UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

DANIELA BAHIENSE DE OLIVEIRA

ANÁLISE DO COMPORTAMENTO EM EROSÃO-CAVITAÇÃO DA LIGA Co-30Cr-19Fe NITRETADA A PLASMA

VITÓRIA
2019

DANIELA BAHIENSE DE OLIVEIRA

ANÁLISE DO COMPORTAMENTO EM EROSÃO-CAVITAÇÃO DA LIGA Co-30Cr-19Fe NITRETADA A PLASMA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, na área de concentração Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Antônio César Bozzi.

VITÓRIA

2019

DANIELA BAHIENSE DE OLIVEIRA

ANÁLISE DO COMPORTAMENTO EM EROSÃO-CAVITAÇÃO DA LIGA Co-30Cr-19Fe NITRETADA A PLASMA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, na área de concentração Ciência e Engenharia de Materiais.

Aprovado em 18 de março de 2019.

COMISSÃO EXAMINADORA

_____

Prof. Dr. Antônio César Bozzi

Universidade Federal do Espírito Santo

Orientador

_____

Prof. Dr. Temístocles de Sousa Luz

Universidade Federal do Espírito Santo

Examinador externo

_____

Prof. Dr. Flávio José da Silva

Universidade Federal de Pernambuco

Examinador externo

AGRADECIMENTOS

À Deus, que sempre iluminou o meu caminho, me dando forças para seguir em busca dos meus objetivos e me permitindo concretizá-los.

Aos meus pais e ao meu irmão, por todo incentivo, dedicação e sacrifício em prol do meu desenvolvimento acadêmico e pessoal. Amo vocês.

Ao meu namorado e à sua família, por todo carinho e compreensão durante todos os momentos.

Ao professor Dr. Antônio Cesar Bozzi, pelo apoio, orientação e disponibilidade necessários para o desenvolvimento desse trabalho.

Ao professor Dr. Cherlio Scandian, pela oportunidade em dar continuidade a este trabalho e pelos ensinamentos em sala de aula.

Aos professores Dr. Adonias Ribeiro Franco Júnior e Dr. Leonardo Cabral Gontijo pela disponibilidade de seu tempo e por todo apoio na nitretação.

Ao professor Dr. Carlos Augusto Passos, por ter permitido de forma solicita, a utilização de seu laboratório.

Ao professor Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando, por todo o suporte na Difração de raios X.

Ao técnico de laboratório, Carlos Alberto Rosa Neto, do TRICORRMAT/UFES, pela colaboração e apoio durante os procedimentos laboratoriais.

À Msc. Manuelle Curbani, pelos ensinamentos e discussões acerca da sua dissertação de mestrado.

À aluna de graduação, Larissa, pelo comprometimento no desenvolvimento de várias etapas deste trabalho.

Aos professores e ao secretariado do Programa de Pós-Graduação de Engenharia Mecânica/UFES.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

RESUMO

Quando submetidos a ação de fluidos, os equipamentos em operação estão sujeitos ao desgaste por erosão cavitacional. Para amenizar os efeitos desse desgaste, podem ser utilizados materiais como as superligas e tratamentos termoquímicos, tal como a nitretação a plasma. Assim sendo, faz-se necessário promover o aumento da resistência ao desgaste por erosão cavitacional dos materiais utilizados nessas aplicações. O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência à erosão por cavitação da liga Co-30Cr-19Fe nitretada a plasma nas temperaturas de 380°C, 400°C e 420°C e determinar os principais mecanismos de desgaste operantes. As amostras foram submetidas a um tratamento térmico de solubilização, realizado a 1200°C por 12 horas e subsequente têmpera em água. Posteriormente, foram conduzidas ao tratamento termoquímico de nitretação nas temperaturas de 380°C, 400°C e 420°C. A mistura gasosa utilizada na nitretação foi de 75% de N_2 e 25% de H_2, o tempo de tratamento foi de 20 horas e a pressão de trabalho de 2,5 Torr para todas as condições. A caracterização, antes e após os tratamentos, foi realizada por meio de microscopia ótica, microdureza e difração de raios X. Os ensaios de cavitação vibratória foram realizados no equipamento ultrassônico (Telsonic DG-2000), com interrupções periódicas e a evolução do mecanismo de desgaste registrado por microscopia eletrônica de varredura. Antes da solubilização a microestrutura observada foi uma matriz de cobalto de fases α (CFC) e ε (HC) com poucos carbonetos e precipitados. Após o tratamento térmico houve dissolução parcial desses poucos carbonetos e precipitados. A fase S e nitretos de cromo foram obtidos em todas as condições nitretadas. A condição que apresentou maior resistência ao desgaste por erosão cavitacional foi a condição nitretada a 380°C a partir da análise das curvas de perda de massa acumulada com o tempo de exposição e da avaliação dos mecanismos de desgaste. No entanto, o tratamento termoquímico não foi efetivo para melhorar a resistência ao desgaste por erosão cavitacional das condições nitretadas a 400°C e 420°C em relação a condição solubilizada. De forma geral o mecanismo de desgaste observado para todas as condições nitretadas foi a ausência de deformação plástica significativa, com formação de pites e crateras, lascamento e desprendimento frágil do material por fadiga e consequente ausência do tempo de incubação.

Palavras-chave: Liga Co-30Cr-19Fe; Nitretação; Austenita expandida; Erosão-cavitação.

ABSTRACT

When subjected to fluid action, operating equipment are subject to wear by cavitation erosion. To mitigate the effects of this wear, it can be used superalloys and thermochemical treatments, such as plasma nitriding. Therefore, it is necessary to promote the increase of resistance to wear by cavitational erosion of the materials used in these applications. The objective of this work was to evaluate the resistance to cavitation erosion of the plasma nitrided Co-30Cr-19Fe alloy at temperatures of 380°C, 400°C and 420°C and to determine the main wear mechanisms in each of these conditions. The samples were subjected to a solution treatment, carried out at 1200 °C for 12 hours and subsequent quenching in water. Subsequently, the thermochemical treatment of nitriding was carried out at temperatures of 380°C, 400°C and 420°C. The gas mixture used was 75% N_2 and 25% H_2, the treatment time was 20 hours and the working pressure was 2.5 Torr for all nitriding conditions. The characterization, before and after each treatment, was done by means of optical microscopy, microhardness measurements and X-ray diffraction. The vibration cavitation tests were performed on the ultrasonic equipment (Telsonic DG-2000) with periodically interruptions and the evolution of the mass loss and to record the evolution of the wear mechanism by scanning electron microscopy. Before the thermochemical treatment a mixed microstructure was observed whose phases are cobalt α (CFC) and ε (HC), with few carbides and precipitates. And after the solution treatment there were partial dissolution of these few carbides and precipitates that existed. S phase and chromium nitrides were obtained under all nitrided conditions. The condition that presented the greatest wear resistance due to cavitational erosion was the condition nitrided in 380°C from the analysis of the accumulated mass loss curves with the time of exposure and the evaluation of the wear mechanisms. However, the thermochemical treatment was not effective to improve the wear resistance by cavitation erosion of the nitrided conditions at 400°C and 420°C in relation to the solution treated condition. In general, the wear mechanism observed for all nitrided conditions was the absence of significant plastic deformation, with pites and craters formation, brittle detachment of the material due to fatigue and consequently absence of incubation time.

Keywords: Co-30Cr-19Fe alloy; Plasma Nitriding; Expanded austenite; Cavitation Erosion.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Composição de ligas de cobalto usuais dispostas em gráfico a) radar; b) de barra. 21

Figura 2 - Microestrutura da liga Stellite 1 com duas camadas de depósito por GTAW. 24

Figura 3 - Microestrutura da liga a) Stellite 6; b) Stellite 12, ambas as ligas com duas camadas de depósito por GTAW. 25

Figura 4 - Microestrutura da liga de cobalto MP35N recozida. 25

Figura 5 - Microestrutura da liga M64BC (Co-28Cr-6Mo-0,16N) recozida. 26

Figura 6 - Microestrutura da liga Co-28Cr-6Mo. 26

Figura 7 - Diagrama de fases da água. 29

Figura 8 - Momento do colapso de uma bolha de vapor e a região de elevada pressão formada no centro. 30

Figura 9 - Esboços das configurações de ensaio: a) método direto conforme ASTM G32; b) e o método indireto. 32

Figura 10 - Curvas a) Perda em massa acumulada *versus* Tempo de exposição e b) Taxa de Erosão *versus* Tempo de Exposição. 33

Figura 11 - Evolução do mecanismo de desgaste por EC em um aço AISI 304: a) antes; após o tempo de exposição de: b) 5 minutos; c) 15 minutos; d) 20 minutos; no ensaio de cavitação vibratória. 36

Figura 12 - Formação da pites após o tempo de exposição à cavitação de: a) 3 minutos; b) 25 minutos em uma liga Inconel 600. 37

Figura 13 - Formação de cratera após o tempo de exposição ao desgaste por EC de: a) 30 min; b) 45 min; em uma liga Inconel 600. 37

Figura 14 - Etapas do dano no desgaste por erosão cavitacional de um revestimento de níquel-fósforo em um ferro fundido cinzento. 38

Figura 15 - Mecanismo de desgaste por EC no AISI 304L solubilizado em um ensaio de cavitação vibratória após tempo de exposição de: a) 5,4 ks (descamação); b) 50,4 ks (crateras). 39

Figura 16 - Seção transversal de um aço inoxidável AISI 304L solubilizado após 50,4 ks em um ensaio de cavitação vibratória com remoção de debris em destaque.....39

Figura 17 - Superfície do AISI 420 com 0,48 N (% em peso) após 108 ks em um ensaio de cavitação vibratória. 40

Figura 18 - Superfície do revestimento de Cr_2O_3 no aço ASTM A743: a) antes do ensaio de cavitação vibratória; b) após 6 horas de ensaio. 40

Figura 19 - Remoção de material devido à clivagem de um aço AISI 410 temperado e revenido em um ensaio de cavitação vibratória após: a) 720 minutos; b) 1200 minutos. 42

Figura 20 - Evolução do aspecto da superfície do aço martensítico ASTM A743 nitretado a plasma durante um ensaio de cavitação vibratória: a) após 1 hora de ensaio; b) após 6 horas de ensaio. 42

Figura 21 - MDPR após 15 horas em função do tamanho do grão e do valor do pH para aço AISI 304.....45

Figura 22 - Dureza da superfície *versus* o tempo de exposição ao ensaio de cavitação vibratória.....46

Figura 23 - Dureza instrumentada de seções transversais de diferentes ligas após exposição ao ensaio de cavitação vibratória.....47

Figura 24 - Representação esquemática de um reator de nitretação a plasma. 48

Figura 25 - Camada modificada do AISI 316L nitretado em a) 673 K; b) 703 K; c) 743 K. 51

Figura 26 - Difratograma original de Ichii, Fujimura e Takase com os picos de fase-S. 54

Figura 27 - Difratograma de raios X de uma liga CoCrMo antes e após a nitretação em 600°, 700° e 800°C. 54

Figura 28 - Perda de massa acumulada por tempo de exposição no ensaio de cavitação vibratória do aço inoxidável duplex UNS S31803 na condição não nitretada, nitretado a gás a alta temperatura e nitretado a gás a alta

temperatura e posteriormente a plasma; e do aço inoxidável austenítico UNS S30403 na condição não nitretado e nitretado a plasma. 55

Figura 29 - Perda de massa acumulada em função do tempo de exposição para aço o AISI 410 temperado e revenido sem nitretação e na condição nitretado. 56

Figura 30 - Seção transversal do UNS S31803 (HTGN+LTPN) após o tempo de exposição de 64 horas em um ensaio de cavitação vibratória.....58

Figura 31 - Geometria final das amostras. 59

Figura 32 - Diagrama de fases Liga Co-30Cr-19Fe desenvolvido no software FactSage. 61

Figura 33 - Diagrama de blocos do reator de fonte pulsada SDSPUL.....62

Figura 34 - Amostras dispostas no porta-amostra. 63

Figura 35 - Esquema do equipamento utilizado no ensaio de cavitação vibratória. ..64

Figura 36 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe como recebida por MO. 69

Figura 37 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe como recebida. 70

Figura 38 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe solubilizada.....70

Figura 39 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe solubilizada por MO.....71

Figura 40 - Difratograma de raios X da liga Co-30Cr-19Fe como recebido e a condição SOL. 72

Figura 41 - Difratograma de raios X da liga Co-30Cr-19Fe nas condições N380, N400, N420 e SOL.....74

Figura 42 - Seção transversal para a condição: a) N380; b) N400; c) N420. 76

Figura 43 - Microdureza na superfície das amostras nitretadas. 78

Figura 44 - Microdureza da superfície para a carga de 10 gf. 80

Figura 45 - Condição N380 a) Mapeamento linear da microdureza na superfície b) Imagem de estereoscópio após 15 minutos do ensaio de cavitação vibratória.....82

Figura 46 - Condição N400 a) Mapeamento linear da microdureza na superfície b) Imagem de estereoscópio após 15 minutos do ensaio de cavitação vibratória.....82

Figura 47 - Condição N420 a) Mapeamento linear da microdureza na superfície b) Imagem de estereoscópio após 15 minutos do ensaio de cavitação vibratória.....82

Figura 48 - Evolução da microdureza ao longo de 45 minutos do ensaio de cavitação vibratória.....83

Figura 49 - Perda de massa acumulada em função do tempo de exposição de um ensaio de cavitação vibratória em um tempo de 30 horas de exposição..85

Figura 50 - Taxa de erosão em função do tempo de exposição de um ensaio de cavitação vibratória em um tempo de 30 horas de exposição. 86

Figura 51 - Perda volumétrica em função do tempo de exposição. 88

Figura 52 - MDE calculado em 30 horas de exposição para cada condição. 88

Figura 53 - Perda de massa acumulada em função do tempo de exposição em um ensaio de cavitação vibratória com tempo de ensaio máximo de 45 minutos. 90

Figura 54 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N380 para: a) 1,5 h; b) 6 h; c) 9h; d) 15 h; e) 21h; f) 30 h. 91

Figura 55 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N400 para: a) 1,5 h; b) 6 h; c) 9 h; d) 15 h; e) 21 h; f) 30 h. 93

Figura 56 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N420 para: a) 1,5 h; b) 6 h; c) 9 h; d) 15 h; e) 21 h; f) 30 h. 94

Figura 57 - Crateras após 30 horas de exposição ao ensaio de cavitação vibratória para as condições: a) N380; b) N400; c) N420. 96

Figura 58 - Região de transição de cavitação: a) N380; b) N400; c) N420.....97

Figura 59 - Seção transversal da liga Co-30Cr-19Fe para condição N380 a) antes do ensaio de cavitação vibratória; b) após 30 horas de exposição ao ensaio de cavitação vibratória. 98

Figura 60 - Seção transversal da liga Co-30Cr-19Fe após 30 horas de ensaio de cavitação vibratória para condição: a) N400; b) N400 com zoom.....98

Figura 61 - Seção transversal da liga Co-30Cr-19Fe após 30 horas de ensaio de cavitação vibratória para condição: a) N420; b) N420 com zoom.....98

Figura 62 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N380 a) antes do ensaio; após b) 15; c) 30; d) 45 minutos. 100

Figura 63 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N400 a) antes do ensaio; após b) 15; c) 30; d) 45 minutos. 101

Figura 64 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N420 a) antes do ensaio; após b) 15; c) 30; d) 45 minutos. 102

Figura 65 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe na condição nitretada N420 após 30 horas do ensaio de cavitação vibratória. 119

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química nominal (%peso) para Stellite 250 e para UmCo50. 23

Tabela 2 - Parâmetros para ensaio de cavitação vibratória segundo a Norma ASTM G32 – 2016.....31

Tabela 3 - Composição química da liga de Co-30Cr-19Fe (% em peso).....59

Tabela 4 - Condições do tratamento térmico. 60

Tabela 5 - Parâmetros dos tratamentos de nitretação. 63

Tabela 6 - Parâmetros do ensaio de cavitação vibratória. 65

Tabela 7 - Identificação e informação sobre as condições ensaiadas. 66

Tabela 8 - Informação sobre os ensaios adicionais. 66

Tabela 9 - Fração volumétrica das fases identificadas pelo difratograma. 73

Tabela 10 - Espessura média da camada de fase S para cada condição. 76

Tabela 11 - Resultados de Microdureza $HV_{(0,01)}$ para as condições N420, N400, N380 e SOL. 80

Tabela 12 - Valores de perda de massa acumulada para todas as condições após 30 horas de exposição ao ensaio de cavitação vibratória.....84

Tabela 13 - Valores de taxa máxima de erosão e taxa de erosão para todas as condições no ensaio de cavitação vibratória com tempo de 30 horas de exposição. 87

Tabela 14 - Valores de MDPR calculados para cada condição. 89

Tabela 15 - Densidade de água livre de bolhas em função da temperatura.....118

Tabela 16 - Diagonal e profundidade de indentação calculadas para cada condição nitretada. 121

LISTA DE SÍMBOLOS

ρ	Densidade
Δt	Intervalo de tempo
ΔW	Perda de Massa
A	Área
Ar	Gás Argônio
C	Carbono
Co	Cobalto
Cr	Cromo
Fe	Ferro
h	Profundidade de indentação
H_2	Gás hidrogênio
m	Fase S
Mn	Manganês
Mo	Molibdênio
N	Nitrogênio
N_2	Gás Nitrogênio
Ni	Níquel
P	Fósforo
P_v	Pressão de vapor
R_e	Resistência à Erosão Cavitacional
S	Enxofre
S	Fase S
Si	Silício
Ti	Titânio
W	Tungstênio
α	Estrutura CFC
γ	Austenita
γ_n	Fase S
ε	Estrutura HC
ε’	Fase S
μ	Mi
σ	Sigma

LISTA DE SIGLAS

AFM - Microscópio de Força Atômica (*Atomic Force Microscope*)

ASTM - *American Society for Testing and Materials*

CFC – Estrutura Cúbica de Face Centrada

CT – Centro Tecnológico

DRX – Difração de Raios X

EBSD - Difração de Elétrons Retroespalhados

EC - Erosão-Cavitação; Erosão Cavitacional

EFE – Energia de Falha de Empilhamento

ELETRONORTE - Centrais Elétricas do Norte do Brasil S/A

FE – Falha de Empilhamento

GDOES - Espectroscopia de Emissão Ótica em Descarga Luminescente

GTA – Arco sob Gás com Eletrodo de Tungstênio (*Gas Tungsten Arc Processing*)

HC – Estrutura Hexagonal Compacta

HTGN - Nitretação a Gás em Alta Temperatura *(High Temperature Gas Nitriding)*

HV – Dureza Vickers

HVOF - *High Velocity Oxy-Fuel*

IFES – Instituto Federal do Espírito Santo

ISE – Efeito de Escala de Indentação (*Indentation Size Effect*)

LCSM – Laboratório de Caracterização de Superfície dos Materiais

LFT - Laboratório de Fenômeno de Transportes

LTPN - Nitretação a Plasma em Baixa Temperatura (*Low Temperature Plasma Nitriding*)

MDE - Profundidade Média de Penetração (*Mean Depth Erosion*)

MDPR – Taxa de Profundidade Média de Penetração (*Mean Depth Erosion Rate*)

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

MO – Microscópio Ótico

OFP - *Oxy Fuel Powder*

SFA - *Self-Fluxing Alloys*

TCP – Estrutura Topologicamente Compacta (*Topologically Closed-Packed Phases*)

TRICORRMAT – Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais

UFES – Universidade Federal do Espírito Santo

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 16

2 REVISÃO DA LITERATURA 19

2.1 SUPERLIGAS 19

2.1.1 Superligas de cobalto 20

2.1.1.1 Superligas de Co-Cr-Fe 22

2.1.1.2 Microestrutura das superligas de cobalto 23

2.1.1.3 Energia de falha de empilhamento nas superligas de cobalto 27

2.2 CAVITAÇÃO 28

2.3 DESGASTE POR EROSÃO-CAVITAÇÃO 30

2.3.1 Ensaios de cavitação vibratória 31

2.3.2 Mecanismos de desgaste por erosão cavitacional 35

2.3.3 Seleção de materiais resistentes à erosão cavitacional 42

2.3.4 Propriedades x Resistência ao desgaste por EC 43

2.4 NITRETAÇÃO A PLASMA 47

2.4.1 Fase S 52

2.4.2 Nitretaçao a plasma e o desgaste por erosão cavitacional 55

3 MATERIAIS E MÉTODOS 59

3.1 MATERIAL 59

3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS E TERMOQUÍMICOS 60

3.2.1 Solubilização 60

3.2.2 Nitretação a plasma 61

3.3 ENSAIO DE CAVITAÇÃO VIBRATÓRIA 64

3.3.1 Planejamento experimental 66

3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL 67

3.5 MICRODUREZA 67

3.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS X 67

4 RESULTADOS E DISCUSSOES 69

4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL 69

4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X 71

4.3 MICRODUREZA 78

4.3.1 Microdureza na superfície 78

4.3.2 Mapeamento linear da microdureza na superfície 81

4.3.3 Evolução da microdureza durante do ensaio de cavitação vibratória 83

4.4 CAMADA NITRETADA 75

4.5 DESGASTE POR EROSÃO-CAVITAÇÃO 84

4.5.1 Mecanismos de desgaste 90

4.5.2 Análise da seção transversal após o ensaio de cavitação vibratória 97

4.5.3 Análise do tempo de exposição inicial do ensaio de cavitação vibratória 99

5 CONCLUSÕES 104

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 105

REFERÊNCIAS 106

APÊNDICES 117

APÊNDICE A – PROCEDIMENTO PARA DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE ... 118

APÊNDICE B – PROCEDIMENTO PARA ESTIMAR ÁREA CAVITADA 119

APÊNDICE C – PROCEDIMENTO PARA ESTIMAR TAMANHO DE GRÃO 120

APÊNDICE D – PROCEDIMENTO PARA DETERMINAÇÃO DA PROFUNDIDADE DE INDENTAÇÃO 121

1 INTRODUÇÃO

O desgaste por erosão cavitacional (EC) é muito comum em sistemas hidráulicos e pode ocorrer em componentes mecânicos e equipamentos, que vão desde o âmbito da produção energética até dispositivos médicos (RIBEIRO, 2007; KRUMENACKER, 2015; WU *et al*., 2017).

Equipamentos submetidos a ação de fluidos estão sujeitos a este tipo de desgaste em diferentes locais de um sistema hidráulico: seja no nível de diafragmas, nos tubos de Venturi, nas pás do rotor ou nas hélices dos navios, por exemplo.

O impacto econômico devido ao dano provocado em equipamentos e peças envolvidas pode ser significativo. Em alguns casos, como em turbinas hidráulicas, o desgaste por EC acarreta em custos relacionados à manutenção direta e/ou às perdas por interrupção na geração de energia elétrica (RIBEIRO, 2007). Por exemplo, a Centrais Elétricas do Norte do Brasil S/A (ELETRONORTE, 2018) divulgou que o investimento realizado em 2017 foi superior a R$186 mil reais para o desenvolvimento e construção de um sistema robotizado para reparos de falhas de cavitação em turbinas hidráulicas.

Segundo Mezlini *et al.,* (2006), se a perda de material não é adequadamente controlada, o componente pode falhar prematuramente, aumentando o custo do produto final. Dessa forma, no contexto do desgaste por EC, a fim de otimizar a manutenção de equipamentos existentes ou projetar novos equipamentos, é essencial que seja realizada uma criteriosa seleção de materiais resistentes, assim como a quantificação da intensidade do desgaste.

A seleção desses materiais deve englobar propriedades como resistência à corrosão em alta temperatura, elevada resistência mecânica e ao desgaste. Dentre esses materiais, são comumente utilizadas as ligas à base cobalto (Co), níquel (Ni) ou de ferro-níquel (Ni-Fe), denominadas de superligas (DAVIS, 2000).

As superligas de cobalto apresentam uma estrutura cúbica de face centrada (CFC) instável associada a uma baixa energia de falha de empilhamento (EFE), as quais resultam em altas taxas de encruamento, alta resistência à fadiga e alta absorção de tensões. A primeira característica é devida à interação entre as falhas de

empilhamento (FE) e a última ocorre através da transformação da estrutura CFC em hexagonal compacta (HC) (DAVIS, 2000).

Os tratamentos termoquímicos são utilizados com o objetivo de melhorar propriedades dos materiais. O tratamento termoquímico de nitretação a plasma tem sido usado para aprimorar propriedades tais como a resistência ao desgaste, resistência à corrosão e à fadiga, devido ao mecanismo de formação de uma fase, denominada fase S (GARZÓN *et al*., 2005; GRAJALES, OSPINA e TSCHIPTSCHIN, 2009).

A fase S apresenta elevada dureza, resistência ao desgaste e está associada à inserção de elementos como o nitrogênio (N) na matriz. Para as superligas de cobalto, somente nos últimos 20 anos foram realizados estudos sobre a formação da fase S.

O trabalho de Dong (2010), por exemplo, demonstrou a formação de fase S em uma liga Co-Cr. Contudo, quantitativamente, ainda há poucos estudos relatados (PICHON *et al.,* 2010; WANG, ZHANG e SHEN, 2010).

Encontrar uma solução duradoura, confiável e econômica em relação ao desgaste por erosão cavitacional é uma área ativa de pesquisa. Assim como explorar o domínio da liga Co-30Cr-19Fe em novos desenvolvimentos, uma vez que os estudos já realizados são poucos em número mas são relevantes em relação ao comportamento dessas ligas quanto ao desgaste e abrem caminho para novas discurssões.

Portanto, o objetivo geral do trabalho é avaliar a resistência à erosão por cavitação da liga de Co-30Cr-19Fe nitretada a plasma nas temperaturas 380, 400 e 420°C e determinar os principais mecanismos de desgaste operantes em cada uma dessas condições. Especificamente os objetivos são:

- Realizar homogeneização da estrutura fundida e redução da fração de possíveis carbonetos por tratamento térmico de solubilização;
- Formar camada de fase S a partir do tratamento termoquímico de nitretação a plasma nas temperaturas de: 380°C, 400°C e 420°C;
- Avaliar a resistência ao desgaste por erosão cavitacional das condições estudadas;
- Analisar os mecanismos de desgaste por microscopia eletrônica de varredura.

Dentro deste escopo, este trabalho está organizado desta maneira: no Capítulo 2 há uma revisão da literatura sobre superligas, desgaste por erosão cavitacional e mecanismos de desgaste, nitretação a plasma; o Capítulo 3, por sua vez, apresenta a descrição dos materiais utilizados e a metodologia adotada; no Capítulo 4 os resultados e a discussão realizada baseada na literatura são apresentados; no Capítulo 5 constam as conclusões e no Capítulo 6 há sugestões para trabalhos futuros.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 SUPERLIGAS

No início do século XX, os projetos de turbinas de aviões contribuíram para a busca por novos materiais dada a necessidade de atender ao aumento das temperaturas e das tensões dos componentes nos motores dessas turbinas (GEDDES, LEON e HUANG, 2010). Com o advento da Segunda Guerra Mundial, a turbina a gás tornou-se um fator determinante para o desenvolvimento das superligas.

As superligas são ligas baseadas em elementos do grupo VIII da tabela periódica (cobalto, níquel ou níquel-ferro) nas quais elementos de liga são adicionados de forma variada (SIMS, 1987).

O prefixo super é usualmente empregado para evidenciar a excelência e superioridade de algo. Em relação as outras classes de materiais, essa distinção das superligas é devido à combinação de propriedades como resistência mecânica; resistência à fadiga e à fluência; boa estabilidade superficial; resistência à oxidação e à corrosão (ZHANG e ZHAO, 2013).

Uma das principais características desejáveis em um material aplicado em altas temperaturas é a capacidade de suportar o carregamento a uma dada temperatura operacional; a resistência substancial à degradação mecânica durante longos períodos de tempo; e a tolerância de ambientes operacionais severos (REED, 2006).

Existem várias classes de materiais que satisfazem a essa característica operacional, tais como as ligas de metais refratários e os cerâmicos. Contudo, a combinação de resistência ao calor e à corrosão que as superligas apresentam, as tornam capazes de manter propriedades mecânicas concomitante à estabilidade física e química em altas temperaturas.

As aplicações incluem diversos segmentos: aeronáutica, indústria química, petroquímica e na siderurgia. Nessas aplicações podem ser encontrados dispositivos como pás de turbinas, reatores nucleares e fornos industriais, como também em equipamentos biomédicos (DAVIS, 2000). Em 2017, cerca de 45% do cobalto consumido nos Estados Unidos foi usado em superligas, o que demonstra sua ampla utilização (*U.S. GEOLOGICAL SURVEY,* 2018).

