

EVOLUÇÃO TOPOGRÁFICA DE CONTRA-CORPOS ESFÉRICOS INERTES A CORROSÃO EM TESTES MICRO-ABRASIVO-CORROSIVOS

Miguel Angel Narvaez Ardila

Guilherme Henrique Alves Andrade

Jose Daniel Biasoli de Mello

Universidade Federal de Uberlândia, Campus Santa Mônica, Av. João Naves de Ávila, 2121 - Santa Mônica, Uberlândia - MG.

miguelnbp@gmail.com eng_mec.guilhermeandrade@gmail.com ltm-demello@ufu.br

Resumo: Recentes estudos apresentaram a influência da natureza e topografia da superfície na macroabrasão e microabrasão-corrosão. Pretendendo contribuir com essa linha de entendimento, o presente trabalho apresenta a evolução topográfica de contracorpos inertes a corrosão em testes abrasivo-corrosivos com o objetivo de contribuir ao entendimento do efeito das características superficiais no desgaste abrasivo com efeito corrosivo. Para isso foram feitos testes no equipamento de micro-abrasão-corrosão desenvolvido no Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM). Foram utilizados nos testes: amostras de aço inoxidável austenítico AISI 304 (acabamento final em lixa com granulometria #600), partículas abrasivas de sílica e velocidade de rotação de 150 rpm. Para a parte corrosiva foi usada uma solução eletrolítica com 1N de H_2SO_4 em água. Para avaliar a influência da evolução topográfica do contracorpo usaram-se três materiais em formato esférico ($\varnothing$ 25,4 mm): um cerâmico (nitreto de silício, Si_3N_4) e dois polímeros termoplásticos (poliacetal, POM, e polipropileno, PP). Foi acompanhada a evolução topográfica ao longo dos testes nos contracorpos por meio de interferometria e perfilometria. Para isso acompanhou-se a mesma trilha de arraste de partículas abrasivas durante todos os testes. Os resultados mostraram que o deslizamento de partículas abrasivas foi predominante nas calotas geradas em todos os ensaios, sendo evidente a maior largura de sulcos para os ensaios feitos com o contracorpo de nitreto de silício. A topografia de superfície do corpo e do contracorpo apresentou mudanças com o aumento no número de testes de micro-abrasão-corrosão realizados. Para os contracorpos poliméricos os valores dos parâmetros se mantiveram ou aumentaram ao longo do tempo de trabalho do contracorpo, enquanto que, para o nitreto de silício, diminuíram. Quando o R_q e/ou λ_q (de cada material do contracorpo) aumentaram, a taxa de desgaste também aumentou. Esta relação dos parâmetros aparenta ter maior sensibilidade em testes micro-abrasivo-corrosivos que em testes microabrasivos.

Palavras-chave: Micro-abrasão-corrosão; topografia de superfície; contracorpo.

1. INTRODUÇÃO

A ação da abrasão e a corrosão usualmente ocorrem em várias aplicações industriais e biomédicas (WOOD et al., 2010; LABIAPARI et al., 2017), mas a interação desses dois fenômenos ocorrendo juntos apresenta uma sinergia complexa. Assim, o desenvolvimento de metodologias robustas para testes simultâneos de abrasão-corrosão é essencial. Nos últimos 20 anos, uma técnica para estudar abrasão e corrosão ocorrendo juntas (*in situ*) foi desenvolvida, o ensaio de micro-abrasão-corrosão (SINNETT-JONES; WHARTON; WOOD, 2005; STACK; JAWAN; MATHEW, 2005; SUN; WHARTON; WOOD, 2009; THAKARE et al., 2009; WOOD et al., 2010; SANTOS et al., 2015). Ele combina testes de desgaste abrasivo por esfera rotativa (microabrasão) (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996) com técnicas eletroquímicas práticas, como a polarização eletroquímica e o potencial de circuito aberto (OCP) (REVIE; UHLIG, 2011). Esta técnica é amplamente utilizada para avaliar o comportamento abrasivo-corrosivo de diferentes materiais e revestimentos na presença de partículas abrasivas relativamente pequenas ($< 10\mu m$) (STACK; JAWAN; MATHEW, 2005; WOOD et al., 2010; LABIAPARI et al., 2017; ARDILA, 2019).

Em relação à micro-abrasão-corrosão, estudos mostram que as interações mecânicas da microabrasão podem influenciar o desgaste e as respostas eletroquímicas, sendo afetadas pela carga aplicada/concentração de partículas abrasivas (STACK; JAWAN; MATHEW, 2005; SUN; WHARTON; WOOD, 2009; WOOD et al., 2010; SANTOS et al., 2015) ou pela natureza do contracorpo (ARDILA et al., 2023) ou pela topografia da superfície (WOOD et al., 2010; COSTA et al., 2015; ARDILA et al., 2019), entre outros fatores. Os testes de micro-abrasão-corrosão requerem o uso de materiais de contracorpos (esferas) com reatividade química e elétrica muito baixa, de modo que a corrosão eletroquímica seja restrita ao corpo de prova e insignificante no contracorpo. Por esta razão, esferas cerâmicas ou poliméricas são usadas nesses tipo de testes (SINNETT-JONES; WHARTON; WOOD, 2005; STACK; JAWAN; MATHEW, 2005; ARDILA et al., 2023).

Em um estudo prévio (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020a) foi analisada a influência do material da esfera na microabrasão pura, usando cinco esferas diferentes: polipropileno (PP), poliacetal (POM), poliamida (PA 6.6), nitreto de silício (Si_3N_4) e Aço AISI 52100 (52100). Para os testes foram utilizados SiO_2 como abrasivo e aço inoxidável AISI 304

como corpo de prova. O material da esfera influenciou o coeficiente de atrito do sistema e, portanto, a facilidade de partículas duras entrarem no contato. Esferas macias (polímeros: PP, PA 6.6 e POM) apresentaram coeficientes de atrito mais baixos e taxas de desgaste mais altas devido ao arraste de partículas ser mais eficiente. As esferas mais duras apresentaram alguns sulcos largos e profundos com microindentações entre eles, reduzindo assim o desgaste quando comparadas com as esferas mais macias. Em um estudo subsequente (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b), aprofundou-se o entendimento da modificação topográfica da superfície do contracorpo durante a microabrasão pura e sua complexa relação com o desgaste do corpo de prova. Foram evidenciadas mudanças topográficas nas superfícies dos contracorpos durante a microabrasão. Os contracorpos apresentaram indícios de desgaste e degradação após os testes. Os valores dos parâmetros de rugosidade de altura S_q e dos parâmetros híbridos λ_q e S_{dq} tenderam a diminuir à medida que o tempo de teste aumentava após os 15 minutos iniciais de teste necessários para atingir uma condição de desgaste em estado estacionário. Por outro lado, o parâmetro S_z da contracorpo, associado apenas às maiores irregularidades superficiais, não se correlacionou com os coeficientes de desgaste dos corpos de prova (k). Um contraste entre a curtose e assimetria dos contracorpo (S_{ku} x S_{sk}) identificou regiões específicas para os diferentes materiais dos contracorpos, apresentando curvas de distribuição de altura muito não-gaussianas (a maioria com alta curtose e assimetria negativa), mas nenhuma tendência foi identificada em termos de evolução desses parâmetros com o aumento do tempo de teste. S_q e S_{dq} apresentaram uma relação linear com k dependente do material da esfera. λ_q mostrou uma relação linear geral independentemente do material da esfera, com valores mais altos de λ_q aumentando k independentemente do material do contracorpo. S_{tr} foi um bom indicador de sulcos da abrasão, mas mostrou uma relação linear com k apenas para a esfera de aço. A interpretação dos efeitos da evolução topográfica mostrou o forte impacto da rugosidade no arraste de abrasivos para a interface corpo/contracorpo.

