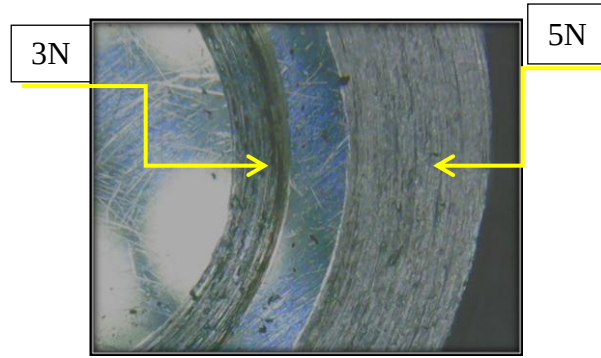


Figura 9: Imagens de microscopia do desgaste do disco após os dois experimentos.

Analisando as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura é possível identificar a morfologia do tipo de desgaste ocorrido nos dois ensaios (Figs. 10 (a) e 11(a)). Nota - se a presença de áreas de arrancamento com fragmentos na direção do deslizamento no disco. Conforme visualizado nas Figs. 10 (c) e 11(c), o perfil de desgaste foi o mesmo para os pinos. Com maior ampliação é possível verificar detalhes dos fragmentos sobre a superfície desgastada com a presença de pequenas fraturas (Figs. 10 (b) e 11 (b)).

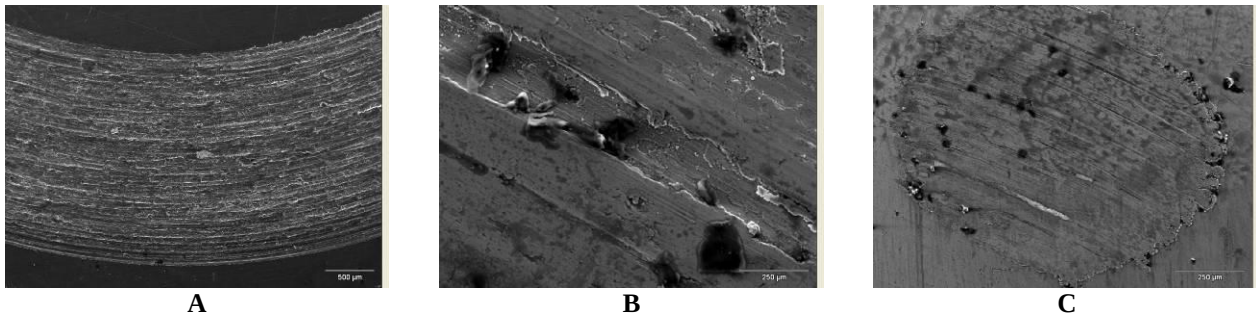


Figura 10: Microscopia eletrônica de varredura para o ensaio com carga de 5N, ampliação (A) 35X , (B) 500X e (C) 35X.

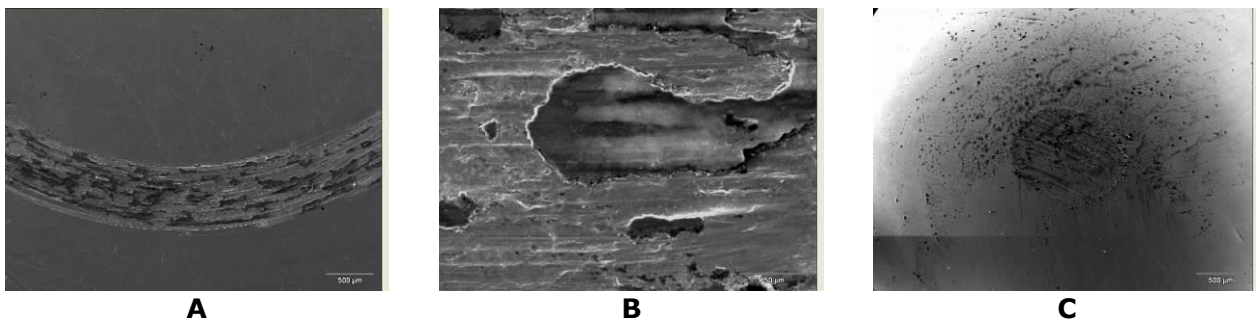


Figura 11: Microscopia eletrônica de varredura para o ensaio com carga de 3N, ampliação (A) 35X , (B) 500X e (C) 35X.

