

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DE REVESTIMENTO
NÍQUEL-FÓSFORO

por

Julia Aliatti

Monografia apresentada ao Departamento de Engenharia Mecânica da Escola de Engenharia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Engenheiro Mecânico.

Porto Alegre, Dezembro de 2017

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DE REVESTIMENTO
NÍQUEL-FÓSFORO

por

Julia Aliatti

ESTA MONOGRAFIA FOI JULGADA ADEQUADA COMO PARTE DOS
REQUISITOS PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
ENGENHEIRO MECÂNICO
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELA BANCA EXAMINADORA DO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

Prof. Dra. Thamy Cristina Hayashi
Coordenadora do Curso de Engenharia Mecânica

Área de Concentração: **Projeto e Fabricação**

Orientador: Prof. Dr. Patric Daniel Neis

Comissão de Avaliação:

Prof. Dr. Flavio José Lorini

Prof. Dr. Ney Francisco Ferreira

Prof. Dr. Rodrigo Rossi

Porto Alegre, Dezembro de 2017.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais e irmã pelo apoio, pela compreensão dos momentos em família que tive que abdicar e por todas as boas energias direcionadas para mim durante o processo de criação deste trabalho.

Gostaria de agradecer ao meu professor orientador Dr. Patric Daniel Neis por todo o conhecimento transmitido, pelo tempo disponibilizado para correções e pelas ótimas dicas e orientações para a execução do meu trabalho. Também agradeço toda a equipe de trabalho do Laboratório de Tribologia da UFRGS (LATRIB) pelo acolhimento e pela disponibilidade de realizar o trabalho de conclusão de curso no laboratório. Agradeço, em especial, ao Gustavo e ao Matheus pelo auxílio nos testes experimentais e à Adriele pela ajuda no processamento dos resultados.

Por fim, gostaria de agradecer aos demais familiares, amigos e colegas de curso que permaneceram ao meu lado e de alguma forma contribuíram para a finalização de mais uma etapa da minha vida.

ALIATTI, J. **Avaliação das Propriedades Tribológicas de Revestimento Níquel-Fósforo**. 2017. 24 folhas. Monografia (Trabalho de Conclusão do Curso em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.

RESUMO

Revestimentos de níquel-fósforo são amplamente utilizados na indústria automotiva, de microeletrônica, entre outras, por apresentar alta dureza e propriedades de resistência ao desgaste. Como o atrito é um fator crítico associado ao bom funcionamento de montagens mecânicas o presente trabalho tem como objetivo estudar as propriedades tribológicas do revestimento de Ni-P, com diferentes tratamentos térmicos. Para a avaliação do coeficiente de atrito e dos mecanismos de desgaste, amostras de aço revestidas de Ni-P foram atritadas contra esferas de zircônia através de ensaios do tipo esfera-sobre-disco em tribômetro, com parâmetros definidos de força, 50 N, velocidade, 0,1 m/s e duração do ensaio de 1000s. Os mecanismos de desgaste foram analisados através de microscopia óptica e a verificação de rompimento do filme de Ni-P através de MEV/EDS. As amostras estudadas foram caracterizadas como: revestida com Ni-P sem tratamento térmico e revestidas com tratamento térmico de 300, 450 e 550°C/1h. Dentre todas as análises realizadas percebeu-se que o tratamento térmico a 450 e 550°C/1h proporciona um aumento de dureza das amostras, como também uma diminuição do coeficiente de atrito. O mecanismo de desgaste predominante nos ensaios foi o abrasivo, que esteve presente em todas as amostras testadas. Os resultados apontaram que, para a amostra revestida e tratada termicamente a 550°C, não houve rompimento do filme de Ni-P, se mostrando mais resistente que a amostra sem tratamento térmico. Todos os dados obtidos puderam ser comparados com literaturas anteriores.

PALAVRAS-CHAVE: Revestimento Ni-P, Esfera-sobre-Disco, Propriedades Tribológicas.

ALIATTI, J. **Evaluation of the Tribological Properties of Nickel-Phosphorus Coating**. 2017. 24 folhas. Monografia (Trabalho de Conclusão do Curso em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.

ABSTRACT

Nickel-Phosphorus coatings are widely used in the automotive, microelectronics and other industries, because they have high hardness and wear resistance properties. As the friction is a critical factor associated to the good functioning of mechanical assemblies, the present work has the objective of studying the tribological properties of the Ni-P coating, with different thermal treatments. For the evaluation of the friction coefficient and the wear mechanisms, Ni-P coated steel samples were rubbed against zirconia spheres by means of ball-on-disc tests with defined parameters of force, 50 N, speed, 0.1 m/s and duration of the test of 1000s. The mechanisms of wear were analyzed by optical microscopy and the verification of Ni-P film rupture through MEV/EDS. The samples studied were characterized as: Ni-P coated without heat treatment and coated with heat treatments of 300, 450 and 550°C/1h. Among all the analyzes, it was noticed that the thermal treatment at 450 and 550°C/1h provide an increase in the hardness of the samples, as well as a decrease in the coefficient of friction. The predominant wear mechanism observed in the tests was abrasion, which was present in all samples tested. The results indicated that, for the sample coated and thermally treated at 550°C, there was no rupture of the Ni-P film. All the data obtained were compared with previous literatures.

KEYWORDS: Ni-P coating, Ball-on-disc, Tribological Properties.

ÍNDICE

	Pág.
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	1
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	1
4. MATERIAIS E MÉTODOS	4
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	6
5.1 Ensaio Amostra Ni-P.....	6
5.2 Ensaio Amostra Ni-P-300/1.....	7
5.3 Ensaio Amostra Ni-P-450/1.....	9
5.4 Ensaio Amostra Ni-P-550/1.....	9
5.5 Comparativo entre as Amostras.....	10
6. CONCLUSÕES	13
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	14
Apêndice I	16
Apêndice II	16
Apêndice III	17
Apêndice IV.....	17
Apêndice V.....	18

1. INTRODUÇÃO

O estudo do movimento, escorregamento, entre metais vem sido amplamente analisado, desde a década de 70, para base de desenvolvimento de novos materiais para diversas aplicações [Eyre e Maynard,1971]. Atualmente este assunto continua sendo muito estudado, pois conforme mencionado por Sahoo e Das, 2011, o atrito é um fator crítico associado à eficiência e ao bom funcionamento de montagens mecânicas que envolvem deslizamento de superfícies em contato. Estas considerações motivaram o presente trabalho a estudar uma liga de níquel-fósforo (Ni-P), utilizada para o revestimento de materiais, com o intuito de melhorar as propriedades mecânicas do material base sem necessidade de substituí-lo. Segundo Yan et al., 2008, ligas de Ni-P, não eletrolíticas, são muito utilizadas como revestimentos de materiais de engenharia por apresentar alta dureza e propriedades de resistência ao desgaste e à corrosão.

Revestimentos de níquel, não eletrolíticos, ou seja, gerados sem eletricidade, encontram uma vasta aplicabilidade segundo Sahoo e Das, 2011, sendo utilizado em indústrias como as de armazenamento magnético de mídia, microeletrônico, aviação, maquinários, indústria automotiva, metalização de plásticos, entre outros. A viabilidade do estudo da liga de Ni-P como revestimento de materiais é apresentada por Yoon et al., 2007, em que o processo de revestimento consegue ser de operação simples, baixo custo de equipamentos e apresentar como resultado ótimas propriedades de desgaste, corrosão e eletricidade.

Além das vantagens acima mencionadas, Sahoo e Das, 2011, ressaltam a alta dureza, as propriedades lubrificantes e o baixo coeficiente de fricção que o revestimento consegue proporcionar. A avaliação destas propriedades e características do revestimento Ni-P será verificada através de ensaios de esfera contra disco, pelo presente trabalho.

2. OBJETIVOS

O objetivo principal deste trabalho é estudar as características tribológicas de quatro revestimentos Ni-P (aço apenas revestido com Ni-P, aço revestido e com tratamento térmico de 300°C/1h, 450°C/1h e 550°C/1h) através de ensaios do tipo esfera-sobre-disco.

Objetivos específicos:

- analisar o coeficiente de atrito do revestimento através de ensaios de esfera contra disco em tribômetro;
- utilizar a técnica de microscopia óptica para analisar os mecanismos de desgaste;
- utilizar o microscópio eletrônico de varredura (MEV/EDS) para verificar se houve rompimento do filme de Ni-P após os testes de esfera-sobre-disco.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A liga níquel-fósforo é a mais utilizada e pesquisada dentre as possíveis ligas do processo de níquel químico. Este é caracterizado pela deposição de um revestimento metálico composto de níquel mais algum(ns) elemento(s) químico(s) através da redução de íons de níquel em níquel metálico com a ajuda de um agente redutor, por exemplo, hipofosfito de sódio. Diferente de revestimentos eletrodepositados, o níquel químico não utiliza corrente elétrica para a sua deposição [Goettems, 2017].

O revestimento de Ni-P, conforme mencionado por Sahoo e Das, 2011, apresenta-se duro, com resistência ao desgaste, propriedades lubrificantes e resistentes à corrosão. Goettems, 2017, acrescentou que esta liga é uma substituição adequada para ligas de maior custo e mais difíceis de fabricar, sendo ainda de menor impacto ao meio ambiente.