Uma ampliação desses estudos foi iniciada para a micro-abrasão-corrosão, avaliando a influência do material da esfera (contracorpo) no teste. Para isso, foram utilizados três contracorpos esféricos diferentes, sendo: um cerâmico (Si_3N_4) e dois polímeros termoplásticos (polipropileno-PP e poliacetal-POM). O corpo de prova foi fabricado em aço inoxidável AISI 304. Testes feitos com as esferas cerâmicas de nitreto de silício tiveram menor taxa de desgaste e coeficiente de atrito quando comparados aos testes com contracorpos poliméricos (PP e POM). A maior capacidade de regeneração da camada passiva leva a um menor atrito que, por sua vez, gera um menor desgaste, levando, assim, à maior capacidade de regeneração da camada passiva. A natureza do contracorpo influencia o arrasto das partículas abrasivas na interface com a abrasão. Os contracorpos poliméricos possuem melhor capacidade de levar maiores quantidades de partículas abrasivas para a interface, promovendo maior eficácia na remoção dos produtos de corrosão, (inclusive o filme de $FeSO_4$) quando comparados aos contracorpos cerâmicos, levando assim a um maior desgaste e coeficientes de atrito.

O presente trabalho pretende contribuir à evolução dos estudos prévios anteriormente relatados. Assim, apresenta-se a evolução topográfica de contracorpos inertes a corrosão em testes abrasivo-corrosivos com o objetivo de contribuir ao entendimento do efeito das características superficiais no desgaste abrasivo com efeito corrosivo.

2. METODOLOGIA

Para o presente trabalho usou-se a bancada de testes de micro-abrasão-corrosão desenvolvida no Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM-UFRJ) apresentada por Santos et al. (2015). O equipamento de micro-abrasão-corrosão teve modificações no sistema de aplicação de carga, conforme referenciado por Ardila et al. (2019). Estas modificações foram desenvolvidas para garantir que a força, no par amostra-esfera, seja predominantemente horizontal, X, ou seja, a existência de uma só componente de força normal pela aplicação do peso morto. No sistema antigo, a célula de carga estava ligada diretamente ao sistema de alavanca, o que implicava que a força aplicada pelo peso morto no par amostra-esfera tivesse duas componentes: uma de força normal (horizontal X) e outra tangencial (força de atrito, vertical Y). A carga aplicada pelo sistema de alavanca ao sistema do carro transmissor da carga é 1,22 vezes maior que a carga induzida pelo peso morto (ARDILA et al., 2019).

Para o presente estudo, com o objetivo de abarcar a maioria de famílias de materiais para contracorpos usados em testes tribocorrosivos, foram escolhidos três tipos de contracorpos esféricos ($\varnothing$ 25,4 mm): um contracorpo cerâmico e dois contracorpos de polímeros termoplásticos. Foi selecionado como contracorpo cerâmico o nitreto de silício (Si_3N_4) que é majoritariamente referenciado em estudos tribológicos como revestimento feito por deposições químicas em fase vapor (CVD) e deposição física em base vapor (PVD). O contracorpo de Si_3N_4 foi escolhido para reforçar se os resultados apresentados quando se utilizou esfera de zircônia (COSTA et al., 2015; LABIAPARI, 2015; SANTOS et al., 2015) são característicos de materiais cerâmicos e serem comparáveis a estudos de microabrasão (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b). Além disso, este material foi referenciado como contracorpo em estudos de tribocorrosão ou desgaste em meios agressivos (XIA; LI, 2008; HUANG et al., 2016; WANG, Y. et al., 2016; WANG, Z. et al., 2016). Para contracorpos poliméricos observou-se que existe uma grande variedade de polímeros termoplásticos em formato de esferas. Estudos anteriores na microabrasão mostraram o comportamento de contracorpos poliméricos na microabrasão (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020a; b). Baseado nesses estudos decidiu-se usar dois diferentes tipos de contracorpos poliméricos, os quais apresentaram um comportamento antagônico na microabrasão, sendo: polipropileno – PP e poliacetal – POM. Na Tabela 1 apresentam-se algumas propriedades destes polímeros. Os valores iniciais da rugosidade dos contracorpos, R_q (rugosidade quadrática média) e λ_q (Comprimento de onda do perfil RMS), resumidos na Tab. 1,

foram medidos por perfilometria através de um perfilômetro *Taylor Hobson Talysurf Intra2®*. As propriedades viscoelásticas das esferas poliméricas foram caracterizadas usando uma bancada de teste Dinâmico-Mecânico (DMA) modelo Netzsch DMA 242E Artemis®, no modo de compressão, com carga cíclica entre 8 e 0 N, frequência de 1 Hz e amplitude de 140 μm . Mais detalhes podem ser encontrados na Ref. (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020a). Não foram utilizados contracorpos metálicos para não contribuir com as medições de ruído eletroquímico *in situ*.

Tabela 1. Principais propriedades dos materiais de contra-corpo, obtidos a partir de (WYPYCH, 2016a; b; c; ARDILA et al., 2019).

Propriedades	Polímeros		Cerâmico
	PP	POM	Si ₃ N ₄
Densidade, ρ [g/cm³]	0,84 a 0,91	1,35 a 1,53	3,29
Modulo elástico, E [MPa]	1700 a 2900	3000	310 x 10 ³
Temperatura de transição vítrea, T_{VT} [°C]	-9 a -51	-60 a -90	
Dureza - H_e	HRR = 102 - 103	HRR = 117 - 120	HV = 1240
Rugosidade quadrática média, R_q [μm]	1,327	0,866	0,107
Comprimento de onda do perfil RMS, λ_q [μm]	55,1	41,9	17,0

Como corpos de prova foram utilizadas amostras de chapas (30 x 35 x 6 mm) de aço inoxidável austenítico AISI 304 (18Cr8Ni), cuja composição química é apresentada na Tab. 2. Para a detecção dos elementos C e S utilizou-se a técnica de absorção de infravermelho (*Leco, CS444®*), o elemento N foi determinado pela técnica de termocondutividade (*Leco, TC436®*) e os demais elementos químicos pela técnica de espectrometria de fluorescência de raios X (*ThermoARL, 9900®*). Sua dureza - H_C - é de $1,91 \pm 0,05$ GPa (9 ± 1 HRC convertido para HV de 192 ± 4), utilizando a norma ABNT NBR ISO 6508-1 (ABNT, 2008) no durômetro *INSTRON WOLPERT, Testor 930®*. Conforme metodologia previamente desenvolvida (SANTOS et al., 2015; LABIAPARI et al., 2017; ARDILA et al., 2019), os corpos de prova foram lixados com uma sequência de granulometria de lixa de: #80, #220, #320 e #600, entre 8 e 14 h antes de cada teste de micro-abrasão-corrosão para estabilização da camada passiva. A superfície, após o lixamento, resultou na topografia de $S_a = 0,254$ μm , medida por interferometria a laser 3D (UBM Microfocus Expert IV®). O controle das topografias dos corpos de prova visa minimizar sua influência nos resultados (COSTA et al., 2015; ARDILA et al., 2019). Após o lixamento, os corpos de prova foram lavados e limpos com ultrassom em acetona por 5 minutos e, por fim, foi delimitada, com esmalte de nitrocelulose sintética e cera parafínica, a área de trabalho de 2 cm² ($0,8 \times 2,5$ cm) (área exposta) conforme metodologia desenvolvida anteriormente (SANTOS et al., 2015; ARDILA et al., 2019). Mais detalhes sobre o desenvolvimento da delimitação e isolamento dos corpos de prova para testes de micro-abrasão-corrosão podem ser encontrados nas Ref. (SANTOS et al., 2015; ARDILA et al., 2019).