O processo de fabricação dessas ligas depende do tipo de aplicação e esses processos incluem fundição, forjamento e metalurgia do pó. Adicionalmente, essas aplicações podem ser por superligas depositadas como revestimentos. (DONACHIE e DONACHIE, 2002)

2.1.1 Superligas de cobalto

O cobalto, principal elemento dessas superligas, exibe uma estrutura hexagonal compacta abaixo de 417°C; e entre 417°C e seu ponto de fusão, uma estrutura cúbica de face centrada. Para as ligas de cobalto, a temperatura de transformação varia em intervalos de temperatura pouco mais elevados. Dentre outras propriedades do cobalto, destacam-se a densidade de 8,85 g/cm^3, temperatura de fusão de 1493 °C e energia de falha de empilhamento de 20mJ/m^2. (DAVIS, 2000)

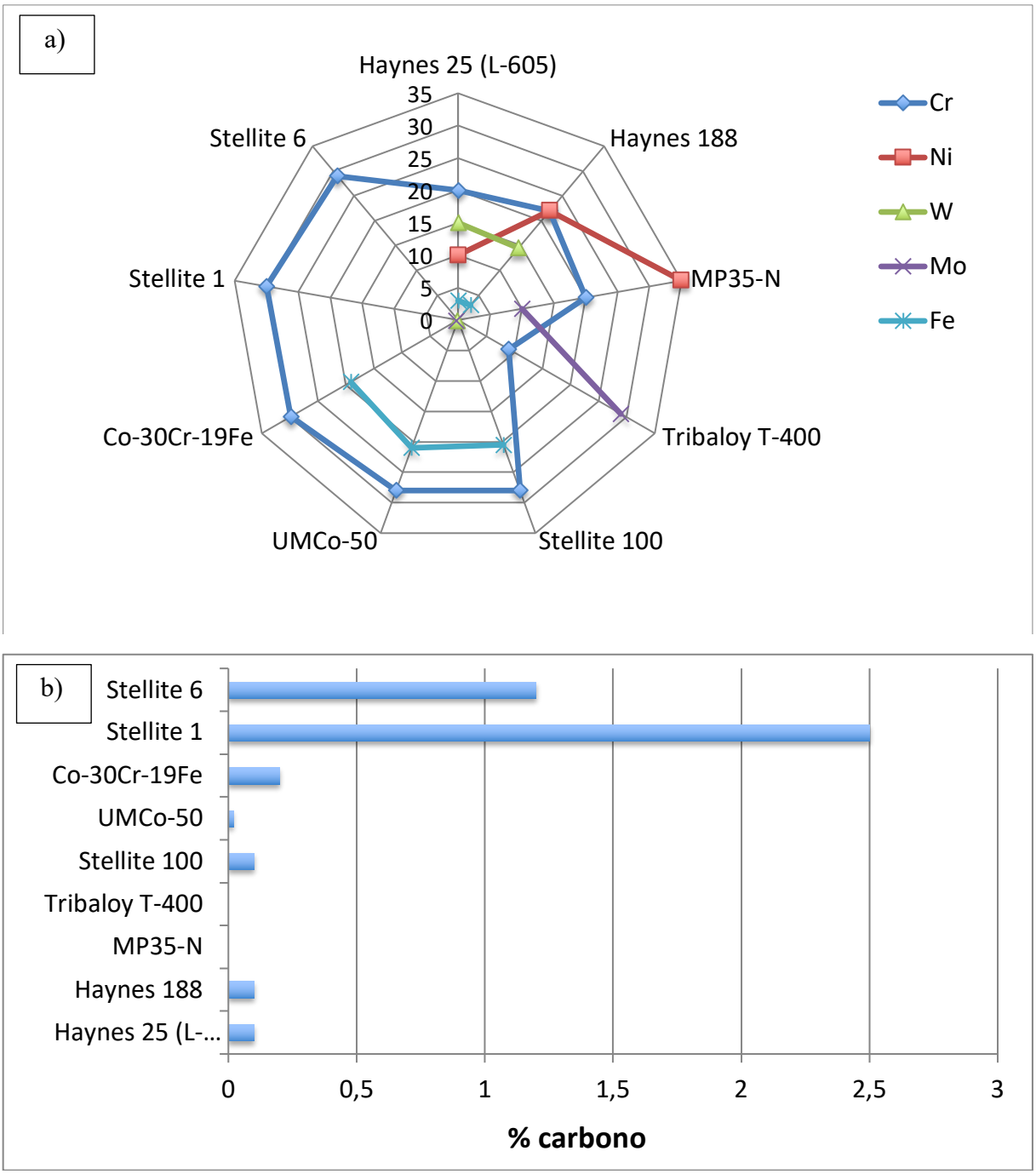
A fase α refere-se à estrutura CFC e a fase ε à HC, conforme relatado pela maioria de autores na literatura sobre as ligas de cobalto. Destas, a fase HC é termodinamicamente estável a temperatura ambiente. Entretanto, verifica-se que o cobalto e suas ligas apresentam, com frequência, uma estrutura mista CFC e HC nessa temperatura (RUSSEL e LEE, 2005).

Essa retenção da fase CFC está relacionada com a transformação α → ε cuja energia associada é de apenas 360 J/mol (RUSSEL e LEE, 2005). Logo, trata-se de uma transformação lenta e difícil (ISHIDA e NISHIZAWA, 1990) na qual pode ser ativada por deformação ou longos períodos em temperaturas elevadas de acordo com Zhang e Zhao (2013).

A alotropia da liga associada a baixa EFE contribui para capacidade das ligas de absorver tensões, para a resistência à fadiga e em altas taxas de encruamento. Essas atribuições são essenciais à resistência por erosão cavitacional e à resistência por erosão-corrosão das superligas de cobalto (DAVIS, 2000; ZHANG e ZHAO, 2013).

Em relação à composição química, a maioria das ligas de cobalto contêm cromo (Cr) na faixa de 10%, como na Tribaloy T-400 e de 35%, por exemplo, no Stellite 100. As ligas pertencentes ao sistema Co-Cr contêm, geralmente, tungstênio (Stellite 100) ou molibdênio (MP35N) em uma concentração mais baixa. A Figura 1 a) apresenta a composição de algumas ligas comuns à base de cobalto e o teor de carbono (C) é ilustrado na Figura 1 b).

Figura 1 - Composição de ligas de cobalto usuais dispostas em gráfico a) radar; b) de barra.



Fonte: Elaborado pelo autor com dados do catálogo de Deloro (2018), Falqueto *et al.*,(2017) e Davis (2000), 2019.

Muitas variantes dessas composições estão disponíveis comercialmente. Alguns grupos apresentam maiores teores de ferro (Fe), outros tem uma maior concentração de Ni e outros de molibdênio (Mo). Todavia, na maioria das aplicações, o teor de cromo presente na composição das superligas gira em torno de 25%.

A elevada resistência à corrosão e oxidação em altas temperaturas é consequente do teor de cromo. E por vezes este elemento possui uma função dupla: atua na formação de carbonetos e é o elemento de liga mais expressivo na matriz (DAVIS, 2000).

Há outros elementos que contribuem para aumentar a resistência das ligas pela formação de solução sólida e também que podem formar carbonetos aumentando a resistência da matriz.

O tungstênio (W), por exemplo, viabiliza um aumento de resistência adicional a matriz por solução sólida devido ao seu grande tamanho atômico, gerando distorção da rede cristalina do material. Outro elemento que atua de forma semelhante é o Mo (DAVIS, 2000).

Essa distorção que elementos como o W ou o Mo causam, por sua vez, dificulta o movimento das discordâncias e em maiores teores esses elementos podem participar da formação de carbonetos ou promover a formação durante a solidificação de carbonetos M_6C, melhorando também, a resistência à corrosão das ligas (DAVIS, 2000; ZHANG e ZHAO, 2013).

Contudo, de acordo com Smith (1993), há um efeito indesejável decorrente da presença dos carbonetos: a fragilização a qual pode ser pronunciada quando as ligas são submetidas por um longo tempo a altas temperaturas. Há também a contribuição na formação de fases intermetálicas como, por exemplo, o ferro que, segundo Geddes, Leon e Huang (2010) tende a formar fases topologicamente compacta (TCP) devido as quatro vacâncias, favorecendo a formação de intermetálicos com curtas distâncias interatômicas.

2.1.1.1 Superligas de Co-Cr-Fe

Existem diferentes ligas comerciais pertencentes ao sistema ternário Co-Cr-Fe. Dentro deste grupo, podem ser encontradas ligas como: Stellite 250 e UMCo 50, superligas de cobalto, fundida e forjada, respectivamente (DEAL *et al.*, 2007). A Tabela 1 apresenta a composição química nominal dessas ligas.

Tabela 1 - Composição química nominal (%peso) para Stellite 250 e para UmCo50.

	Co	Cr	Fe	C	Outros
Stellite 250[a)]	Bal.	28	20,5	0,1	Mn, Si
UMCo 50[b)]	48-52	27-29	Bal.	0,05-0,12	Mn, Si (0,5-1,0) P, S (<0,02)

Fonte: Adaptado de a) Stellite 250 – Deloro (2018); b) Davis (2000).

Ressalta-se que a composição de ambas essas ligas apresentadas tem elevado teor de ferro (aproximadamente 20%), em comparação aos outros grupos das superligas de cobalto e que ambas são pouco citadas na literatura.

De acordo com o fabricante Deloro, as principais características da liga Stellite 250 são: excelente resistência à corrosão; elevada resistência a altas temperaturas; boa ductilidade e ótima resistência ao choque térmico. Segundo Davis (2000), a liga UMCo50 tem alto grau de resistência à oxidação e à corrosão em aplicações sujeitas a temperaturas de trabalho da ordem de 1200 °C.

No que tange à aplicação, podem ser utilizadas em fornos para tratamentos térmicos, matrizes de fundição e extrusão, em palhetas de turbinas a gás, aplicações na siderurgia e em processos de fabricação (DELORO, 2018; DAVIS, 2000; CABROL *et al.*, 2015).

São poucos os registros encontrados na literatura sobre o comportamento dessas ligas quanto ao desgaste. Alguns pesquisadores realizaram estudos sobre microabrasão dessas ligas (MARQUES *et al*., 2017a; MARQUES *et al*., 2017b; VIEIRA, 2017). Por sua vez, Falqueto *et al*., (2017) investigaram o desempenho dessas ligas quanto ao desgaste por deslizamento; e Romero (2018) analisou o comportamento em erosão cavitacional dessa liga sob diversas condições metalúrgicas (fundida, laminada, solubilizada, nitretada em baixas temperaturas).

2.1.1.2 Microestrutura das superligas de cobalto

De um modo geral, a estrutura das superligas de cobalto é constituída por carbonetos dispersos numa matriz dúctil de cobalto contendo cromo e tungstênio, ou cromo e molibdênio, como átomos substitucionais (ZHANG e ZHAO, 2013).

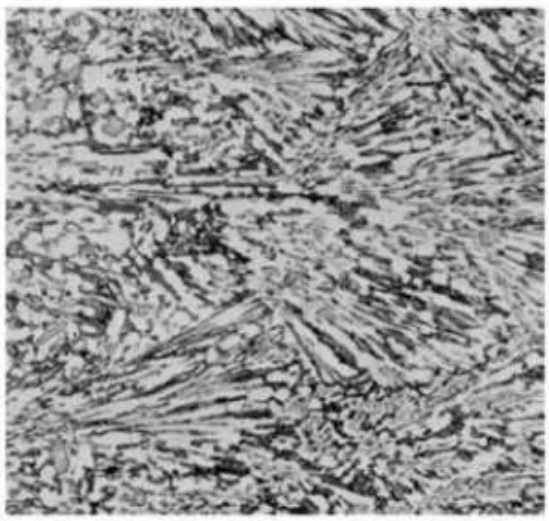
Em relação aos mecanismos de endurecimento, os principais são por solução sólida, e precipitação de carbonetos, tais como MC, $M_{23}C_6$, M_6C e M_7C_3 (SIMS, 1969; ASKELAND, 1985). Pode-se encontrar também em superligas de cobalto, precipitados intermetálicos, como por exemplo a fase mi (μ), sigma (σ) e laves. Esta última é uma fase do tipo TCP comumente encontrada nas ligas Tribaloy, cujos exemplos incluem Fe_2Ti, Fe_2Nb e Fe_2Mo, Co_2W, Co_2Ti, ou Co_2Ta, entre outros (DAVIS, 2000; STOLOFF, 1990)

As ligas de cobalto fundidas apresentam uma microestrutura dendrítica com matriz predominante de cobalto. A estrutura dendrítica pode apresentar carbonetos, que são formados durante a solidificação dendrítica nas regiões interdendríticas a temperaturas em torno de 1200 °C (RAMÍREZ *et al*., 2002; SIMS, 1969).

Mineta *et al*.,(2010) avaliaram a microestrutura de ligas de Co-Cr-Mo com composição de carbono distintas (0,12; 0,15; 0,25; 0,35%massa). Os autores concluíram que a formação dos carbonetos na estrutura dessa liga depende do teor inicial de carbono, da composição da liga e das condições do processamento térmico realizado.

Para teor de carbono superior a, aproximadamente, 2,5% em peso, as ligas de cobalto são consideradas hipereutéticas. A Figura 2 mostra a microestrutura da liga Stellite 1 depositada por GTAW (*gas tungsten arc welding*), formada por carbonetos M_7C_3 (letra M refere-se ao metal constituinte do carboneto) primários dispersos numa matriz eutética interdendrítica de solução de cobalto com carbonetos (FRENK e KURZ, 1994).

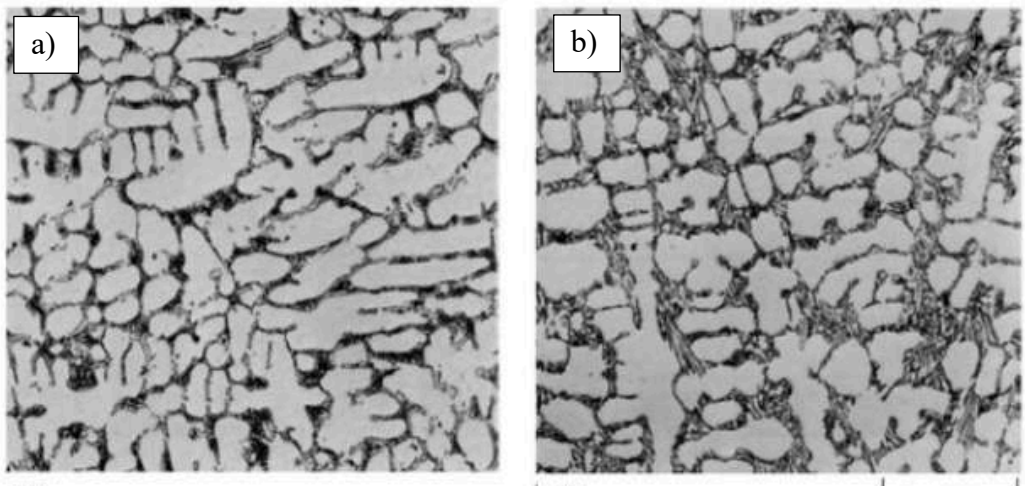
Figura 2 - Microestrutura da liga Stellite 1 com duas camadas de depósito por GTAW.



Fonte: Adaptado de Klarstrom, Crook e Wu (2004).

Segundo Frenk e Kurz (1994), quando o teor de carbono encontrado é menor que cerca de 2%, em peso, a microestrutura é hipoeutética, constituída de dendritas primárias de cobalto (CFC) cercadas por uma rede de carbonetos M_7C_3 eutéticos. São exemplos as ligas Stellite 6 e 12 cuja composição tem aproximadamente 1,2 e 1,4% de C. A microestrutura dessas ligas depositadas por GTAW podem ser visualizadas na Figura 3 a) e b).

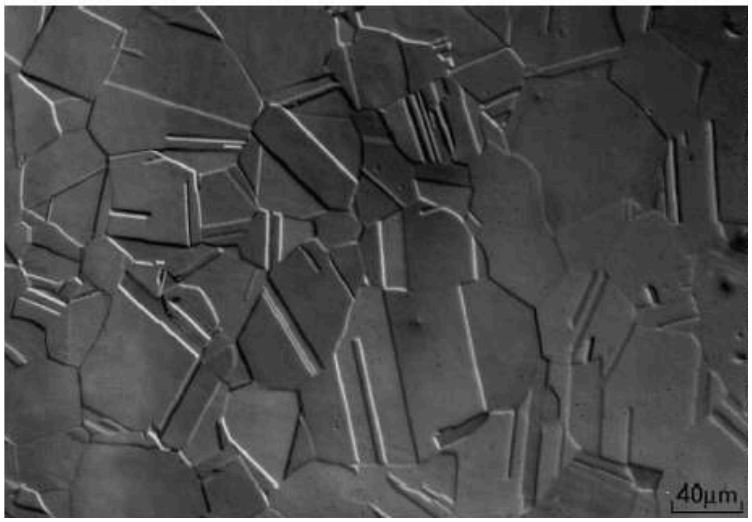
Figura 3 - Microestrutura da liga a) Stellite 6; b) Stellite 12, ambas as ligas com duas camadas de depósito por GTAW.



Fonte: Adaptado de Klarstrom, Crook e Wu (2004).

A microestrutura de uma liga de cobalto MP35N (Co-35Ni-20Cr-10Mo) recozida, cujo tamanho de grão é de 38 μm, aproximadamente, está ilustrada na Figura 4. A microestrutura exibe um grande número de maclas de recozimento, típicos de materiais com baixa energia de falha de empilhamento (ASGARI, 2004).

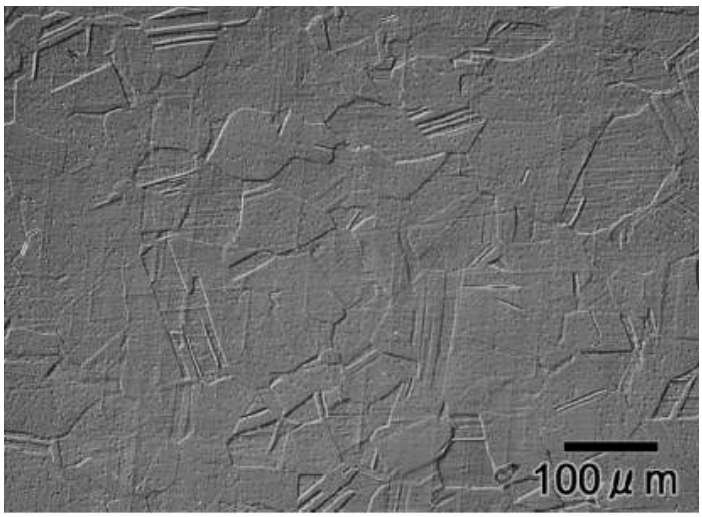
Figura 4 - Microestrutura da liga de cobalto MP35N recozida.



Fonte: Adaptado de Asgari (2004).

A Figura 5 ilustra a microestrutura da liga Co-28Cr-6Mo-0,16N após deformação a quente. Este material é uma liga monofásica CFC no qual há uma fração volumétrica insignificante de inclusões e precipitados de segunda fase. Observa-se que o tamanho do grão é de aproximadamente 80 μm e, assim como visualizado na liga de MP35N recozida (Figura 4), verifica-se maclas de recozimento.

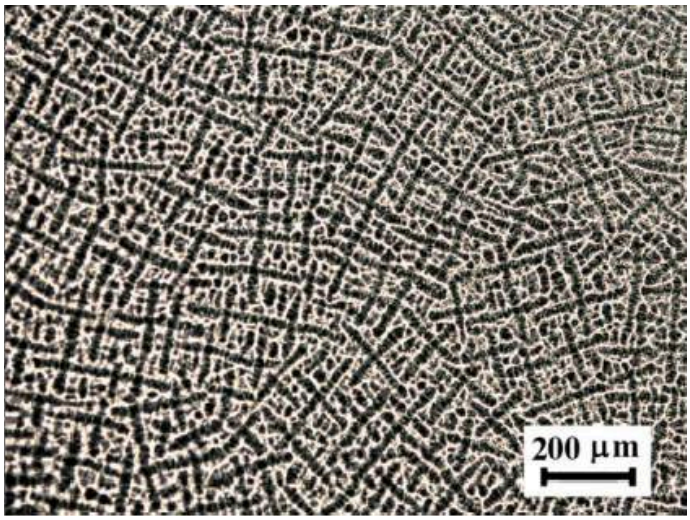
Figura 5 - Microestrutura da liga M64BC (Co-28Cr-6Mo-0,16N) recozida.



Fonte: Adaptado de Chiba *et al*. (2009).

A microestrutura do aço Co-28Cr-6Mo com 0,06% de carbono (Figura 6) inclui carbonetos primários interdendríticos $M_{23}C_6$ (ricos em cromo) em uma matriz de solução sólida Co-Cr-Mo (KARIMI, NICKCHI e ALFANTAZI, 2011). Isso corrobora a fato já apontado de que o $M_{23}C_6$ é comum às ligas de baixo carbono.

Figura 6- Microestrutura da liga Co-28Cr-6Mo.



Fonte: Adaptado de Karimi, Nickchi e Alfantazi (2011).

2.1.1.3 Energia de falha de empilhamento nas superligas de cobalto

A energia de falha de empilhamento desempenha um papel crítico nas superligas de cobalto. A EFE das ligas de cobalto é baixa em comparação com os metais usuais. A liga Co-29Cr-6Mo apresenta EFE de 36 mJ/m^2 a 1100 °C, enquanto esse valor é seis vezes maior para aços inoxidáveis, com EFE entre 200 e 250 mJ/m^2, na mesma temperatura (ERICSSON ,1966). De acordo com Cabrol *et al*., (2015), o valor da EFE fica entre 10 e 50 mJ/m^2 e é influenciado pela presença de elementos de liga.

O movimento das discordâncias ocorre se ambas as parciais estiverem no mesmo plano. Assim sendo, espera-se que para uma EFE alta, a distância de separação das discordâncias parciais seja pequena e assim a força necessária para causar a recombinação seja pequena, favorecendo o deslizamento cruzado (BERNS, 1995).

Já para baixa EFE, as discordâncias parciais estão mais separadas dificultando os mecanismos de deslizamento cruzado. Essa dificuldade é associada a alta força necessária para a união e recombinação das discordâncias. Como estes processos requerem a recombinação das discordâncias, há um aumento de tensão o qual contribui para o encruamento do material, que é normalmente considerado benéfico para a resistência ao desgaste (BERNS, 1995).

Portanto, os elementos e suas ligas de baixa EFE, como o cobalto, possuem maior resistência mecânica e taxa de encruamento, além de maior susceptibilidade à transformação martensítica e linhas de deslizamento retas, resultantes do deslizamento planar (HOSFORD, 2005).

Alguns elementos apresentam tendência em aumentar a energia de falha de empilhamento da matriz e para estabilizar a fase CFC, como Fe e Ni, por exemplo (CARON e STALEY, 1997).

Outros elementos, como o Mo, W e Cr, atuam de forma contrária e tendem a diminuir a EFE e estabilizar a fase HC (CARON e STALEY, 1997). Outro exemplo é o nitrogênio que atua na redução da EFE, levando a um aumento da plasticidade e do encruamento (BERNS *et al.*, 2000). De acordo com Escobedo *et al*., (1996) a adição de nitrogênio em um liga Co-Cr-Mo resulta em melhorias na resistência mecânica, resistência a fadiga e ao desgaste.

Adicionalmente, o nitrogênio que evita a formação de martensita durante o processo de resfriamento (CHIBA *et al.*, 2009). Yamanaka, Mori e Chiba (2014) mostraram que 0,13% de nitrogênio em peso incorporado em uma liga Co-29Cr-6Mo, como um elemento estabilizador de fase austenítica, suprimiu suficientemente a transformação CFC → HC durante o resfriamento. Contudo, os autores destacam que a adição adicional de nitrogênio diminuiu ligeiramente o encruamento até a fratura no ensaio de tração, provavelmente devido à maior formação de maclas de recozimento, que promoveu fraturas prematuras.

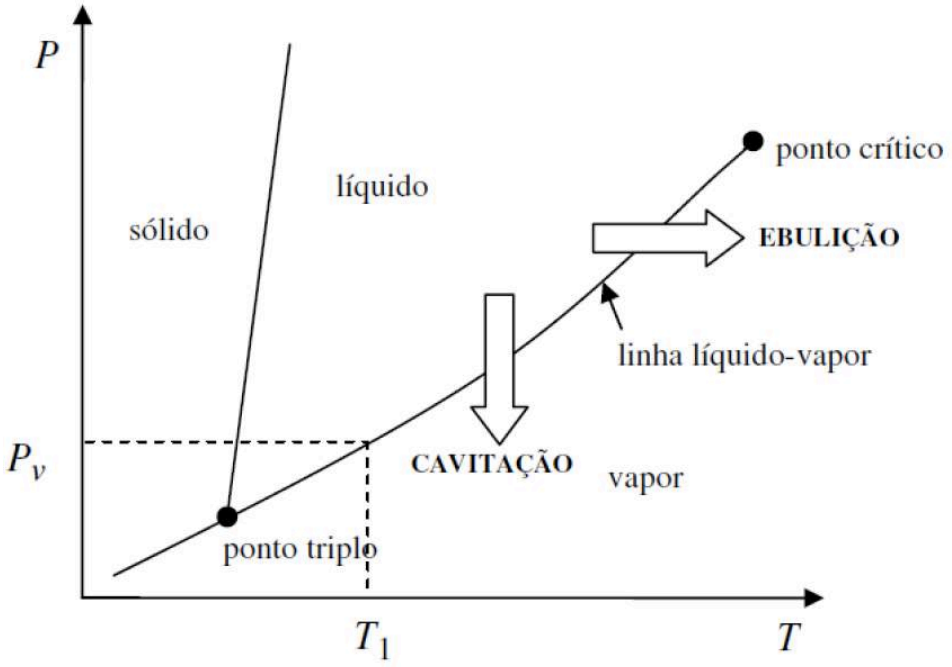
2.2 CAVITAÇÃO

A palavra cavitação tem sua origem no latim *cavus* (cavidades). Euler (1754) foi provavelmente o primeiro a conjeturar que a cavitação poderia ser um problema em seu livro sobre a teoria das máquinas hidráulicas. Já em 1873 foi realizado um estudo fundamental da cavitação em constrições tubulares por Reynolds (KIM *et al.*, 2014). Rayleigh (1917), por sua vez, quantificou o potencial erosivo de um único colapso da bolha. Contudo, o progresso desde então em relação à quantificação efetiva do processo de erosão tem sido lento (KIM *et al*., 2014).

A cavitação é compreendida como o fenômeno de formação e subsequente colapso, em um fluido, de cavidades, bolhas de vapor ou de bolhas de mistura de vapor e gás (ASTM G40, 2017). Embora essa definição tenha permitido progressos significativos em estudos práticos de cavitação e projetos, ela é responsável pela falta de avanços no projeto para acomodar a cavitação, pois ignora os efeitos da dinâmica da bolha e implica que a compreensão do fluxo da fase líquida é suficiente para prever cavitação (KIM *et al*., 2014).

As bolhas são formadas devido à redução localizada da pressão. O diagrama de fases de uma substância pode ser usado para interpretação desse evento: no meio líquido, se a pressão absoluta diminuir até atingir a pressão de vapor do líquido à temperatura em que este se encontra, a vaporização do mesmo ocorre. Nas regiões de menor pressão, pequenas bolhas ou cavidades são formadas onde o líquido se vaporiza. Esse fenômeno ocorre a uma determinada pressão à temperatura de ebulição. Se ocorrer a uma dada temperatura através de uma queda de pressão abaixo da pressão de vapor, P_v, trata-se da cavitação. Na Figura 7 os dois fenômenos descritos podem ser visualizados. (HAMMIT, 1980; YOUNG, 1989; BRENNEN, 1995)

Figura 7 - Diagrama de fases da água.



Fonte: Adaptado de Brennen (1995).

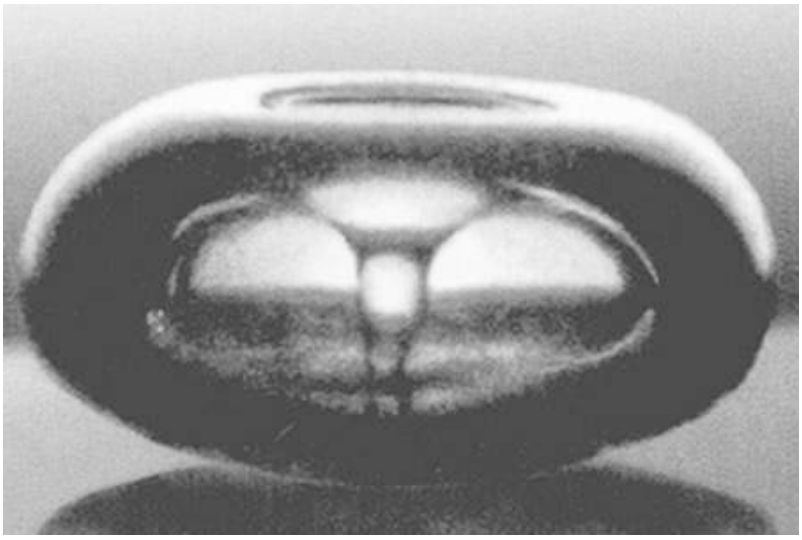
A diminuição localizada da pressão pode alcançar valores tão baixos quanto os da pressão de vapor do fluido. Por consequência, bolhas são nucleadas quando a pressão no fluxo alcança valores inferiores ao da pressão de vapor do líquido àquela temperatura. (ASTM G32, 2016; KIM *et al*., 2014).

As bolhas são carregadas pelo fluxo e implodem quando alcançam regiões de pressão superior à pressão de vapor. Isso porque quando a pressão de vapor interna da bolha se torna menor que à atuante no líquido, ocasiona o colapso da mesma devido à condensação, ou seja, sua mudança de fase e consequente retorno ao estado líquido.

Essa implosão é caracterizada pela redução das dimensões das bolhas com a compressão de seu conteúdo e pelo subsequente deslocamento do líquido circundante para seu interior (Figura 8).

Esse evento geralmente é muito violento, podendo ser acompanhado pela emissão subsequente de uma grande onda de choque e também pela liberação microjatos de líquido cuja velocidade varia de 100 a 500 m/s (KIM *et al*., 2014; CALERO, 2008)

Figura 8 - Momento do colapso de uma bolha de vapor e a região de elevada pressão formada no centro.



Fonte: Adaptado de *Sonosys (*2018).

Todo esse processo tem um carácter cíclico e cada bolha de vapor formada pode exibir crescimento e colapso. E este é repetido numa frequência que pode atingir 25000 bolhas por segundo, induzindo pressões estimadas em centenas de atmosferas que atingem a região afetada. Quando o colapso ocorre perto de uma superfície sólida pode provocar a deterioração da mesma caso exceda algum limiar do material, como por exemplo a tensão de escoamento. (ASTM G32, 2016; KIM *et al*., 2014; KNAPP, DAILY E HAMMITT,1970)

Bombas, turbinas, hélices, rolamentos e até mesmo o corpo humano, como por exemplo em articulações do coração e do joelho, são exemplos onde pode ocorrer o a cavitação. Embora às vezes este tenha consequências indesejáveis, ressalta-se que é um fenômeno necessário em situações como no corte de pedras ou chapas de aço. (CARLTON, 2019).

2.3 DESGASTE POR EROSÃO-CAVITAÇÃO

A cavitação pode ocorrer acompanhada de outros fenômenos, tal como a erosão por cavitação (RIBEIRO, 2007; PUKASIEWICZ, 2008). O desgaste por EC é entendido como a progressiva perda de material original de uma superfície sólida, devido a exposição à cavitação (ASTM G40, 2017).

O impacto de um microjato proveniente da cavitação é capaz de acarretar à erosão em válvulas e equipamentos hidráulicos de óleo. Todavia, como já fora ressaltado, a

erosão por cavitação relacionada à ação dos jatos de cavitação pode ser estrategicamente favorável a algumas atividades como, por exemplo, para o corte a jato e limpeza subaquática (HUTLI, NEDELJKOVIC e RADOVIC, 2008). Assim sendo, existem vários estudos em relação à avaliação da performance dos materiais à cavitação (LIU *et al*., 2003; KRELLAA *et al*., 2017; GOTTARDI *et al*., 2018).

2.3.1 Ensaios de cavitação vibratória

O ensaio de cavitação vibratória utiliza um aparelho ultrassônico vibratório, que é um equipamento utilizado com o intuito de simular laboratorialmente a cavitação. Para fins comparativos de resistência à cavitação em diferentes materiais, criaram-se padrões de ensaios, dentre os quais, destaca-se a Norma ASTM G32.

Nesta norma, a ASTM (*American Society for Testing and Materials*) recomenda um procedimento padrão e possui diretrizes de como operar, fabricar e comparar amostras que foram submetidas à cavitação gerada em laboratório, por um transdutor ultrassônico.