O processo de revestimento com Ni-P é apresentado por Apachitei e Duszczyk, 2000, em que estudaram os efeitos do revestimento em alumínio com diferentes concentrações de fósforo. Segundo os autores, a técnica, denominada não eletrolítica, não utiliza corrente elétrica para a aplicação do revestimento no material. O processo ocorre através de um banho

aquecido, com temperatura e pH controlados. Os elementos contidos no banho permitem que reações químicas ocorram para que os íons Ni^{2+} e $\text{H}_2\text{PO}_2^{1-}$ sejam depositados no material. A espessura do revestimento assim obtido tem aproximadamente $20\mu\text{m}$ e é possível preparar diferentes soluções para obter diferentes porcentagens de fósforo. Segundo a literatura [Graham et al., 1965; Jiaqiang et al., 2005; Apachitei e Duszczczyk, 2000] o revestimento Ni-P pode ser classificado por sua quantidade de fósforo (P) como sendo de baixo, médio e alto teor de P. Ligas de baixo fósforo são representadas por conter aproximadamente de 1 – 4%P (em peso), 4 - 9%P são ligas de médio fósforo e acima de 9%P representa as ligas de alto teor. Esta classificação, por quantidade de fósforo, se justifica pela importância deste elemento na formação da estrutura do revestimento. Ligas de baixo P normalmente apresentam estrutura nanocristalina, enquanto o alto teor de P proporciona uma estrutura completamente amorfa. Médio teor de P gera uma estrutura misturada, nanocristalina e amorfa.

Taheri, 2003, estudou o efeito de tratamento térmico em ligas de Ni-P, não eletrolíticas, com o objetivo de comparar a temperatura e o tempo do tratamento térmico com a dureza resultante do material. No estudo, analisou ligas com baixo, médio e alto teor de fósforo confirmando que a dureza do revestimento aumenta com a aplicação do tratamento térmico e que a maior dureza acontece com temperaturas em torno de 400°C . Porém a dureza começa a diminuir à medida que a temperatura ultrapassa os 400°C , conforme mostra a Figura 3.1.

O aumento da dureza pelo tratamento térmico pode ser explicado devido às mudanças nas propriedades e estrutura da liga. O aquecimento a temperaturas de $300\text{-}400^\circ\text{C}$, durante uma hora, propicia a formação de fosfeto de níquel (Ni_3P) no revestimento, que atua como barreira para os movimentos de deslocamento, fazendo elevar a sua dureza. O tratamento térmico também altera a estrutura do revestimento deixando-a cristalina e conseqüentemente mais resistente ao desgaste.

Este mesmo comportamento também foi identificado por outros autores [Ashassi-Sorkhabi e Rafizadeh, 2004; Sahoo e Das, 2011; Palaniappa e Seshadri, 2008; Vitry et al., 2009; He et al, 2008] que reforçam 400°C como a temperatura ideal para a máxima dureza. Johnson e Ogburn, 1976, além de comprovarem esta característica do tratamento térmico, apontam que ligas com 12,5%P aumentam sua dureza com temperaturas em torno de 400°C mais efetivamente do que revestimentos com menos de 4,5%P.

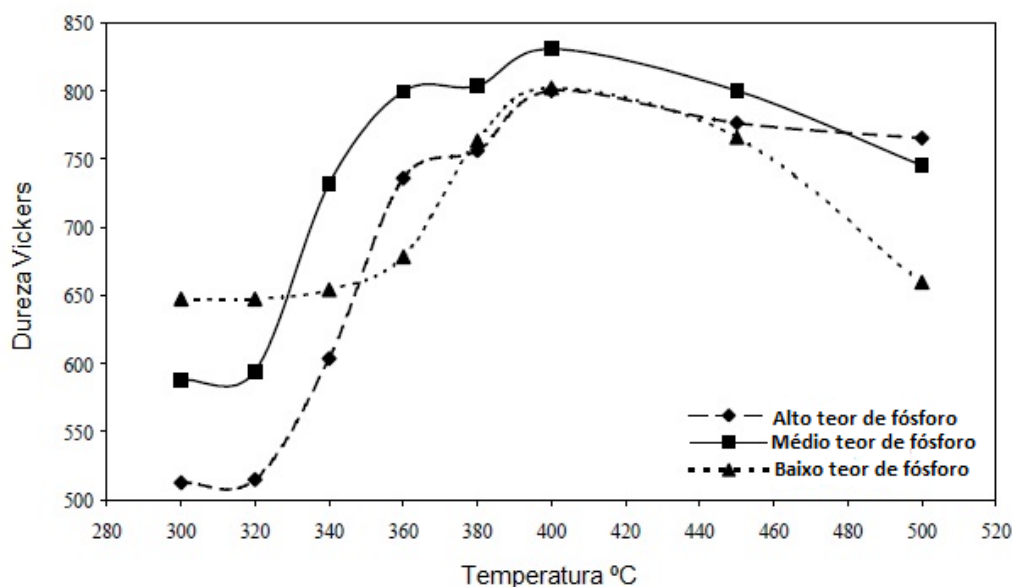


Figura 3.1 – Variação da dureza com a ação da temperatura para baixo, médio e alto teor de fósforo em liga Ni-P (agindo por 1 hora) (adaptado de Taheri, 2003).

Li et al., 2008, estudaram os efeitos de corrosão e desgaste em revestimento Ni-P aplicado à liga AZ91D de magnésio. Os testes foram aplicados a amostras de magnésio revestidas com Ni-P e a amostras revestidas com tratamento térmico de $400^\circ\text{C}/1\text{h}$. O

experimento de desgaste foi efetuado através de um micro-tribômetro, tipo esfera contra disco, utilizando uma esfera de aço com 3 mm de diâmetro. Os parâmetros do teste de desgaste foram os mesmos para os dois tipos de amostra, revestida com Ni-P e Ni-P tratada termicamente, sendo aplicadas cargas de 1,0 e 1,5 N, respectivamente, com uma velocidade de rotação da placa de 500 r/min e duração do teste igual a 10 minutos. Como resultado, Li et al., 2008 observaram que, para a carga de 1,5 N, o desgaste se mostrava maior do que com a carga de 1,0 N, e que, a amostra com tratamento térmico, apresenta menor desgaste quando comparada à amostra apenas revestida.

A análise do coeficiente de atrito também foi realizada pelos autores do referido estudo. Para o teste com carga de 1,5 N eles encontraram valores de coeficiente de atrito entre 0,100 e 0,351, para amostras revestidas com Ni-P, e resultados entre 0,130 e 0,177, para as peças revestidas e temperadas. Ao compararem os resultados destas duas classes de amostras, foi percebido que o tratamento térmico propicia, em geral, uma diminuição do valor do coeficiente de atrito. Também se pôde visualizar que a amplitude da oscilação do coeficiente de atrito para a amostra tratada termicamente é menor que a da amostra revestida sem tratamento térmico. A avaliação das trilhas de desgaste, por Li et al., 2008, apresentaram-se coerentes com os valores obtidos de coeficiente de atrito e com o comportamento das amostras, em que, quanto maior o coeficiente de atrito, maior será o desgaste do material. Para a peça com revestimento Ni-P, sem tratamento térmico, o desgaste foi suave com carga de 1,0N e para a carga de 1,5N o desgaste foi considerado severo. Já a amostra revestida e tratada termicamente apresentou desgaste suave para os dois carregamentos, coerente com o baixo valor de coeficiente de atrito encontrado. As amostras desgastadas apresentam-se na Figura 3.2.

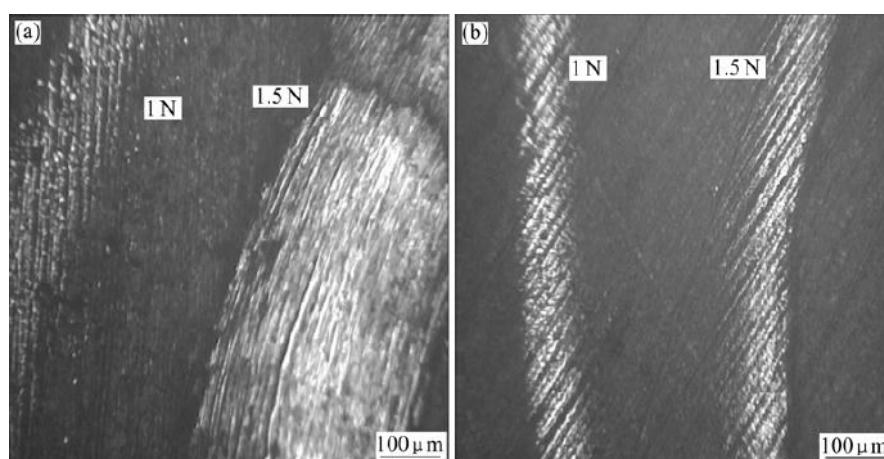


Figura 3.2 – Morfologia da superfície das trilhas de desgaste. (a) revestimento de Ni-P; (b) revestimento de Ni-P com tratamento térmico (adaptado Li et al., 2008).

Estes dois tipos de desgaste, suave e severo, ocorrem no contato entre dois metais e são referidos pela literatura [Farrell e Eyre, 1970, e Eyre e Maynard, 1971] como sendo, desgaste suave, moderado (do inglês *mild wear*) e desgaste severo (do inglês *severe wear*). O desgaste suave é representado por um desgaste mais lento, com pequena distorção do substrato, normalmente apresentando a formação de um filme de óxido e de *debris*. O desgaste severo provoca um dano maior à superfície, pois o contato entre os metais é mais intenso causando um aquecimento térmico que permite a deformação plástica do material. Por este aspecto o desgaste severo representa cerca de duas vezes a ordem de grandeza do desgaste suave.