Tabela 2. Composição química do aço inoxidável austenítico AISI 304

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Nb	Co	V	Cu	N
% em peso	0,055	1,15	0,42	0,025	0,0009	18,28	8,01	0,063	0,005	0,114	0,045	0,085	0,042

Como material para as partículas abrasivas foi utilizada sílica (SiO₂) fabricada pela Sigma Aldrich. A microdureza das partículas indicada pelo fabricante foi de 8,1 GP (826 HV). Essas partículas abrasivas foram caracterizadas (ver Figura 1) em um trabalho anterior (ARDILA et al., 2019). Nelas, foi identificada uma distribuição assimétrica normal da granulometria das partículas abrasivas com tamanho médio de partícula de 1,92 μm , determinado por laser (Cilas 1190), com 80 % das partículas com diâmetro inferior a 3 μm .

Os testes de micro-abrasão-corrosão foram realizados usando uma lama com partículas abrasivas de SiO₂ (10 % em peso) em solução de 1N H₂SO₄ em água destilada, bombeada sobre o corpo de prova a uma taxa de 1,7 ml min⁻¹, o qual foi parcialmente submerso (SANTOS et al., 2015) em 180 ml de solução eletrolítica de 1N H₂SO₄ em água destilada. A carga normal adquirida pela célula de carga ficou entre 0,85 e 1,02 N. A velocidade de rotação dos contracorpos foi de 150 rpm. Para a corrosão usou-se uma taxa de aumento de potencial de 0,85 mV/s. Foram levantadas curvas de polarização eletroquímica durante o teste. Para completar a célula eletroquímica foi usada uma gaze de platina (contraeletrodo) e um eletro de Calomelano saturado (eletrodo de referência).

Para cada bateria de testes de micro-abrasão-corrosão, o tempo de teste foi de 30 min. Este tempo de teste foi determinado através de estudos anteriores em microabrasão (ARDILA et al., 2019; ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020a; b). Mudanças significativas na topografia do contracorpo durante o teste provavelmente podem afetar as condições de arraste de partículas (COSTA et al., 2015; LABIAPARI et al., 2017; ARDILA et al., 2019; ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b). O tempo determinado da bateria de teste garantiu que o corpo de AISI 304 estava em regime de desgaste

permanente. Trabalhos anteriores (LABIAPARI et al., 2017; ARDILA et al., 2019) mostraram que um tempo de teste de 15 min foi suficiente para a estabilização do coeficiente de desgaste do AISI 304 de modo que um regime de desgaste em estado estacionário fosse alcançado. Para cada tipo de contracorpo foram usadas três esferas distintas. Em cada esfera foram realizadas três baterias de testes micro-abrasivo-corrosivos, acumulando 90 min de teste para cada contracorpo testado.

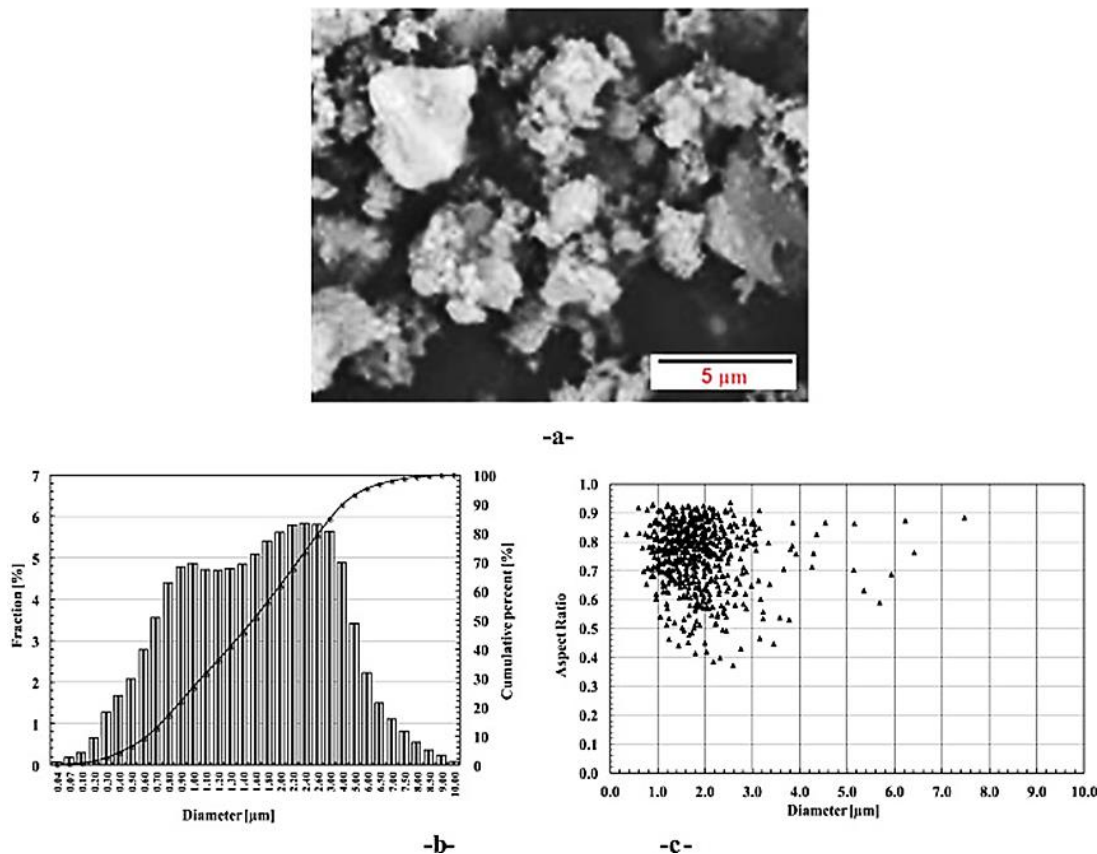


Figura 1. (a) imagem MEV de SiO₂. (b) distribuição granulométrica das partículas abrasivas de SiO₂ (c) Distribuição da razão de aspecto das partículas de SiO₂ (ARDILA et al., 2019).