Este transdutor é ligado a um transformador de velocidade onde a amostra é fixada. A amostra por sua vez é imersa em um recipiente com o líquido de ensaio, geralmente água destilada. A temperatura do líquido deve ser mantida em torno de um valor específico durante todo o ensaio. Parâmetros como a frequência de vibração e sua amplitude devem ser controladas e monitoradas. Algumas das especificações indicadas pela Norma ASTM G32 são informadas na Tabela 2 .

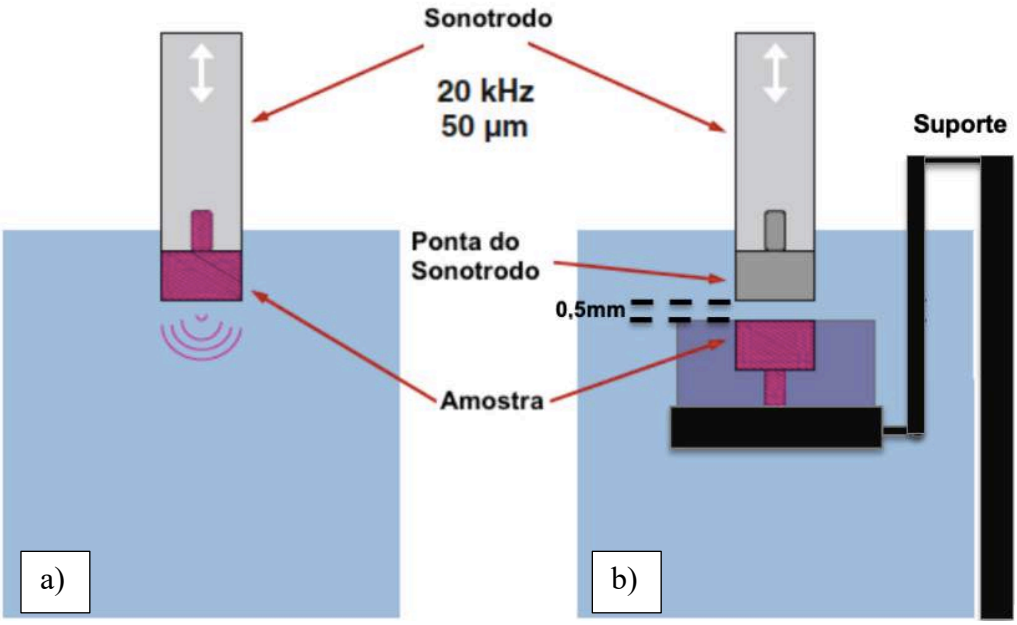
Tabela 2 - Parâmetros para ensaio de cavitação vibratória segundo a Norma ASTM G32 – 2016

Frequência (kHz)	20
Amplitude de vibração (μm)	50
Bécker com líquido de ensaio (mL)	2000
Temperatura do banho (°C)	25± 2
Diâmetro da amostra - método direto (mm)	16

Fonte: Adaptado de ASTM G32 (2016).

Existem duas configurações conhecidas para realização deste ensaio conforme ilustrado na Figura 9.

Figura 9 - Esboços das configurações de ensaio: a) método direto conforme ASTM G32; b) e o método indireto.



Fonte: Adaptado de Kim *et al.,* (2014).

A primeira é a configuração denominada método direto, Figura 9 a), na qual uma nuvem hemisférica de microbolhas é formada sob a amostra. O colapso desta bolha ocorre quase esfericamente na amostra, de forma que, geralmente, há uma grande área erodida concentrada principalmente na parte central da amostra (HANSSON e MORCH, 1980; KIM *et al*., 2014).

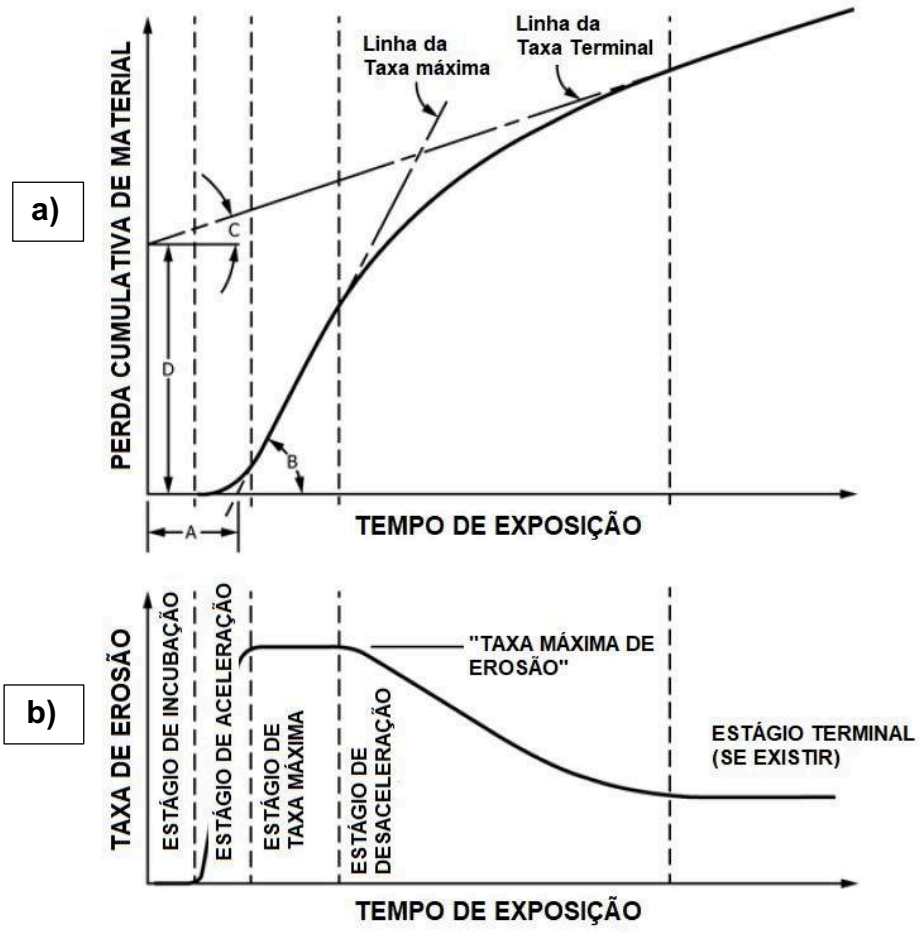
A segunda configuração é uma alternativa ao indicado pela norma ASTM G32, denominado método alternativo ou indireto, Figura 9 b). Neste, a nuvem de microbolhas é cilíndrica e é confinada entre a amostra e a ponta do sonotrodo, colapsando quase de forma cilíndrica. Este método alternativo à norma é especialmente útil para testar materiais difíceis de serem transformados em botões roscados necessário ao método direto. (KIM *et al*., 2014)

No método indireto a amostra de material é colocada a uma pequena distância, tipicamente 0,5 mm, abaixo da ponta do sonotrodo. Vyas e Preece (1976) relataram uma intensidade máxima de colapso quando havia um intervalo de 0,5 mm entre a ponta do sonotrodo e a amostra. No entanto, posteriormente Kikuchi e Hammit (1985) mostraram que a distância em que a intensidade máxima ocorre depende do material

da ponta do sonotrodo e da amostra a ser examinada. Todavia, esta distância é comumente utilizada.

A amostra é pesada antes do início do ensaio e em intervalos periódicos durante o mesmo de forma a se obter a variação de massa em função do tempo. Diversas curvas características de erosão acumulativa *versus* tempo podem ser traçadas a partir deste ensaio (Figura 10).

Figura 10 - Curvas a) Perda em massa acumulada *versus* Tempo de exposição e b) Taxa de Erosão *versus* Tempo de Exposição.



Fonte: Adaptado de ASTM G32 (2016).

As variáveis A, B, C e D da Figura 10 a), correspondem à: A é o tempo nominal de incubação; a tangente do ângulo B entre os eixos X e Y representa a taxa máxima de erosão; a tangente do ângulo C entre os eixos X e Y fornece a taxa terminal de erosão e D é a linha de interceptação terminal.

A interpretação da curva perda de massa acumulada *versus* tempo de exposição (Figura 10 a), permite a comparação de resultados entre diferentes amostras

ensaiadas. Este resultado é baseado na perda de material sólido em termos de um período de incubação e da taxa de erosão de acordo com a duração em que o ensaio foi realizado (ASTM G32, 2016; ROMO *et al*., 2012).

A erosão por cavitação apresenta diferentes estágios ou períodos de desenvolvimento conforme pode ser visualizado na Figura 10 b). Tem-se o período de incubação, período de aceleração, período de taxa máxima, período de desaceleração (ou atenuação) e o período terminal (ASTM G32, 2016).

No estágio da incubação não se verifica perda de massa, a taxa de erosão é igual à zero ou apresenta valor desprezível comparada aos outros estágios (ASTM G32, 2016). A energia mecânica é absorvida pelo material por deformação elástica ou pode ser por deformação plástica (OSTERMAN *et al*., 2009). Todavia não há uma definição clara dos mecanismos atuantes, uma vez que autores destacam a formação de pites (AHMED *et al*., 1991) ou de encruamento (PLESSET e DEVINE, 1966), ondulações na superfície e extrusão dos contornos de grão (KARIMI e AVELLAN, 1986) durante o período de incubação.

Este parâmetro é muito importante pois é o tempo no qual a superfície exposta permanece praticamente intacta e está associado à resistência à erosão da superfície da amostra que primeiramente é exposta ao fenômeno cavitacional. Segundo Meged (2002), a resistência à erosão cavitacional desta camada superficial pode ser muito diferente daquela do material mais homogêneo que se encontra abaixo desta.

No segundo estágio, tem-se a aceleração: há perda de material e a taxa de desgaste aumenta até atingir um valor máximo, caracterizado pelo terceiro estágio (ASTM G32, 2016).

A atenuação é o quarto estágio e nesta etapa há um decréscimo na taxa de erosão. Plesset e Devine (1966) relataram que esse fenômeno resulta de uma diminuição do colapso. E sugerem que durante este estágio há formação de crateras profundas as quais se comportam como armadilhas de água e ar, de tal forma que a intensidade do colapso é reduzida e por consequência a taxa de erosão diminui. E, por último pode-se ter o estágio terminal.

A ASTM G32 (2016) define a profundidade média de penetração (*mean depth erosion* - MDE) como a razão entre a perda por volume e a área exposta a cavitação. Segundo

alguns autores, como Abouel-Kasem, Emara e Ahmed (2009), o termo taxa de profundidade média de penetração (*mean depth erosion rate* - MDPR) pode ser usado a fim de expressar o dano por erosão cavitacional. Esses dois parâmetros podem calculados segundo as seguintes equações:

$$MDE\ (\mu m) = \frac{\Delta W}{\rho\ A} \tag{1}$$

$$MDPR\ (\mu m\ h^{-1}) = \frac{\Delta W}{\rho\ A\ \Delta t} x10 \tag{2}$$

De tal forma que ΔW é a perda de massa em cada intervalo dada em mg, A é área da superfície da amostra em cm^2, ρ é a densidade da amostra em g/cm^3 e Δt é o intervalo de tempo em horas (ASTM G32, 2016).

2.3.2 Mecanismos de desgaste por erosão cavitacional

Hammitt (1980) e diversos autores revisaram o efeito do material na erosão por cavitação, métodos de ensaio e mecanismos de degradação. São inúmeros os trabalhos na literatura que abordam a resistência e o comportamento em relação ao desgaste por EC de vários materiais.

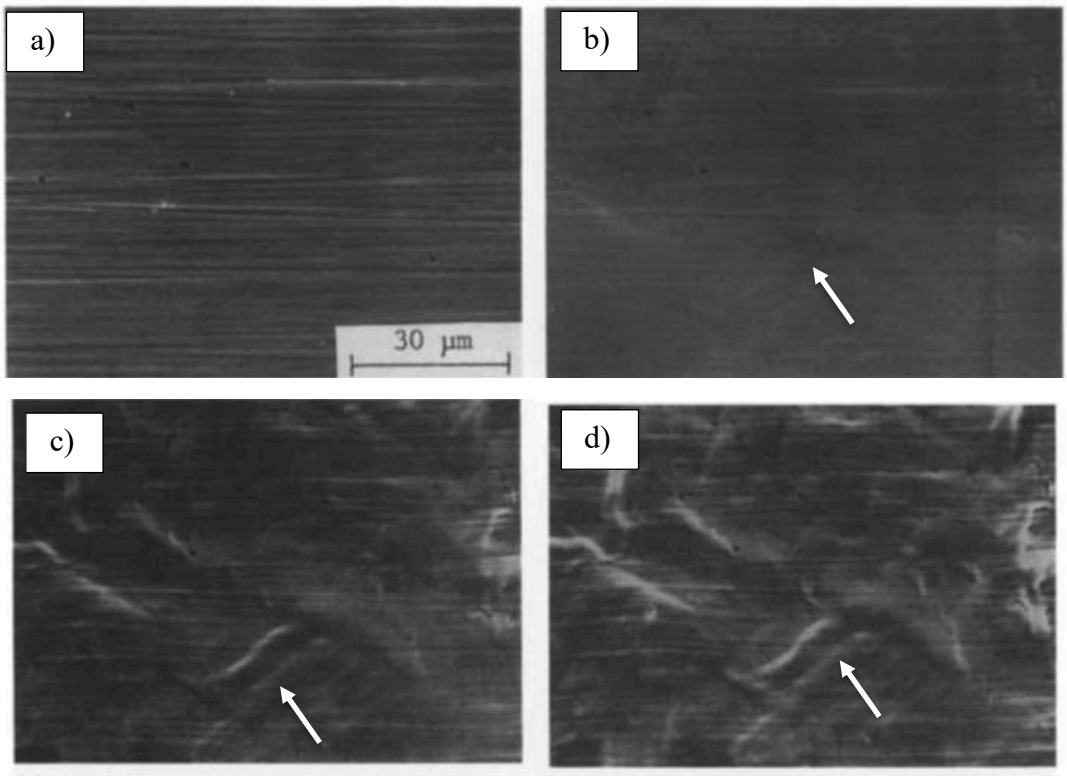
Por exemplo, Heathcock, Ball e Protheroe (1981) concluiram que a resistência ao desgaste por EC foi aproximadamente duas vezes maior para uma liga de Stellite 3 em relação ao Stellite 2006 após 30 horas de exposição ao ensaio de cavitação vibratória.

A principal diferença destas ligas utilizadas pelos autores é a composição química, ainda que a % de cromo seja muito similar nas duas ligas, o teor de carbono é de aproximadamente 2,6% para a primeira liga e 1,4% para a segunda. Adicionalmente, o teor de Fe e Ni são desprezíveis ou nulos para a primeira liga e de aproximadamente 19,82% Fe e 7,68%Ni para o Stellite 2006 (HEATHCOCK, BALL e PROTHEROE, 1981).

Desta forma, Heathcock, Ball e Protheroe (1981) atribuíram a resistência ao desgaste às mudanças nas propriedades mecânicas provocadas pela formação de maclas de deformação e pela presença da fase ε (HC) que ocorreram para a liga Stellite 3 e foram suprimidas na Stellite 2006 devido ao aumento da energia de falha de empilhamento, parâmetro o qual posteriormente será discutido neste trabalho.

Em relação aos mecanismos atuantes nos ensaios de cavitação vibratória, Ahmed *et al*. (1991) observaram deformação plástica para o aço inoxidável AISI 304 nos primeiros 20 minutos de exposição conforme pode ser visualizado na Figura 11. A maior parte da superfície é deformada plasticamente e resulta em ondulações superficiais (seta em branco) e também em contornos de grão, bandas de deslizamento e contornos de macla extrudados.

Figura 11 - Evolução do mecanismo de desgaste por EC em um aço AISI 304: a) antes; após o tempo de exposição de: b) 5 minutos; c) 15 minutos; d) 20 minutos; no ensaio de cavitação vibratória.



Fonte: Adaptado de Ahmed *et al.,* (1991).

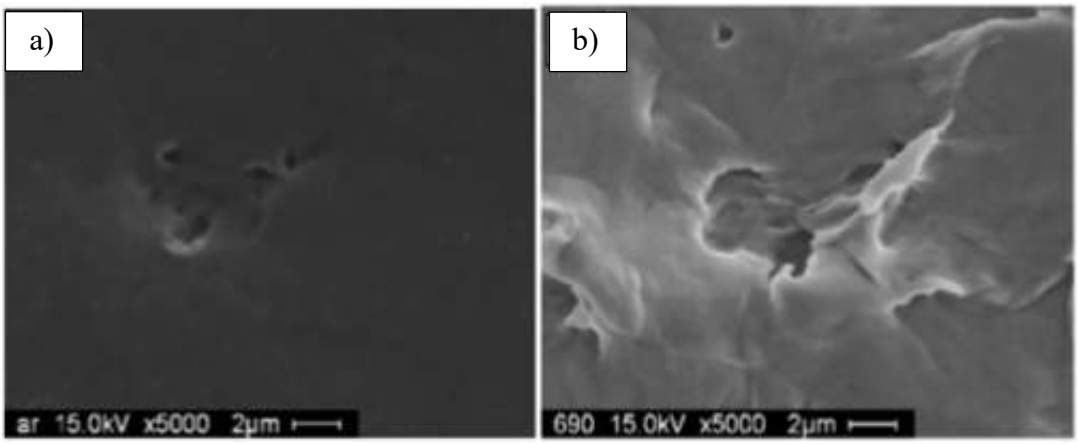
Os autores ressaltam que conforme o tempo passa de 0 (Figura 11 a) para 20 minutos (Figura 11 d), não há uma mudança na forma ou em número dessas ondulações, porém elas mudam de largura e de altura. Ahmed, Hokkirigawa e Oba (1994) também relataram o surgimento de ondulações no início do ensaio de cavitação vibratória para o mesmo material.

Este mecanismo também é corroborado por Mills e Knutsen (1998), uma vez que investigaram o desgaste por EC nos aços AISI304L e CrMnN e relataram três estágios de dano. O primeiro estágio foi caracterizado por deformação plástica dentro de grãos de forma individual. O segundo, em extrusões descontínuas nos contornos dos grãos.

O terceiro, caracterizado pelo dano por fadiga, começando nos contornos de grãos extrudados.

Um dos danos causado pela erosão por cavitação é formação de pites (KREFTING, METTIN e LAUTERBORN, 2004). Chen e Wu (2008) observaram em uma liga Inconel 600 a formação de vários pites devido à erosão por cavitação a partir de 3 minutos de exposição a EC (Figura 12 a). À medida que o tempo de cavitação aumenta, os pites coalescem e formam uma cratera conforme visualizado na Figura 12 b).

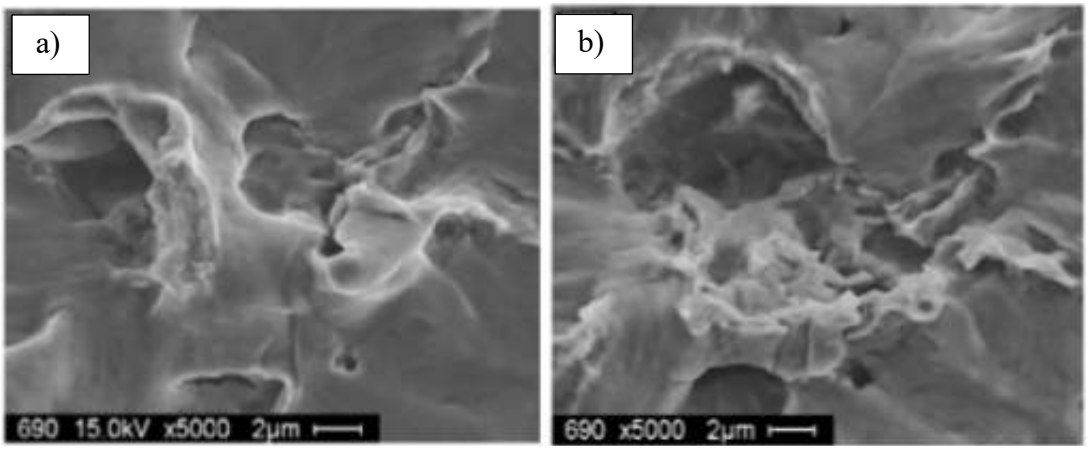
Figura 12 - Formação da pites após o tempo de exposição à cavitação de: a) 3 minutos; b) 25 minutos em uma liga Inconel 600.



Fonte: Adaptado de Chen e Wu (2008).

Chen e Wu (2008) relatam ainda que em 30 minutos de exposição pode ser observada a formação de outra cratera nas proximidades de uma já existente (Figura 13 a). Segundo esses autores, essas duas crateras, por sua vez, coalesceram e formaram uma cratera muito maior (Figura 13 b), ocasionando a remoção de material.

Figura 13 - Formação de cratera após o tempo de exposição ao desgaste por EC de: a) 30 min; b) 45 min; em uma liga Inconel 600.

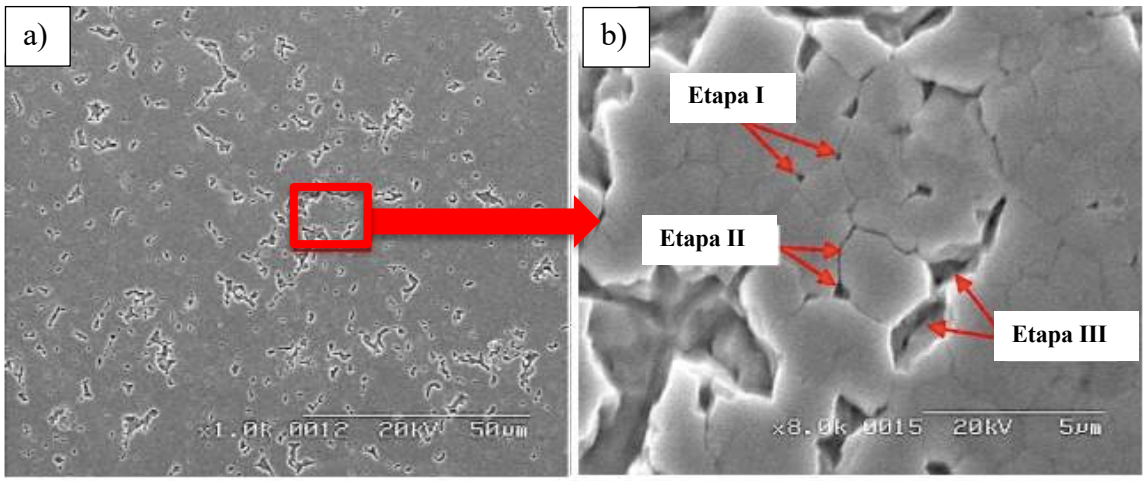


Fonte: Adaptado de Chen e Wu (2008).

O mecanismo de erosão por cavitação de um revestimento de níquel-fósforo em um ferro fundido cinzento foi analisado por Park e Kim (2018). Resumidamente, os autores concluíram que danos na superfície iniciaram com a formação de pites e do crescimento dos mesmos, com posterior fratura e separação de grãos na região de contorno do grão.

Park e Kim (2018) explicam a evolução deste mecanismo conforme Figura 14. Em primeiro lugar, na Etapa I, os micropites são gerados devido as ondas de choque e pelo ataque dos microjatos que ocorrem durante o colapso da bolha de cavitação em uma junção tripla de grão. Essa junção é o contorno entre os grãos distribuídos por toda a superfície do revestimento. Na Etapa II, observa-se o aumento do tamanho dos pites gerados em consequência do efeito de lascamento pelo ataque contínuo na exposição à cavitação, e o crescimento de trincas ao longo da interface entre os grãos. Quando essas trincas progridem, elas são conectadas umas às outras ao longo do contorno de grão e os danos na superfície aumentam rapidamente (Etapa III) (PARK e KIM, 2018).

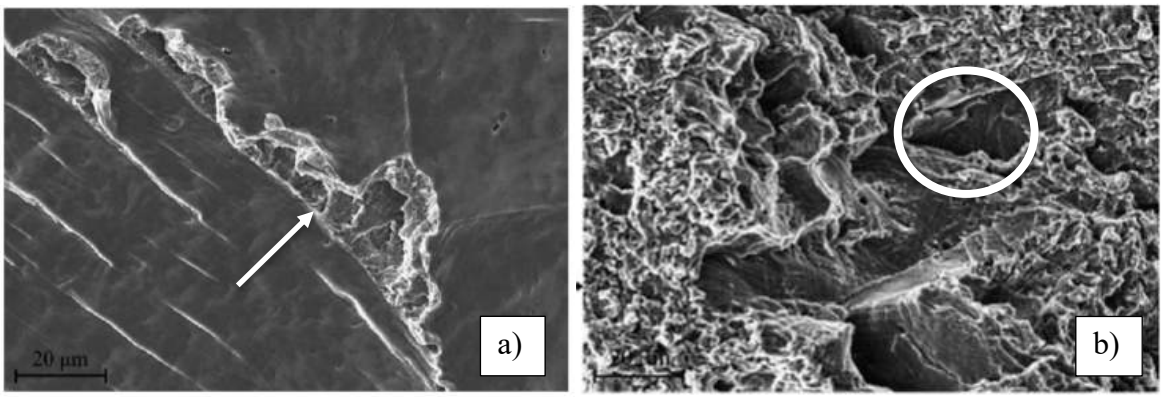
Figura 14 - Etapas do dano no desgaste por erosão cavitacional de um revestimento de níquel-fósforo em um ferro fundido cinzento.



Fonte: Adaptado de Park e Kim (2018).

Dos Santos, Garzón e Tschiptschin (2004) observaram três mecanismos de remoção de massa em um aço inoxidável AISI 304L solubilizado. O primeiro é caracterizado por lascamento ou descamação do material em linhas de deslizamento ou no contorno de grão que inicialmente ocorre, identificado pela seta branca na Figura 15 a).

Figura 15 - Mecanismo de desgaste por EC no AISI 304L solubilizado em um ensaio de cavitação vibratória após tempo de exposição de: a) 5,4 ks (descamação); b) 50,4 ks (crateras).

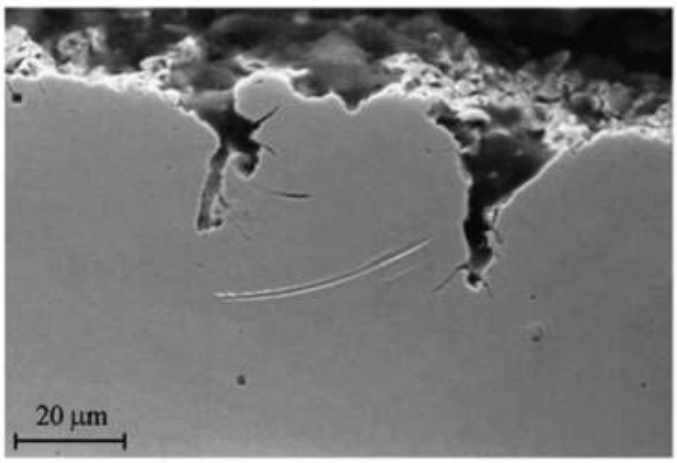


Fonte: Adaptado de Dos Santos, Garzón e Tschiptschin (2004).

O segundo mecanismo, por sua vez, é devido a formação de microcavidades profundas em consequência à ação dos microjatos, por um mecanismo de fadiga, em destaque pelo círculo em branco na Figura 15 b) (DOS SANTOS, GARZÓN E TSCHIPTSCHIN, 2004).

E o terceiro mecanismo citado por esses autores é remoção de massa que ocorre pela fratura de debris, com diâmetro entre 5 e 20 μm, como efeito da combinação de microfadiga e formação de microtrincas conforme ilustrado na Figura 16 a seguir. (DOS SANTOS, GARZÓN E TSCHIPTSCHIN, 2004).

Figura 16 - Seção transversal de um aço inoxidável AISI 304L solubilizado após 50,4 ks em um ensaio de cavitação vibratória com remoção de debris em destaque.

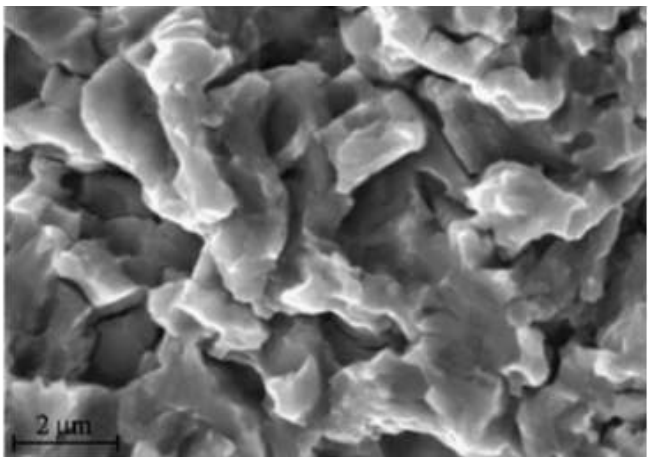


Fonte: Adaptado de Dos Santos, Garzón e Tschiptschin (2004).

Para o AISI 420 com um teor de nitrogênio de 0,48%, em peso, inserido pelo processo HTGN (*high temperature gas nitriding*), Dos Santos, Garzón e Tschiptschin (2004) observaram que o processo de descamação e formação de microcavidades profundas

foram desprezíveis e concluiram que a massa foi removida predominantemente por fratura de debris, como apresentado na Figura 17.

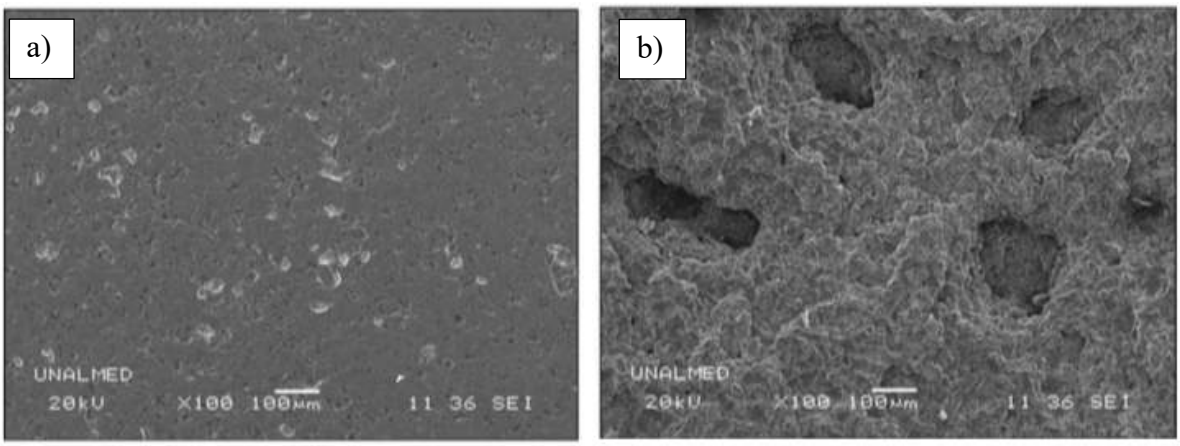
Figura 17 - Superfície do AISI 420 com 0,48 N (% em peso) após 108 ks em um ensaio de cavitação vibratória.