Grande parte dos fragmentos analisados quimicamente nos ensaios utilizando - se as cargas de 5 N e 3N são estruturas ricas nas concentrações de carbono e ferro, como indicado nas Figs. 12 e 13. Para o ensaio com carga de 3 N, verificou-se a presença de grandes regiões escuras na pista de deslizamento (Fig. 11 (b)). A análise química indicou, também, a presença de fragmentos ricos em carbono e ferro e a presença de óxidos nas regiões mais escuras (área 2, Fig. 12).

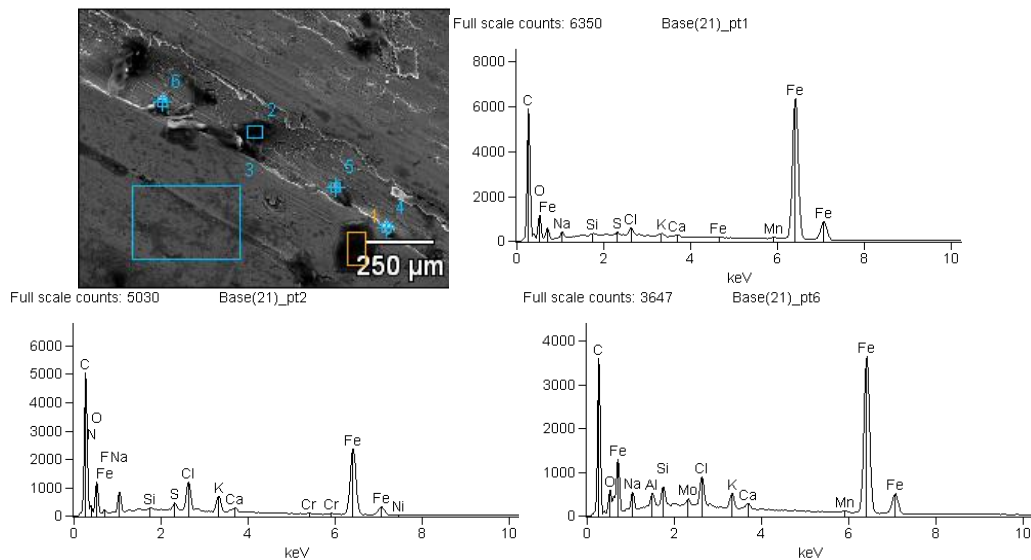


Figura 12: Análise química por EDS para o ensaio com carga de 5 N, ampliação 500X.
Nota-se também picos de oxigênio associados ao ferro, indicando a formação de óxidos.

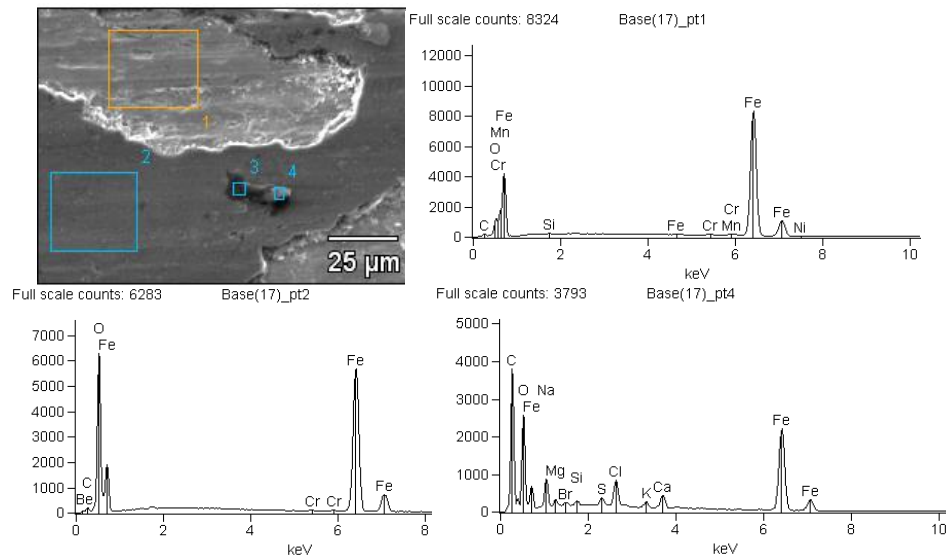


Figura 13: Análise química por EDS para o ensaio com carga de 5 N, ampliação 500X.