Além destas duas características de desgaste, Both, 2011, descreveu quatro comportamentos ou mecanismos de desgaste: o desgaste abrasivo, adesivo, erosivo e por fadiga. O desgaste abrasivo é facilmente visualizado no material por deixar ranhuras na direção do deslizamento. Estas são provocadas por partículas duras que se movimentam contra uma superfície menos dura. O desgaste adesivo ocorre com a transferência de material de uma

superfície para outra com a ação de carga e movimento relativo entre as partes gerando uma soldagem no estado sólido. A fratura deste ponto soldado faz com que partículas de uma superfície fiquem aderidas na respectiva contraparte de forma temporária ou permanente. Batchelor e Stachowiak, 1995, além de apresentarem estes tipos de desgaste apontam que normalmente vários mecanismos atuam em um mesmo processo de desgaste, sendo o abrasivo considerado o mais significativo dentre todos, em termos de escala e número de ocorrências. Para o presente trabalho, apenas o desgaste abrasivo e adesivo apresentam importância nas análises de desgaste do revestimento.

Zhou et al., 2009, também estudaram os efeitos da fricção e desgaste em revestimento Ni-P, utilizando a mesma técnica que Li et al., 2008, de ensaio esfera contra disco em micro-tribômetro universal, porém com parâmetros distintos. As amostras analisadas foram classificadas de três maneiras: amorfas, parcialmente cristalizadas e nanocristalinas. A amostra amorfa condiz ao disco apenas revestido com Ni-P, a parcialmente cristalizada representa a amostra revestida e com tratamento térmico de 300 °C e a nanocristalina é a peça revestida e com tratamento térmico a 400 °C/2h. Os parâmetros utilizados no tribômetro foram: velocidade de 0,02 m/s, força de 3 N, esfera de Nitreto de Silício com diâmetro 4,75 mm e duração de ensaio de 200 s. Com estes experimentos Zhou et al., 2008 obtiveram resultados do volume desgastado de material para cada amostra. O maior desgaste apresentado correspondeu à amostra amorfa, que não sofreu tratamento térmico. Já o menor valor correspondeu à amostra nanocristalina, cujo tratamento térmico permitiu a transformação da sua microestrutura. Com isso, pôde-se concluir que o volume desgastado decresceu à medida que o material se torna mais cristalino.

Um ponto interessante analisado por Goettems, 2017, foi a análise do rompimento do revestimento de Ni-P através da técnica de MEV/EDS, a qual permite a verificação dos elementos químicos presentes na superfície do material. O autor observou que a amostra revestida sem tratamento térmico, ensaiada em micro-tribômetro do tipo esfera contra disco, apresentou uma alta porcentagem de ferro na superfície, elemento apenas presente no substrato, podendo supor o rompimento do filme. Já para a amostra revestida e tratada termicamente verificou uma alta quantidade de Ni e P, sem a presença do ferro.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Primeiramente, procedeu-se a preparação das amostras utilizadas nos testes. O material utilizado como substrato dos discos revestidos foi o aço SAE 1045, com diâmetro de 55 mm e espessura de 15 mm.

O revestimento foi efetuado através de um banho químico, com as seguintes substâncias: sulfeto de níquel, acetato de sódio, hipofosfito de sódio (agente redutor) e ácido láctico, com pH 4. As amostras ficaram submersas nesta solução durante uma hora, sendo esta aquecida a 95°C. Este ambiente propicia a deposição dos elementos níquel e fósforo nas peças metálicas. O procedimento efetuado seguiu todas as características de um processo de níquel químico, em que não se utiliza corrente elétrica para depositar o revestimento.

A solução utilizada permitiu que o revestimento ficasse com uma espessura de aproximadamente 20 μm e com 11,5%P (em peso). Pode-se supor a espessura do revestimento segundo o trabalho de Goettems, 2017, onde foi utilizada a mesma solução que a do presente trabalho. A porcentagem de fósforo das amostras é apresentada no Apêndice V. Segundo a literatura, [Graham et al., 1965; Jiaqiang et al., 2005; Apachitei e Duszczuk, 2000], com esta porcentagem de P pode-se classificar o revestimento como de alto teor de fósforo, sendo que quanto maior a quantidade de fósforo, mais amorfo será o revestimento.

Após o revestimento das peças realizou-se o tratamento térmico das mesmas, com aquecimento em um forno da marca Sanchis, com potência de 2,5 kW e capacidade até 1200°C, para as seguintes temperaturas: 300, 450 e 550 °C, durante uma hora. Ao serem retiradas do forno as peças resfriaram em temperatura ambiente. A Tabela 4.1 indica a nomenclatura utilizada para identificar cada amostra e a Figura 4.1 apresenta a imagem das amostras com e sem revestimento empregadas no presente estudo.

Tabela 4.1 – Relação das amostras ensaiadas com o tipo de revestimento.

Condição/Tratamento Térmico	Nome da Amostra
substrato / sem revestimento Ni-P	SR
revestimento Ni-P Sem Tratamento	Ni-P
revestimento Ni-P 300°C - 1 hora	Ni-P-300/1
revestimento Ni-P 450°C - 1 hora	Ni-P-450/1
revestimento Ni-P 550°C - 1 hora	Ni-P-550/1

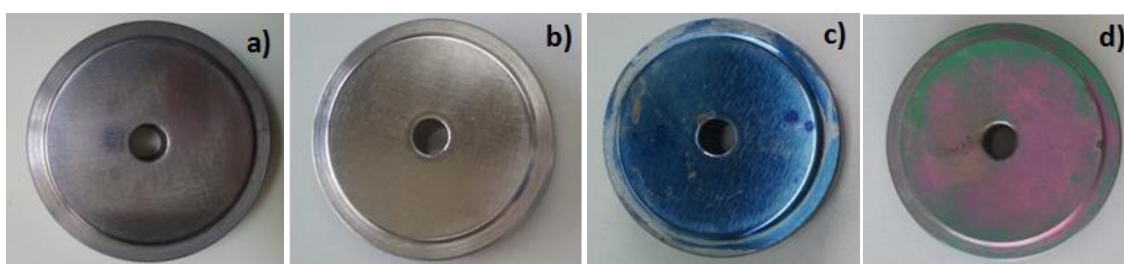


Figura 4.1 – Amostras testadas. a) disco não revestido; b) Ni-P e Ni-P-300/1, que apresentam mesmo aspecto visual; c) Ni-P-450/1; d) Ni-P-550/1.

Com os discos revestidos efetuaram-se os testes de atrito no tribômetro do Laboratório de Tribologia da UFRGS (LATRIB), Figura 4.2. O ensaio utilizado foi o de esfera-sobre-disco, sendo a esfera de Zircônia com um diâmetro de 12.7 mm. O sistema de aquisição de dados do tribômetro armazena os dados de tempo, coeficiente de atrito, força, rotação, temperatura e torque de cada ensaio efetuado.



Figura 4.2 - Tribômetro do Laboratório de Tribologia da UFRGS (LATRIB).

Os testes foram divididos em três fases, sendo a Fase I para estudo do efeito da força, Fase II para o estudo do efeito da velocidade e Fase III para análise de atrito e dos mecanismos de desgaste. A sequência dos ensaios é ilustrada na Tabela 4.2, em que os parâmetros para a Fase III foram selecionados a partir dos resultados obtidos nas Fases I e II. A força de 50 N foi escolhida por proporcionar uma melhor marcação da trilha no disco, sem afundar e deformar muito a peça, e a velocidade de 0,1 m/s, com duração de ensaio de 1000 s apresentou uma melhor visualização gráfica da mudança do coeficiente de atrito durante o ensaio.

Tabela 4.2 – Sequência de ensaios.

Ensaio					
	Amostra	Força (N)	Velocidade (m/s)	Duração (s)	Nº de trilhas efetuadas
Fase I	SR	40	0.25	400	2
		60	0.25	400	2
	Ni-P-450/1	100	0.25	400	1
		50	0.25	400	2
		30	0.25	400	1
Fase II	Ni-P	50	0.1	1000	2
			0.25	400	2
	Ni-P-300/1	50	0.1	1000	1
			0.25	400	1
	Ni-P-450/1	50	0.1	1000	2
			0.25	400	3
	Ni-P-550/1	50	0.1	1000	2
			0.25	400	1
Fase III	SR	50	0.10	1000	4
	Ni-P				
	Ni-P-300/1				
	Ni-P-450/1				
	Ni-P-550/1				

Nos testes, o coeficiente de atrito foi obtido conforme metodologia disponibilizada no Apêndice I. A análise das trilhas de desgaste formadas sobre a superfície dos discos e a marca de desgaste nas esferas foi efetuado através de um microscópio ótico da marca Zeiss, modelo Axio Lab.A1. Estas amostras foram micrografadas com aumento de 50X. Para verificação da dureza dos discos revestidos utilizou-se um microdurômetro, da marca Instron, modelo Tukon 2100B, com carga de 0,300 kg. Foram levantados quatro pontos de dureza para cada amostra, assim obtendo-se um valor médio. Utilizou-se MEV/EDS para, a partir dos elementos químicos identificados sobre a superfície do disco após os ensaios, poder concluir a respeito do rompimento ou não da camada de revestimento. O MEV utilizado foi da marca Shimadzu, modelo Superscan SSX-550, cobrindo praticamente toda a largura de trilha desgastada, em uma área de 50X50 μm .