Fonte: Adaptado de Dos Santos, Garzón e Tschiptschin (2004).

Espitia e Toro (2010) observaram poros e trincas na superfície do revestimento de Cr_2O_3 aplicado ao aço martensítico ASTM A743 por aspersão térmica (*termal spray process*) previamente ao ensaio de cavitação vibratória (Figura 18 a). Após o ensaio, os autores observaram remoção de material sem evidências de deformação plástica e caracterizaram o desgaste como predominantemente como frágil, com a formação de crateras profundas as quais estavam distantes uma das outras (Figura 18 b).

Figura 18 - Superfície do revestimento de Cr_2O_3 no aço ASTM A743: a) antes do ensaio de cavitação vibratória; b) após 6 horas de ensaio.



Fonte: Adaptado de Espitia e Toro (2010).

Segundo os autores, essas imperfeições identificadas previamente geralmente atuam como zonas de nucleação para cavitação e causam redução ou até mesmo eliminação

do período de incubação. Os mecanismos de desgaste observados foram os seguintes:

I) relaxamento das ondas de choque sem deformação plástica significativa;

II) propagação de trincas por fadiga;

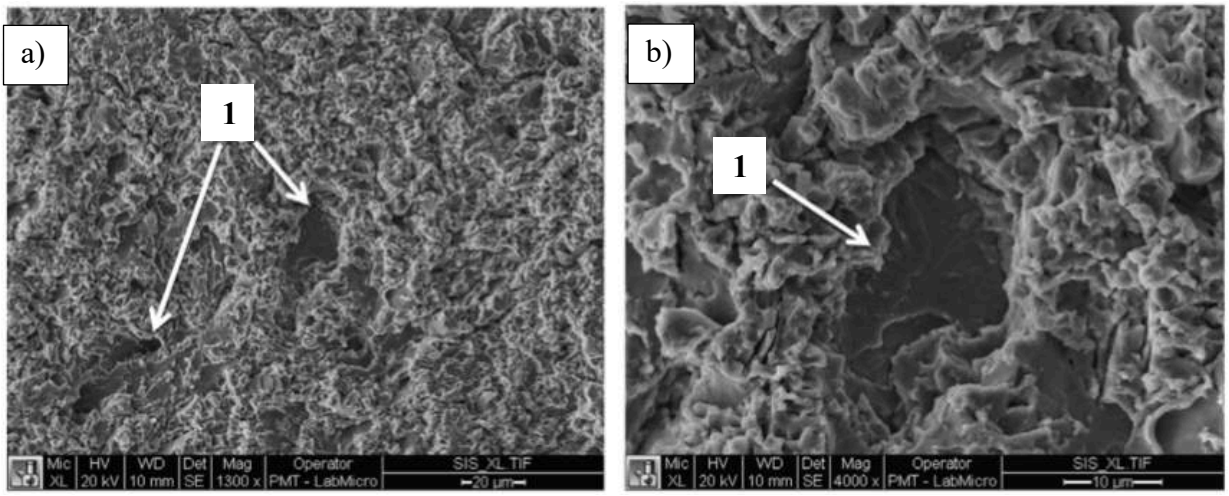
III) desprendimento de maneira frágil do material.

Comportamento similiar foi relatado por Santa *et al*., (2009) em revestimentos de níquel e carboneto de tungstênio com matriz de cobalto (WC/Co) aplicados por OFP (*oxy fuel powder*) e em revestimentos de cromo (CrC) e WC/Co pelo processo HVOF (*high velocity oxy-fuel*), todos aplicados no aço inoxidável martensitico ASTM A 743.

Os autores concluíram que todas as condições com revestimentos aplicados não apresentaram período de incubação e demonstraram menor resistência ao desgaste por EC do que o material sem recobrimento. A ausência do acúmulo de deformação plástica foi atribuída aos defeitos microstruturais decorrentes do processo de deposição dos revestimentos: alta porosidade e rachaduras pré-existentes nos revestimentos.

Por sua vez, Espitia *et al*., (2015) observaram que o aço AISI 410 temperado e revenido apresentou mudança no mecanismo de desgaste de dúctil para frágil a partir de 180 minutos de exposição no ensaio de cavitação vibratória. Os autores atribuíram esse acontecimento à presença de pequenas cavidades na superfície, pois quando as ondas de choque induziram estados de tensão mais complexos, o comportamento mecânico da superfície deformada mudou de dúctil para frágil. Posteriormente, trincas foram capazes de se propagar rapidamente por clivagem (1 - seta em cor branca) sem deformação plástica significativa e essa resposta frágil permaneceu até o final do ensaio (Figura 19).

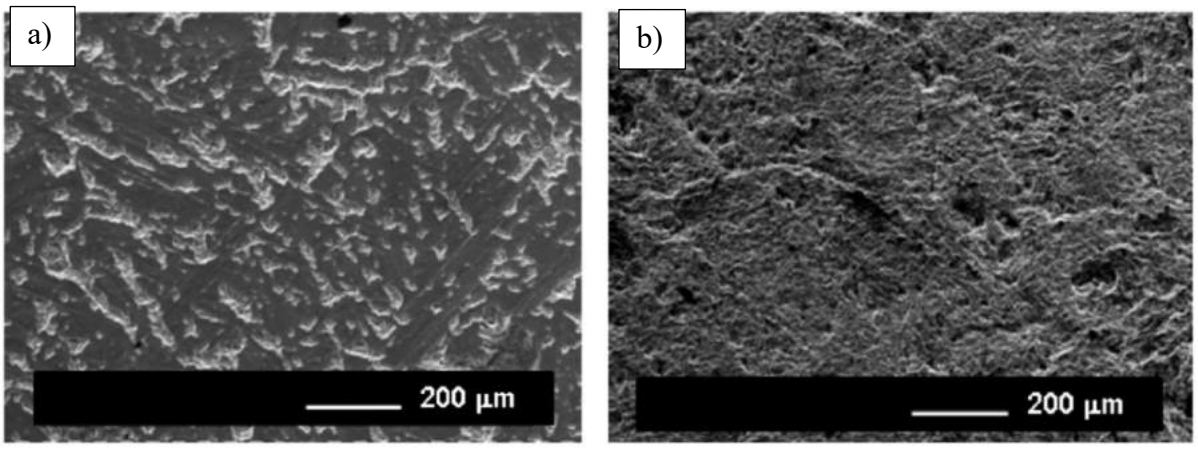
Figura 19 - Remoção de material devido à clivagem de um aço AISI 410 temperado e revenido em um ensaio de cavitação vibratória após: a) 720 minutos; b) 1200 minutos.



Fonte: Adaptado de Espitia *et al.*, (2015).

Allenstein *et al*., (2013) relatam que em um aço martensítico nitretado a plasma quando exposto a EC não houve ocorrência de ondulação, de tal forma que o material apresentou formação de pites e comportamento frágil com fratura de debris e a partir de 1 hora de ensaio (Figura 20 a). Após 3 horas de ensaio toda a superfície ensaiada apresentava crateras, confirmando que o estágio de taxa máxima de erosão havia sido alcançado (Figura 20 b).

Figura 20 - Evolução do aspecto da superfície do aço martensítico ASTM A743 nitretado a plasma durante um ensaio de cavitação vibratória: a) após 1 hora de ensaio; b) após 6 horas de ensaio.



Fonte: Adaptado de Allenstein *et al.*, (2013).

2.3.3 Seleção de materiais resistentes à erosão cavitacional

Os materiais comumente usados em aplicações onde há necessidade em resistência ao desgaste por erosão cavitacional são as ligas de cobalto (STELLA *et al*., 2006; KIM

et al., 2006), os aços inoxidáveis austeníticos convencionais (WANTANG, YANGZENG e XIAOKUI, 2001) e ligas com memória de forma (WU, LIN e YEH, 2000).

Idealmente, um material resistente à EC absorve grandes quantidades de energia de impacto sem fraturar devido a uma combinação de respostas microestruturais como movimento de discordâncias, encruamento, deformação induzida por transformação (TRIP) associada a transformação martensítica, entre outros (HAMMIT, 1980).

Por se tratar de um fenômeno complexo, não há uma definição clara de qual é o material mais adequado ao desgaste por EC, uma vez que vários materiais são desenvolvidos visando aplicações específicas as quais variam de acordo com a natureza do fluido, as condições hidrodinâmicas e as restrições de fabricação dos componentes. Por serem desenvolvidos e testados para estas condições singulares, por vezes os resultados encontrados em relação a resistência a EC desses materiais são satisfatórios. Contudo não significam necessariamente que são os mais adequados à EC de forma universal.

2.3.4 Propriedades x Resistência ao Desgaste por EC

Segundo Cuppari (2002) e Nakao e Hattori (2001), um dos motivos da falta de correlação entre propriedades mecânicas e resistência à erosão cavitacional é que as propriedades são medidas em condições quase estáticas, diferentemente do que acontece no fenômeno de cavitação, que impõe altas taxas de deformação ou fraturas dinâmicas.

Ainda assim, diversos autores tentam estabelecer uma relação entre as propriedades do material e às respostas frente ao desgaste por EC. Richman e McNaughton (1990) sugerem que existem correlações entre a resistência à EC e resistência obtidas por ensaios de tensão. Contudo, outros autores não encontraram nenhuma correlação clara entre resistência à EC e resistência mecânica (NIEDERHOFER e HUTH, 2013).

O processo de desgaste por erosão cavitacional é considerado um processo de fadiga (DI SCHINO e KENNY, 2003). Richman e McNaughton (1990), por sua vez, encontraram uma boa correlação entre o coeficiente de resistência a fadiga e resistência à EC.

Segundo Fu, Zheng e He (2001), a alta resistência ao dano por EC de um aço (18 Mn – 18 Cr – 0,5 N) está relacionada às suas boas propriedades mecânicas induzidas por

mudanças nas configurações de discordâncias, maclação mecânica induzida por EC ou formação de falha de empilhamento e transformação de fase induzida por EC.

De forma geral, há um indicativo que todas as propriedades mecânicas desempenham um papel importante e contribuem para a resistência à erosão por cavitação de um material, de tal forma que esta influência ocorre conforme as particularidades avaliadas.

Em relação à EFE, Berns *et al.*, (2000) atribuíram o melhor desempenho ao dano por EC dos aços inoxidáveis com alto teor de nitrogênio ao efeito do nitrogênio na redução da energia de falha de empilhamento, levando a um aumento da plasticidade e do encruamento.

Woodford (1972), por sua vez, apontou a EFE como parâmetro fundamental para resistência à EC, uma vez que uma baixa EFE pode ocasionar em um modo de escorregamento planar, e por consequência, aumentar o número de ciclos que irão levar o material à falha por fadiga.

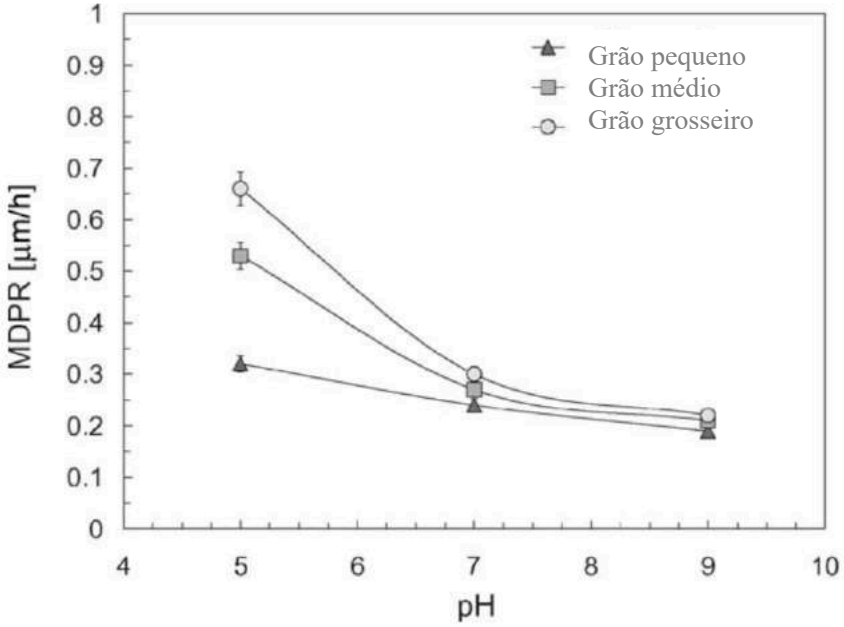
Desta forma, uma baixa EFE tende a adiar o desenvolvimento de tensões localizadas que levam à fratura. E uma menor EFE leva a uma alta taxa de encruamento que suprime a recuperação dinâmica e diminui a taxa de erosão (ZHANG e FANG, 2002). Outros autores também apontam a EFE como um forte candidato ao principal parâmetro em relação ao desgaste por EC (RICHMAN e MCNAUGHTON, 1990; VAIDYA e PREECE, 1978; STOLTZ e VANDER SANDE, 1980).

Segundo Remy e Pineau, (1977) a transformação da fase e formação de maclas por deformação ocasionam em um aumento na taxa de encruamento enquanto também levam a um máximo na deformação para a fratura. Esses dois processos são considerados necessários para a resistência à erosão e, portanto, qualquer fator que suprima essas mudanças estruturais deve levar a uma diminuição na resistência. (ANTHONY e SILENCE, 1979). Contudo, o efeito benéfico dessa transformação CFC -> HC induzida por deformação é limitado pela ocorrência de fratura frágil quando a quantidade de transformação de fase é muito alta (REMY e PINEAU, 1977).

O tamanho de grão é um dos fatores pouco explorados pela literatura no que tange o desgaste por EC. Bregliozzi *et al.*, (2005) observaram que a estrutura refinada do aço AISI 304 aumentou a densidade superficial dos contornos de grão, fornecendo apoio

contra a cavitação. As amostras que tinham grãos refinados (2,5 μm) obtiveram menor dano em relação à EC em comparação com as amostras de aço de grão médio (20 μm) e grosseiro (45 μm) (Figura 21).

Figura 21 - MDPR após 15 horas em função do tamanho do grão e do valor do pH para aço AISI 304.



Fonte: Adaptado de Bregliozzi *et al.,*(2005).

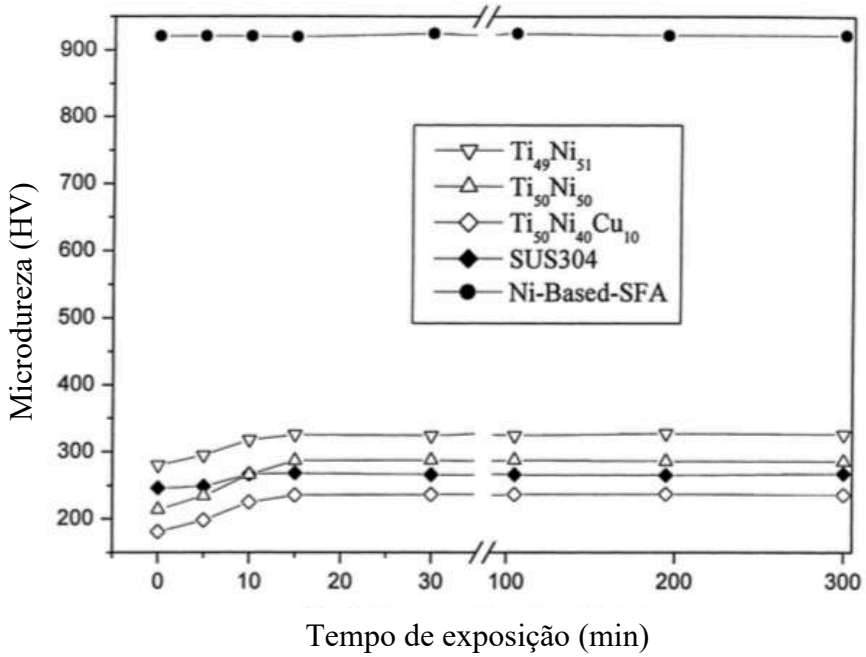
Di Schino e Kenny (2003) relatam que o tamanho de grão pequeno realça o comportamento em fadiga. Adicionalmente, há uma boa relação entre o coeficiente de resistência a fadiga e resistência à EC encontrado por Richman e McNaughton (1990). Logo, há um indicativo de que o tamanho do grão pode influenciar à resistência à EC.

Lo *et al*., (2017) realizaram o ensaio de cavitação vibratória em um aço inoxidável austenítico solubilizado a 1100°C e 1300° C e relatam que a resistência a EC foi maior para a condição solubilizada em menor temperatura devido a seu tamanho de grão mais refinado de aproximadamente 71 μm. Os autores sugerem duas justificativas para este comportamento. A primeira é que o tamanho de grão grosseiro, 180 μm, comprometeu a resistência mecânica do material segundo a relação de Hall-Petch. A segunda é que estrutura de grãos refinados com contornos de grão em maior quantidade impediram de forma mais efetiva o movimento das discordâncias, o que pode ter contribuído para a melhor resistência a EC. Contudo, outros autores não encontraram uma correlação entre resistência mecânica e resistência a EC, como por exemplo Niederhofer e Huth (2013).

A dureza é um dos parâmetros mais abordados quando há necessidade de se estabelecer uma relação entre propriedade do material e resistência à EC. Para Tang, Cheng e Man (2006), a dureza da superfície é o parâmetro mais importante na resistência à erosão por cavitação em relação aos outros.

Diante disso, é comumente visto em trabalhos um gráfico da dureza da superfície *versus* o tempo de exposição de um ensaio de cavitação vibratória. Wu, Lin e Yeh (2000) traçaram este gráfico para uma liga de níquel, aço inoxidável SUS304 e diferentes ligas de TiNi, conforme está ilustrado na Figura 22 .

Figura 22 - Dureza da superfície *versus* o tempo de exposição ao ensaio de cavitação vibratória.



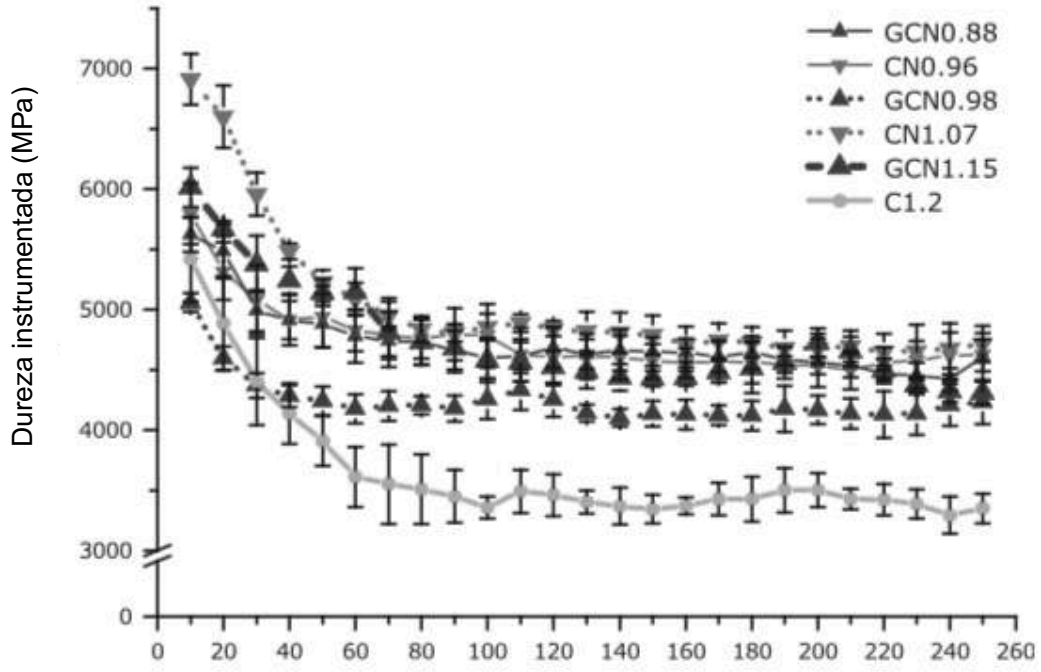
Fonte: Adaptado de Wu, Lin e Yeh (2000).

A liga de $Ni_{16}Cr_4Si_4B_3Cu_3Mo_{2,5}Fe_{0,5}C$ (*Ni-based-SFA ou self-fluxing alloys*) não exibiu encruamento e segundo os autores esta característica foi atribuída à sua alta dureza e comportamento frágil. Contudo, nas ligas TiNi e SUS304 pode ser observado encruamento nos primeiros 15 minutos atribuído a ductilidade dos materiais e a consequente formação de defeitos cristalinos durante o ensaio, e a posterior manutenção dos valores de dureza com a continuação do ensaio. Isso porque a superfície do material submetida aos impactos contínuos durante o ensaio é continuamente encruada e depois fraturada (WU, LIN e YEH, 2000).

Esse tipo de análise juntamente com outros parâmetros que podem ser investigados durante um ensaio de cavitação vibratória permitem maior compreensão dos mecanismos de desgaste atuantes.

Um outro tipo de análise que pode ser realizada é a dureza dos materiais após os ensaios de cavitação vibratória como ilustrado na Figura 23 .

Figura 23 - Dureza instrumentada de seções transversais de diferentes ligas após exposição ao ensaio de cavitação vibratória.



Fonte: Adaptado de Niederhofer e Huth (2013).

Os aços CrMnCN (GCN0,88; CN0,96; GCN0,98; CN1,07; GCN1,15) e o aço Hadfield (C1,2) mostram reduções de dureza similares com o aumento da distância da superfície após o ensaio de cavitação vibratória. O pico de dureza perto da superfície é cerca de 30% maior do que a dureza do substrato que é alcançada a uma profundidade de cerca de 50-70 μm (NIEDERHOFER e HUTH, 2013). Desta forma há um indicativo de que a exposição ao desgaste por EC induziu a formação de uma camada encruada na superfície.

2.4 NITRETAÇÃO A PLASMA

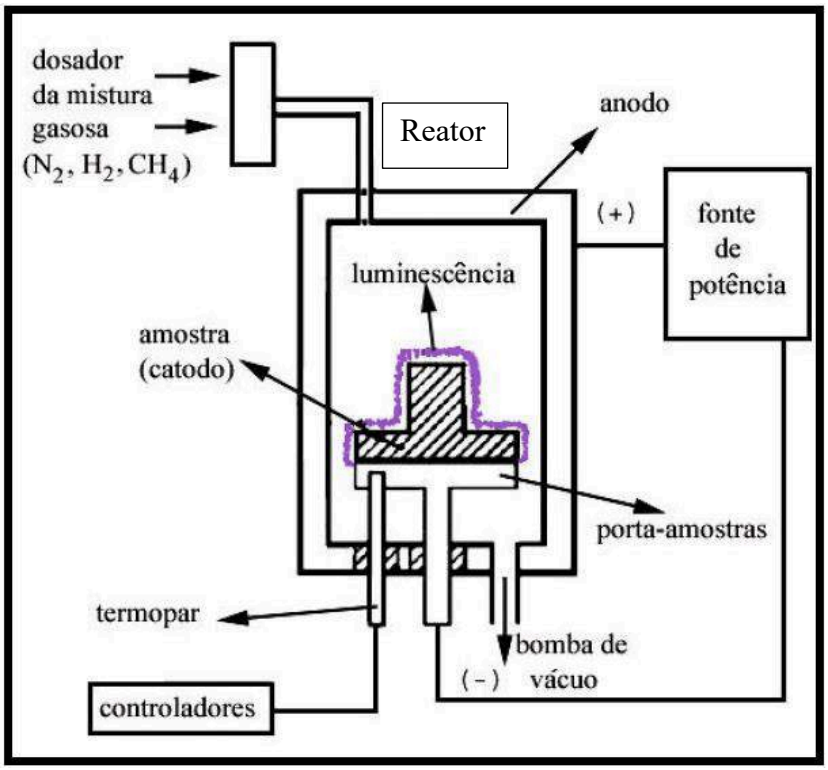
Existem vários tratamentos termoquímicos, como cementação, nitretação e carbonitretação. Segundo Alves (2010), os elementos intersticiais utilizados são líquidos, gasosos ou sólidos. Espécies ionizadas que são usadas para modificação da

superfície podem ser empregadas de duas formas: implantação iônica ou deposição assistida por plasma. A nitretação a plasma, por sua vez, é um tratamento termoquímico ativado por plasma de nitrogênio para facilitar sua inserção na superfície de um material.

Este tratamento termoquímico de endurecimento superficial consiste na introdução de nitrogênio na matriz, e, por consequência, ocorre a formação de uma camada dura na superfície do material (SUN e BELL, 1991; ALVES, ARAUJO e RIBEIRO, 2013). Por isso, nas últimas décadas, a nitretação a plasma vem sendo amplamente utilizada para diversas aplicações com intuito de melhorar a resistência ao desgaste e à corrosão dos materiais.

O processo pode ser encontrado com as seguintes denominações: nitretação a plasma (*plasma nitriding*), nitretação em descarga luminosa (*glow discharge nitriding*) ou nitretação iônica (*íon-nitriding*). A Figura 24 ilustra a representação esquemática de um equipamento usado neste processo.

Figura 24 - Representação esquemática de um reator de nitretação a plasma.



Fonte: Adaptado de Franco Junior (2003).

A bomba de vácuo presente neste sistema é responsável por retirar o ar da câmara do reator. Este ar, posteriormente será substituído por uma mistura gasosa. A

nitretação a plasma é composta por duas etapas: uma etapa de bombardeamento prévio (*sputtering*) e a etapa de nitretação propriamente dita. A primeira etapa contribui para melhorias no que tange à limpeza atômica da peça a ser nitretada (SUN, BELL e WOOD, 1994; ALVES, 2010).

Dentro da câmara, o material ou porta-amostras atua como catodo e a parede da câmara como o anodo. Quando uma diferença de potencial é aplicada entre o catodo e o anodo há geração de uma descarga luminescente, pois ocorre a ionização dos gases através do choque entre as espécies. Estes estão contidos num sistema hermeticamente fechado à uma pressão suficientemente baixa (CHAPMAN, 1980; ALVES, 2010).

Desta forma, as moléculas gasosas presentes que foram injetadas na câmara de tratamento são dissociadas, e, por consequência, elétrons e íons são acelerados pelo campo elétrico, colidindo com outras partículas e produzindo mais íons e elétrons. Os cátions são acelerados para a superfície do substrato e os elétrons são direcionados para a parede da câmara. Assim é realizada a ionização do gás, tornando-o condutor. (HOWATSON, 1965; ALVES, 2010).

Deste bombardeamento iônico há uma energia suficiente que promove o aquecimento do substrato e intensifica o processo de difusão (LAMPE, EISENBERG e LAUDIEN, 1993). Quando estabilizada, a temperatura é controlada a fim de mantê-la na temperatura desejada do processo e o tempo de duração do tratamento começa, então, a ser contabilizado.

Os átomos arrancados durante o bombardeamento iônico podem reagir com espécies do plasma formando compostos instáveis do tipo FeN, conforme as seguintes etapas (ALVES, 2010):

i. Ionização da mistura gasosa;

ii. *Sputtering* do ferro pelas espécies ionizadas;

iii. Formação de nitretos de ferro entre os átomos arrancados da superfície e as espécies ativas do plasma;

iv. Deposição de nitretos de ferro na superfície da peça.

Esses nitretos depositados são recombinados e formam nitretos mais estáveis. Dessas recombinações há um excesso de nitrogênio que pode tanto difundir para dentro da peça, quanto voltar para o plasma. De tal forma que durante todo esse processo pode ocorrer a formação de duas zonas, denominadas de camada branca (ou camada de compostos) e a zona de difusão (ALVES, 2010).

A primeira, é uma zona mais superficial caracterizada pela formação de uma camada composta principalmente de nitretos, onde é comum a formação do nitreto γ' (Fe_4N) e ε ($Fe_{2-3}N$), por exemplo para aços sem elementos de liga formadores de nitretos. A segunda zona, mais interna, é a zona de difusão composta pelo nitrogênio difundido e que pode conter nitretos finamente dispersos na microestrutura (ZHANG e BELL, 1985; SUN, LI e BELL, 1999; PINEDO, 2000).

De modo geral, é desejável a obtenção de uma camada nitretada sem a formação de camada branca, porque apesar de muito dura, esta estrutura também é frágil (PODGORNIK *et al*., 1998). A constituição da camada formada depende dos parâmetros de processo empregados.

De acordo com Bell *et al.,* (1996), uma das vantagens da nitretação a plasma é o controle da metalurgia da camada nitretada por composição da mistura gasosa, temperatura e o tempo de nitretação. Entretanto, é importante ressaltar que a composição química do substrato também desempenha um papel importante na metalurgia da superfície nitretada (JONES, MARTIN e STURGES, 1973; BOCCHINI *et al*.,1990).

Na nitretação, este controle é realizado por um sistema computadorizado onde ocorre a introdução precisa dos gases de processo (H_2, N_2, Ar, entre outros) em frações volumétricas específicas em tempos distintos, se necessário. Outros parâmetros do tratamento também podem ser controlados como temperatura, tempo, densidade de corrente e pressão total (EDENHOFER, 1974; BELL, DONG e SUN, 1998).

A composição do gás utilizado é um dos fatores principais que influenciam o processo. Metin e Inal (1987) observaram que foi possível obter uma camada nitretada ligeiramente maior na nitretação com nitrogênio puro em relação ao processo realizado com a adição de hidrogênio, devido a mudança na pressão parcial de nitrogênio. Contudo, segundo Pichon *et al*., (2010), o hidrogênio atua reduzindo o óxido da superfície, de tal forma que a nitretação é significativamente mais eficiente

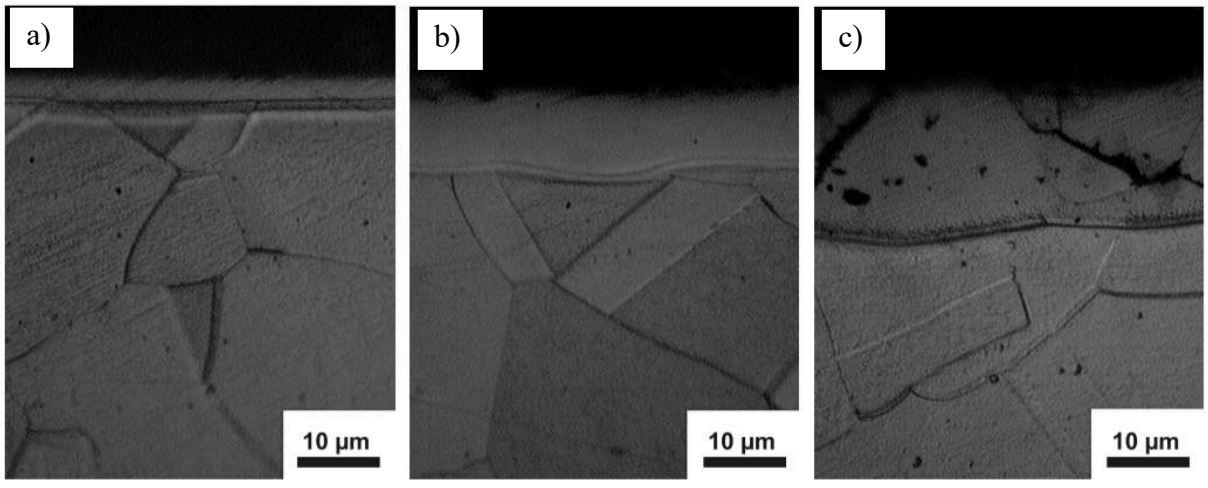
do que com o N_2 puro, permitindo uma camada mais espessa e com maior teor de nitrogênio.