Nos Gráficos 1 e 2 são indicados os coeficientes de atrito pela distância percorrida. A análise dos dados indicou para o primeiro ensaio com carga de 5 N, um coeficiente de atrito médio após estabilização de 0.5 e um coeficiente de atrito inferior a 0.4, para o segundo experimento com carga de 3 N. Houve grande oscilação nos valores do coeficiente de atrito, no ensaio com carga de 5 N, durante os primeiros 80 metros percorridos.

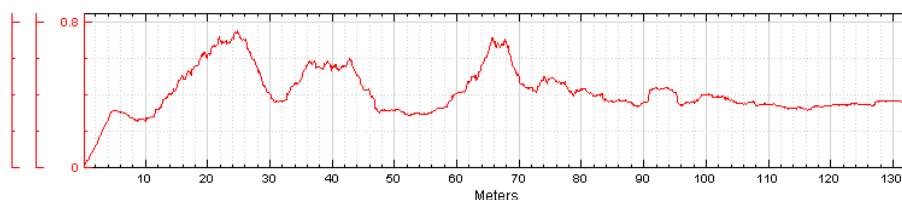
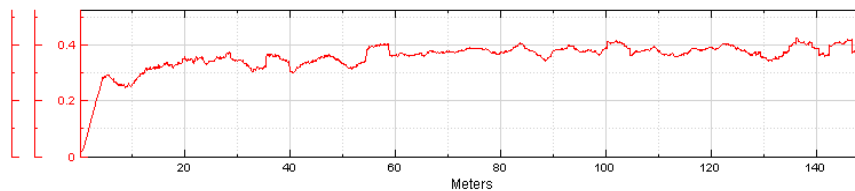


Gráfico 1: Coeficiente de atrito para carga de 5N:
Coeficiente de atrito x Metros percorridos



**Gráfico 2: Coeficiente de atrito para carga de 3N:
Coeficiente de atrito x Metros percorridos.**

Para o ensaio utilizando-se carga de 3 N, houve certa estabilidade dos valores do coeficiente de atrito durante todo o ensaio. Na Figura 13 é possível verificar as duas pistas de deslizamento para o ensaio com pinos e discos revestidos por DLC, sendo o arco mais externo para a carga de 5 N e o arco interno com a carga de 3 N. Nota-se a presença de placas mais escuras em ambas as pistas de deslizamento.

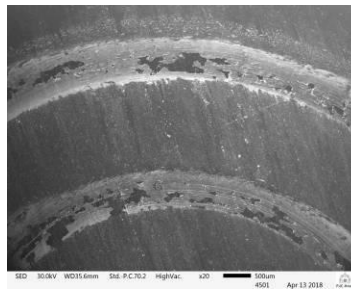


Figura 13: Microscopia eletrônica de varredura para o ensaio com carga de 3N e 5N, ampliação 20X.

Uma análise mais detalhada da Fig. 13 indicou que as partes escuras são a superfície do aço revestida por DLC. A exposição destas partes está relacionada ao trincamento e posterior fragmentação do material depositado sobre a pista de deslizamento, como indicado na Fig. 14. O comportamento foi similar para as duas cargas de ensaio.

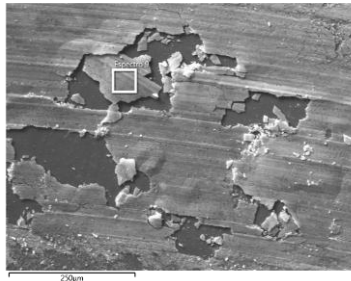


Figura 14: Material oxidado formado sobre a pista de deslizamento.