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Antes de efetuar os ensaios nas diferentes amostras revestidas com níquel-fósforo realizou-se o teste de desgaste do material do substrato (aço SAE 1045), para que se pudesse obter o valor de coeficiente de atrito. O comportamento do coeficiente de atrito em relação ao tempo deste ensaio apresenta-se no Apêndice II e o valor médio de atrito ficou em torno de 0,53.

5.1 Ensaio Amostra Ni-P

O comportamento do coeficiente de atrito em relação ao tempo de ensaio para a amostra revestida com Ni-P, sem tratamento térmico, pode ser visualizado na Figura 5.1. Observou-se que o valor do atrito iniciou em torno de 0,2 e com o passar do tempo foi aumentando até atingir o valor do coeficiente de atrito do substrato, de aproximadamente 0,53. Ao alcançar este valor do substrato pode-se supor que houve o rompimento do filme de Ni-P e

foi utilizado este mesmo princípio para inferir a respeito do tempo para o rompimento do filme. Assim, um tempo de aproximadamente 100 s foi obtido para a remoção do revestimento da amostra Ni-P, equivalente a uma distância de 10 m.

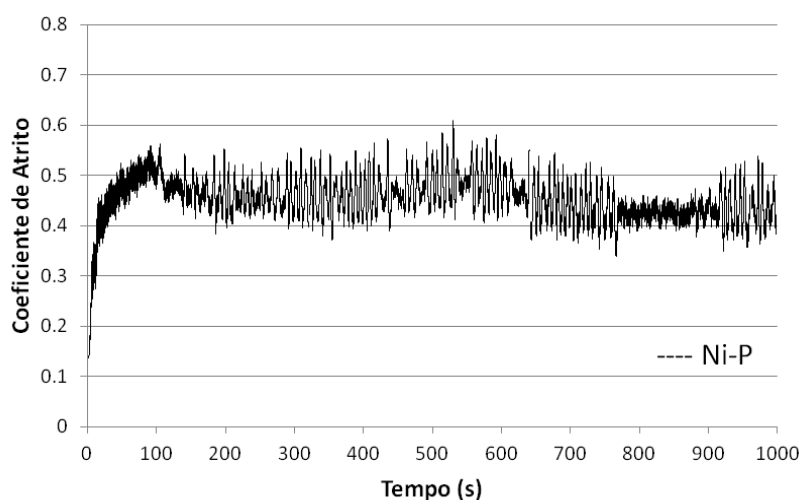


Figura 5.1 – Evolução do coeficiente de atrito para a amostra Ni-P (sem tratamento térmico) ao longo do tempo.

As trilhas deixadas pelo teste de desgaste na amostra de Ni-P sem tratamento térmico foram analisadas quanto aos possíveis mecanismos de desgaste. Notou-se marcas típicas de desgaste abrasivo, tanto no disco de Ni-P (Figura 5.2a) quanto na esfera de Zircônia (Figura 5.2b). Foi possível notar também material aderido na trilha do disco e na esfera, característica do desgaste adesivo. A largura da trilha de desgaste sobre o disco foi de $715 \mu\text{m}$ e o contorno do desgaste da esfera (contra-face) apresentou-se ovalado, com diâmetro maior da marca de aproximadamente de $860 \mu\text{m}$. Foi possível visualizar acúmulo de *debris* (fragmentos) na parte superior da esfera, correspondente a posição de entrada do disco. A verificação de dois mecanismos de desgaste em uma única peça é algo comum em processos de desgaste, conforme mencionado por Batchelor e Stachowiak, 1995.

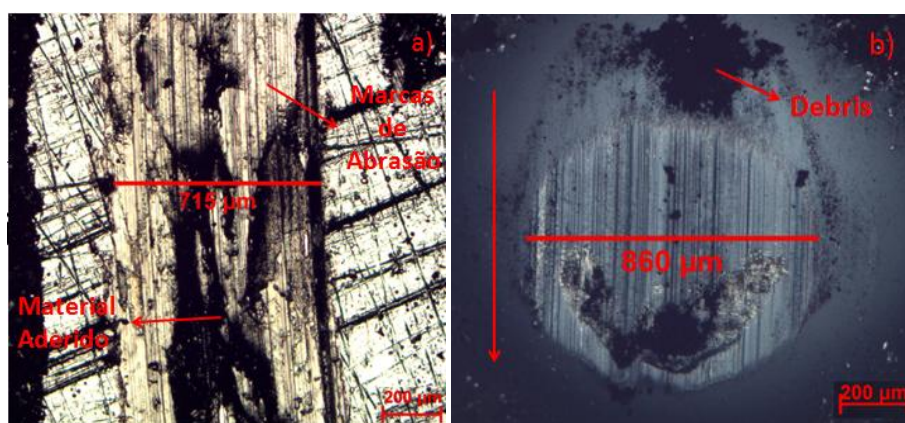


Figura 5.2 – Aspecto de desgaste da amostra Ni-P analisado através de microscopia óptica: a) trilha do disco; b) marca na esfera de Zircônia (flecha no canto esquerdo da imagem representa o sentido de movimento de entrada do disco).

5.2 Ensaio Amostra Ni-P-300/1

O resultado do coeficiente de atrito para a amostra Ni-P-300/1, apresentado na Figura 5.3, iniciou com valores em torno de 0,4 e também alcançou o valor de atrito do substrato,

podendo ter havido a ruptura do filme em aproximadamente 150 s (equivalente à distância de 15 m). A relação do tempo de rompimento do filme com todas as amostras analisadas (Ni-P, Ni-P-300/1, Ni-P-450/1 e Ni-P-550/1) pode ser visualizada no Apêndice III. Mesmo o valor do coeficiente de atrito, no início, tendo sido mais elevado que o do revestimento Ni-P sem tratamento térmico, o valor médio do atrito ficou bem semelhante para as duas amostras, 0,45 e 0,46, para amostra Ni-P e Ni-P-300/1 respectivamente.

A semelhança no comportamento do atrito verificado entre estas duas amostras (Ni-P e Ni-P-300/1) pode ser explicada pela microestrutura do revestimento. O tratamento térmico de 300°C/1h transforma a estrutura do material de amorfa para parcialmente cristalina, enquanto que Ni-P permanece amorfa. Assim obteve-se, no Ni-P-300/1, uma mistura de estrutura amorfa e cristalina. Esta relação de temperatura de tratamento térmico e microestrutura do revestimento também foi apresentada por Zhou et al., 2009 e Taheri, 2003.

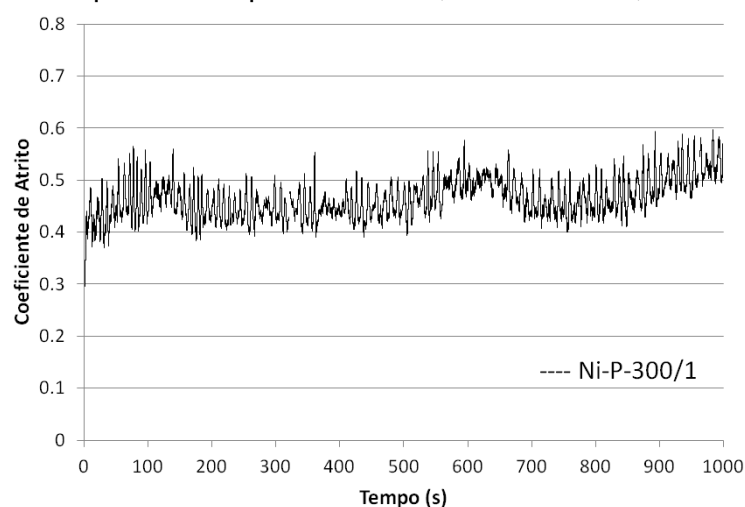


Figura 5.3 - Evolução do coeficiente de atrito para a amostra Ni-P-300/1 ao longo do tempo.

A amostra Ni-P-300/1 também apresentou os dois mecanismos de desgaste típicos de materiais metálicos: desgaste abrasivo e adesivo. Notou-se marcas de abrasão e material aderido tanto na trilha do disco (Figura 5.4a) quanto na esfera (Figura 5.4b). O material aderido ocupou uma área maior que a verificada no revestimento sem tratamento térmico e a quantidade de estrias foi menor comparada à amostra Ni-P. A esfera apresentou o acúmulo de *debris* na parte equivalente à velocidade de entrada do disco, mas mais espalhada que a da amostra Ni-P. O diâmetro da marca ficou em torno de 853 μm , semelhante à esfera anterior. A largura da trilha de desgaste sobre o disco foi da ordem de 770 μm .