Ou seja, o hidrogênio influencia e regula a composição da zona de difusão diluindo o nitrogênio e diminuindo seu potencial na atmosfera da câmara (PYE, 2003). Por isso usualmente são utilizadas misturas de nitrogênio com outros gases, como argônio, hidrogênio ou amônia (FEWELL *et al*., 2000).

A temperatura de nitretação é um dos principais parâmetros do processo, uma vez que é um processo regido por difusão. Por consequência, para um dado tempo, acréscimos na temperatura de tratamento levam à um acréscimo na profundidade da camada nitretada devido à maior difusão existente (CHRISTIANSEN e SOMMERS, 2005; BORGIOLI *et al*., 2005).

Dessa forma, maiores temperaturas aumentam a quantidade de nitrogênio inserida no material, facilitando o aparecimento de fases mais ricas em nitrogênio, como os nitretos (Figura 25). Contudo, este acréscimo pode levar a diminuição no valor máximo de dureza atingido pois também faz com que os nitretos e outros precipitados presentes no material fiquem mais grosseiros (MAHBOUBI e ABDOLVAHABI, 2006).

Figura 25 - Camada modificada do AISI 316L nitretado em a) 673 K; b) 703 K; c) 743 K.



Fonte: Adaptado de Borgioli *et al*., (2005).

Segundo Borgioli *et al*., (2005), a nitretação a plasma nas temperaturas de 673 K e 703 K em um aço AISI 316L (Figura 25 a-b) possibilitou a formação de fase S e de nitretos de cromo, CrN. Acima desta temperatura de tratamento termoquímico, a camada observada era formada por fase S, nitretos de cromo, CrN, e de nitretos de ferro, Fe_4N (Figura 25 c).

O tempo de nitretação, por sua vez, também influencia no processo (FOSSATI *et al*., 2006). Todavia essa relação diminui à medida que o tratamento ocorre. Essa influência pode ser medida pela espessura da camada nitretada formada, que aumenta rapidamente no início do processo, porém, para tempos maiores, não aumenta tão rapidamente (WANG, SHIJUN e SUN, 2006; HIRSCH, CLARKE e ROCHA, 2007).

2.4.1 Fase S

Existem duas principais pesquisas datadas da década de 80 que relatam à descoberta de uma camada rica em nitrogênio e livre de precipitados decorrente do processo de nitretação à plasma, ambos em baixas temperaturas (400 °C). Tanto Zhang e Bell (1985) como Ichii, Fujimura e Takase (1986) trabalharam com aço inoxidável austenítico: AISI 316 e AISI 304, respectivamente, e relataram a existência dessa camada com dureza de 700 $HV_{0,05}$ e com boa resistência à corrosão (ZHANG e BELL, 1985).

Ressalta-se que os primeiros relatos desta fase foram obtidos por nitretação a plasma. Entretanto, Dong (2010) afirma que não há praticamente nenhuma restrição para que outros processos de engenharia de superfície que podem ser empregados a produzam, por exemplo, os processos de carbonitretação (BLAWERT *et al*., 2000), cementação por plasma (FORMOSA *et al*., 2012) ou carbonitretação, nitretação e cementação gasosa (CHRISTIANSEN e SOMMERS, 2005).

Esta camada foi denominada de fase S (ICHII, FUJIMURA e TAKASE, 1986) e há relatos de outras denominações como austenita expandida (LEYLAND *et al.*, 1993), fase γ_n (AMIRI e MORADSHAHI, 2007), fase ε' (ANGELINI, BURDESE E DE BENEDETTI, 1988) ou fase m (MARCHEV *et al*., 1998).

As diferentes nomenclaturas existem porque nas pesquisas desenvolvidas ao longo do tempo sobre a fase S há visões contraditórias, principalmente no que tange à sua natureza: estrutura atômica, molecular e cristalina. Por exemplo, Leyland *et al*., (1993) a descrevem como uma estrutura CFC. No entanto, Marchev *et al.,* (1998) argumentam que, semelhante à martensita no aço, essa nova fase tem estrutura tetragonal, por isso o termo "fase m".

De maneira geral, a fase S é compreendida no que tange à estrutura como uma austenita expandida, metaestável, livre de precipitados e supersaturada em elementos intersticiais (nitrogênio, carbono ou combinação de ambos) que são introduzidos em um substrato CFC com alto teor de elementos de liga que contribuam para a solubilidade do intersticial (BUHAGIAR, 2008; DONG, 2010).

Quando o intersticial é o nitrogênio, tem-se a fase S_N, supersaturada de nitrogênio em solução sólida, onde os átomos de nitrogênio estão aleatoriamente distribuídos nos espaços octaédricos (DONG, 2010). Para a formação desta, um exemplo de elemento de liga indicado ao substrato é o cromo, pois este elemento aumenta a solubilidade do nitrogênio e contribui para formação de uma fase S supersaturada deste intersticial (WILLIAMSON, DAVIS e WILBUR, 1998; BUHAGIAR, 2008; DONG, 2010).

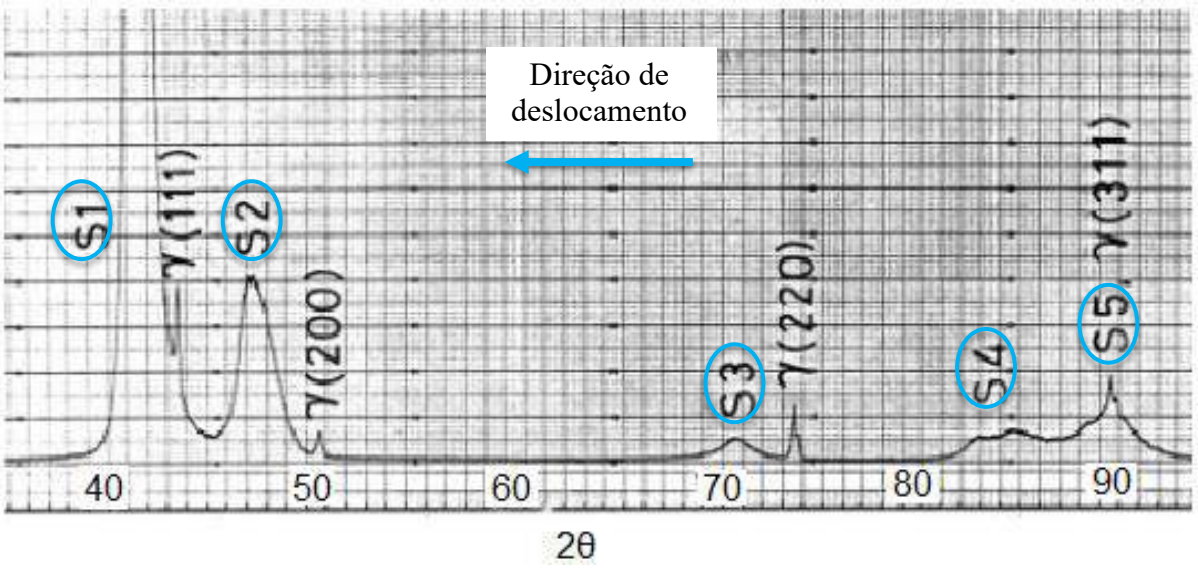
Segundo outros dados da difração de raios X (DRX), o grau de deslocamento dos picos depende do tipo e quantidade de intersticiais introduzidos nos aços inoxidáveis austeníticos (LEYLAND *et al.*, 1993; THAIWATTHANA *et al.*, 2002; BUHAGIAR, 2008).

Ichii, Fujimura e Takase (1986) obtiveram a camada de fase S e observaram que além dos picos do substrato na difração de raios X, apareceram cinco picos extras deslocados para menores ângulos de difração quando comparados aos picos correspondentes (identificados na Figura 26 por círculos em azul). Esses picos não estavam listados no índice de ASTM e arbitrariamente os nomearam de S1−S5, correspondentes à fase S.

Além disso, os picos da fase S estão sempre deslocados para a esquerda do pico relativo ao substrato. Isso porque ocorre uma expansão do reticulado cristalino CFC em consequência do teor de nitrogênio em solução sólida ser alto e atingir valores superiores ao limite de solubilidade. E há uma geração de tensões residuais compressivas, que por sua vez, ocasionam o deslocamento e alargamento dos picos (CHRISTIANSEN e SOMMERS, 2005; TSCHIPTSCHIN e PINEDO, 2010).

Thaiwatthana *et al.,* (2002) obtiveram fase S no aço AISI316 após o tratamento termoquímico de carbonetação e nitretação. Os autores relatam esse deslocamento de forma desigual das posições dos picos de fase S1(111) e S2(200) na DRX. O pico S2 teve maior deslocamento em relação ao pico γ(200) do material do substrato do que o pico S1 em relação ao pico γ(111).

Figura 26 - Difratograma original de Ichii, Fujimura e Takase com os picos de fase S.

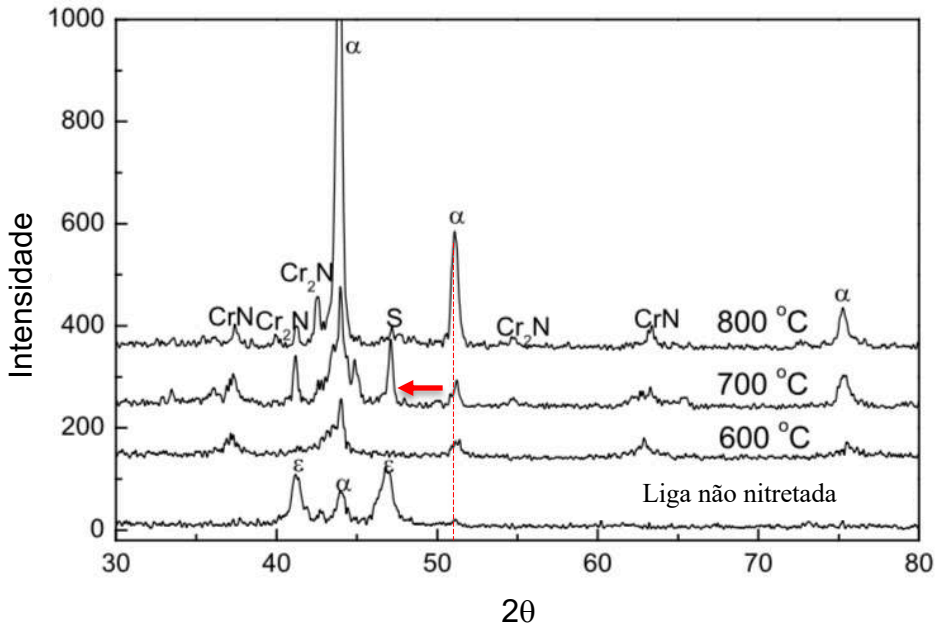


Fonte: Adaptado de Ichii, Fujimura e Takase (1986).

Posteriormente, estudos indicam que esta camada poderia ser obtida em ligas Ni-Cr e também nas ligas Co-Cr (LI *et al.*, 2007; ÇELIK *et al*., 2008). Por exemplo, Whang, Huang e Zhang (2012) relatam em seu trabalho a formação da fase S em um liga CoCrMo após ser submetida ao tratamento termoquímico de nitretação em plasma cujo gás foi NH_3 e a temperatura de processo de 600°, 700° e 800°C. Na

Figura 27 destaca-se a fase S (seta em vermelho) deslocada a esquerda do pico relativo a fase α (CFC).

Figura 27 - Difratograma de raios X de uma liga CoCrMo antes e após a nitretação em 600°, 700° e 800°C.



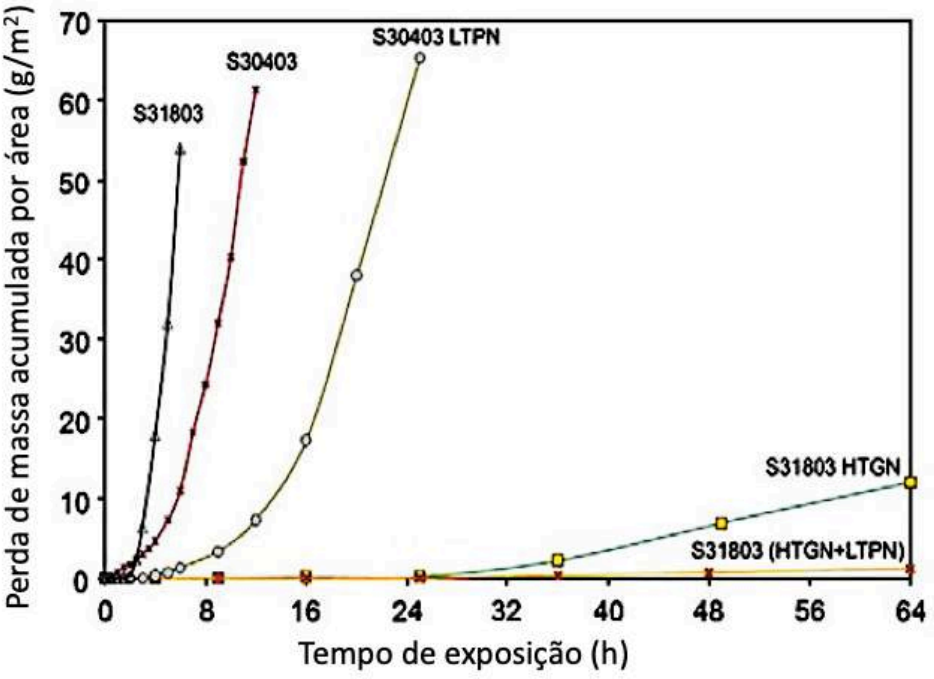
Fonte: Adaptado de Wang, Huang e Zhang (2012).

2.4.2 Nitretaçao a plasma e o desgaste por erosão cavitacional

Segundo Allenstein *et al*., (2014), a utilização de tratamentos termoquímicos, como a nitretação, é uma forma eficaz de se melhorar a resistência à erosão por cavitação de um aço inoxidável martensítico CA-6NM. Adicionalmente, Grajales, Pinedo e Tschiptschin (2010) demonstraram esta eficácia para os aços inoxidáveis duplex UNS S31803 e austenítico S30403, como pode ser visualizado na Figura 28 .

Uma comparação foi realizada por estes autores em relação a resistência à EC de dois aços inoxidáveis: duplex e austeníticos em diversas condições (nitretado a plasma - LTPN, nitretado à gás a altas te . aturas – HTGN, e nitretado a plasma após nitretação à gás a altas temperaturas - HTGN + LTPN). O melhor resultado obtido foi para a condição cuja amostra sofreu uma combinação de dois tratamentos termoquímicos (Figura 28).

Figura 28 - Perda de massa acumulada por tempo de exposição no ensaio de cavitação vibratória do aço inoxidável duplex UNS S31803 na condição não nitretada, nitretado a gás a alta temperatura e nitretado a gás a alta temperatura e posteriormente a plasma; e do aço inoxidável austenítico UNS S30403 na condição não nitretado e nitretado a plasma.



Fonte: Adaptado de Grajales, Pinedo e Tschiptschin (2010).

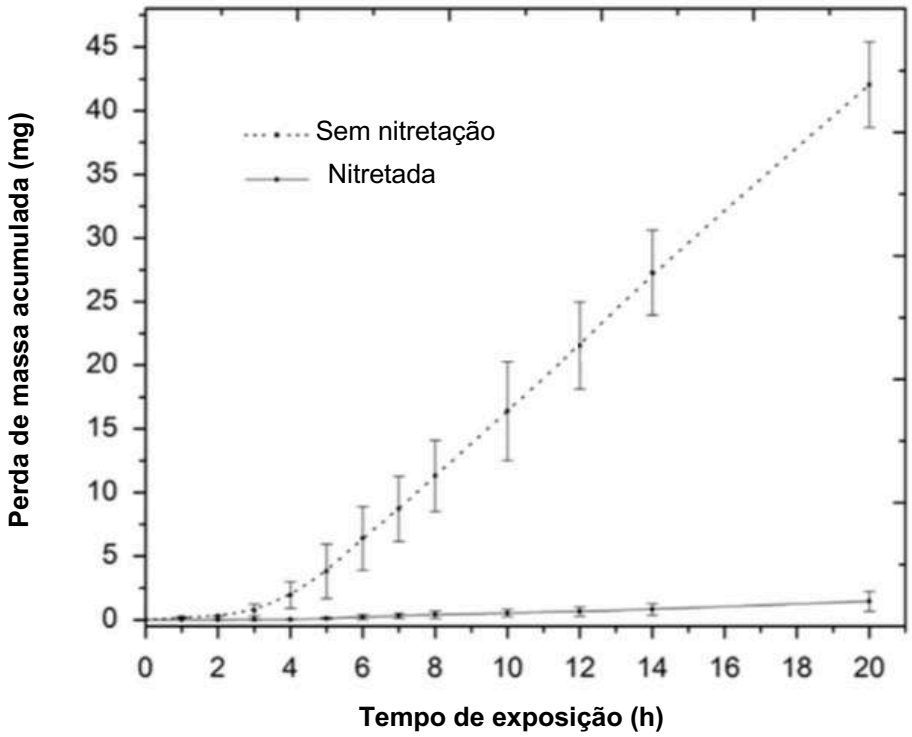
Grajales, Ospina e Tschiptschin (2010) observaram que é possível indicar que a nitretação a plasma melhora um pouco a resistência à erosão por cavitação dos aços, enquanto a nitretação gasosa a altas temperaturas aumenta bastante esta resistência,

fato evidenciado pela grande diminuição da taxa de perda de massa conforme visualizado na Figura 28.

Tal comportamento foi corroborado por Dos Santos, Garzón e Tschiptschin (2004). Os autores relatam que aumentar o conteúdo de nitrogênio na solução sólida (até 0,48% em peso) em um aço AISI 304L através do HTGN aumentou 4,6 vezes o tempo de incubação e diminuiu 8,6 vezes a taxa de erosão submetido ao desgaste por EC.

Por sua vez, Espitia *et al*., (2015) demostraram a efetividade do tratamento termoquímico de nitretação a plasma em um aço AISI 410 temperado e revenido. A condição nitretada apresentou perda de massa de 1,5 mg, aproximadamente 27 vezes menor do que o material não nitretado, com 42 mg, quando submetido ao ensaio de cavitação vibratória por 20 horas. O gráfico perda de massa acumulada versus tempo de exposição está ilustrado na Figura 29.

Figura 29 - Perda de massa acumulada em função do tempo de exposição para aço o AISI 410 temperado e revenido sem nitretação e na condição nitretado.



Fonte: Adaptado de Espitia *et al*., (2015).

Da mesma forma, encontram-se outros relatos na literatura do efeito benéfico da nitretação em relação ao desgaste por EC em diversos materiais. Godoy *et al.*, (2006), por exemplo, avaliaram a resistência à erosão por cavitação promovida pela nitretação a plasma em aço AISI 1045. O tratamento por nitretação a plasma aumentou o período

de incubação (de 1,23 horas para 3,4 horas) e diminuiu as taxas de erosão por cavitação no estágio de aceleração (8,4 mg para 5,2mg) em relação ao material não nitretado.

Allenstein *et al*., (2014) verificaram que para o aço inoxidável martensítico Ca-6NM nitretado a plasma em baixa temperatura (24 horas a 350°C) houve um aumento no tempo de incubação de 120 minutos na condição não nitretada para aproximadamente 660 minutos para a condição nitretada.

Por outro lado, Espítia *et al.,* (2015) relataram a formação de uma camada de martensita expandida acompanhada de uma camada mais externa de nitretos de ferro em um aço martensítico AISI 410 nitretado, a qual não foi resistente ao desgaste por EC. Porém, após o desgaste desta camada externa, a camada subsequente de martensita expandida foi responsável por uma redução da ordem de 3 vezes da taxa de perda de massa devido à sua resistência ao desgaste por EC.

Ao contrário da eficiência deste tratamento termoquímico em relação ao desgaste por erosão cavitacional, alguns autores não encontraram resultados satisfatórios. Tomlinson e Talks (1990) relataram que a nitretação realizada por 45 horas em 510°C no Ferro Fundido Branco (16% Cr) diminui o período de incubação de 37 para 20 minutos quando comparado ao material não nitretado. Allenstein *et al*., (2013), verificaram que um aço martensítico ASTM A 743 apresentou maior resistência ao desgaste por EC em comparação ao mesmo aço nitretado a plasma por duas horas em 500°C, cuja mistura de gases foi de 20%N_2-80%H_2.

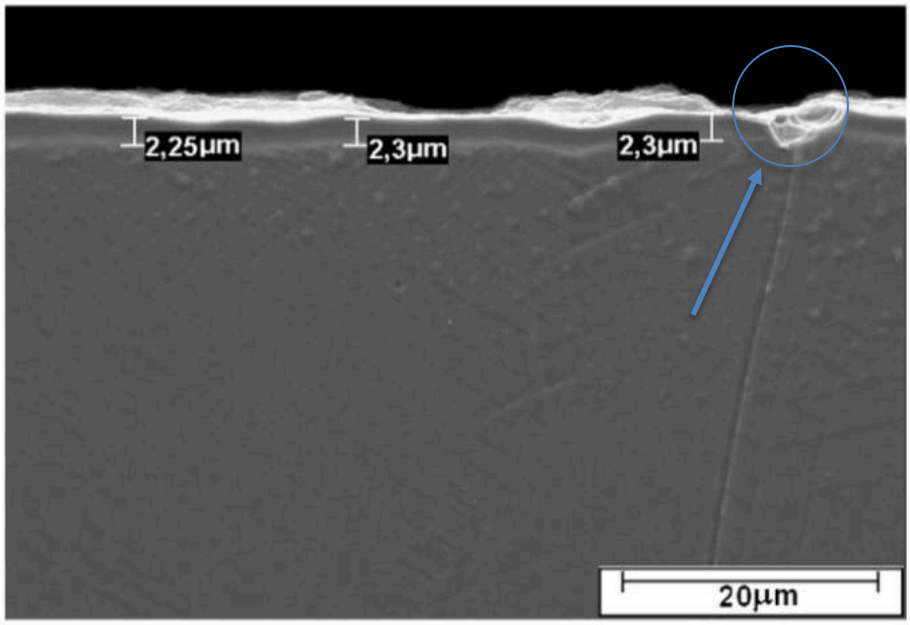
Estes efeitos dispares apresentados em relação a nitretação na resistência a EC podem estar relacionados a vários fatores. Da Silva *et al*., (2013) apontam essas divergências como sendo a microestrutura original do material nitretado, a presença de uma camada composta e os tipos de nitretos formados.

Por conseguinte, é de suma importância uma análise rigorosa para melhor compreensão dos mecanismos atuantes. Por exemplo, a Figura 30 ilustra a seção transversal de uma amostra de aço inoxidável UNS S31803 após o tempo de exposição de 64 h em um ensaio de cavitação vibratória. Apesar da menor espessura obtida em relação aos outros processos aplicados neste trabalho, 2,3 μm, a camada nitretada formada no aço UNS S31803 pela combinação dos tratamentos

termoquímicos HTGN e LTPN é contínua sobre os grãos mesmo após o final do ensaio. A continuidade é perdida apenas no contorno do grão, provavelmente devido à quebra do contorno de grão durante os primeiros estágios do dano de cavitação (GRAJALES, PINEDO e TSCHIPTSCHIN, 2010).

Os mecanismos de desgaste por erosão cavitação, discutidos anteriormente, podem ser encontrados similarmente nos materiais nitretados.

Figura 30 - Seção transversal do UNS S31803 (HTGN+LTPN) após o tempo de exposição de 64 horas em um ensaio de cavitação vibratória.



Fonte: Adaptado de Grajales, Pinedo e Tschiptschin (2010).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

Neste trabalho foi utilizada uma superliga fundida do ternário Co-Cr-Fe. Essa liga como recebida foi identificada como FUN. O material foi recebido na forma de discos, previamente retificados.

Esta superliga foi denominada como Co-30Cr-19Fe devido à composição química analisada (Tabela 3). Marques *et al*. (2017b), realizaram a análise química do carbono por um analisador de carbono e enxofre, e dos demais elementos por espectrometria a plasma e espectrometria de absorção.

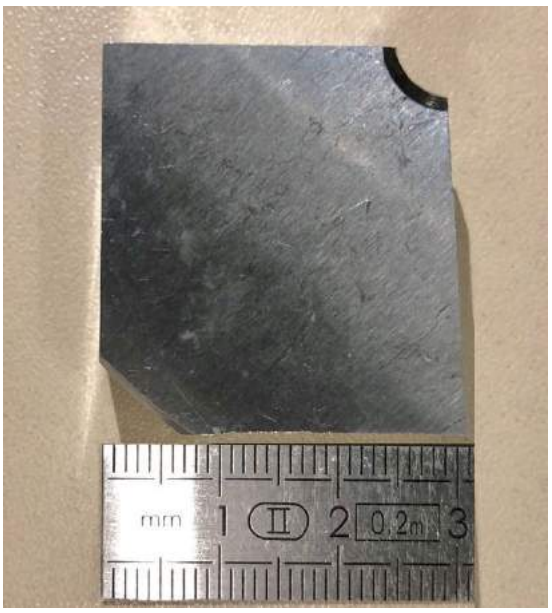
Tabela 3 - Composição química da liga de Co-30Cr-19Fe (% em peso)

ELEMENTO	**Co**	**Cr**	**Fe**	**C**	**W**	**Mo**	**Si**
Composição (%)	47,7	29,8	19,1	0,2	0,2	0,3	1,0

Fonte: Adaptado de Marques *et al*., (2017b).

Os discos recebidos foram seccionados em uma cortadeira metalográfica Labotom (Struers) do Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). Após o corte, a geometria das amostras é de formato quadrado, com 3 cm de lado, cujo aspecto macroscópico está ilustrado na Figura 31. A espessura das amostras é de aproximadamente 2 cm.

Figura 31 - Geometria final das amostras.



Fonte: Autor (2019).

As amostras foram lixadas e polidas. No processo de lixamento foram utilizados papéis lixa de acordo com a seguinte sequência: números ASTM #180, #220, #320, #500, #800, e #1200. Por sua vez, o polimento fino foi realizado com alumina, com acabamento final em pano de 0,3 μm. Posteriormente, as amostras foram submetidas aos tratamentos térmicos e termoquímicos.

3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS E TERMOQUÍMICOS

3.2.1 Solubilização

O tratamento térmico de solubilização foi realizado com o objetivo de homogeneizar a estrutura da amostra como recebida de tal forma que os possíveis problemas decorrentes do processo de fundição e heterogeneidade química da amostra possam ser removidos, e, adicionalmente promover a dissolução de carbonetos (ASTM A941, 2018).

As condições de tratamento térmico foram determinadas conforme análise do diagrama de fases da liga de Co-30Cr-19Fe que foi construído no *software* de termodinâmica computacional *FactSage* cuja base de dados utilizada foi *FSteel*, conforme Figura 32.

Para o percentual de carbono (0,2%) e de outros elementos desta liga (Tabela 3) neste diagrama, não há temperatura de tratamento viável para obtenção de uma estrutura CFC livre de carbonetos. Porém, o tratamento foi realizado levando-se em consideração não só a termodinâmica, mas também a cinética e com o intuito de promover a dissolução parcial de quaisquer possíveis carbonetos.

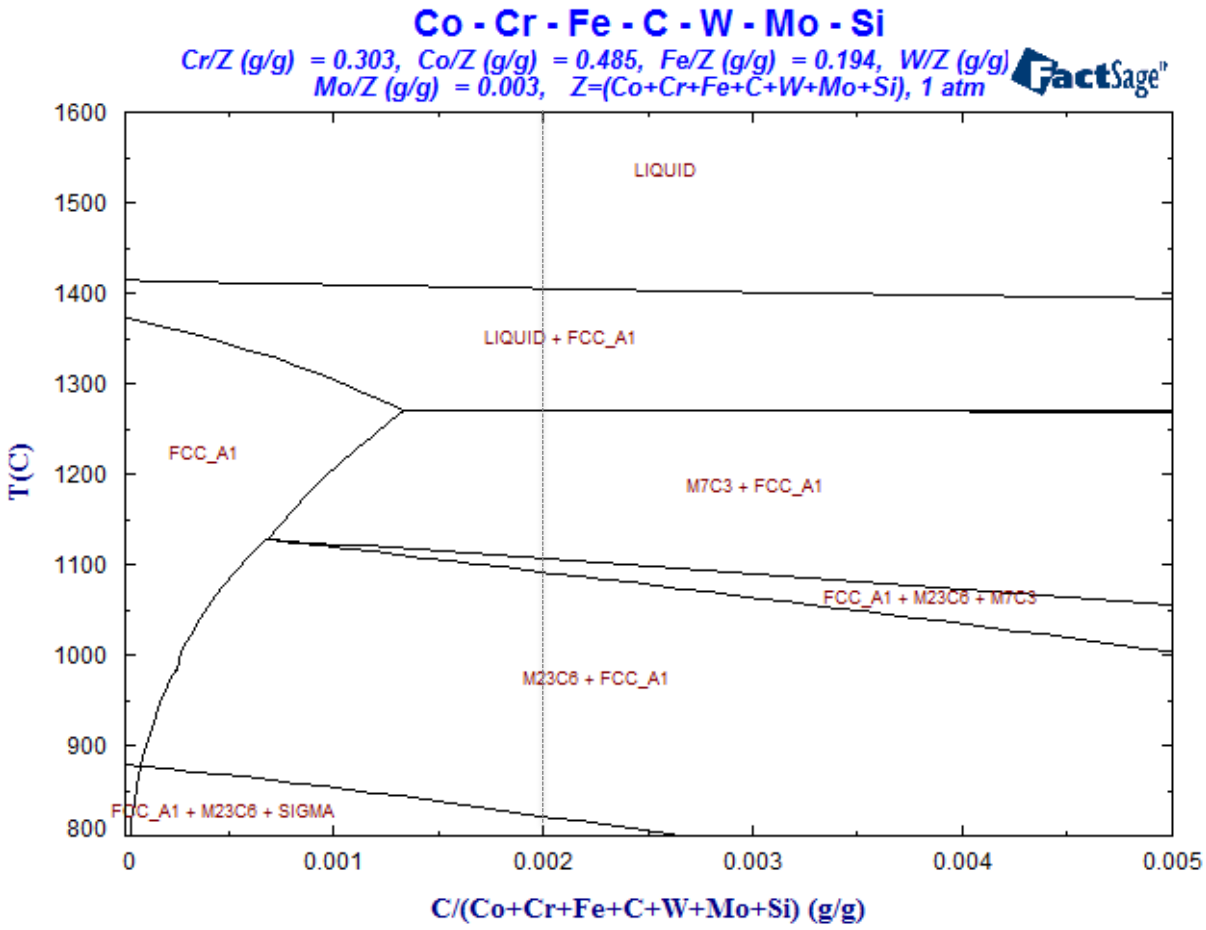
A Tabela 4 a seguir informa os parâmetros utilizados nesse tratamento.