Para caracterizar a modificação da topografia superficial dos contracorpos utilizou-se o perfilômetro *Taylor Hobson Talysurf Intra2®*. Primeiramente foi garantido que, durante as baterias de teste, a esfera tivesse uma trilha de movimentação de abrasivo similar, durante a totalidade do teste (90 min), com o objetivo de obter uma modificação topográfica mais significativa e localizada (se é que esta modificação existe). Para isto, usou-se a metodologia estabelecida em trabalho anterior (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b), o qual consiste em usar marcas de referência na esfera com o objetivo de que a mesma fosse fixada sempre na mesma posição e, dessa forma, garantisse que o arraste do abrasivo fosse feito aproximadamente na mesma trilha, como é explicado na Fig. 2-a. Foram realizadas medições da topografia ao final de cada bateria de teste (30 min), e a medição foi sempre na mesma seção da trilha (1/4 da circunferência), como apresenta a Fig. 2-a. Em cada intervalo de medição foram feitos cinco perfis com 3 mm de comprimento sob a trilha de arraste de abrasivo e, destas medições, descartavam-se o maior e o menor valores dos parâmetros de rugosidade. A Fig. 2-b apresenta o esquema de medição dos perfis 2D para cada intervalo de medição. Para a análise dos perfis topográficos das superfícies dos contracorpos foi utilizado um filtro de forma esférico e um filtro gaussiano para a ondulação de *cut-off* de 0,025 mm. Os parâmetros analisados, baseados em estudos similares da microabrasão (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b), foram: R_q (rugosidade quadrática média) e λ_q (Comprimento de onda do perfil RMS).

Após cada teste de micro-abrasão-corrosão, mediu-se o diâmetro da cratera de desgaste gerada nos espécimes de AISI 304 para determinar o coeficiente de desgaste (k) com cada contracorpo em cada bateria de teste. O volume da cratera de desgaste (V) foi estimado a partir das medições do diâmetro da cratera de desgaste (b) após cada intervalo como $V \approx \frac{\pi b^2}{64R}$, assumindo uma cratera perfeitamente esférica que se conforma ao raio da esfera (R). Em seguida, os coeficientes de desgaste (k) foram calculados como $k = V/(S \cdot N)$, onde S é a distância de deslizamento e N é a carga normal aplicada (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999; ARDILA et al., 2019).

Para a análise das superfícies desgastadas foram empregadas a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a espectroscopia de dispersão de energia de raios X (EDS). A MEV foi realizada em 10 kV em dois equipamentos diferentes: Zeiss Leo 940A® e Zeiss Evo MA10®, enquanto a análise EDS utilizou um modelo TESCAN Vega3®.

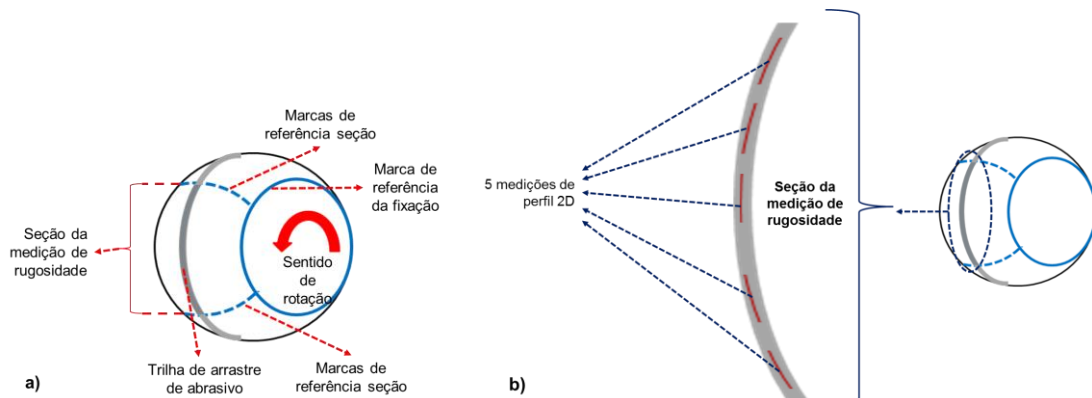


Figura 2. Avaliação da evolução da topografia da superfície da esfera: (a) Esquema das linhas de referência utilizadas para posicionamento; (b) medição dos perfis 2D nas trilhas desgastadas para cada bateria de teste (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b).

3. RESULTADOS

Avaliou-se as mudanças da topografia superficial dos contracorpos de polímeros (PP e POM) e cerâmico (Si_3N_4) após a realização de três baterias de testes micro-abrasivo-corrosivos em amostras de aço inoxidável AISI 304 mantendo a mesma trilha de arraste de cada contracorpo, sendo cada bateria de 30 min, totalizando 90 min de teste para cada contracorpo, como foi explicado na metodologia. Na Figura 3 é apresentada a mudança dos parâmetros R_q e λ_q ao longo dos testes, sendo esses os parâmetros que foram mais influenciados quando os contracorpos foram acompanhados em testes de microabrasão pura (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b).

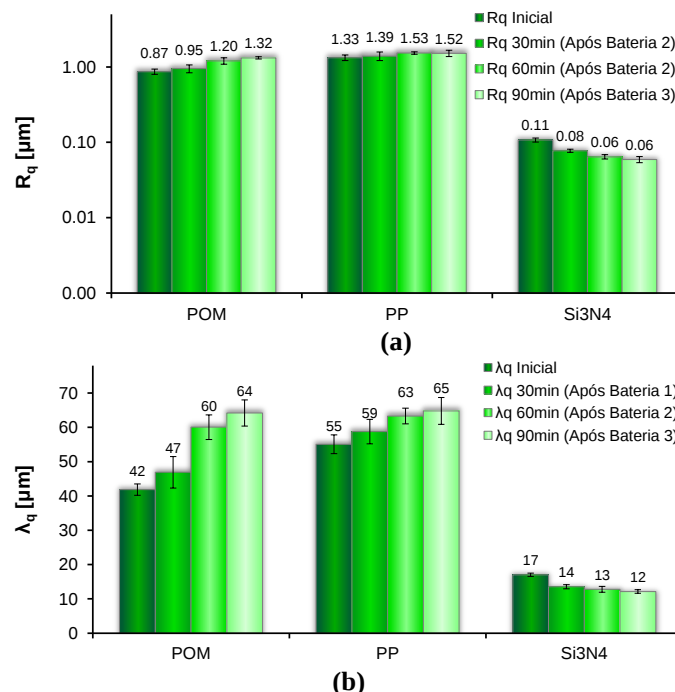


Figura 3. Mudança média da topografia da superfície dos contracorpos ao fazer testes micro-abrasivo-corrosivos em aço inoxidável AISI 304 com 10 % de partículas abrasivas em meio de 1N de H_2SO_4 . (a) R_q ; e (b) λ_q .