É possível verificar que não existe sulcamento na superfície do disco dentro do perfil de deslizamento, indicando que o mesmo obteve boa resistência ao desgaste. Pequenos sulcamentos com perfil uniforme são observados apenas na camada oxidada. Houve desgaste mais expressivo apenas no disco Fig. 15.

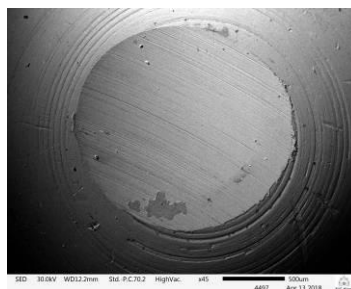


Figura 15. Detalhe do topo esférico do pino revestido por DLC.

Durante os ensaios surgiram elevadas tensões pela aplicação das cargas. Devido a geometria do pino, a distribuição destas tensões foi diferenciada, promovendo com isso o destacamento do filme depositado e, como consequência, o

contato do aço do pino com o material do disco. Durante o deslizamento, o revestimento do disco promoveu o desgaste do material do pino. O material desgastado oxidou sobre a superfície do disco. Geralmente, esses óxidos possuem elevada dureza e baixa tenacidade, justificando a fragmentação em decorrência da carga aplicada. Com esta fragmentação, a superfície do disco revestido por DLC foi exposta. Esses pequenos fragmentos agem como abrasivos intensificando o desgaste do aço do pino.

A Figura 16 mostra o mapa da composição química e distribuição dos elementos oxigênio, carbono e ferro na pista de deslizamento. Na Figura 16 (b) é possível verificar uma maior concentração do elemento oxigênio na pista de deslizamento, indicando um estado de oxidação do ferro nas regiões mais claras da Fig.16 (a). A distribuição do elemento carbono indicado na Fig. 16 (c) representa a superfície do disco revestido por DLC.

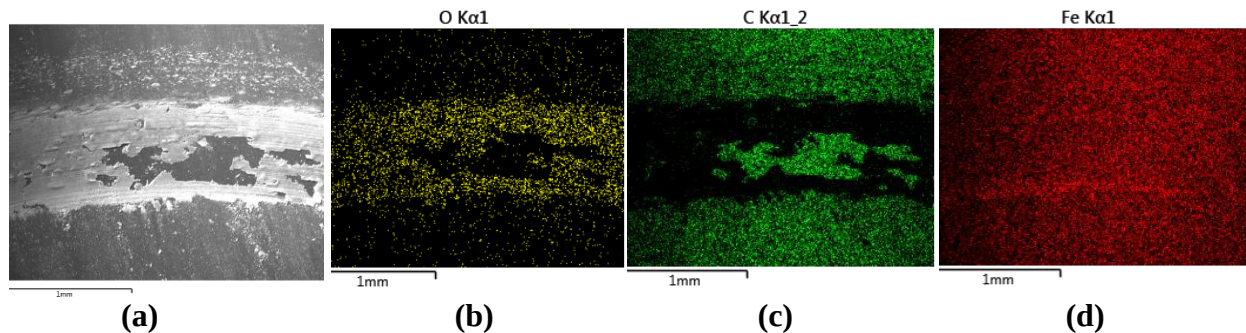
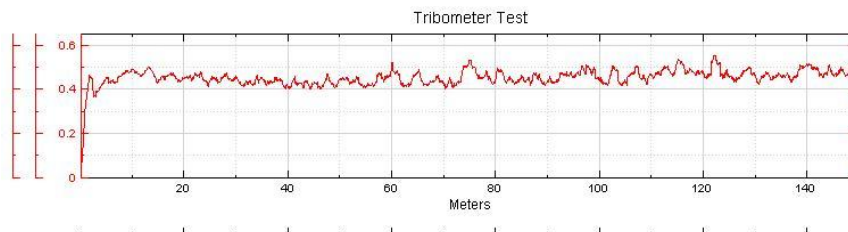
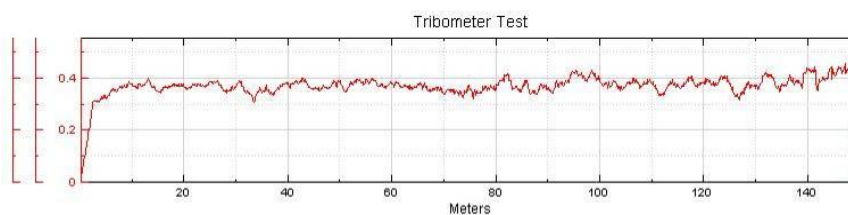


Figura 16: Mapa da distribuição dos elementos oxigênio e carbono na pista de deslizamento.