Tabela 4 - Condições do tratamento térmico.

Temperatura (°C)	1200
Tempo (h)	12
Taxa de aquecimento (°C/min)	20

Fonte: Autor (2019).

Figura 32 - Diagrama de fases Liga Co-30Cr-19Fe desenvolvido no software FactSage.



Fonte: Autor (2019).

O tratamento foi realizado em Forno Mufla Digital (Jung - modelo LF0612) aquecido por resistências elétricas, localizado no Laboratório de Fenômeno de Transportes (LFT) do Departamento de Física da UFES. Ao fim do tratamento térmico, as amostras foram retiradas do forno e imediatamente resfriadas em água.

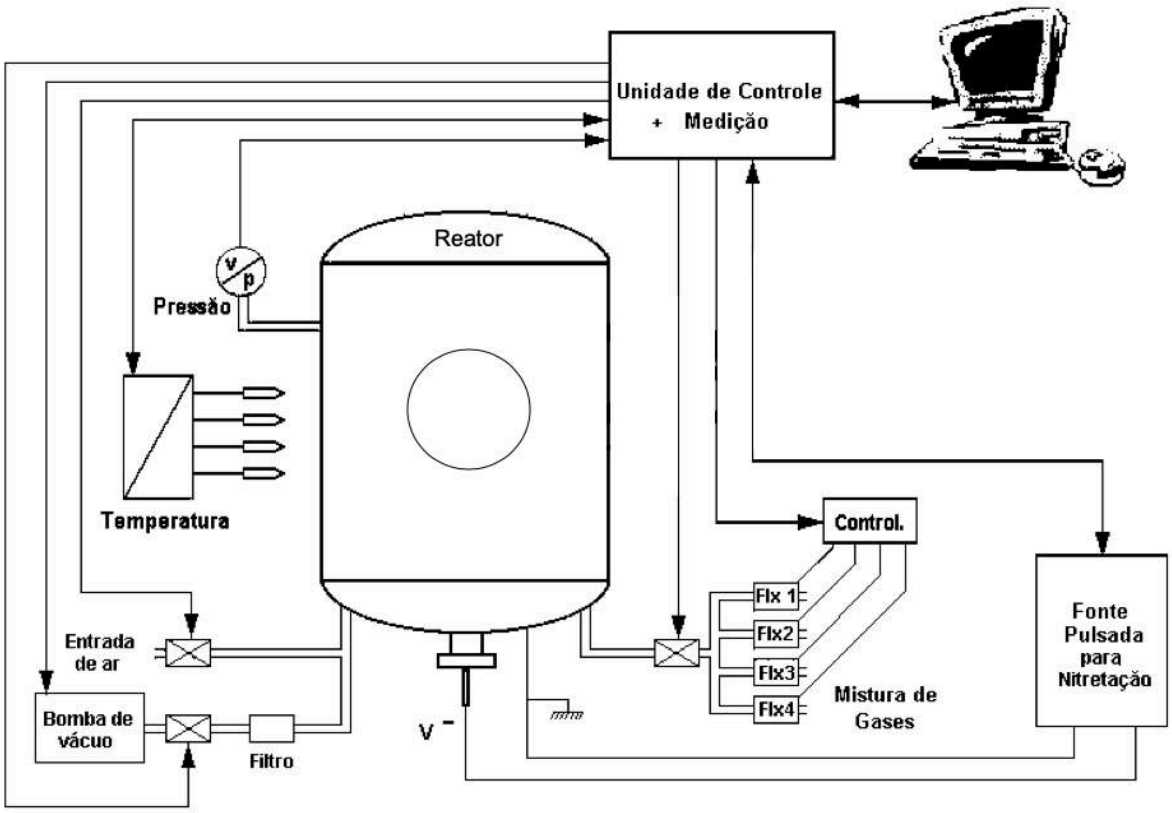
Após o tratamento térmico, as amostras foram submetidas a preparação metalográfica. Os processos de lixamento e polimento foram realizados da mesma maneira que indicada na seção 3.1.

3.2.2 Nitretação a plasma

O tratamento termoquímico foi realizado nas amostras solubilizadas em um reator de nitretação a plasma com fonte pulsada SDS PULL, modelo THOR-NP 400, pertencente ao Laboratório de Engenharia de Superfícies do Instituto Federal do Espírito Santo (IFES) - Campus Vitória.

O reator é constituído de quatro sistemas: câmara, sistema de gases, sistema de energia e automação. A câmara cilíndrica, de aço inoxidável 316, tem as seguintes dimensões: 400 mm de altura e 300 mm de diâmetro útil. O diagrama de blocos deste reator pode ser visualizado na Figura 33.

Figura 33 - Diagrama de blocos do reator de fonte pulsada SDSPUL.

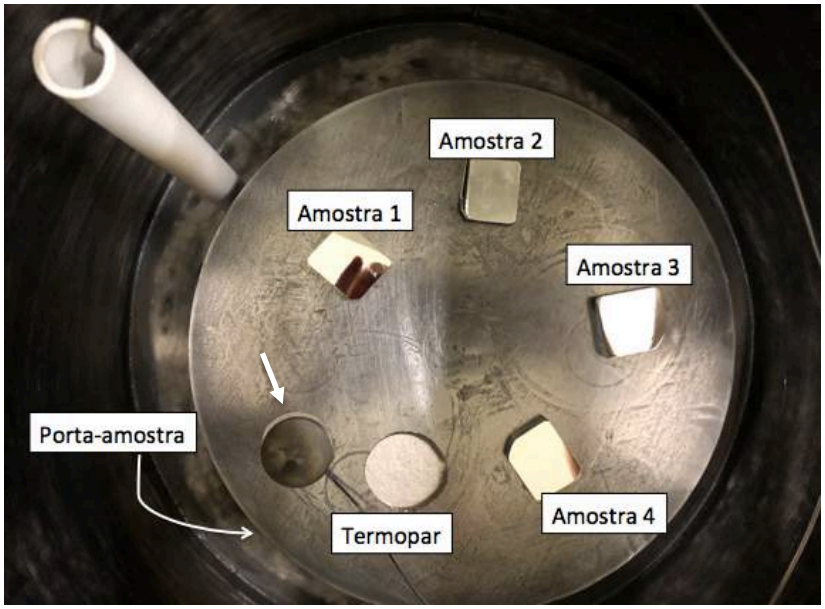


Fonte: Adaptado de SDS Plasma (2018).

A Figura 34 seguir ilustra as amostras dispostas na porta amostra. Cada tratamento termoquímico foi realizado em quatro amostras conforme pode ser visualizado. O porta amostra é disposto no interior do equipamento e atua como o catodo, enquanto o anodo é a parede interna do reator durante o processo de ionização. A temperatura registrada durante o ensaio é da amostra de referência, indicada pela seta em branco na Figura 34.

Os parâmetros deste tratamento termoquímico foram escolhidos baseando-se em trabalhos prévios com ligas do ternário Co-Cr-Mo e Co-Cr-Fe nitretadas (LIU *et al.*, 2013; VIEIRA, 2017; ROMERO, 2018).

Figura 34 - Amostras dispostas no porta amostra.



Fonte: Autor (2019).

Foram realizados três tratamentos diferentes mantendo-se os seguintes parâmetros: fração da mistura de gases, tempo de nitretação e a pressão de trabalho. Contudo, a temperatura foi diferente para cada tratamento. As temperaturas utilizadas para cada condição trabalhada foram as seguintes: 380°C, 400°C e 420°C. A Tabela 5 a seguir apresenta os principais parâmetros.

Tabela 5 - Parâmetros dos tratamentos de nitretação.

	Temperatura (°C)	**Composição do gás**	**Pressão (Torr)**	**Tempo (horas)**
1	380	75% de N_2 + 25% de H_2	2,5	20
2	400	75% de N_2 + 25% de H_2	2,5	20
3	420	75% de N_2 + 25% de H_2	2,5	20

Fonte: Autor (2019).

A fração da mistura de gases foi de 75% de N_2 e 25% de H_2, o tempo de tratamento utilizado foi de 20 horas e a pressão de trabalho de 2,5 Torr. O fluxo total de gás utilizado nos experimentos foi de 400 cm³/min, compostos de 25% de H_2 (100 cm³/min) e 75% de N_2 (300 cm³/min).

As amostras foram resfriadas no próprio reator e retiradas no momento em que atingiam temperaturas próximas à ambiente (25-30°C) após o término de cada tratamento.

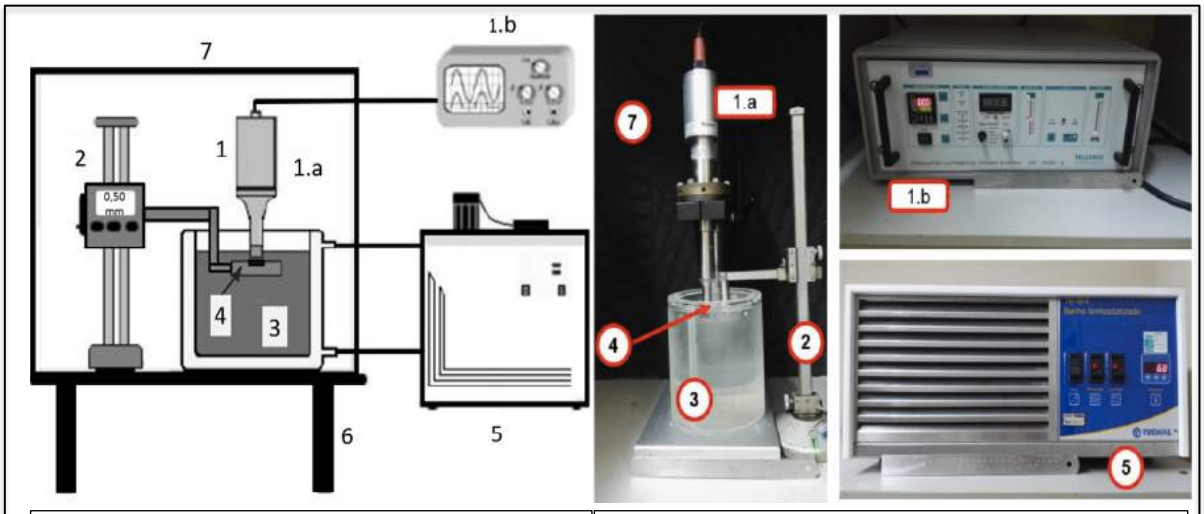
Amostras de cada tratamento foram seccionadas transversalmente, embutidas a quente com baquelite e preparadas metalograficamente (conforme descrito no item 3.1). As seções transversais das amostras nitretadas após ataque de 100% HCl + 5% H_2O_2, por 10 segundos, foram observadas por microscopia eletrônica de varredura a fim de investigar a ação do tratamento termoquímico.

Adicionalmente, as espessuras das camadas nitretadas formadas foram medidas através de análises por microscópio eletrônico de varredura (MEV) e microscópio ótico (MO). Foram realizadas 2 medidas da espessura nas imagens realizadas por MEV e 15 medidas nas imagens de MO. Todas as medidas foram realizadas na região central.

3.3 ENSAIO DE CAVITAÇÃO VIBRATÓRIA

Para avaliar a resistência à EC foram realizados ensaios de cavitação vibratória segundo a norma ASTM G32 (2016) em um equipamento ultrassônico vibratório, modelo Telsonic DG-2000, pertencente ao TRICORRMAT/UFES (Figura 35).

Figura 35 - Esquema do equipamento utilizado no ensaio de cavitação vibratória.



1.a. Transdutor e atuador 1.b. Gerador e controlador 2- Suporte com braço articulado para encaixe e paquímetro 3- Bécker de acrílico	4- Porta amostras 5- Banho termostático 6- Suporte 7-Câmara de isolação acústica

Fonte: Adaptado de Jiménez (2014); Romero (2018).

O dispositivo de banho termostático (item 5 da Figura 35), modelo TE-184, atua no controle da temperatura do banho por circulação de água refrigerada (bécker e reservatório). A fim de garantir maior controle deste parâmetro, um termômetro de mercúrio manual também foi utilizado. Esse e outros parâmetros do ensaio estão dispostos na Tabela 6 a seguir.

Tabela 6 - Parâmetros do ensaio de cavitação vibratória.

Frequência (kHz)	20
Amplitude de vibração (μm)	50
Distância entre ponta sonotrodo e amostra (mm)	0,5
Temperatura do banho (°C)	25± 2

Fonte: Autor (2019).

A frequência, amplitude de vibração e temperatura do banho foram mantidos em conformidade à Norma ASTM G32 (2016). Contudo, o método utilizado nos ensaios foi o indireto, em que o corpo de prova é posicionado a uma certa distância abaixo da ponta do sonotrodo e fica imerso no líquido (água destilada) preso à um suporte.

O ensaio foi realizado de forma interrompida para que pesagem da massa das amostras fosse registrada de forma periódica. Este processo foi realizado em uma balança analítica com precisão de 0,01 mg, modelo Sartorius CP225D, disponível no TRICORRMAT/UFES. Cada pesagem incluiu cinco medições e o valor médio aritmético foi registrado.

Assim que foram retiradas do equipamento de cavitação vibratória, as amostras passaram por dois processos prévios à pesagem: limpeza e secagem. O primeiro é uma limpeza ultrassônica em banho com acetona realizada por 3 minutos. E o segundo é secagem ao ar frio com secador comum.

A etapa de interpretação de dados do ensaio foi realizada mediante análise da perda de massa cumulativa, taxa de erosão e MDPR. Este último foi calculado a partir dos dados obtidos conforme APÊNDICE A – PROCEDIMENTO PARA DETERMINAÇÃO DA DENSIDADEe APÊNDICE B – PROCEDIMENTO PARA ESTIMAR ÁREA CAVITADA

Foi realizado um planejamento experimental, detalhado na seção a seguir.

3.3.1 Planejamento experimental

As amostras foram identificadas e os ensaios foram realizados para cada condição até o tempo de exposição de 30 horas. A Tabela 7 apresenta informações sobre estes ensaios e a nomenclatura dada a cada condição ensaiada.

Foram utilizadas três amostras de cada condição nitretada (N380, N400 e N420), duas amostras para a condição solubilizada (SOL) e uma amostra de aço inoxidável (AISI 304). Ressalta-se que o aço inoxidável (AISI 304) foi utilizado como aferidor do equipamento, a fim de validar os resultados obtidos para as outras condições.

Tabela 7 - Identificação e informação sobre as condições ensaiadas.

Condição	Tempo de exposição (h)	Número de réplicas
N380	30	3
N400	30	3
N420	30	3
SOL	30	2
AISI 304	30	1

Fonte: Autor (2019).

A ordem de realização dos ensaios foi arbitrária, conforme limitação de tempo e do ensaio. Os ensaios foram interrompidos a cada 3 horas, exceto pela primeira interrupção em 1,5 horas. O tempo necessário às interrupções foi baseado no indicado para amostras de Stellite, que é de 4 a 8 horas (ASTM G32, 2016).

Adicionalmente, foram realizados outros ensaios com um tempo de exposição menor, de 45 minutos, a fim de se analisar o tempo de incubação para cada condição. O tempo de interrupção do ensaio para a medição de massa foi de 15 minutos. A Tabela 8 dispõe informações sobre estes ensaios.

Tabela 8 - Informação sobre os ensaios adicionais.

Condição	Tempo de exposição (min)	Número de réplicas
N380	45	1
N400	45	1
N420	45	1

Fonte: Autor (2019).

3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Com o auxílio da microscopia ótica, foi realizada a caracterização microestrutural das amostras. Esta foi conduzia em um microscópio Nikon, modelo Eclipse MA 200, pertencente ao TRICORRMAT/UFES. A solução utilizada para revelar a microestrutura foi de 100 ml de HCl e 5 ml de H_2O_2 e tempo de imersão foi de 10 segundos (KLARSTROM, CROOK e WU, 2004).

3.5 MICRODUREZA

Os ensaios de microdureza foram conduzidos no microdurômetro Panambra modelo HXD-1000TM do TRICORRMAT/UFES, com indentador Vickers. Foram realizadas 4 etapas de ensaio de microdureza com as seguintes finalidades:

a) Analisar a dureza na superfície para as condições N380, N400, N420 e SOL, com carga variando de 10gf a 1kgf;

b) Comparar a microdureza na superfície das condições N380, N400, N420 e SOL com carga de 10gf;

c) Realizar um mapeamento linear da microdureza na superfície nas condições N380, N400 e N420 com carga de 10gf;

d) Verificar a evolução da microdureza ao longo do ensaio de cavitação vibratória na região central até 45 minutos de exposição com carga de 10gf.

Para cada carga utilizada foi obtido o valor médio de 15 medições e o tempo de aplicação de carga foi de 10 segundos, segundo a norma ASTM E92 (2017).

3.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A fim de identificar a estrutura cristalina das amostras, foram realizados ensaios de difração de raios X para cada condição.

O equipamento utilizado foi um difratômetro de raios X Rigaku com fonte de radiação monocromática $CuK\alpha$ de comprimento de onda (λ = 0,1542 nm), tensão de 40 kV e corrente de 20 mA pertencente ao Laboratório de Difração de raios X do Centro Tecnológico (CT) da UFES.

O tempo total de aquisição de dados para cada amostra foi de 14 horas, com ângulos entre 10° a 150° e passo angular de 0,04°. Para a análise de padrões de fases

cristalinas foi utilizado o banco de dados ICSD e as interpretações qualitativas foram efetuadas por comparação com esses padrões.

O método usado para calcular a fração volumétrica percentual de uma fase (%) é dado pela Equação (3) segundo Balagna, Spriano e Faga (2012) que estabelece a seguinte razão,

$$f^{fase\ A}(\%) = \frac{\sum I_{picos\ A}}{\sum I_{picos\ total}}\ x\ 100 \qquad (3)$$

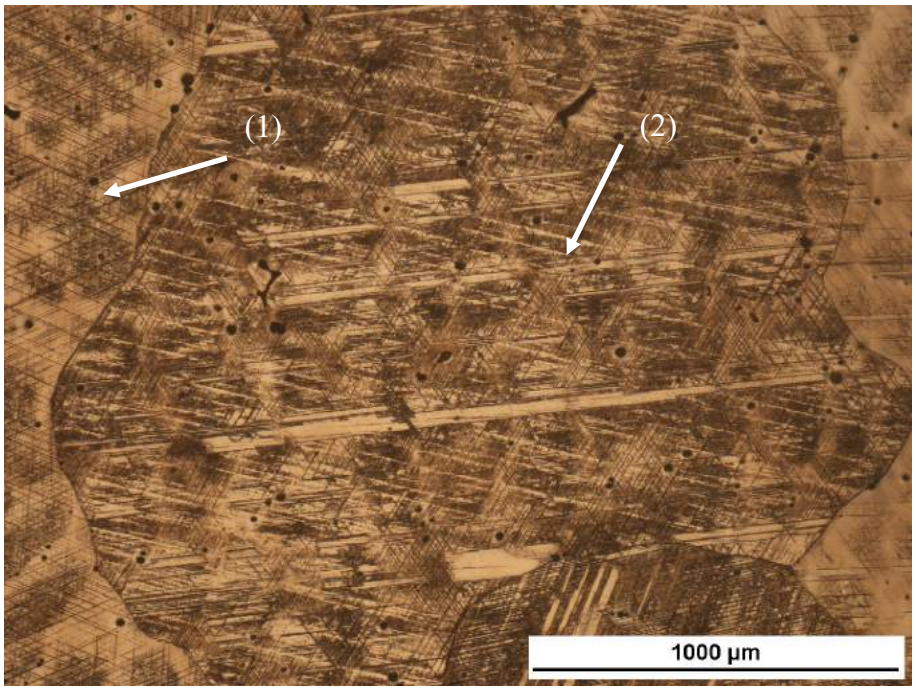
onde A é a fase a ser considerada, ΣI_{picosA} é a soma das intensidades de todos os picos que pertenciam à fase A, $\Sigma I_{picosTot}$ é a soma das intensidades de todos os picos no difratograma.

4 RESULTADOS E DISCUSSOES

4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe fundida (como recebida) é apresentada na Figura 36.

Figura 36 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe como recebida por MO.



Fonte: Autor (2019).

A amostra nesta condição tem uma microestrutura comum aos materiais provenientes do processo de fundição cuja estrutura dendrítica no interior dos grãos pode ser observada (1- seta em branco) tanto nas imagens por microscópio ótico (Figura 36) e por estereoscópio (Figura 37). Observa-se também contornos de grão bem definidos e possíveis maclas (2 – seta em branco).

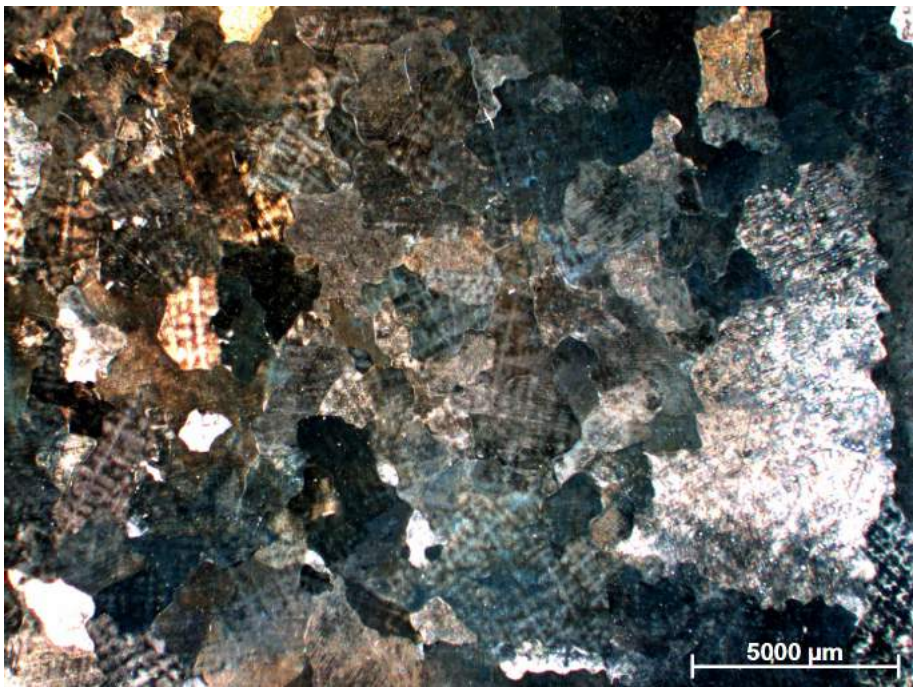
Destaca-se o tamanho grosseiro dos grãos de aproximadamente de 1,65 mm, valor calculado segundo o método de intercepto de Heyn, segundo a norma ASTM E112-13 (2013) disposto no APÊNDICE C – PROCEDIMENTO PARA ESTIMAR TAMANHO DE GRÃO.

Figura 37 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe como recebida.

Fonte: Autor (2019).

Após a solubilização, o tamanho médio dos grãos diminuiu devido ao processo de recristalização primária, como pode ser visualizado na Figura 38. O tamanho médio dos grãos calculados é de aproximadamente 1,22 mm pelo método de intercepto de Heyn, conforme Apêndice C.

Figura 38 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe solubilizada.

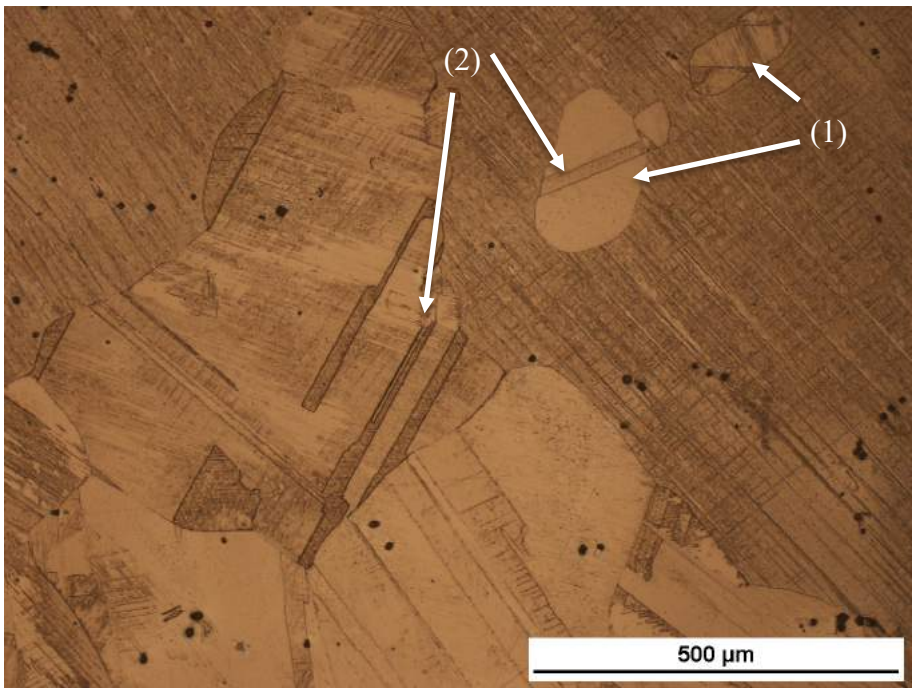


Fonte: Autor (2019).

Destaca-se que há uma distribuição bimodal e este tamanho médio calculado inclui valores grandes e médios. Desta forma, podem ser considerados como grãos duplex, segundo a norma ASTM E1181-02 (2015).

Observa-se que, após o tratamento térmico, novos grãos foram formados (1- seta em branco) no interior dos grãos dendríticos grosseiros, como pode ser visualizado na Figura 39. Também se encontram maclas de recozimento (2 - seta em branco) no interior dos grãos.

Figura 39 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe solubilizada por MO.



Fonte: Autor (2019).

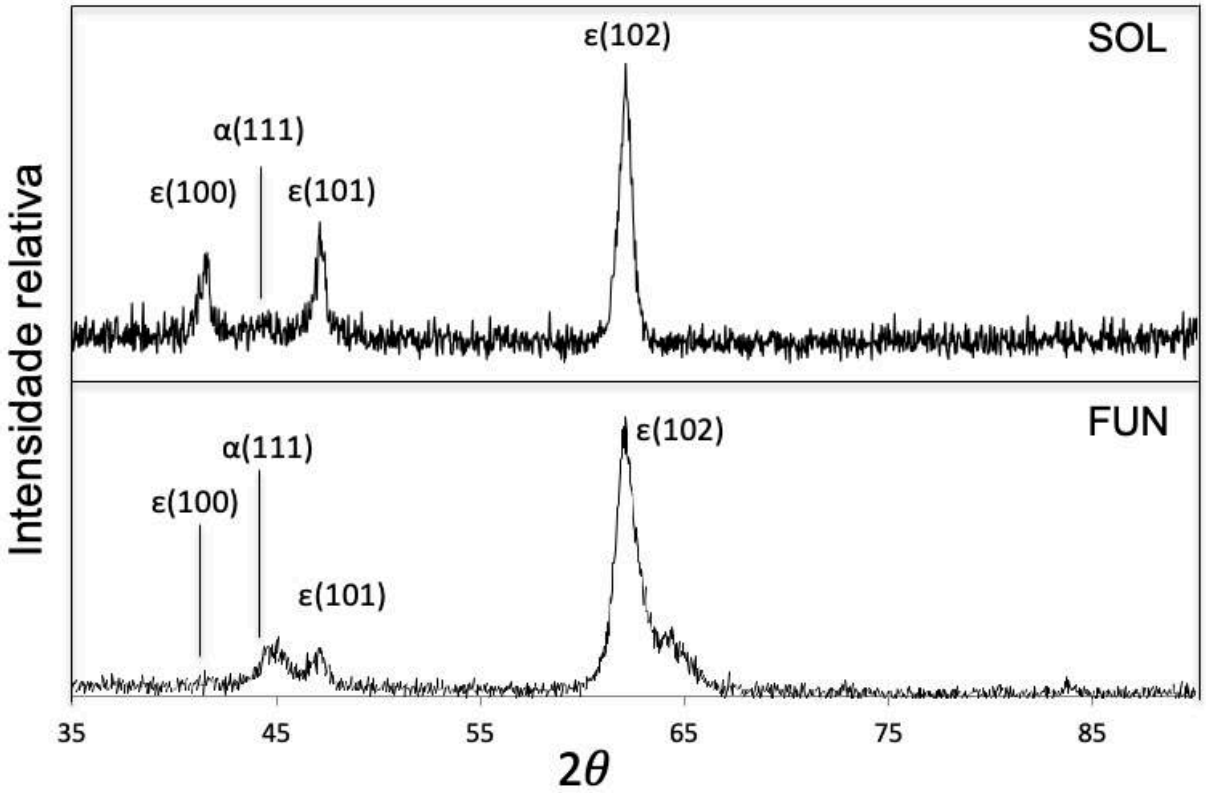
4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

O difratograma de raios X para a condição como recebida e solubilizada é apresentado na Figura 40 a seguir.

O resultado do difratograma indica que a estrutura da liga de cobalto Co-30Cr-19Fe é mista tanto na condição FUN quanto na condição SOL, pois nota-se a presença de picos de difração referentes à estrutura CFC (fase α) e à estrutura HC (fase Ɛ): α(111), ε(100), ε(101), ε(102). Esse resultado encontra-se em conformidade com diversos autores em relação as ligas de cobalto (BALAGNA, SPRIANO e FAGA, 2012; WHANG, HUANG e ZHANG, 2012).

Ressalta-se que os picos foram identificados mediante análise de ficha catalográfica e, portanto, alguns picos podem não ter sido identificados.

Figura 40 - Difratograma de raios X da liga Co-30Cr-19Fe como recebido e a condição SOL.



Fonte: Autor (2019).

O difratograma da condição SOL aponta que essa estrutura mista da liga, cobalto α e ε, continuou presente após o tratamento térmico. Contudo, os picos referentes à fase HC apresentaram maior intensidade que os da fase CFC. Ressalta-se que o tamanho dos grãos é de aproximadamente 2 mm e tal fator pode ter influenciado na intensidade da fase HC muito maior que as demais, pois a difração pode ter ocorrido localmente, em poucos ou em um único grão hexagonal com tal orientação.