O comportamento de R_q e λ_q é similar para cada tipo de contracorpo. Observa-se que existiram mudanças nos valores dos parâmetros de rugosidade para todos os contracorpos ao final das três baterias de teste. Para os contracorpos poliméricos ($H_c/H_e > 1$) os valores de R_q e λ_q tenderam aumentar após os 90 min, enquanto para o contracorpo cerâmico ($H_c/H_e < 1$) os valores de R_q e λ_q tenderam diminuir. Os valores de R_q e λ_q aumentam de maneira incremental e equivalente

para cada intervalo de 30 min para contracorpos poliméricos e diminuem de maneira decremental para contracorpos cerâmicos, sendo que:

- Para contracorpos de POM os valores iniciais eram de $R_q = 0,87 \mu\text{m}$ (Fig. 3-a) e $\lambda_q = 42 \mu\text{m}$ (Fig. 3-b) e, após as três baterias de teste (90 min), foram para 1,32 e 64 μm , respectivamente, representando um incremento de 52 % para R_q e λ_q .
- Para contracorpos de PP os valores iniciais eram de $R_q = 1,33 \mu\text{m}$ (Fig. 3-a) e $\lambda_q = 55 \mu\text{m}$ (Fig. 3-b) e, após as três baterias de teste (90 min), foram para 1,33 e 65 μm , respectivamente, representando um incremento de 14 % para R_q e 18 % para λ_q .
- Para contracorpos de Si_3N_4 os valores iniciais eram de $R_q = 0,11 \mu\text{m}$ (Fig. 3-a) e $\lambda_q = 17 \mu\text{m}$ (Fig. 3-b) e, após as três baterias de teste (90 min), foram para 0,06 e 12 μm , respectivamente, representando um decremento de 45 % para R_q e 29 % para λ_q .

Uma pesquisa anterior mostrou que o comportamento da topografia do contracorpo após 90 min de testes de microabrasão pura (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b) têm a tendência dos valores S_q e λ_q permanecerem similares ou diminuir para contracorpos poliméricos ($H_c/H_e > 1$) e de diminuir para contracorpos cerâmicos ($H_c/H_e < 1$). Assim, os presentes resultados mostram que o comportamento dos contracorpos poliméricos durante testes micro-abrasivo-corrosivos mudou quando comparado aos testes microabrasivos. Enfatizando a comparação dos parâmetros do contracorpo em testes microabrasivos (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b) com os atuais resultados de testes micro-abrasivo-corrosivos (Fig. 3), a mudança de comportamento é evidente nos contracorpos poliméricos (PP e POM), tendendo a diminuir os valores de R_q e λ_q em testes microabrasivos (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b) enquanto esses valores tendem a aumentar nos testes micro-abrasivo-corrosivos. Para o contracorpo cerâmico (Si_3N_4) o comportamento do R_q e λ_q na micro-abrasão-corrosão é similar ao apresentado na microabrasão pura (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b), embora a proporção de redução nos valores dos parâmetros seja maior nos contracorpos usados nos testes micro-abrasivo-corrosivos.

O aspecto superficial dos contracorpos após 90 min de testes puramente microabrasivos não evidenciou nenhuma mudança significativa na superfície do contracorpo de Si_3N_4 , enquanto que alguma alteração físico-química na superfície dos contracorpos poliméricos tenha existido, observando-se predominantemente a geração de tribocamada com a presença de sulcos (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b). Foi observado o aspecto superficial dos contracorpos após testes micro-abrasivo-corrosivos via microscopia eletrônica de varredura (Fig. 4). É evidente que existe uma significativa modificação superficial nos contracorpos poliméricos (Fig. 4-a e b). O contracorpo de Si_3N_4 também apresentou características superficiais diferentes da condição inicial (Fig. 4-c).

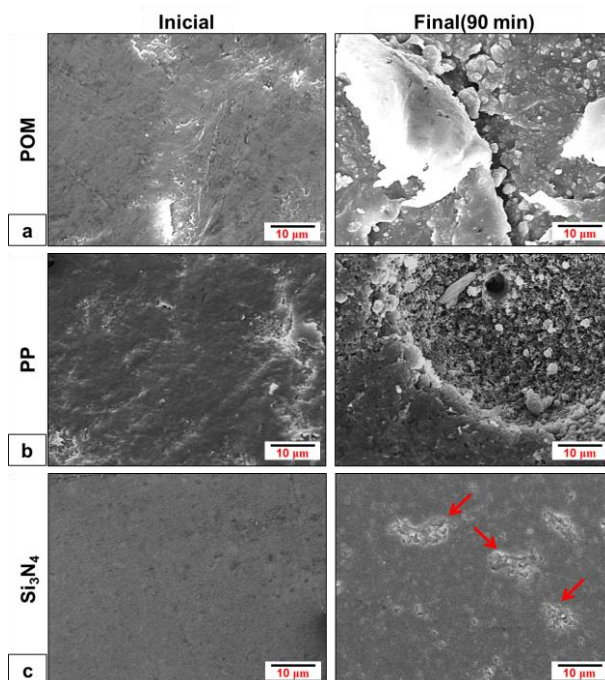


Figura 4. Microscopia eletrônica de varredura MEV típica da trilha de arraste de abrasivos dos contracorpos usados nos testes micro-abrasivo-corrosivos, antes e depois de tres bateria de testes: (a) POM; (b) PP; (c) Si_3N_4 .

Quando foi comparado o aspecto topográfico final dos testes micro-abrasivo-corrosivos em relação aos testes microabrasivos, foi observado que o aspecto superficial final é diferente. De acordo com o estudo anterior de microabrasão pura (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b) não foi observada nenhuma mudança significativa na superfície do contracorpo de Si_3N_4 , enquanto que nos testes micro-abrasivos-corrosivos existem algumas

descontinuidades no aspecto liso da superfície, as quais estão sinalizadas com setas vermelhas na Fig. 5.4-c. Para os contracorpos poliméricos (PP e POM) os testes puramente microabrasivos tinham apresentado a predominância de alterações físico-químicas na superfície, mostrando a geração de uma tribocamada uniforme com sulcamento (ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020b), enquanto que para os testes micro-abrasivos-corrosivos nos contracorpos poliméricos parece não existir formação de tribocamada e a presença de sulcos foi esporádica, tendo uma aparente predominância de remoção de material (crateras e deformação plástica com aspecto de lamelas). Na Figura. 5 é apresentada a análise de EDS das superfícies dos contracorpos de POM (Fig. 5-a) e PP (Fig. 5-b) após os testes micro-abrasivo-corrosivos, sendo identificadas a presença de C, Si, O e S. Observa-se que, nas superfícies, existe predominância do C, elemento que é o principal componente dos materiais poliméricos, possuindo picos de alta intensidade quando comparado com os picos dos outros elementos encontrados (Si, O e S). A detecção de Si e O indica a presença de resíduos de partículas abrasivas, mas, pela sua baixa intensidade, entende-se que não existe uma tribocamada contínua na superfície. O enxofre, S, é proveniente do meio eletrolítico que pode ter contaminado a superfície dos contracorpos.