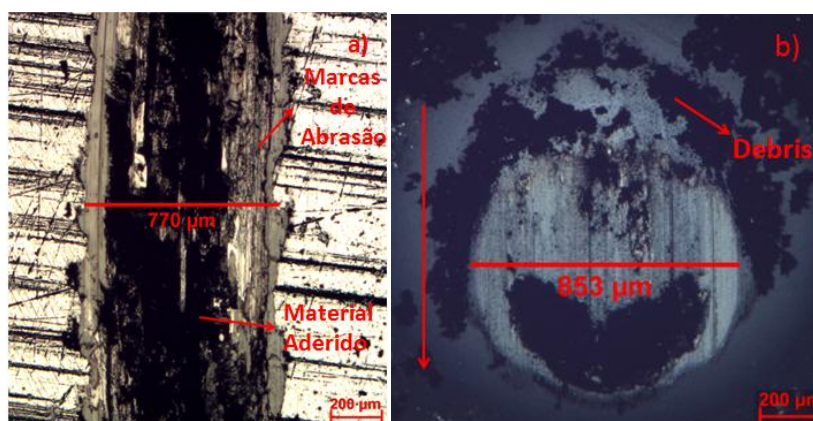


Figura 5.4 - Aspecto de desgaste da amostra Ni-P-300/1 analisado através de microscopia óptica: a) trilha de desgaste; b) marca na esfera de Zircônia.

5.3 Ensaio Amostra Ni-P-450/1

O início do comportamento do atrito para a amostra Ni-P-450/1 se deu com valores em torno de 0,1. Ocorreu um salto em sua magnitude durante alguns segundos e após este, retornou a um valor constante na ordem de 0,3 até o final dos 1000 s de teste. Diferente das outras amostras, analisadas anteriormente, o revestimento Ni-P tratado termicamente com 450°C/1h não atingiu o valor de atrito do substrato, o que pode indicar o não rompimento do filme (revestimento). Este valor de coeficiente de atrito também foi inferior aos demais obtidos.

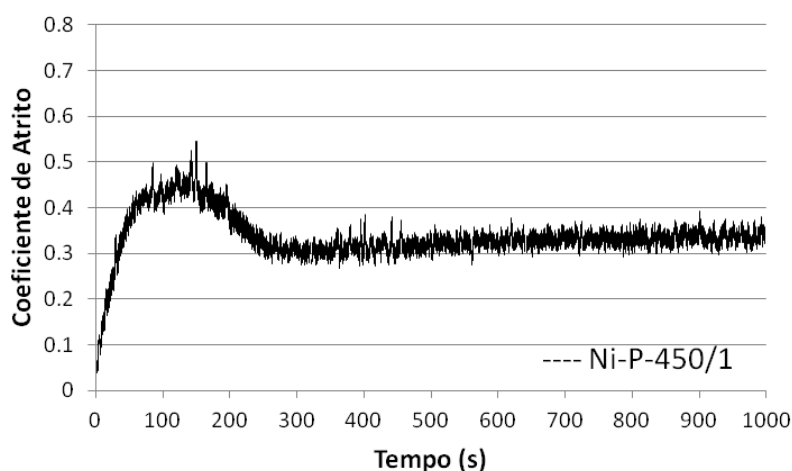


Figura 5.5 – Evolução do coeficiente de atrito para a amostra Ni-P-450/1 ao longo do tempo.

Diferentemente das amostras anteriores, a Ni-P-450/1 apresentou a abrasão como o mecanismo de desgaste dominante, com grande quantidade de riscos de abrasão visíveis nas Figuras 5.6a e 5.6b. A largura da trilha foi de 606 μm , mais estreita que a amostra Ni-P e Ni-P-300/1 e a esfera também apresentou diâmetro menor da marca, de 795 μm , obtendo um contorno bem delimitado e em formato circular.

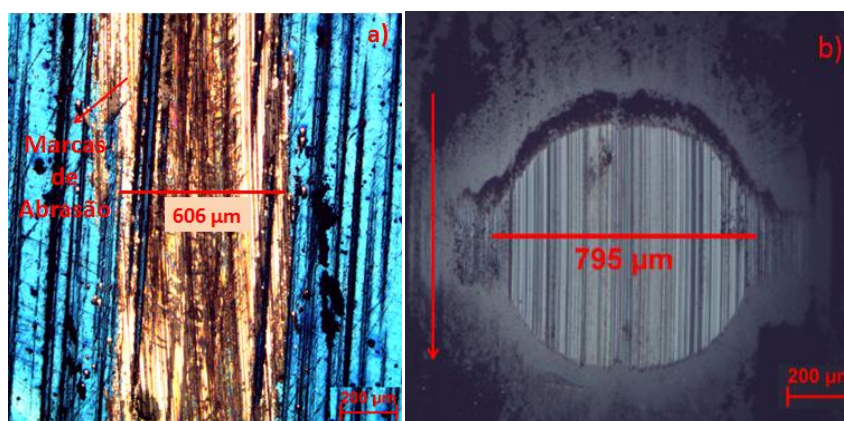


Figura 5.6 – Aspecto de desgaste da amostra Ni-P-450/1 analisado através de microscopia óptica: a) trilha de desgaste do disco; b) marca na esfera de Zircônia.

5.4 Ensaio Amostra Ni-P-550/1

A amostra revestida com Ni-P e tratada termicamente a 550°C/1h foi a que apresentou menores magnitudes de coeficiente de atrito, iniciando com valores inferiores a 0,1 e subindo gradualmente até 0,3. O revestimento não atingiu o valor do atrito do substrato, assim como a amostra Ni-P-450/1. Então, acredita-se não ter havido a ruptura do filme de Ni-P para estas

amostras. Comparando o comportamento das duas primeiras amostras analisadas (Ni-P e Ni-P-300/1) com as tratadas termicamente de 450 e 550°C/1h, a amplitude de oscilação do coeficiente de atrito diminuiu nestas últimas, comportamento também encontrado por Li et al., 2008.

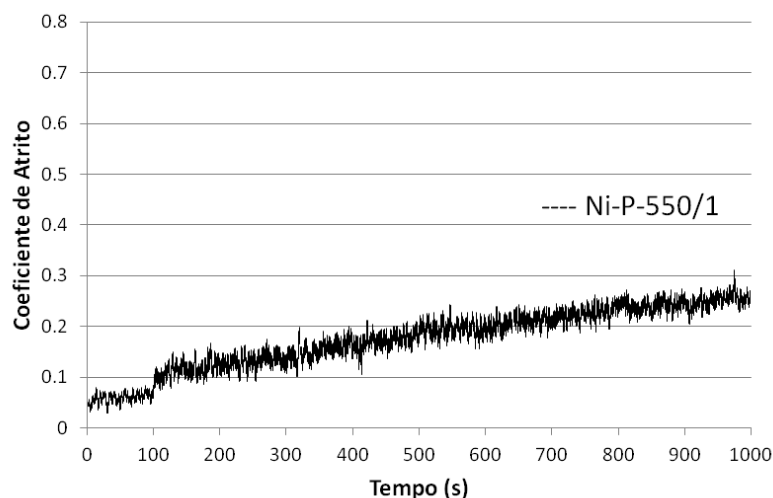


Figura 5.7 – Evolução do coeficiente de atrito para a amostra Ni-P-550/1 ao longo do tempo.

A verificação da trilha de desgaste resultou em uma largura de $382 \mu\text{m}$ (Figura 5.8a) e em um diâmetro da marca da esfera de $710 \mu\text{m}$ (Figura 5.8b), valores menores que os das demais amostras. O mecanismo de desgaste dominante foi o abrasivo, pois novamente não se visualizou quantidade significativa de material aderido na trilha ou na esfera. As marcas de abrasão são mais visíveis na esfera, sendo a trilha do disco bem suave. O contorno da marca, deixada na esfera, apresentou-se circular e visivelmente delimitada. *Debris* também ficaram depositados sobre a marca.

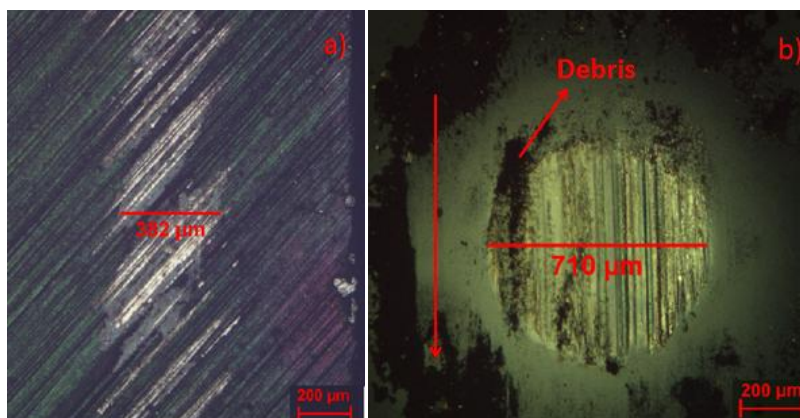


Figura 5.8 – Aspecto de desgaste da amostra Ni-P-550/1 analisado através de microscopia óptica: a) trilha de desgaste do disco; b) marca na esfera de Zircônia.

5.5 Comparativo entre as Amostras

Analisando o comportamento do coeficiente de atrito de cada amostra (Figuras 5.1, 5.3, 5.5 e 5.7), pode-se obter um valor médio de atrito para cada material, Figura 5.9, sendo a parte inicial do ensaio desconsiderada para a média. Neste gráfico, as barras de erro representam o desvio padrão dos valores de coeficiente de atrito adquiridos durante o decorrer do ensaio.