Além disso, Huang e López (1999) apontam que grãos maiores são mais susceptíveis à transformação martensítica que os menores, devido a menor de quantidade de contornos de grão. Adicionalmente é admissível considerar essa estrutura mista (CFC e HC) nos grãos recristalizados uma vez que fora demonstrado na Figura 39 martensita e maclas de recozimento. Esse indicativo já fora apontado por Romero (2018) para essa mesma liga solubilizada.

A Tabela 9 informa os valores calculados para a fração volumétrica das fases pela Equação 3.

Tabela 9 - Fração volumétrica das fases identificadas pelo difratograma.

Condição	% Co-ε (HC)	% Co-α(CFC)
Recebida (FUN)	84,25	15,75
Solubilizada (SOL)	89,35	10,65

Fonte: Autor (2019).

As frações volumétricas da fase CFC, indicada pela Tabela 9, tanto da amostra na condição como recebida e da solubilizada, são maiores que os valores relatados por Souza, Júnior e Bozzi (2017) e Romero (2018) para a mesma liga. Isso pode ser devido a difração ter ocorrido em poucos ou em um único grão hexagonal com tal orientação.

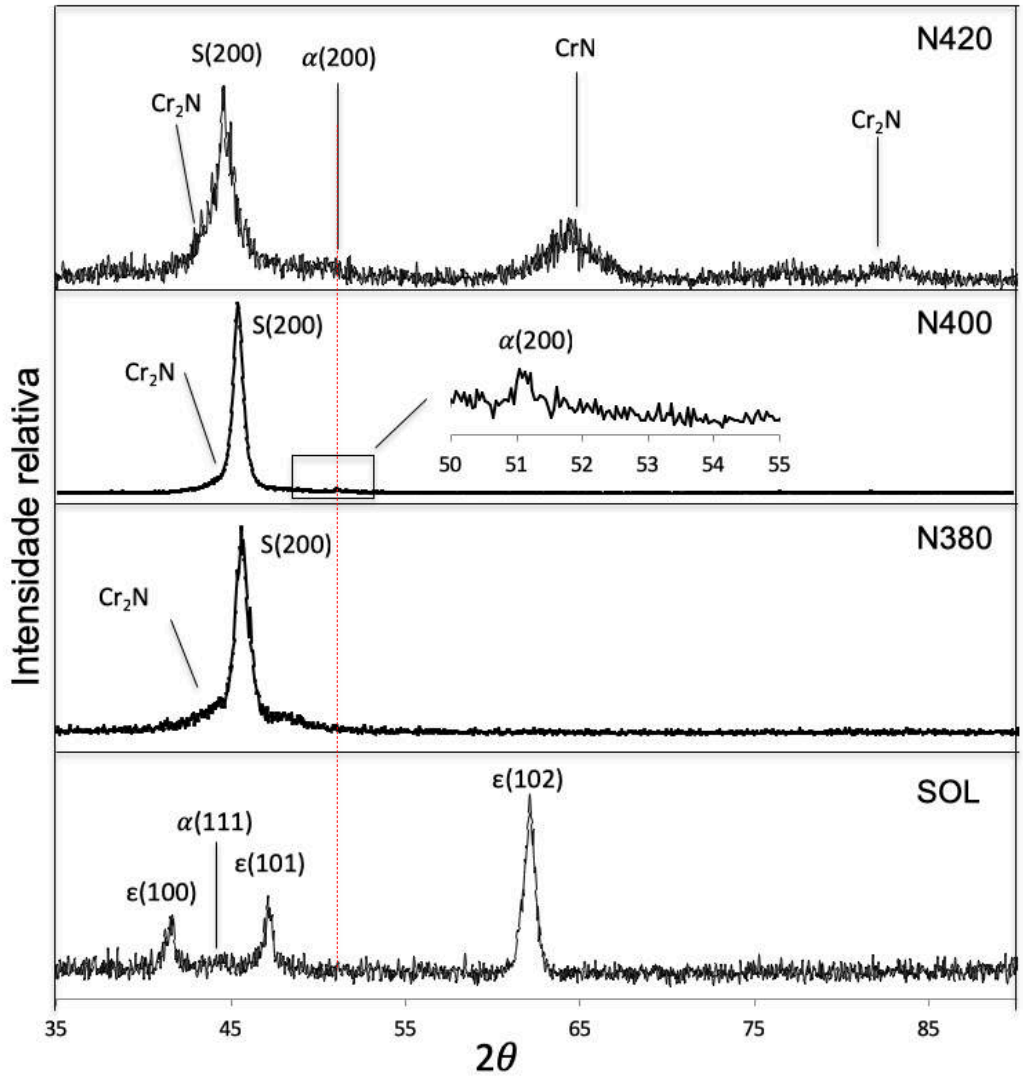
De acordo com Li *et al.*, (2007), a formação de fase S em ligas Co-Cr é possível mesmo que a microestrutura inicial não seja totalmente constituída de fase α (CFC). A introdução de elementos intersticiais como o carbono e o nitrogênio (elementos fortemente estabilizadores da estrutura CFC em ligas Co-Cr) podem propiciar a transformação da fase Ɛ (HC) em fase α (CFC) e, posteriormente, a formação da fase S.

O difratograma de raios X para as condições nitretadas é apresentado na Figura 41 a seguir. Observa-se que houve formação de fase S para todas as condições, ainda que as amostras demonstrassem maior fração Ɛ em condição prévia ao tratamento termoquímico, como visto anteriormente, em consequência do que fora apontado por Li *et al.*, (2007).

Ressalta-se que para todas as condições nitretadas analisadas verifica-se a ausência de picos referentes a fase HC. Evento o qual também foi observado por Wang, Huang e Zhang (2012) em uma liga CoCrMo que apresentou maior fração Ɛ antes do tratamento termoquímico e após a nitretação a partir de 500˚C os autores analisaram que esta fase (Ɛ) praticamente desaparece.

Adicionalmente a partir da análise da Figura 41, destaca-se os picos referentes a faixa de ângulos entre 44 a 47° os quais se encontram defasados do pico α (200), indicado pela reta tracejada em vermelho. Desta forma pode-se concluir que estes são referentes aos picos da fase S de forma consoante ao encontrado na literatura.

Figura 41 - Difratograma de raios X da liga Co-30Cr-19Fe nas condições N380, N400, N420 e SOL.



Fonte: Autor (2019).

Ainda, observa-se que a amplitude e a intensidade dos picos de fase S aumentam junto com a temperatura de tratamento assim como relatado por Liu *et al*., (2013). E também, o aparecimento de picos referentes a nitretos de cromo aumentam com o aumento da temperatura, conforme também foi verificado por outros autores.

Por exemplo, Öztürk, Fidan e Mändl (2014) realizaram implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em uma liga CoCrMo e a partir da temperatura de 450˚C, os autores observaram surgimento de nitretos de cromo (CrN e Cr_2N) os quais também aumentaram com o aumento da temperatura na faixa trabalhada (450-550˚C).

Contudo, somente a partir de temperaturas acima de 600˚C que Wang, Huang e Zhang (2012) observaram formação de CrN em uma liga CoCrMo nitretada a plasma. É evidente que os parâmetros do tratamento termoquímico, os diferentes tratamentos

termoquímicos e condição do substrato previamente ao tratamento são alguns dos responsáveis por resultados distintos.

Segundo Li *et al*., (2008), acréscimos em ambos os parâmetros temperatura e tempo de tratamento aumentam a espessura da camada nitretada e aumentam a possibilidade de formar camadas de CrN ou Cr_2N devido à taxa de difusão mais rápida ou movimento intensivo de átomos de nitrogênio.

Para todas as condições analisadas a influência do tamanho do grão deve ser considerada, visto que há apenas um pico de maior intensidade no difratograma para todas as condições.

Noli, Pichon e Öztürk (2018) obtiveram fase S em ligas de CoCrMo cujo tamanho do grão variava entre 5 a 15 μm. E, Luo *et al.,* (2013) relatam a formação de fase S a partir da cementação a plasma da liga Co–28Cr–10Mo cuja faixa do tamanho de grão era de 25 a 40 μm. É interessante destacar que são poucos os trabalhos relacionados a nitretação que relatam o tamanho do grão das ligas.

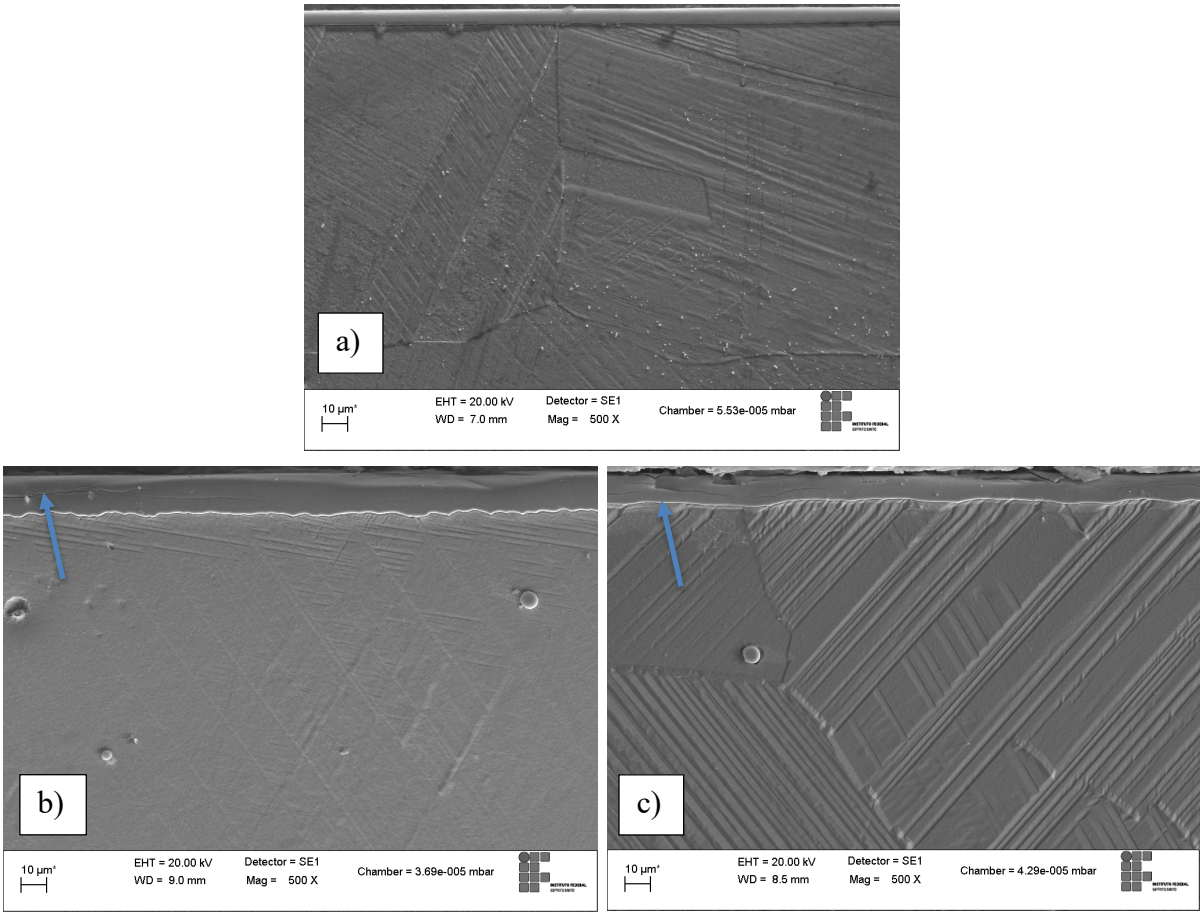
4.3 CAMADA NITRETADA

As seções transversais das amostras N380, N400 e N420 após ataque de 100% HCl + 5% H_2O_2, por 10 segundos, foram observadas por MEV, conforme Figura 42. O ataque químico permitiu revelar os grãos do substrato e a fase S, representada por uma camada clara e fina na superfície conforme caracterizado por Dong (2010).

Observa-se uniformidade na espessura da camada da condição N380 e ausência de trincas perceptíveis para a região analisada (Figura 42 a). As condições N400 e N420, por sua vez, não se apresentam desta forma, conforme ilustrado na Figura 42 b) e c).

Há uma certa uniformidade em relação a espessura em algumas regiões da camada nitretada formada nessas duas condições, porém não é ao longo de toda região. Isto pode ser relacionado ao desvio padrão encontrado para as medidas das espessuras calculadas no MO cujos valores são muito maiores para as amostras N400 e N20.

Figura 42 - Seção transversal para a condição: a) N380; b) N400; c) N420.



Fonte: Autor (2019).

Os resultados das espessuras médias calculadas por microscópio ótico e por microscópio eletrônico de varredura para cada condição das amostras nitretadas estão dispostos na Tabela 10.

Tabela 10 - Espessura média da camada de fase S para cada condição.

	Espessura MEV (µm)	**Espessura MO (µm)**
N380	5,529	5,00 ± 0,36
N400	9,454	9,85 ± 1,39
N420	15,925	12,09 ± 1,42

Fonte: Autor (2019).

É importante destacar que os valores médios de espessura obtidos por meio de análise no MO apresentam um número maior de medidas distribuídas na parte central da camada. Embora estes valores obtidos por MO apresentem alguma discrepância em relação aos valores obtidos por MEV, devido a análise ser proveniente de regiões e número de medições distintos, estes foram considerados valores mais consistentes e foram usados ao longo do trabalho.

Em relação à influência da temperatura de tratamento na formação da camada de fase S, observa-se que com acréscimos na temperatura há aumento nas espessuras das camadas de fase S.

Para os resultados obtidos por MO, houve um aumento de aproximadamente 1,97 vezes na espessura do tratamento termoquímico de temperatura 400ºC em relação à condição realizada a 380 °C. Para o tratamento termoquímico de maior temperatura, 420°C, a espessura obtida foi 1,22 vezes maior que a condição realizada a 400°C e 2,41 vezes maior que a 380°C. Essa diferença nas espessuras obtidas podem ser melhor visualizadas com o aumento de 2000x conforme pode ser visualizado na Figura 42 b), d) e f).

Independentemente da técnica utilizada para análise da espessura da camada formada, MO ou MEV, a condição N380 apresentou menor espessura, seguida pelas condições N400 e N420. A correlação encontrada entre espessura e temperatura de tratamento pode ser justificada pela exponencial de Arrhenius, uma vez que há uma maior difusão atômica para maiores temperaturas (CHRISTIANSEN e SOMMERS, 2005).

Quando comparados os resultados com os de Liu *et al.,* (2013) em uma liga de CoCrMo constata-se que todos os resultados obtidos no presente trabalho são maiores. Para sua maior temperatura de trabalho, 400°C, os autores obtiveram 2,5 µm de espessura, enquanto que neste presente trabalho o tratamento com a menor temperatura teve uma espessura média de 5 µm.

Esse valor encontrado é 2 vezes maior que o dos autores e pode ser justificado por dois fatores. O primeiro é a diferença de composição química da amostra. Observa-se que há um maior teor de ferro da liga Co-30Cr-19Fe, 19%, em relação a CoCrMo, que possui apenas 0,75%. Williamson, Davis e Wilbur (1998) analisaram 16 ligas distintas (aços inoxidáveis austeníticos, ligas Fe–Ni e Ni puro) e concluíram todas as amostras ricas em Fe produziram camadas relativamente espessas (2,5 a 3,5 µm) com alto teor de nitrogênio em solução sólida.

O segundo fator está relacionado à composição da mistura de gases utilizada ser diferente, pois todos os tratamentos foram realizados com uma fração parcial de nitrogênio de 75%, enquanto que Liu *et al.,* (2013) utilizaram 25% de nitrogênio facilitando a difusão de tal elemento.

Vieira (2017) realizou o tratamento termoquímico de nitretação a 400°C na liga Co-30Cr-19Fe e obteve 6,7 µm de espessura. O valor encontrado neste trabalho foi 1,47 vezes maior. Ressalta-se que o tempo de tratamento e a pressão de trabalho utilizados por Vieira (2017) foram os mesmos que neste trabalho, contudo a composição da mistura de gases utilizada foi diferente.

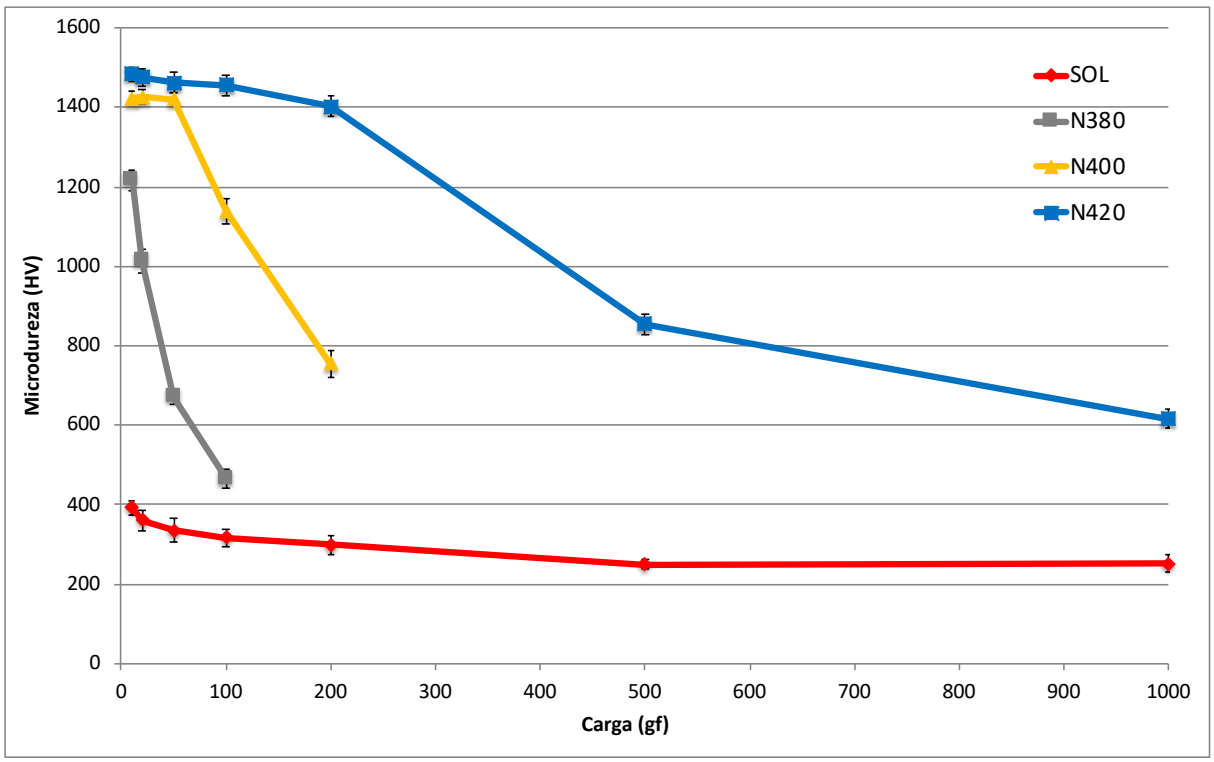
Por sua vez, Romero (2018) obteve uma espessura de 5,47 µm numa liga Co-30Cr-19Fe tratada termoquimicamente a 400°C com os mesmos parâmetros desse trabalho (pressão, tempo, temperatura e fração parcial da mistura gasosa). Enquanto no presente trabalho, a espessura obtida em uma condição equivalente a esta (N400) foi de 9,85 µm, aproximadamente 1,8 vezes maior. Destaca-se que os reatores utilizados em ambos os trabalhos não são os mesmos, assim como o fluxo de gás, o que pode ter influenciado na diferença do resultado.

4.4 MICRODUREZA

4.4.1 Microdureza na superfície

A Figura 43 apresenta os valores de microdureza com carga variando de 10 a 1000gf para todas as condições nitretadas e a amostra de comparação SOL.

Figura 43 - Microdureza na superfície das amostras nitretadas.



Fonte: Autor (2019).

Observa-se que há uma tendência em todas as condições dos valores de microdureza diminuírem com o acréscimo da carga aplicada. Indicativo de que há um efeito combinado do *Indentation Size Effect* (ISE) e da espessura do filme.

O ISE foi considerado como um possível artefato causado por erros de medição ou procedimentos de preparação de superfície. Contudo, há uma variedade de mecanismos propostos que enfatiza a natureza bastante complicada do ISE (MANIKA e MANIKS, 2006). São alguns exemplos: propriedades do material, precisão da medição do tamanho da indentação, determinação da carga real aplicada e influência da geometria do penetrador (FARGES e DEGOUT, 1989; SANGWAL, SUROWSKA e BLAZIAK, 2002)

Para minimizar a influência do substrato, a espessura da camada deve ser, no mínimo, dez vezes maior que a profundidade da indentação (HOLMBERG e MATTHEWS, 2009). A profundidade de indentação pode ser calculada segundo a norma ASTM E92 (2017). O procedimento encontra-se no Apêndice D. Para a carga de 10 gr, foi calculada profundidades de indentação de 0,59 μm, 0,53 μm e 0,51 μm, respectivamente a N380, N400 e N420, e a espessura aproximadamente 8, 18 e 24 vezes maior. Logo para as medidas realizadas nesta carga há um efeito combinado do ISE e do substrato para a condição N380 e há pouca influência do substrato para as condições N400 e N420.

Decorrente da sua menor espessura, 5 μm (Tabela 10), pode-se verificar uma menor capacidade de sustentação de carga para a condição N380. E que sua curva apresenta um decaimento mais pronunciado, de maneira que a partir das indentações com carga de 100 gf, o valor médio encontrado é próximo ao da condição SOL. Com aplicação de cargas maiores, trincas foram observadas. Consequentemente, para esta condição, não foi possível dar continuidade às indentações para maiores cargas.

Por sua vez, a amostra N400 tem maior capacidade de sustentação de carga e há uma tendência do decaimento se igualar à condição SOL para cargas superiores à 200 gf. Porém tais medidas não foram realizadas devido ao fato de que após a aplicação desta carga houve o aparecimento de trincas nas indentações realizadas o que impossibilitou validar as medidas realizadas.

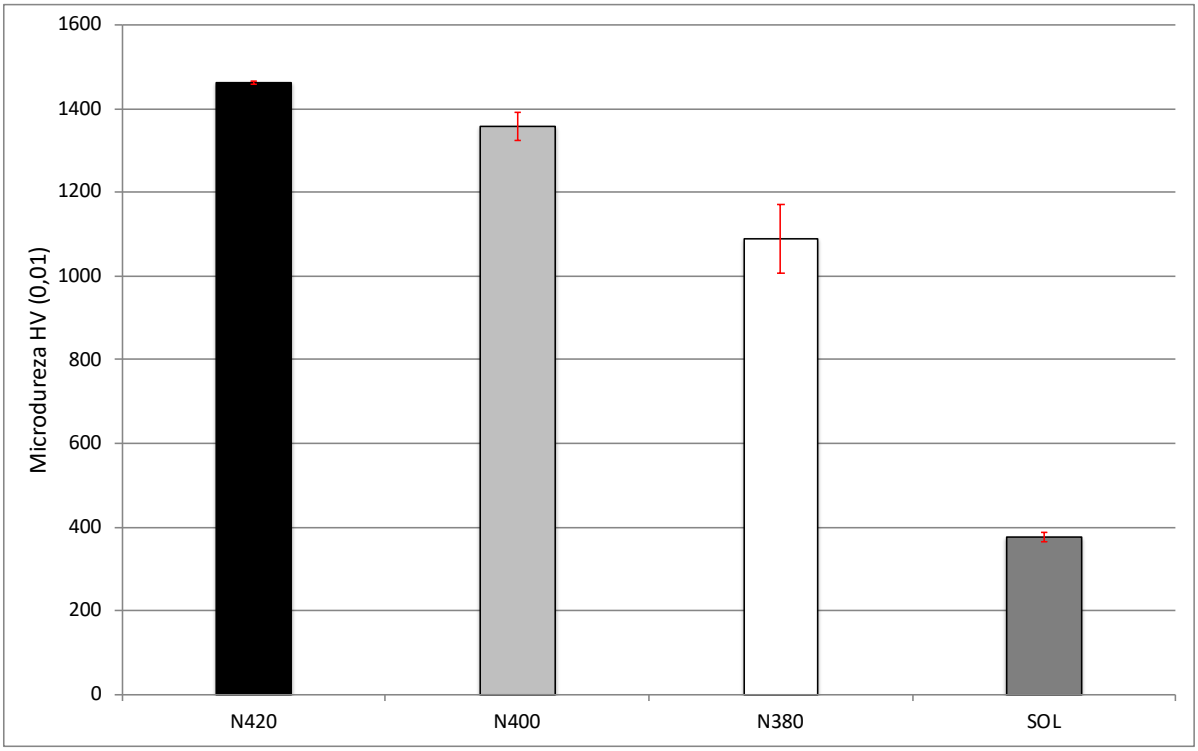
Destaca-se o decaimento mais suave para a condição N420. Somente para carga de 1kgf a amostra encontra valores próximos aos do substrato. Nesta condição, somente

foram visualizadas trincas durante as indentações realizadas a partir de algumas medições com carga de 1kgf.

Ressalta-se que essas medições contemplam apenas 1 amostra de cada condição. Visando uma análise mais completa dos valores de dureza na superfície com carga de 10gf, foram realizadas medidas em 3 amostras de cada condição.

Os resultados dos valores de dureza encontrados, com carga de 10gf, na superfície das amostras antes do ensaio de cavitação vibratória para as condições N380, N400, N420 podem ser comparados a partir da análise da Figura 44.

Figura 44 - Microdureza da superfície para a carga de 10 gf.



Fonte: Autor (2019).

Os valores encontrados para cada condição podem ser visualizados na Tabela 11.

Tabela 11 - Resultados de Microdureza $HV_{(0,01)}$ para as condições N420, N400, N380 e SOL.

Condição	$HV_{(0,01)}$	Desvio padrão
N420	1460,9	3,6
N400	1357,8	32,0
N380	1088,3	82,6
SOL	376,3	12,8

Fonte: Autor (2019).

A amostra N420 possui o maior valor médio de 1460,9 ± 3 HV, seguida pela N400, N380 e SOL. Os valores encontrados diferem razoavelmente dos indicados na Figura 43 em consequência do número de amostras.

Os valores de dureza obtidos para as amostras nitretadas são da ordem de 1000-1500 $HV_{0,01}$. Em todas as condições nitretadas observam-se valores de microdureza superiores aos de algumas literaturas que relatam fase S em ligas de Co-Cr. Liu *et al*., (2013) relataram dureza de 760 $HV_{0,01}$ na liga de CoCrMo para a condição nitretada a 400°C durante 20 horas. Enquanto que para esta mesma temperatura de trabalho, Vieira (2017) obteve valores próximos à 1200 $HV_{0,01}$ e Romero (2018) aproximadamente 1000 $HV_{0,01}$. Contudo ressalta-se que a composição da mistura gasosa não foi a mesma que a deste presente trabalho.

Apesar da faixa de valores ser maior que o encontrado em outros trabalhos com ligas de Co-Cr, esses valores foram encontrados em outros materiais que não essas ligas. Por exemplo, Sun, Bell e Wood (1994) obtiveram $1400H_{0,01}$ em um aço inoxidável martensítico nitretado a plasma. A condição N380, com a menor temperatura de trabalho, apresenta valor próximo ao do aço AISI 316 nitretado que é de 1200 $HV_{(0,01)}$ (CHRISTIANSEN e SOMMERS, 2005).

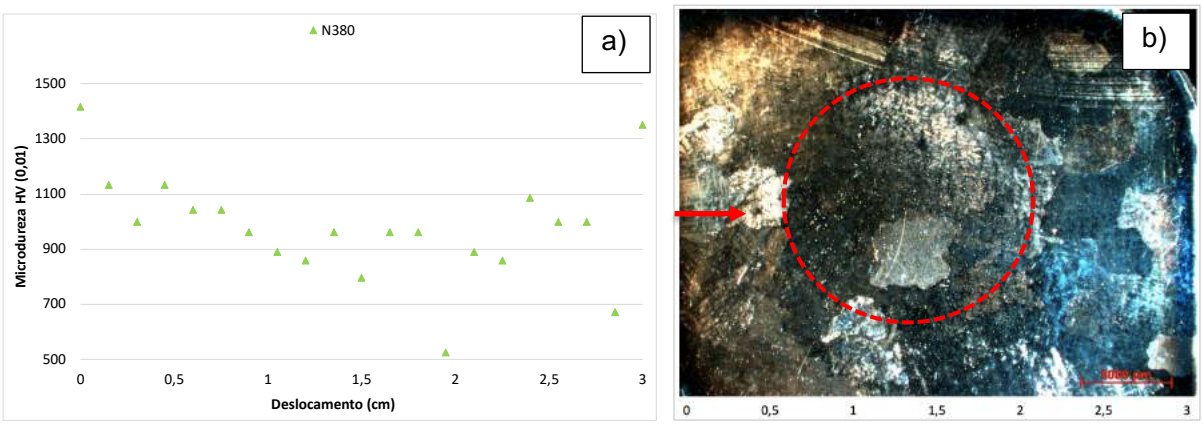
A partir da difração de raios X constatou-se mais picos referente à nitretos de cromo, CrN e Cr_2N, na condição N420 do que nas outras condições (N380, N400). Os nitretos que surgem seriam responsáveis pelo aumento da dureza. Desta forma, os maiores valores de dureza encontrados para a amostra N420 são corroborados pela análise do DRX. De tal forma que os valores de dureza observados para todas as condições nitretadas correspondem ao efeito da formação dos nitretos e da fase S.

4.4.2 Mapeamento linear da microdureza na superfície

O mapeamento linear da microdureza na direção horizontal foi realizado antes do ensaio de cavitação vibratória para cada condição nitretada. As FigurasFigura 45, Figura 46 eFigura 47 ilustram os valores de dureza encontrados, com carga de 10gf, na superfície das condições N380, N400 e N420.