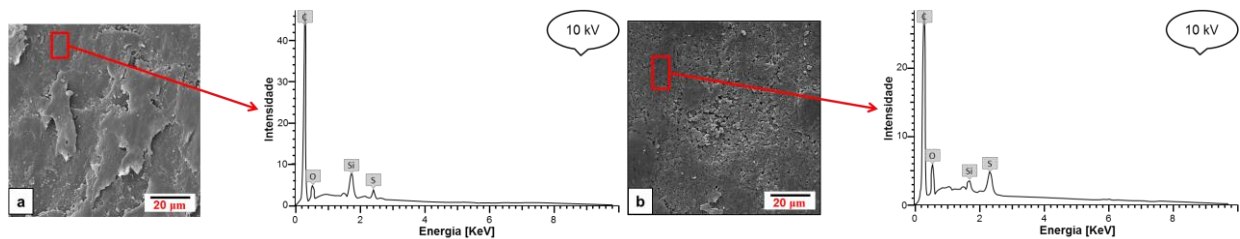


Figura 5. Análises EDS típicas nas trilhas de arraste de abrasivo dos contracorpos poliméricos, geradas após 90 min de testes micro-abrasivo-corrosivos: (a) POM; (b) PP.

Os aspectos superficiais dos contracorpos de PP e POM são similares aos apresentados no desgaste por deslizamento em polímeros e compósitos termoplásticos (DAVIS; COMMITTEE, 1994; LEFFLER, 1996; CALLISTER, 2002; SHIPWAY, 2004; KRELLING et al., 2017). Nestes, os mecanismos de desgaste predominantes são adesão e fadiga. A não formação de tribocamada contínua na superfície dos contracorpos poliméricos na micro-abrasão-corrosão influenciou para que as mudanças topográficas superficiais fossem diferentes do observado na microabrasão, o que pode explicar o comportamento inverso nos parâmetros de rugosidade.

Embora a existência de uma tribocamada na superfície dos contracorpos após os testes micro-abrasivo-corrosivos não tenha sido constatada, a presença de partículas abrasivas engastadas na superfície foi constatada. Nas Figuras 4-a e -b são observadas partículas com morfologia similar ao apresentado pelas partículas abrasivas de sílica (Fig. 1-a). A Figura 6-a mostra a comparação morfológica das partículas abrasivas de sílica (Fig. 1-a) com as partículas vistas na superfície dos contracorpos poliméricos, as quais têm similaridade morfológica, ressaltadas pelos círculos verdes. A análise de composição via EDS confirma que nessas partículas existe um alto percentual de Si e O (Fig. 6-b), corroborando que as mesmas são partículas de sílica (SiO_2).

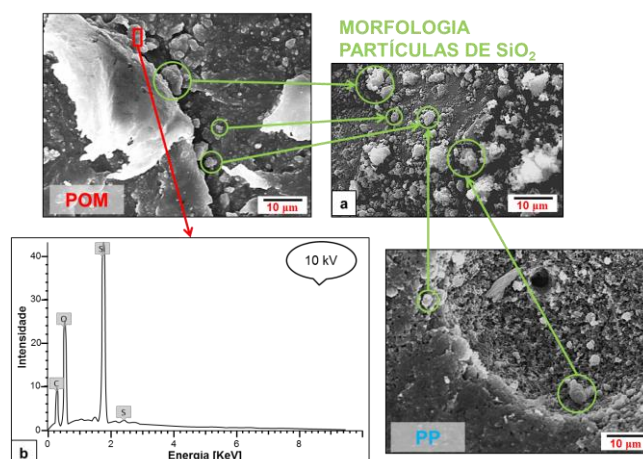


Figura 6. (a) Comparação morfológica das partículas abrasivas de sílica com as partículas apresentadas na superfície dos contracorpos poliméricos de PP; (b) análise EDS típica das partículas na superfície dos contracorpos.

A Figura 7 mostra o comportamento médio do k para o aço AISI 304 em cada bateria de testes micro-abrasivo-corrosivos dos contracorpos de diferentes tipos. Neles observa-se que as tendências de comportamento do k variam para cada tipo de contracorpo e pelo tempo de uso deste. Os testes feitos com contracorpos poliméricos (POM e PP) mostraram tendência de aumento do k com o tempo de uso do contracorpo, enquanto que para o contracorpo de Si_3N_4 o

comportamento do k diminui. Esses comportamentos para o k são similares aos comportamentos observados para os valores de R_q e λ_q dos contracorpos (Fig. 3). O aumento do k de 30 min a 90 min de uso dos contracorpos poliméricos foi de 31 % para POM e 11 % para PP, enquanto o k diminuiu 41 % para o contracorpo cerâmico. Isso evidencia que as mudanças topográficas no contracopo em testes micro-abrasivo-corrosivos, decorrentes do uso contínuo, levam a mudanças nos resultados do teste, influenciando a taxa de desgaste k .

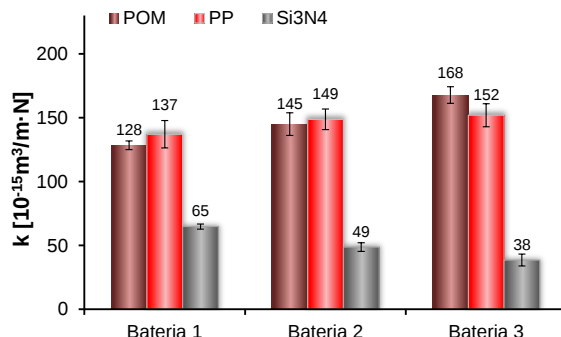


Figura 7. Coeficientes de desgaste abrasivo, k , medido a cada 30 min de ensaio para os três contracorpos estudados.

Para entender melhor a influência das mudanças topográficas do contracorpo nos resultados de testes foi analisado o aspecto das calotas geradas nas amostras de aço AISI 304 via microscopia eletrônica de varredura (Fig. 8). O deslizamento de partículas abrasivas foi predominante nos testes realizados, o qual é caracterizado por sulcamentos que apresentam um aspecto de linhas paralelas. O aspecto do deslizamento de partículas dos contracorpos poliméricos (POM e PP) é similar entre eles, como também quando o contracorpo foi usado nas diferentes baterias de teste (Bateria 1, 2 e 3, Fig. 8-a e -b). Esse aspecto similar entre baterias parece indicar que não existe influência dos mecanismos de desgaste na dinâmica das partículas abrasiva pelas variações topográficas dos contracorpos poliméricos com o aumento do tempo de uso destes. As calotas geradas com contracorpos de Si_3N_4 (Fig. 8-c) apresentam um aspecto diferente quando comparadas com as calotas geradas com os contracorpos poliméricos. Igualmente, o aspecto do deslizamento das partículas foi mudando com o número de testes realizados pelo contracorpo cerâmico, acompanhando, de certa forma, a diminuição do k .