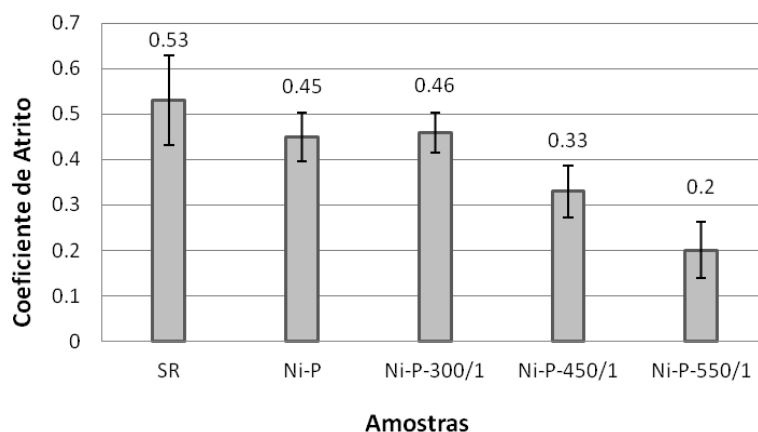


Figura 5.9 – Coeficiente de atrito médio para as diferentes amostras.

Pelo gráfico pode-se perceber que o coeficiente de atrito médio do substrato (SR) é superior ao das demais amostras, porém com uma pequena diferença em relação às peças revestidas com Ni-P sem tratamento térmico e revestida com tratamento de 300°C/1h. Ao analisar as amostras Ni-P-450/1 e Ni-P-550/1, pode-se notar a queda do valor do coeficiente de atrito, coerente ao comportamento encontrado na literatura [Li et al., 2008 e Goettems, 2017], em que as peças tratadas termicamente, a temperaturas em torno de 400 °C, apresentam valores de atrito inferiores ao das peças apenas revestidas com Ni-P.

O coeficiente de atrito das amostras Ni-P e Ni-P-300/1 foram muito próximos, o que reforça a ideia de que a microestrutura do revestimento destes dois materiais é semelhante, gerando o mesmo comportamento tribológico.

Os resultados de largura de trilha de desgaste dos discos, verificados por microscopia óptica, foram comparados com os valores de coeficiente de atrito de cada revestimento, conforme Figura 5.10. Para todos os revestimentos verificou-se que quanto menor o coeficiente de atrito menor foi a largura da trilha. Verificou-se também que as menores taxas de desgaste foram encontradas para as peças revestidas e tratadas termicamente a temperaturas de 450 e 550°C/1h. Li et al., 2008 também encontrou este mesmo resultado, em que o desgaste da peça tratada termicamente foi menor que o da amostra sem tratamento térmico. No presente trabalho, apenas a amostra Ni-P-300/1 não seguiu este comportamento, mesmo com o valor de atrito próximo ao do revestimento Ni-P sem tratamento térmico, a largura de trilha foi a maior dentre todas as amostras.

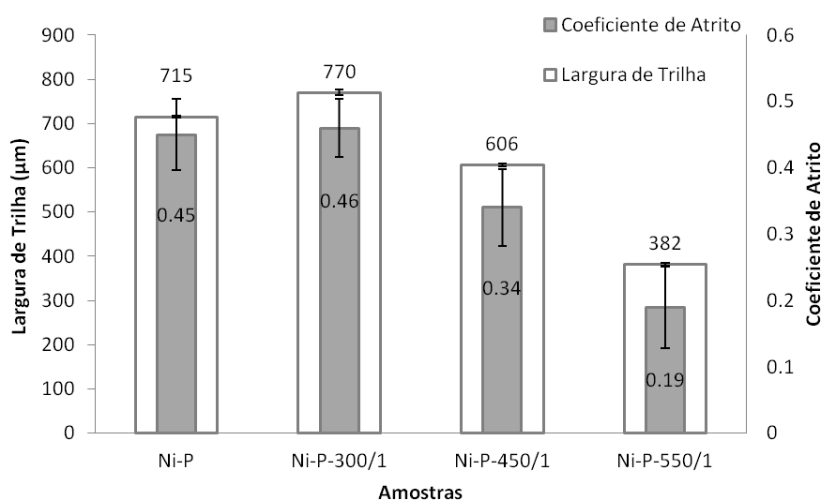


Figura 5.10 – Largura de trilha do disco e coeficiente de atrito para os diferentes revestimentos.

As medidas de dureza mostraram que a máxima dureza foi alcançada pelo revestimento de Ni-P com tratamento térmico de 450°C/1h. Ao elevar a temperatura do tratamento para 550 °C, a dureza teve uma leve queda. Este mesmo comportamento foi encontrado nos estudos de Taheri, 2003. Os valores de dureza de cada amostra estão apresentados no Apêndice IV. Os diferentes valores de dureza para cada amostra comprovam que houve uma mudança na microestrutura do revestimento, provocadas pelos tratamentos térmicos, em que ao atingir temperaturas superiores a 400 °C, o revestimento se torna cristalino e, conseqüentemente, mais resistente ao desgaste [Taheri, 2003 e Sahoo e Das, 2011].

Para relacionar a dureza com o desgaste, construiu-se o gráfico da Figura 5.11, em que constata-se uma relação inversamente proporcional entre a dureza e a largura de trilha. À medida que o valor de dureza aumenta a cada amostra a largura da trilha diminui. Este comportamento apenas não ocorreu com o revestimento Ni-P tratado a 550°C/1h, em que, mesmo com uma leve redução de dureza em relação à Ni-P-450/1, o tamanho da trilha foi o menor verificado entre todas as amostras. Assim, pode-se concluir que, de maneira geral, quanto maior a dureza do revestimento, menor é a marca deixada na peça e mais suave é o desgaste.

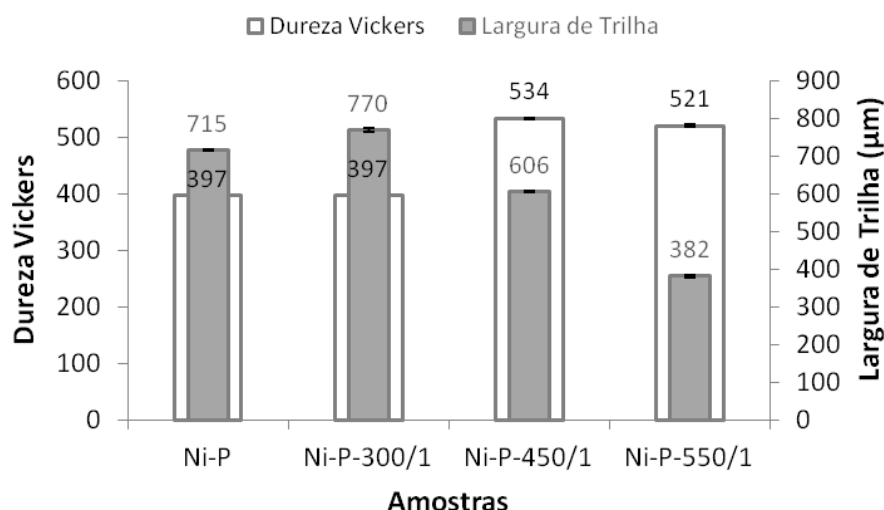


Figura 5.11 – Dureza do material e largura de trilha para os diferentes revestimentos.

Com a técnica de MEV/EDS pode-se verificar os principais elementos químicos contidos na superfície das amostras Ni-P e Ni-P-550/1, sendo analisadas as regiões da trilha de desgaste das duas amostras e também apenas a superfície da Ni-P, conforme mencionado na seção 4. Escolheu-se estas duas amostras para análise, pois elas contêm o maior e o menor valor de coeficiente de atrito, respectivamente. Para a região do revestimento da amostra Ni-P (fora da trilha), encontrou-se 87.8%Ni, 11,5 %P e 0.7%Si e 0%Fe (porcentagens em peso). A curva obtida pelo MEV/EDS para esta amostra se apresenta no Apêndice V.

A análise realizada sobre a trilha de desgaste da amostra Ni-P (Figura 5.12a) apontou uma queda na porcentagem de fósforo e níquel contido no revestimento, 85%Ni e 9.7%P, além de aparecer uma quantidade de ferro, 5.3%Fe. Com esta redução da quantidade de Ni e P atrelado ao aparecimento de Fe pode-se inferir que houve um rompimento do revestimento. Ferro é um dos principais elementos contidos no aço SAE 1045 empregado neste estudo, indicando que o desgaste da peça alcançou o substrato. Uma possível justificativa para não ter ocorrido uma queda brusca de Ni e P é o fato de ter material aderido à superfície da trilha de desgaste (Figura 5.2a), sendo este material parte do revestimento de Ni-P. Somado a estes pontos, a hipótese levantada no item 5.1, de que, durante o ensaio de desgaste, a amostra ter atingido o coeficiente de atrito do substrato poderia indicar um possível rompimento de filme, se confirmou com o resultado obtido por MEV/EDS.

As porcentagens de níquel e fósforo encontradas para a amostra Ni-P-550/1 apresentaram-se muito próximas aos valores encontrados na região do revestimento da amostra Ni-P (fora da trilha), conforme Figura 5.12b. Este resultado apontou para o não rompimento do filme de Ni-P, pois quase não houve remoção de material e o elemento Ferro não apareceu na superfície da trilha de desgaste. Também encontrou-se uma porcentagem de alumínio de 1.7%, possivelmente provindo de alguma lasca da esfera de Zircônia que se aderiu ao revestimento no momento do ensaio. O revestimento desta amostra apresentou o segundo maior valor de dureza em relação às demais, e o desgaste abrasivo da esfera foi perceptível, podendo justificar a possibilidade de lascamento da esfera.