Nos Gráficos 3 e 4 estão indicados os coeficientes de atrito pela distância percorrida para o ensaio com pino e disco revestidos por DLC. A análise dos dados indicou para o primeiro ensaio com carga de 5 N um coeficiente de atrito médio de 0.4, enquanto o segundo experimento com carga de 3 N apresentou um coeficiente de atrito ligeiramente inferior a 0.4. Esses valores estão próximos aos obtidos com os materiais não revestidos. Esses resultados podem estar relacionado a elevada afinidade química entre o ferro presente no aço do pino com o carbono presente no revestimento do disco.



**Gráfico 3: Coeficiente de atrito para carga de 5N:
Coeficiente de atrito x Metros percorridos**



**Gráfico 4: Coeficiente de atrito para carga de 3N:
Coeficiente de atrito x Metros percorridos**

4. CONCLUSÕES

Pela análise das imagens obtidas por microscopia ótica e eletrônica de varredura para o material não revestido, pode-se concluir que o mecanismo de desgaste foi por abrasão para os dois tipos de carregamento. Existe uma forte evidência de arrancamento do material tanto do pino quanto do disco. Além disso, não há indícios de grande variação na largura dos sulcos em toda a sua extensão, indicando que os fragmentos se desgastam quase no mesmo nível.

O ensaio com carga de 5 N apresentou um coeficiente de atrito de 0.5, enquanto o com carga de 3 N um coeficiente 0.4. A variação nos valores dos coeficientes pode estar associada a formação e destruição da camada de óxidos durante o deslizamento do pino sobre o disco.

As partículas analisadas nos ensaios sem revestimento indicaram uma elevada concentração de carbono, ferro e oxigênio. Uma possível explicação para o tipo de desgaste seria a formação de uma superfície oxidada devido ao aumento de temperatura ocasionado pelo atrito e posterior deterioração em pequenos fragmentos mais duros que, subsequentemente, agirão como abrasivos, acelerando o desgaste.

O revestimento do pino não suportou os valores de carga estabelecido nos ensaios. O valor do coeficiente de atrito dos materiais revestidos ficou próximo de 0.4. O disco revestido por DLC não apresentou desgaste significativo, não foi observado a formação de sulcamento. O aço quando exposto e em contato com o revestimento DLC apresenta desgaste acelerado possivelmente associado a afinidade química entre os materiais.

4. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq e FAPEMIG pelo apoio financeiro. A Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), ao Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN/CNEN) e a Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais (PUC-MINAS) pelo apoio financeiro e uso das instalações.