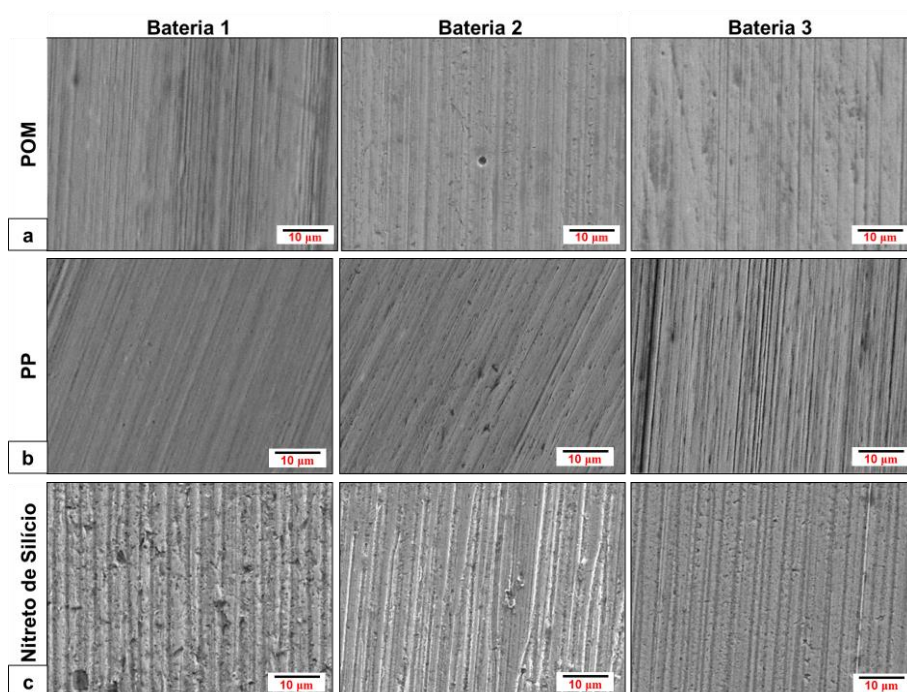


Figura 8. Microscopias eletrônica de varredura (MEV) das calotas geradas nos teste micro-abrasivo-corrosivos em aço inoxidável AISI 304 usando diferentes contra-corpos sendo reusados em 3 baterias de teste: (a) POM; (b) PP; (c) Si_3N_4 .

As diferenças na taxa de desgaste e seu correspondente aspecto superficial são atribuídos à dinâmica de repassivação na superfície das amostras de AISI 304 (LABIAPARI et al., 2017; ARDILA et al., 2019; LABIAPARI et al., 2019; ARDILA et al., 2023). Maiores taxas de remoção de material levam a uma remoção mais efetiva da camada repassivada que é formada por um filme de FeSO_4 , o qual leva a coeficientes de atrito mais baixos. Para observar esta dinâmica de

repassivação foram avaliadas as curvas de polarização geradas nos testes micro-abrasivo-corrosivos (Fig. 9-a). A Figura 9-a mostra que a tendência de comportamento passivo do aço AISI 304 não foi alterada pelo uso de diferentes tipos de contracorpos, mas para cada tipo de contracorpo existiu uma faixa de passivação distinta, ou seja, uma diferente capacidade de passivação para esse material. As menores densidades de corrente foram apresentadas por testes feitos com contracorpos de Si_3N_4 . As mudanças menos significativas das curvas entre as baterias foram do contracorpo de PP seguido pelo POM. Para maior facilidade de comparação, a densidade de corrente de passivação para o potencial de 0,5 V é apresentada na Fig. 9-b. De forma geral, a densidade de corrente apresentou um comportamento similar ao da taxa de desgaste (Fig. 7). Isto mostra que a capacidade de passivação e a taxa de desgaste estão correlacionadas. Maiores taxas de desgaste correspondem a maiores densidades de corrente de passivação (menor resistência à corrosão). As maiores taxas de desgaste removem de forma mais efetiva o filme de FeSO_4 , refletindo no aumento da densidade de corrente (menor capacidade de repassivação) da superfície da amostra, levando a uma diminuição do coeficiente de atrito, o que, por sua vez, facilita a entrada de partículas abrasivas na interface, levando assim a um maior número de eventos acontecendo na zona de contato. Seguindo esta linha de raciocínio, acredita-se que a mudança de topografia da superfície de cada contracorpo altera a probabilidade de que as partículas abrasivas entrem na interface. Sendo assim, topografias com parâmetros de rugosidade com valores maiores aumentam a probabilidade da participação de partículas e, desta forma, aumentam o número de eventos acontecendo na zona de contato (LABIAPARI et al., 2017; ARDILA et al., 2019; LABIAPARI et al., 2019; ARDILA; COSTA; DE MELLO, 2020a; ARDILA et al., 2023). Como foi dito anteriormente afirma-se na literatura que altos coeficientes de atrito dificultam o arraste de abrasivo (ALLSOPP; TREZONA; HUTCHINGS, 1998; COZZA; TANAKA; SOUZA, 2011; COSTA et al., 2015; KRELLING et al., 2017). Os coeficientes de atrito dos testes micro-abrasivo-corrosivos estão apresentados na Fig. 9-c. O coeficiente de atrito foi menor para testes feitos com o contracorpo de nitreto de silício. O comportamento do coeficiente de atrito para cada contracorpo é inverso ao comportamento apresentado na taxa de desgaste (Fig. 5.28), densidade de corrente (Fig. 5.31) e mudança dos parâmetros de rugosidade (Fig. 5.24), o que pode reforçar o que foi afirmado anteriormente.

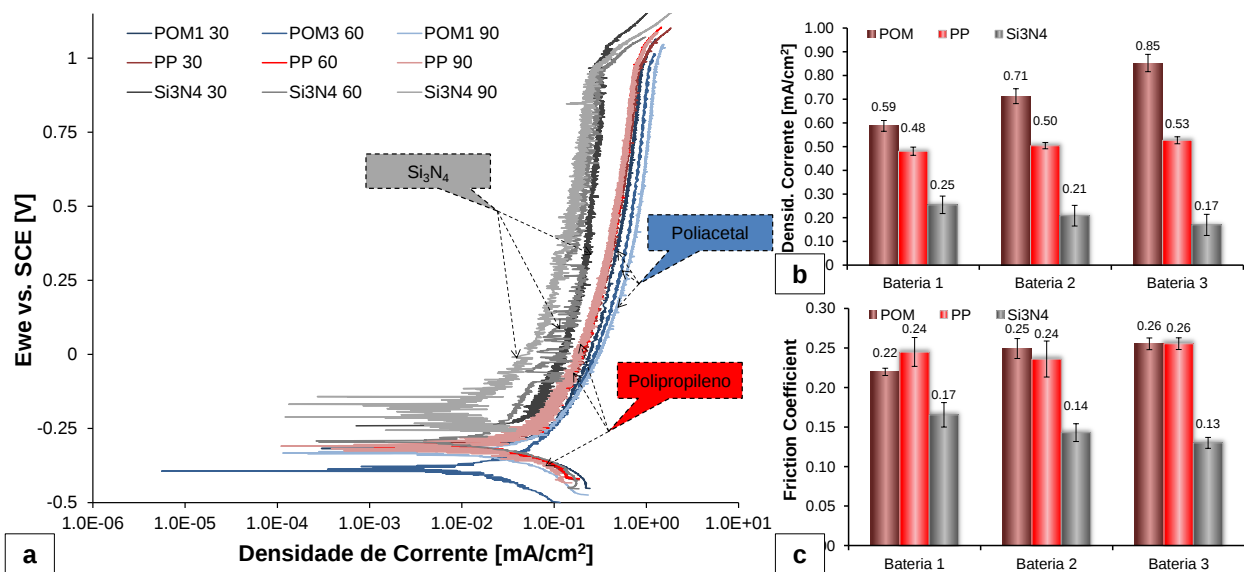


Figura 9. (a) Curvas de polarização para cada bateria de ensaios; (b) Valores de densidade de corrente para o potencial de 0,5 V; (c) coeficiente de atrito obtido nos testes.