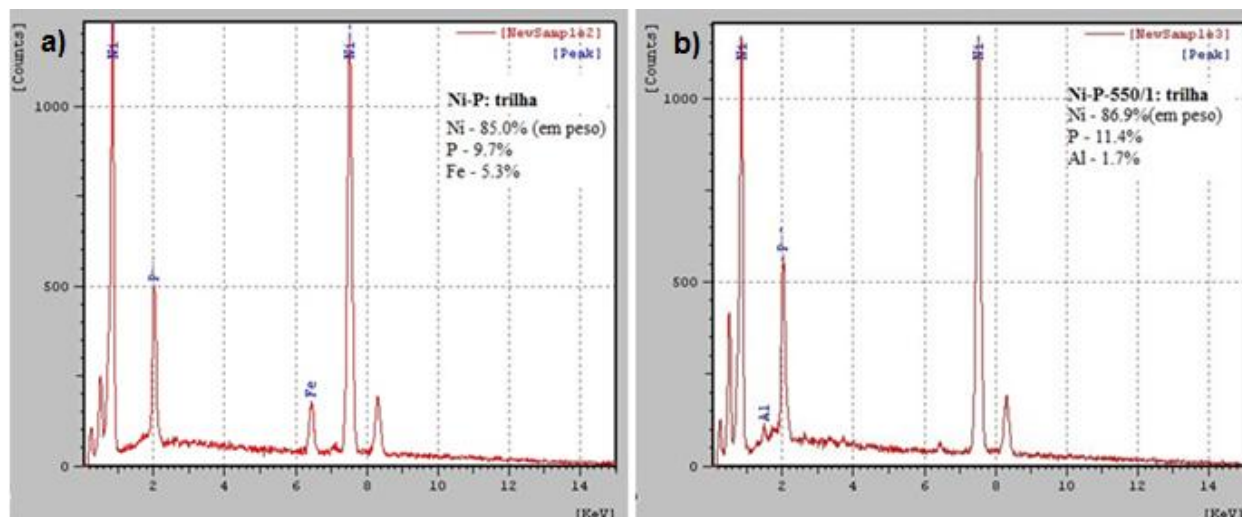


Figura 5.12 – Visualização dos elementos químicos da trilha de desgaste através de MEV/EDS: a) amostra Ni-P; b) amostra Ni-P-550/1.

Com a verificação destas duas amostras concluiu-se que um aumento do coeficiente de atrito pode ser um indicador de rompimento do revestimento, principalmente se a amostra ensaiada alcançar um valor de atrito próximo ao do substrato. O comportamento da amostra Ni-P pode ser estendido para a Ni-P-300/1, em que o coeficiente de atrito é praticamente o mesmo e estas duas amostras (Ni-P e Ni-P-300/1) alcançaram o valor do coeficiente de atrito do substrato durante os 1000s de ensaio. Assim, pode-se inferir que a amostra Ni-P-300/1 também rompeu o revestimento. Para a amostra Ni-P-450/1, por apresentar um valor de atrito menor que o das amostras Ni-P e Ni-P-300/1 e, durante o ensaio, não ter atingido o valor de coeficiente de atrito do substrato, pôde-se concluir que o filme também não rompeu, seguindo o mesmo comportamento da amostra Ni-P-550/1. Esta mesma linha de raciocínio também foi apresentada por Goettems, 2017, que trabalhou com o mesmo tipo de revestimento empregado no presente trabalho.

6. CONCLUSÕES

Através do coeficiente de atrito pode-se obter e analisar as propriedades tribológicas do revestimento Ni-P. Quatro tipos de amostra foram testadas, sendo uma revestida com Ni-P sem tratamento térmico e revestidas com tratamento de 300, 450 e 550°C/1h. Foi possível verificar que o tratamento térmico a temperaturas de 450 e 550°C/1h proporciona uma queda no valor do coeficiente de atrito, como também em um aumento de dureza da peça. Encontrou-se uma relação direta entre largura de trilha de desgaste e coeficiente de atrito, em que quanto menor a largura de trilha menor o coeficiente de atrito. Já entre o valor de dureza e largura de trilha de desgaste verificou-se uma relação inversa.

Outro ponto analisado foi a verificação do rompimento do revestimento de Ni-P, utilizando a técnica MEV/EDS, aplicada às amostras Ni-P sem tratamento térmico e Ni-P-550/1. A amostra sem tratamento térmico apresentou em sua superfície uma porcentagem de Ferro,

elemento predominante no aço, o que indicou que o teste de desgaste alcançou o substrato. Para a amostra Ni-P-550/1 a porcentagem de fósforo permaneceu praticamente inalterada, não apresentando nenhum elemento químico característico do substrato. Com este resultado pode-se inferir que não houve o rompimento do filme de Ni-P para a amostra revestida e tratada termicamente a 550°C/1h, assim se mostrando mais resistente ao desgaste que a amostra sem tratamento térmico.

Para trabalhos futuros pode ser aprofundado o estudo de desgaste das amostras, podendo verificar o volume de desgaste por interferometria. Outras características podem ser aplicadas ao revestimento de Ni-P, como uma alteração na quantidade de fósforo do revestimento ou uma adição de outro elemento a esta liga. Um estudo mais ampliado nas temperaturas e tempo de tratamento térmico também seria aplicável.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Apachitei, I., Duszcyk, J., **“Autocatalytic nickel coatings on aluminium with improved abrasive wear resistance”**, Surface And Coatings Technology, v. 132, pp 89-98, 2000.

Ashassi-Sorkhabi, H., Rafizadeh, S.H., **“Effect of coating time and heat treatment on structures and corrosion characteristics of electroless Ni-P alloy deposits”**, Surface And Coatings Technology, v. 176, pp 318-326, 2004.

Batchelor, A. W., Stachowiak, G. W., **“Tribology in materials processing”**, Journal Of Materials Processing Technology, v. 48, n. 2, p.503-515, out. 1995.

Both, G.B., **“Caracterização e Avaliação Tribológica de Superfícies Resistentes ao Desgaste para Aplicação em Ferramentas de Conformação a Frio”**, Dissertação (mestrado em engenharia), 123 p., Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011.

Eyre, T. S., Maynard, D., **“Surface aspect of unlubricated metal-to-metal wear”**, Wear, v. 18, pp 301 – 310, 1971.

Farrell, R. M., Eyre, T. S., **“The relationship between load and sliding distance in the initiation of mild wear in steels”**, Wear, v. 15, pp 359-372, 1970.

Goettems, F. S., **“Avaliação de Revestimentos de Níquel Químico como Substituto ao Cromo Eletrodepositado em Válvulas de Escape de Motores Diesel”**, Dissertação (mestrado em engenharia) 113 p., Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2017.

Graham, A. H., Lindsay, R. W., Read, H. J., **“The Structure and Mechanical Properties of Electroless Nickel”**, Journal Of The Electrochemical Society, v. 112, pp 401-409, 1965.

He, Y. D., Fu, H. F., LI, X. G., Gao W., **“Microstructure and properties of mechanical attrition enhanced electroless Ni-P plating on magnesium alloy”**, Scripta Materialia, v. 58, pp 504-507, 2008.

Jiaqiang, G., Yating, W., Lei, L., Bin, S., **“Wenbin H. Crystallization temperature of amorphous electroless nickel-phosphorus alloys”**, Materials Letters, v. 59, pp 1665-1669, 2005.

Johnson, C. E., Ogburn, F. **“Hardness of heat treated electroless nickel”**, Surface Technology, v. 4, pp 161-172, 1976.

Li Z., Chen, Z., Liu, S., Zheng, F., Dai, A., **“Corrosion and wear properties of electroless Ni-P plating layer on AZ91D magnesium alloy”**, Science Press, v. 18, pp 819-824, 2008.

Neis, P. D., **“Projeto e Construção de um Tribômetro com Controle Independente da Temperatura do Disco”**, Tese (doutorado em engenharia) 130 p., Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2012.

Palaniappa, M., Seshadri, S.K., **“Friction and wear behavior of electroless Ni–P and Ni–W–P alloy coatings”**, *Wear*, v. 265, pp 735-740, 2008.

Sahoo, P., Das, S. K., **“Tribology of electroless nickel coatings – A review”**, *Materials & Design*, v. 32, pp 1760-1775, 2011.

Taheri, R., **“Evaluation of Electroless Nickel-Phosphorus (EN) Coatings”**, Tese (doutorado em engenharia) 261 p., University Of Saskatchewan, 2003.

Vitry V., Delaunois F., Dumortier C., **“How heat treatment can give better properties to electroless nickel-boron coatings”**, <http://www.gruppofrattura.it/ors/index.php/aim/article/viewFile/392/36>. Acessado em 13/10/2017.

Yan, M., Ying, H.G., Ma, T.Y., **“Improved microhardness and wear resistance of the as-deposited electroless Ni–P coating”**, *Surface & Coatings Technology*, v. 202, pp 5909-5913, 2008.

Yoon, J., Park, J. Shur, C. Jung S., **“Characteristic evaluation of electroless nickel–phosphorus deposits with different phosphorus contents”**, *Microelectronic Engineering*, v. 84, pp 2552-2557, 2007.