5. REFERÊNCIAS

- ASTM G99-95A, Standard test method for wear testing with a pin-on-disc apparatus (1997).
- Forsich, C., Dipolt, C., Heim, D., Mueller, T., Gebeshuber, A., Holecek, R., Lugmair, C. 2014, Potential of thick a-C:H:Si films as substitute for chromium plating Surf. Coat. Technol., 241, pp. 86-92.
- Caschera, D. ; Cossari, P. ; Federici, F. ; Kaciulis, S. ; Mezzi, A. ; Padeletti, G. ; Trucchi, D.M. 2011, Influence of PECVD parameters on the properties of diamond-like carbon films. Thin Solid Films, vol.519(12), pp.4087-4091.
- Choi, J.; SoeJim A, K.; K A to , t.; K AWAGuChi, m.; lee , W. , 2012 Nitriding of high speed steel by bipolar PBII for improvement in adhesion strength of DLC films. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 357–360.
- Capote, G.; Bonetti, L.; Santos, L.; Trava-Airoldi, V.; Corat, E. , 2006, Adherent Diamond-Like Carbon Coatings on Metals Via PECVD and IBAD. Brazilian Journal of Physics, v. 36, no. 3B, p. 986 – 989.
- Gottardi, G. ; Laidani, N. ; Bartali, R. ; Micheli, V. ; Anderle, M. , 2008 Plasma enhanced chemical vapor deposition of a-C:H films in CH₄-CO₂ plasma: Gas composition and substrate biasing effects on the film structure and growth process. Thin Solid Films, Vol.516(12), pp.3910-3918.
- Guo, P. ; Li, X. ; Sun, L. ; Chen, R. ; Ke, P. ; Wang, A. 2017, Stress reduction mechanism of diamond-like carbon films incorporated with different Cu contents. Thin Solid Films, Vol.640, pp.45-51.
- Mansur, T. R. Avaliação e desenvolvimento de modelos de determinação de acúmulo de danos por fadiga em um aço estrutural. 2003. 215 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2003.
- Oliveira, H. M. S. Avaliação numérica do comportamento à fratura de um protótipo de vaso de pressão de reator PWR submetido a choque térmico pressurizado. 145 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia das Radiações, Minerais e Materiais). Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, Belo Horizonte, 2005
- Podgornik B, Vižintin J. 2001, Influence of substrate treatment on the tribological properties of DLC coatings. Diam Relat Mater;10:2232–2237.
- Robertson, J. 2002, Diamond-like amorphous carbon. Materials Science and Engineering R, v. 37, p. 129-281.
- S.-S. Hadinata, M.-T. Lee, S.-J. Pan, W.-T. Tsai, C.-Y. Tai, C.-F. Shih. 2013 Electrochemical performances of diamond-like carbon coatings on carbon steel, stainless steel, and brass. Thin Solid Films, 529, pp. 412-416.
- Trava-Airoldi, V. J.; Bonetti, L. F.; Capote, G.; Santos, L.; Corat, E. 2007A, A comparison of DLC film properties obtained by r.f. PACVD, IBAD and enhanced pulsed-DC PACVD. Surface and coatings technology, v.202, p.549 – 554.
- Trava-Airoldi, V. J.; Bonetti, L. F.; Capote, G.; Fernandes, J. A.; Santos, L.; Corat, E. 2007B, DLC film properties obtained by a low cost and modified pulsed-DC discharge. Thin Solid Film, v.516, p.272 – 276.

TRIBOLOGICAL BEHAVIOUR EVALUATION OF STRUCTURED STEEL COATED BY HYDROGENATED AMORPH CARBON

G.P. Raphael, raphaelmecanica@gmail.com.br^{1,2}

H. S. Klaus, klaushigor@yahoo.com.br²

B. S. Ítalo, italobsantos@gmail.com²

L.S. Luiz, silvall@cdtn.br³

S.M. Paulo, paulosabara@yahoo.com.br⁴

S.P. Ernani, ernani@demec.ufmg.br¹

¹ Universidade Federal de Minas Gerais, MG, Brasil

² Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, MG, Brasil

³ Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, MG, Brasil

⁴ Centro Universitário Una

Abstract: Nowadays, the growing demand for high performance materials in terms of strength and durability has been intensified, aiming at improving industrial processes and systems, reducing overall costs and increasing the useful life of components and equipments. Thus, the development of new materials with high mechanical resistance, low chemical inerte and thermal stability for industrial application has gradually increased. In this context, amorphous carbon coatings, such as Diamond Like Carbon (DLC), have shown to be promising. Carbon forms a variety of crystal structures due to its hybridizations (sp^3 , sp^2 and sp^1), whose relationship determines its mechanical, optical, electrical and chemical properties. DLC has a large number of sp^3 and sp^2 bonds, which can be divided into hydrogenated amorphous, hydrogenated tetrahedral amorphous and non- hydrogenated tetrahedral amorphous [1]. In the current study, the influence of the DLC coating on steel of high industrial application, which is compatible with most materials used in the construction of Angra I and Angra II nuclear power plants, was evaluated. Coating was performed using the Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (PECVD) technique and the tribological behaviour was evaluated.

Keywords: Hydrogenated Amorphous Carbon, Wear, SAE 8620.

“Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho”.