4. CONCLUSÕES

Ao fazer testes micro-abrasivo-corrosivos em aço inoxidável AISI 304, usando partículas abrasivas de sílica e mudando a natureza do contracorpo entre nitreto de silício (cerâmico), poliacetal e polipropileno (polímeros), observou-se uma predominância de deslizamento de partículas abrasivas na superfície do aço, sendo evidente a maior largura de sulcos para testes com contracorpo de nitreto de silício.

A topografia de superfície do corpo e contracorpo mostrou ter mudança com o aumento no tempo de testes de micro-abrasão-corrosão realizados. Para os contracorpos poliméricos os valores dos parâmetros de rugosidade aumentaram ao longo do tempo de trabalho, enquanto que para o nitreto de silício diminuíram. Quando o R_q e/ou λ_q , de cada material do contracorpo aumentaram, a taxa de desgaste também aumentou. Foi associado este comportamento à alteração da probabilidade de que as partículas abrasivas entrem na interface de acordo com a mudança de topografia da superfície de cada contracorpo. Esta relação dos parâmetros aparenta ter maior sensibilidade em testes micro-abrasivo-corrosivos que em testes microabrasivos.

5. REFERÊNCIAS

- ABNT. **Materiais metálicos - Ensaio de dureza Rockwell Parte 1: Método de ensaio (escalas A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)**. Rio de Janeiro: Associação Brasileira de Normas Técnicas ABNT: 27 p. 2008.
- ARDILA, M. A. N. **Efeito da deformação prévia a frio na microa-brasão e micro-abrasão-corrosão**. 2019. 19 f. Projeto de pesquisa Pós-doutorado CNPq-PDJ - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.
- ARDILA, M. A. N.; COSTA, H. L.; DE MELLO, J. D. B. Influence of the ball material on friction and wear in microabrasion tests. **Wear**, v. 450-451, p. 203266, 2020/06/15/ 2020a. ISSN 0043-1648.
- _____. Topographic evolution of balls used in microabrasion tests. **Wear**, p. 203582, 2020/12/11/ 2020b. ISSN 0043-1648.
- ARDILA, M. A. N.; LABIAPARI, W. S.; COSTA, H. L.; DE MELLO, J. D. B. Influence of stainless steel specimen topography on micro-abrasion and micro-abrasion-corrosion. **Wear**, v. 426-427, p. 1482-1495, 2019/04/30/ 2019. ISSN 0043-1648.
- ARDILA, M. A. N.; LABIAPARI, W. S.; COSTA, H. L.; DE MELLO, J. D. B. **Influence of the ball (counter-body) material on micro-abrasion-corrosion**: 20 p. 2023.
- CALLISTER, W. D. **Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales**. Reverté, 2002. p. ISBN 9788429172539.
- COSTA, H. L.; ARDILA, M. A. N.; LABIAPARI, W. S.; SILVA, W. M.; DE MELLO, J. D. B. Effect of surface topography on the dynamics of the abrasive particles during micro-abrasion. **Wear**, v. 324–325, p. 129-139, 2015. ISSN 0043-1648.
- DAVIS, J. R.; COMMITTEE, A. S. M. I. H. **Stainless Steels**. ASM International, 1994. p. ISBN 9780871705037.
- KRELLING, A. P.; DA COSTA, C. E.; MILAN, J. C. G.; ALMEIDA, E. A. S. Micro-abrasive wear mechanisms of borided AISI 1020 steel. **Tribology International**, v. 111, p. 234-242, 2017. ISSN 0301-679X.
- LABIAPARI, W. S.; ARDILA, M. A. N.; COSTA, H. L.; DE MELLO, J. D. B. Micro abrasion-corrosion of ferritic stainless steels. **Wear**, v. 376–377, Part B, p. 1298-1306, 2017. ISSN 0043-1648.
- _____. **Mechanical effects on the corrosion resistance of ferritic stainless steels during microabrasion-corrosion**. *Wear of Materials (WOM)*. Miami: Wear. To Publish 2019.
- LEFFLER, B. Stainless steels and their properties. **AvestaPolarit AB**, p. 1-45, 1996.
- REVIE, R. W.; UHLIG, H. H. **Uhligh's Corrosion Handbook**. Wiley, 2011. p. ISBN 9780470080320.
- RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M. A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. **Surface and Coatings Technology**, v. 79, n. 1, p. 231-239, 1996/02/01 1996. ISSN 0257-8972.
- SANTOS, M. B.; LABIAPARI, W. S.; ARDILA, M. A. N.; DA SILVA, W. M.; DE MELLO, J. D. B. Abrasion–corrosion: New insights from force measurements. **Wear**, v. 332-333, p. 1206-1214, 2015. ISSN 00431648.
- SHIPWAY, P. H. A mechanical model for particle motion in the micro-scale abrasion wear test. **Wear**, v. 257, n. 9–10, p. 984-991, 2004. ISSN 0043-1648.
- SINNETT-JONES, P. E.; WHARTON, J. A.; WOOD, R. J. K. Micro-abrasion–corrosion of a CoCrMo alloy in simulated artificial hip joint environments. **Wear**, v. 259, n. 7–12, p. 898-909, 2005. ISSN 0043-1648.
- STACK, M. M.; JAWAN, H.; MATHEW, M. T. On the construction of micro-abrasion maps for a steel/polymer couple in corrosive environments. **Tribology International**, v. 38, n. 9, p. 848-856, 2005. ISSN 0301-679X.
- SUN, D.; WHARTON, J. A.; WOOD, R. J. K. Micro-abrasion–corrosion of cast CoCrMo—Effects of micron and sub-micron sized abrasives. **Wear**, v. 267, n. 1–4, p. 52-60, 2009. ISSN 0043-1648.
- THAKARE, M. R.; WHARTON, J. A.; WOOD, R. J. K.; MENDER, C. Investigation of micro-scale abrasion–corrosion of WC-based sintered hardmetal and sprayed coating using in situ electrochemical current-noise measurements. **Wear**, v. 267, n. 11, p. 1967-1977, 2009/10/29/ 2009. ISSN 0043-1648.
- TREZONA, R. I.; ALLSOPP, D. N.; HUTCHINGS, I. M. Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test. **Wear**, v. 225–229, Part 1, p. 205-214, 1999. ISSN 0043-1648.
- WOOD, R. J. K.; SUN, D.; THAKARE, M. R.; DE FRUTOS ROZAS, A.; WHARTON, J. A. Interpretation of electrochemical measurements made during micro-scale abrasion-corrosion. **Tribology International**, v. 43, n. 7, p. 1218-1227, 2010. ISSN 0301-679X.
- WYPYCH, G. PA-6,6 polyamide-6,6. In: (Ed.). **Handbook of Polymers (Second Edition)**: ChemTec Publishing, 2016a. p.221-226. ISBN 978-1-895198-92-8.
- _____. POM polyoxymethylene. In: (Ed.). **Handbook of Polymers (Second Edition)**: ChemTec Publishing, 2016b. p.490-496. ISBN 978-1-895198-92-8.
- _____. PP polypropylene. In: (Ed.). **Handbook of Polymers (Second Edition)**: ChemTec Publishing, 2016c. p.497-504. ISBN 978-1-895198-92-8.

6. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.