Zhou, Q., Zhao, J., Nie, F., Chu, W., Li, J., Qiao, L., **“The effect of hydrogen on friction and wear of Ni–P electroless coating”**, *Wear*, v. 266, pp 810-813, 2009.

APÊNDICE I

O cálculo do coeficiente de atrito das amostras ensaiadas foi obtido através da Equação I.1.

$$\mu = \frac{T}{F \cdot r} \quad (I.1)$$

Em que μ é o coeficiente de atrito (adimensional), T é o torque (Nm), F a força aplicada (N) e r o raio efetivo de aplicação da força (m).

Os valores de torque obtidos através dos ensaios de esfera-sobre-disco foram corrigidos, segundo a rotação utilizada, seguindo a curva apresentada na Figura I.1, esta construída em ensaios realizados no tribômetro do Laboratório de Tribologia da UFRGS. Este procedimento deve ser utilizado para eliminar o torque gerado pelos mancais, e considerar apenas o valor que realmente está atrelado ao teste [Neis, 2012].

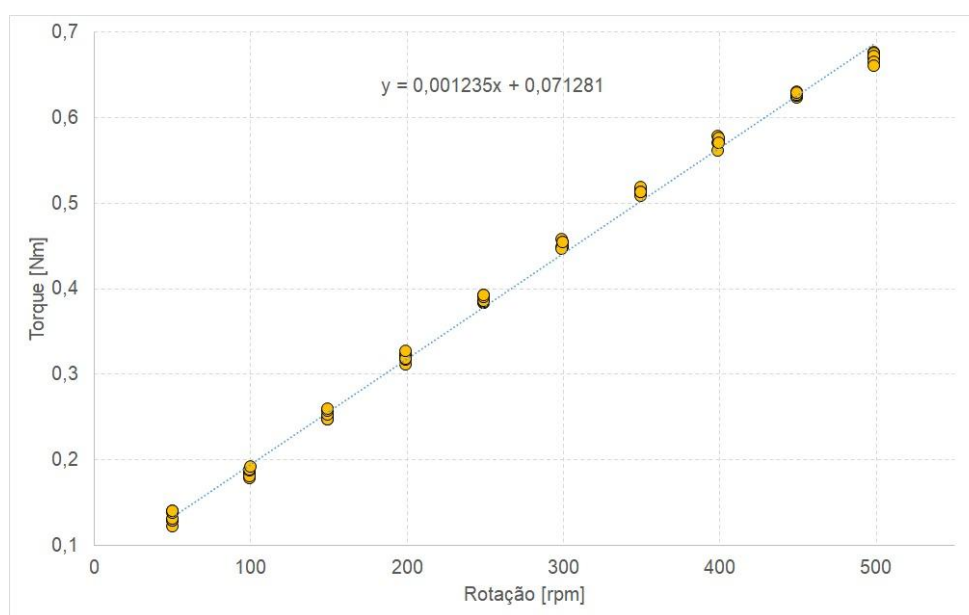


Figura I.1 – Curva de correção do torque.

A Equação I.2, provinda da curva de torque por rpm (Figura I.1), apresenta a relação de correção do torque.

$$y = 0,001235x + 0,071281 \quad (I.2)$$

Em que y será o valor a ser subtraído do torque T (Nm), na Equação I.1, e x é a rotação utilizada no ensaio (rpm).

APÊNDICE II

Na Figura II.1 pode-se observar o comportamento do atrito, pelo tempo de ensaio, do substrato. O valor médio calculado do coeficiente de atrito foi de 0,53.

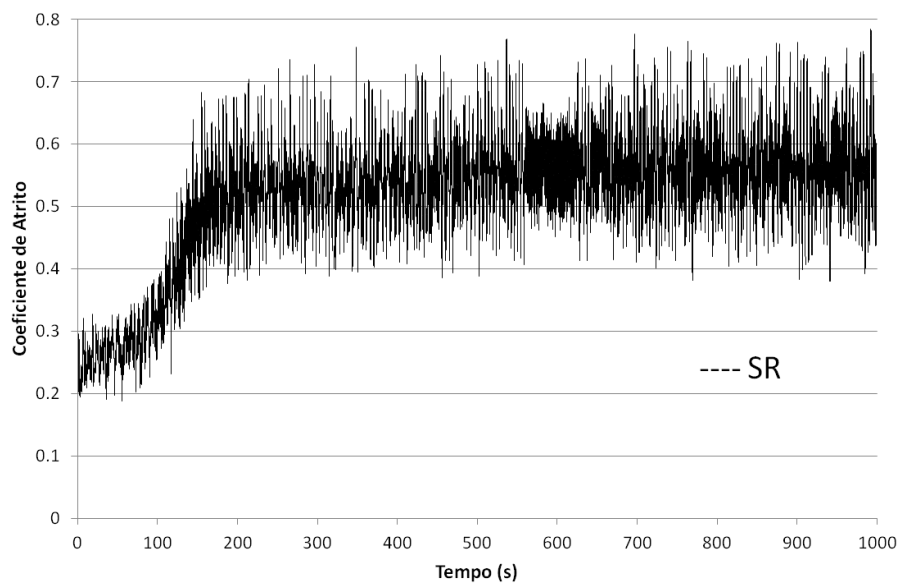


Figura II.1 - Variação do coeficiente de atrito para o substrato ao longo do tempo.

APÊNDICE III

O tempo de rompimento do filme de níquel-fósforo relacionado a cada tipo de amostra apresenta-se na Figura III.1.

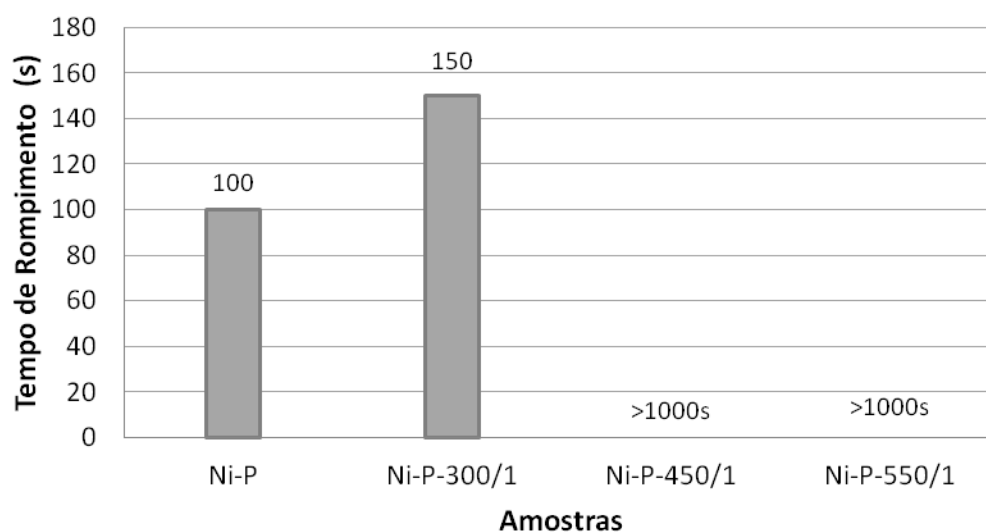


Figura III.1 – Tempo de rompimento dos diferentes revestimentos.

APÊNDICE IV

Os valores de dureza Vickers, para cada amostra, obtidos através de testes de dureza em microdurômetro estão apresentados na Tabela IV.1.

Tabela IV.1 – Dureza Vickers de cada amostra.

Amostra	Dureza (HV)	Desvio Padrão
SR	292	3.5
Ni-P	397.33	8.5
Ni-P-300/1	397.66	2.3
Ni-P-450/1	534	2.3
Ni-P-550/1	521	2.9

APÊNDICE V

A porcentagem de Ni e P do revestimento (antes dos testes de desgaste) aplicado a todas as amostras analisadas pode ser verificado na Figura V.1.

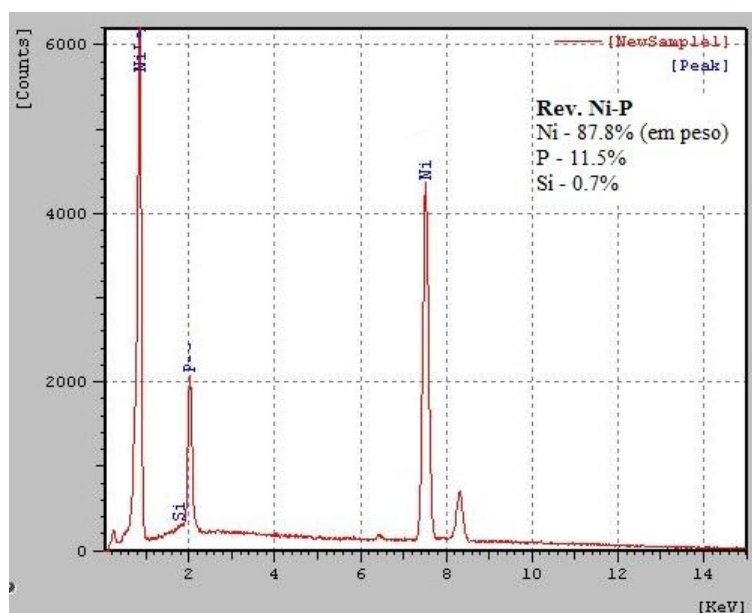


Figura V.1 – Visualização dos elementos químicos da superfície, fora da trilha de desgaste, da amostra Ni-P, através de MEV/EDS.