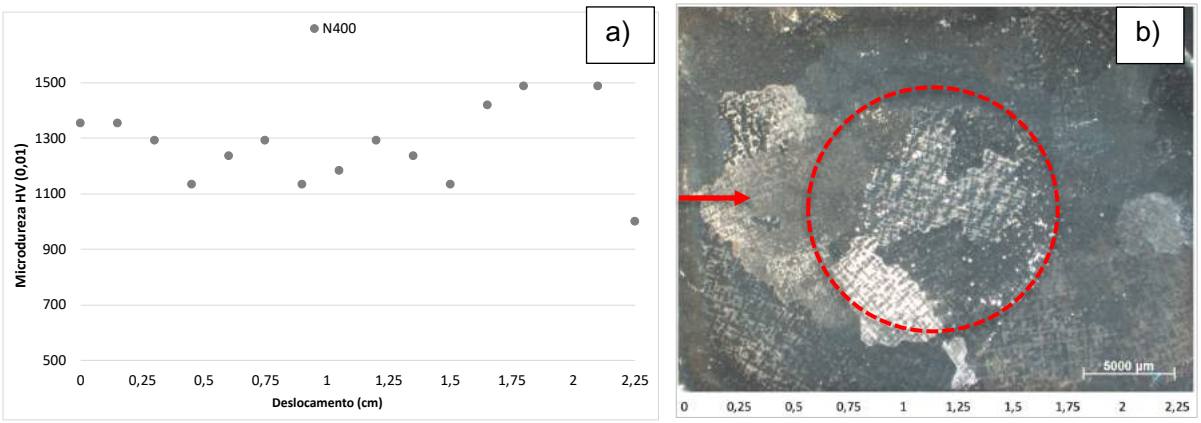
Adicionalmente a fim de contribuir para uma melhor visualização da região cavitada (círculo tracejado em vermelho) foram utilizadas imagens obtidas por estereoscópio após 15 minutos do ensaio de cavitação vibratória.

Figura 45 - Condição N380 a) Mapeamento linear da microdureza na superfície b) Imagem de estereoscópio após 15 minutos do ensaio de cavitação vibratória.



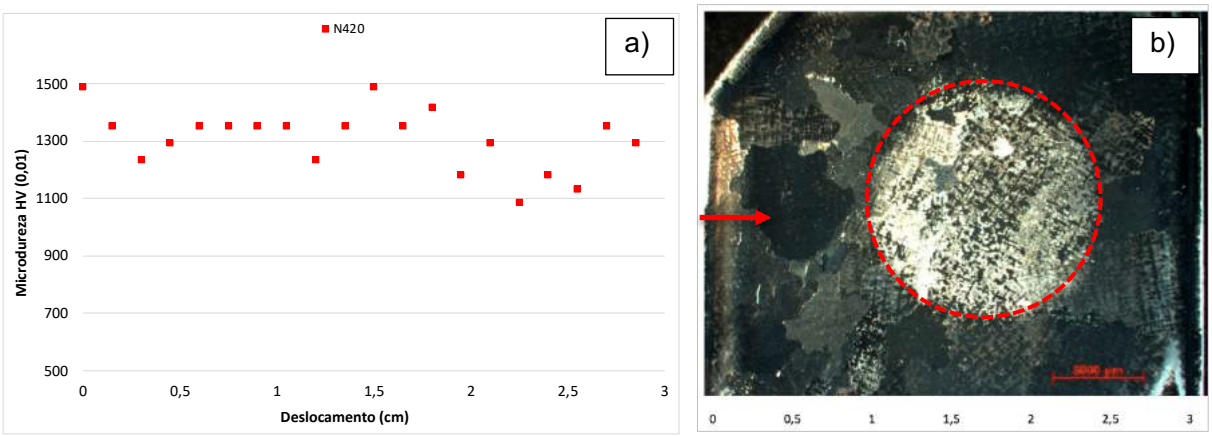
Fonte: Autor (2019).

Figura 46 - Condição N400 a) Mapeamento linear da microdureza na superfície b) Imagem de estereoscópio após 15 minutos do ensaio de cavitação vibratória.



Fonte: Autor (2019).

Figura 47 - Condição N420 a) Mapeamento linear da microdureza na superfície b) Imagem de estereoscópio após 15 minutos do ensaio de cavitação vibratória.



Fonte: Autor (2019).

As medidas de microdureza foram realizadas linearmente conforme sentido e direção representados pela seta em vermelho. Observa-se que a microdureza da região posteriormente cavitada (círculo tracejado em vermelho) apresenta valores em uma faixa de 850-1050 HV para a condição N380, 1100-1300 HV para N400 e 1100-1500 HV para N420. Como já foi analisado, para maiores temperaturas obteve-se uma camada com maior dureza.

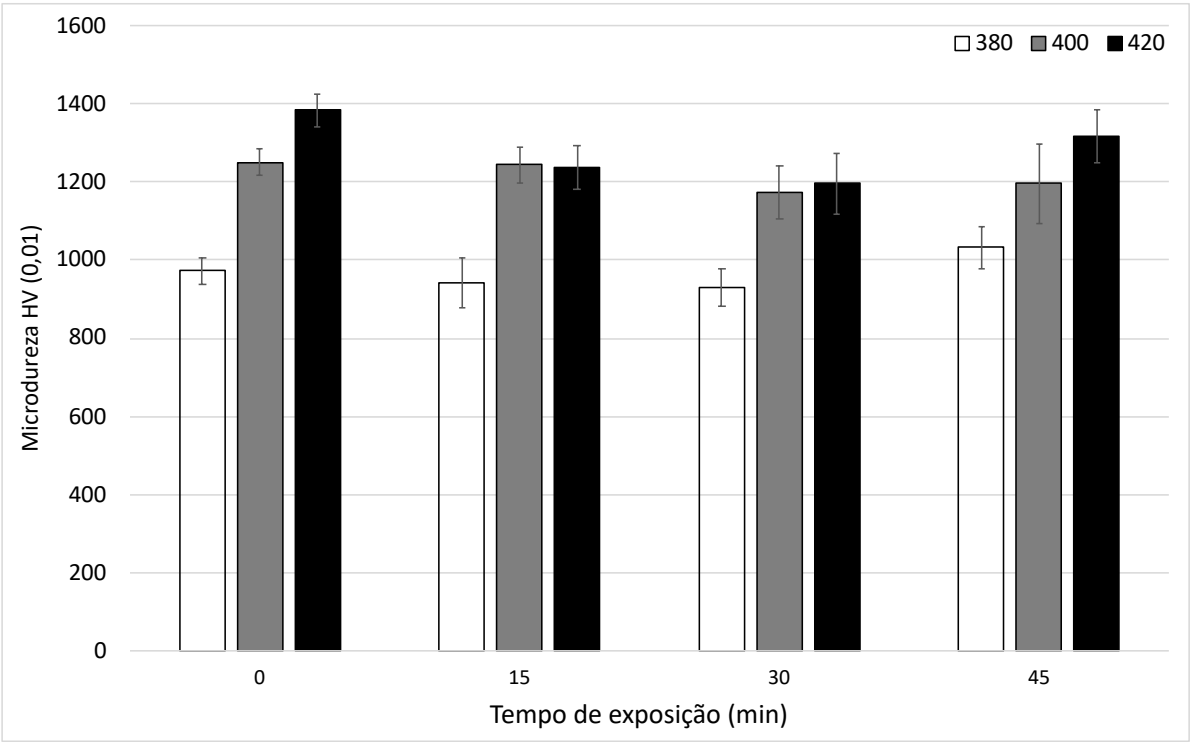
Verifica-se que não há uma certa uniformidade em relação à microdureza medida em alguns locais, principalmente na região central, da superfície da camada nitretada para todas as condições. Adicionalmente, maiores valores são encontrados nas bordas, devido ao efeito de borda do processo de nitretação.

Ressalta-se que esses valores representam apenas uma medida, e por isso essa diferença pode ser atribuída aos erros associados às medições ou pode indicar que há a camada não é uniforme em toda amostra analisada.

4.4.3 Evolução da microdureza durante do ensaio de cavitação vibratória

Os valores de dureza, com carga de 10gf, na superfície das amostras para as condições N380, N400 e N420 ao longo de 45 minutos do ensaio de cavitação vibratória podem ser visualizados na Figura 48 a seguir.

Figura 48 - Evolução da microdureza ao longo de 45 minutos do ensaio de cavitação vibratória.



Fonte: Autor (2019).

Todas as condições apresentam uma diminuição de microdureza após 15 minutos do ensaio. Todavia os valores obtidos nas condições N380 e N400 mostram ser estatisticamente próximos, considerando o desvio padrão e esta redução ocorre de forma mais pronunciada para a condição N420.

Com o prosseguimento do ensaio, é observado o mesmo comportamento para todas as condições: os valores de microdureza diminuem com 30 minutos de exposição e voltam a aumentar com 45 minutos. Mais uma vez este decaimento e posterior aumento é mais pronunciado para a condição N420.

Logo há um indicativo de que algum mecanismo de endurecimento ocorreu durante o tempo de exposição analisado conforme observado por Wu, Lin e Yeh (2000). E essa alternância entre os valores de microdureza encontrados pode indicar que ocorreu encruamento em uma fina camada superficial que foi fraturada em seguida.

4.5 DESGASTE POR EROSÃO-CAVITAÇÃO

Na Figura 49 podem ser visualizadas as curvas de perda de massa acumulada em função do tempo de exposição para um tempo máximo de 30 horas de liga de Co-30Cr-19Fe nas condições SOL, N380, N400 e N420. E apresenta-se o resultado obtido para o AISI 304.

Os valores de perda de massa acumulada encontrados para cada condição após 30 horas do ensaio de cavitação vibratória estão descritos na Tabela 12. A menor perda de massa acumulada foi encontrada para a condição N380, seguida da condição SOL, N400, N420 e aço AISI 304.

Tabela 12 - Valores de perda de massa acumulada para todas as condições após 30 horas de exposição ao ensaio de cavitação vibratória.

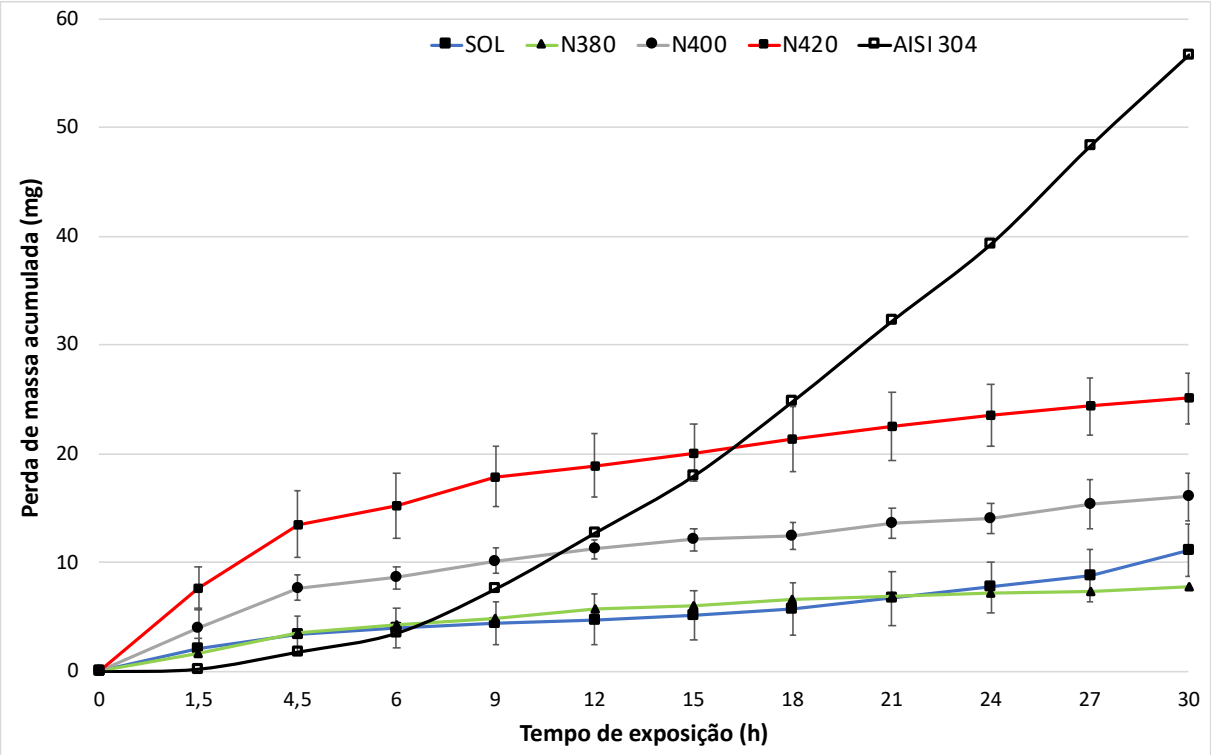
	Perda de massa acumulada (mg)
SOL	11,19
N380	7,74
N400	16,06
N420	25,11
AISI304	56,71

Fonte: Autor (2019).

As condições SOL, N380, N400 e N420 apresentam menor perda de massa acumulada que o AISI 304. O tempo de incubação para o AÇO AISI 304 é de

aproximadamente 3 horas como obtido por Hattori e Mikami (2009) para esse mesmo aço

Figura 49 - Perda de massa acumulada em função do tempo de exposição de um ensaio de cavitação vibratória em um tempo de 30 horas de exposição.



Fonte: Autor (2019).

Observa-se que a inclinação da curva (Figura 49) a qual reflete na taxa média de erosão durante o ensaio é aproximadamente a mesma para todas as condições nitretadas. Evento o qual é mais evidente após 9 horas do tempo de exposição, indicativo de que o comportamento dessas condições em relação ao mecanismo observado durante a evolução do ensaio de cavitação vibratória será similar.

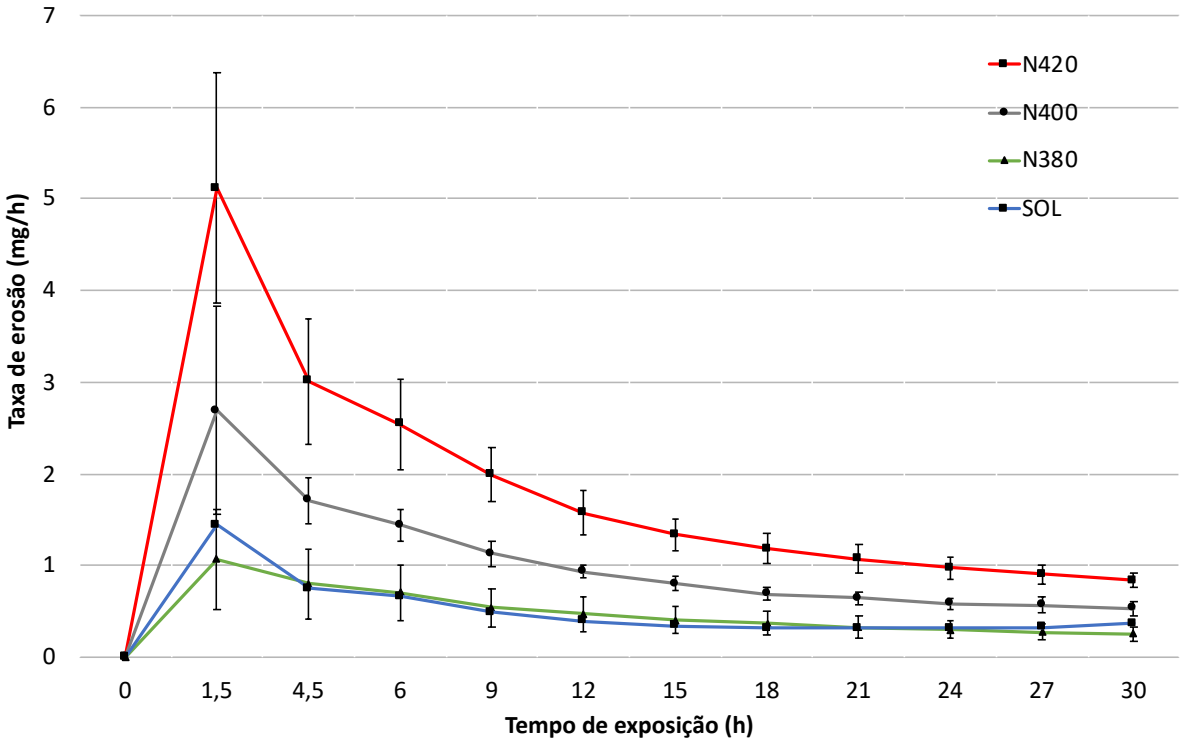
Ainda que as condições N420 e N400 demonstrem melhor resultado quando comparadas ao aço AISI 304, estas não obtiveram perda de massa acumulada inferior à condição SOL para o tempo de exposição de 30 horas. Isso se deve ao fato de que apesar do tratamento térmico nessas temperaturas (400 e 420°C) tenha sido efetivo na formação da fase S e no aumento da dureza do material (Figura 41), a presença de nitretos conforme indicado pela difração de raios X compromete uma melhor resposta das amostras frente à EC, conforme apontado por Allenstein *et al.*, (2013).

Romero (2018) relata que uma liga de Co-30Cr-19Fe solubilizada apresentou tempo de incubação de 9 horas e perda de massa acumulada de 15,2 mg para 40 horas de cavitação. Na Figura 49 verifica-se que nenhuma das condições da liga de Co-30Cr-19Fe apresentaram tempo de incubação, inclusive a condição solubilizada.

Em sua análise, Romero (2018) considera que no estágio de incubação há acúmulo de perda de massa devido a defeitos de fundição pré-existentes. Contudo a norma ASTM G32 define que o tempo de incubação apresenta taxa de erosão nula ou insignificante em relação aos estágios posteriores, e que não há uma medida exata para a duração deste período. Por isso no presente trabalho, o tempo de incubação foi considerado ausente devido a existência de perda de massa acumulada nos instantes iniciais.

A curva taxa de erosão *versus* tempo de exposição apresenta os estágios do ensaio de forma mais definida e mais clara em termos de identificação dessas etapas. A Figura 50 ilustra essa curva para cada condição.

Figura 50 - Taxa de erosão em função do tempo de exposição de um ensaio de cavitação vibratória em um tempo de 30 horas de exposição.



Fonte: Autor (2019).

Pode-se observar na Figura 50Figura 49 que o comportamento das curvas está delineado conforme o indicado pela norma, Figura 10, com os estágios de cavitação

bem definidos: taxa máxima de erosão após 1,5 horas de ensaio e estágio de atenuação a partir de 4,5 horas para todas as condições. Contudo, o tempo de incubação e aceleração não foram identificados mediante estes ensaios realizados em ambas as curvas da Figura 49 e Figura 50.

Os valores de taxa máxima de erosão e taxa de erosão para cada condição após 30 horas do ensaio estão descritos na Tabela 13.

Tabela 13 - Valores de taxa máxima de erosão e taxa de erosão para todas as condições no ensaio de cavitação vibratória com tempo de 30 horas de exposição.

	Taxa máxima de erosão (mg/h)	**Taxa de erosão (mg/h) em 30 horas**
SOL	1,44	0,37
N380	1,07	0,25
N400	2,69	0,53
N420	5,12	0,83

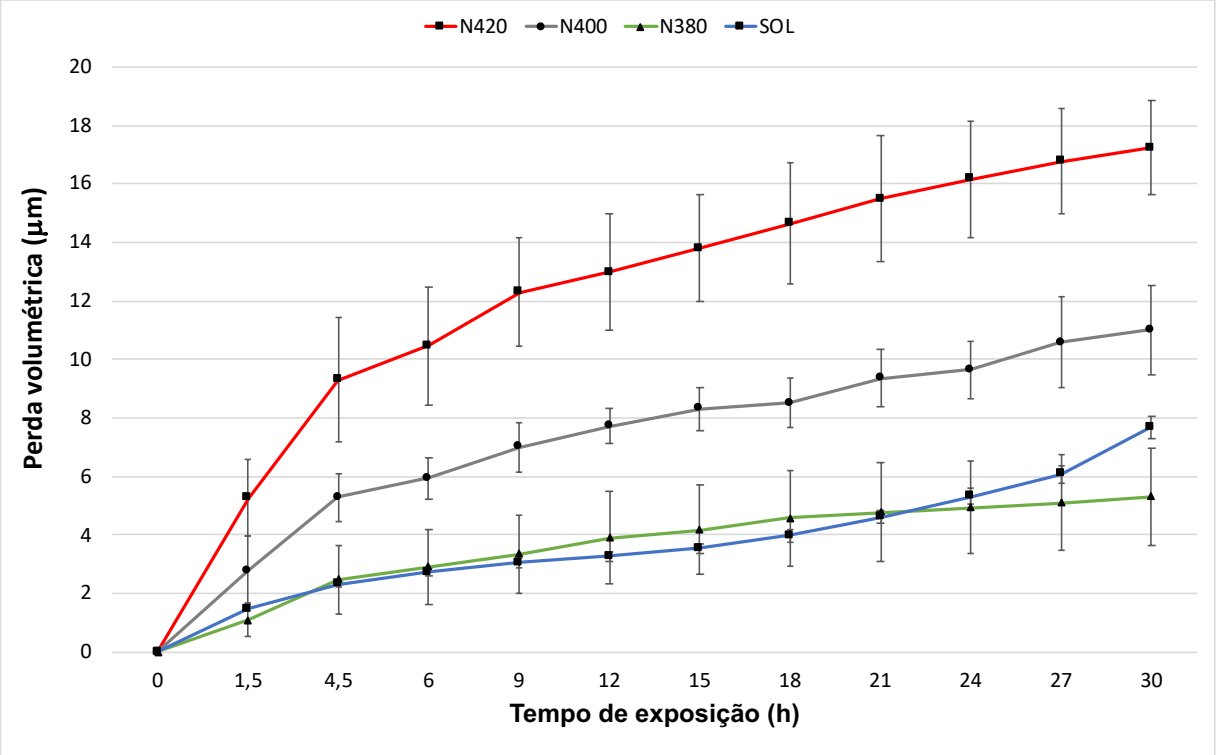
Fonte: Autor (2019).

A taxa máxima de erosão verificada na Tabela 13 e visualizada na Figura 50 é muito maior do que o observado para a liga de Co-30Cr-19Fe por Romero (2018). O autor indica que a maior taxa máxima de erosão encontrada foi de 0,61 mg/h para a liga solubilizada. No entanto neste trabalho, a menor taxa encontrada é quase o dobro, 1,07 mg/h para a condição nitretada N380.

O gráfico da perda volumétrica acumulada no tempo máximo de exposição de 30 horas pode ser visualizado na Figura 51. Observa-se que o menor valor encontrado é para a condição N380 no tempo final de exposição.

O MDE encontrado para o tempo de 30 horas de exposição ao ensaio de cavitação vibratória é de 7,68 μm, 5,31 μm, 11,02 μm e 17,24 μm para as condições SOL, N380, N400 e N420, respectivamente (Figura 52). Esses valores obtidos para as condições N380 e N400 são próximos aos valores da espessura da camada nitretada (Tabela 10). Já para a condição N420, o MDE é superior ao valor da espessura da camada.

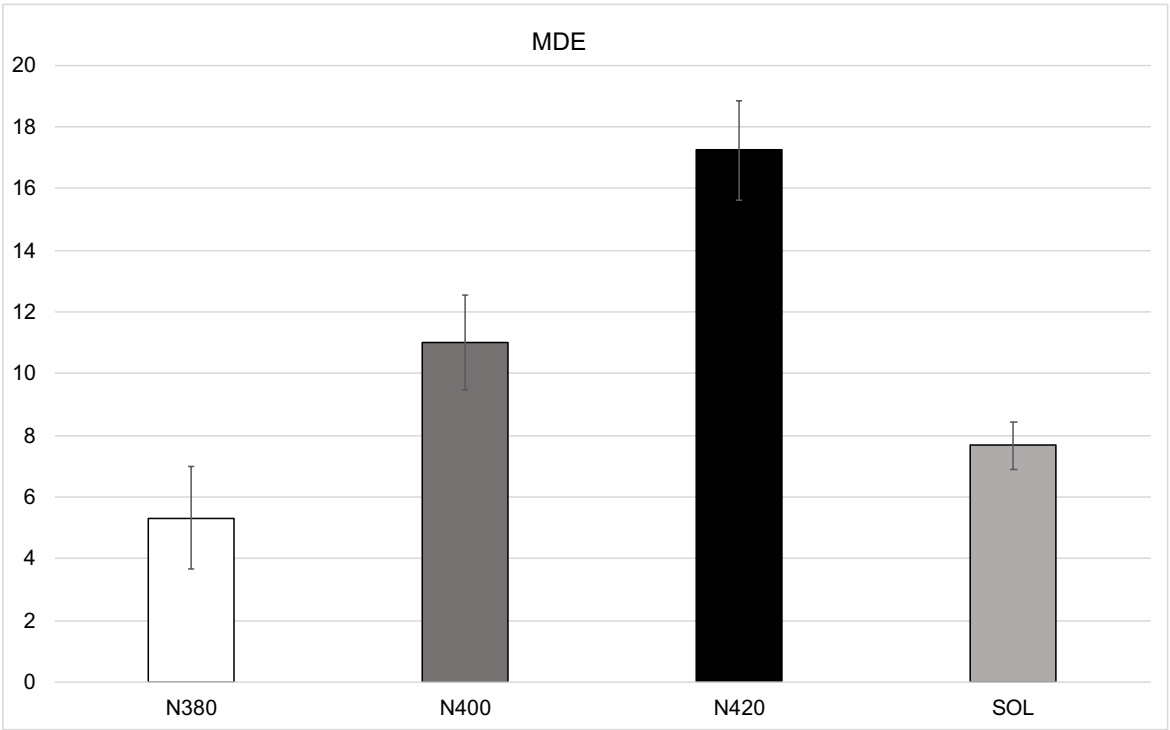
Figura 51 - Perda volumétrica em função do tempo de exposição.



Fonte: Autor (2019).

A Figura 52 a seguir ilustra o MDE calculado em 30 horas de exposição para cada condição.

Figura 52 – MDE calculado em 30 horas de exposição para cada condição.



Fonte: Autor (2019).

Espitia *et al*., (2013) compararam o valor do MDE com da espessura da camada nitretada no aço martensítico AISI 410. Os autores relataram que após 7 horas de ensaio o MDE encontrado foi de 5,7μm, valor próximo a espessura da camada nitretada que continha nitretos aciculares de ferro, e, que a partir deste tempo de exposição, a martensita expandida ficou exposta. A partir desse tempo de exposição, 7 horas, e do MDE relatado pelos autores, pode-se calcular o MDPR cujo valor é de 0,81 μmh^{-1}, superior a todas as condições deste trabalho, conforme pode ser visualizado na Tabela 14.

A Tabela 14 resume os valores encontrados de MDPR para cada condição. Os valores utilizados de área e densidade são 1,82 cm^2 e 8,004 g/cm^3, respectivamente, parâmetros calculados segundo os Apêndices A e B.

Tabela 14 - Valores de MDPR calculados para cada condição.

	SOL	**N380**	**N400**	**N420**
MDPR (μmh^{-1})	0,256	0,177	0,367	0,574

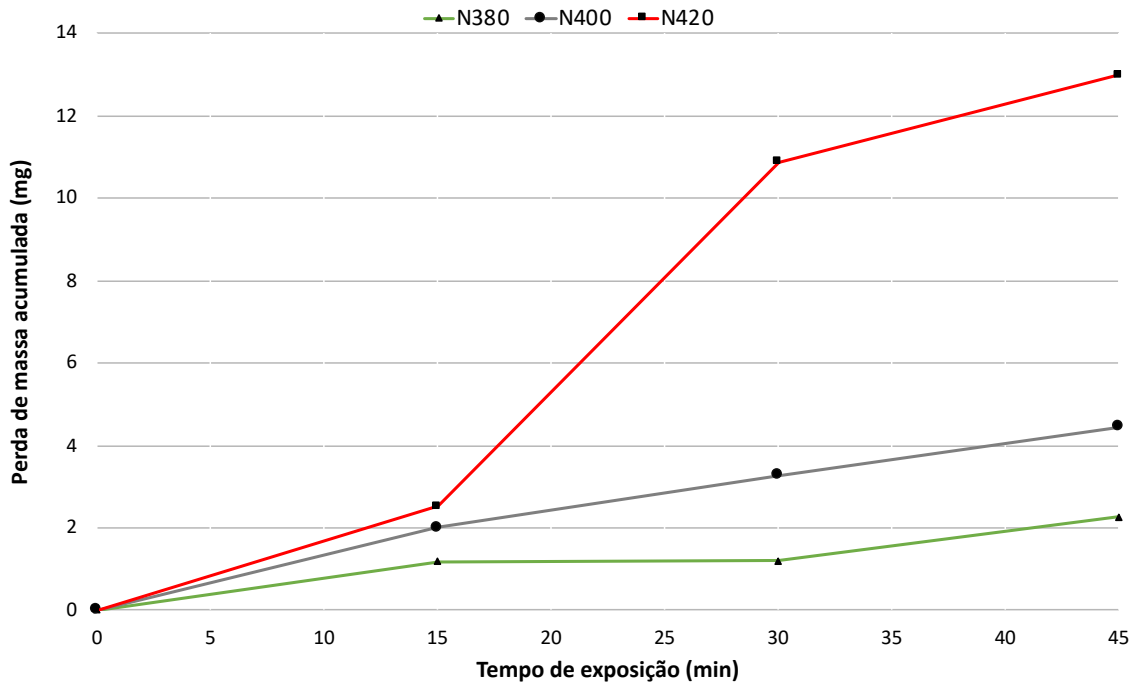
Fonte: Autor (2019).

Os valores encontrados corroboram o comportamento em relação ao desgaste por EC da amostra nitretada na menor temperatura de trabalho, N380. Sendo que o maior valor de MDPR foi observado para a condição N420, indicativo de que o tratamento termoquímico nesta temperatura não foi tão efetivo para a resistência ao desgaste por EC em comparação com as outras condições trabalhadas.

Ressalta-se que ainda que os valores encontrados são menores do que os valores obtidos em outros materiais. Por exemplo, em seu trabalho Bregliozzi *et al*., 2005, observaram que o AISI 304 apresentou MDPR (μmh^{-1}) de 0,3 após 15 horas do ensaio de cavitação vibratória. Esse valor é maior que a condição SOL e N380, porém é menor que N400 e N20. Contudo, deve-se considerar que este trabalho utilizou tempo de exposição maior (30 horas) e o tamanho médio de grãos grosseiros informado pelos autores foi de 45 μm, aproximadamente 4 vezes menor do que o deste trabalho.

A primeira interrupção nos ensaios foi realizada após 1,5 horas (Figura 49). A fim de determinar o tempo de incubação que não fora detectado, foram realizados ensaios adicionais com menor tempo de interrupção do ensaio, de 15 min até 45 minutos de exposição conforme ilustrado na Figura 53. Foram realizados ensaios com uma amostra de cada condição nitretada.

Figura 53 - Perda de massa acumulada em função do tempo de exposição em um ensaio de cavitação vibratória com tempo de ensaio máximo de 45 minutos.



Fonte: Autor (2019).

Observa-se que após 15 minutos de ensaio, na primeira interrupção realizada, há perda de massa para todas as condições. Após 30 minutos para a condição N420, a perda de massa acumulada é 5 vezes maior que em 15 minutos. Assim como nos ensaios com tempo máximo de 30 horas de exposição, a maior perda de massa acumulada foi verificada para a condição N420, seguida da N400 e N380.

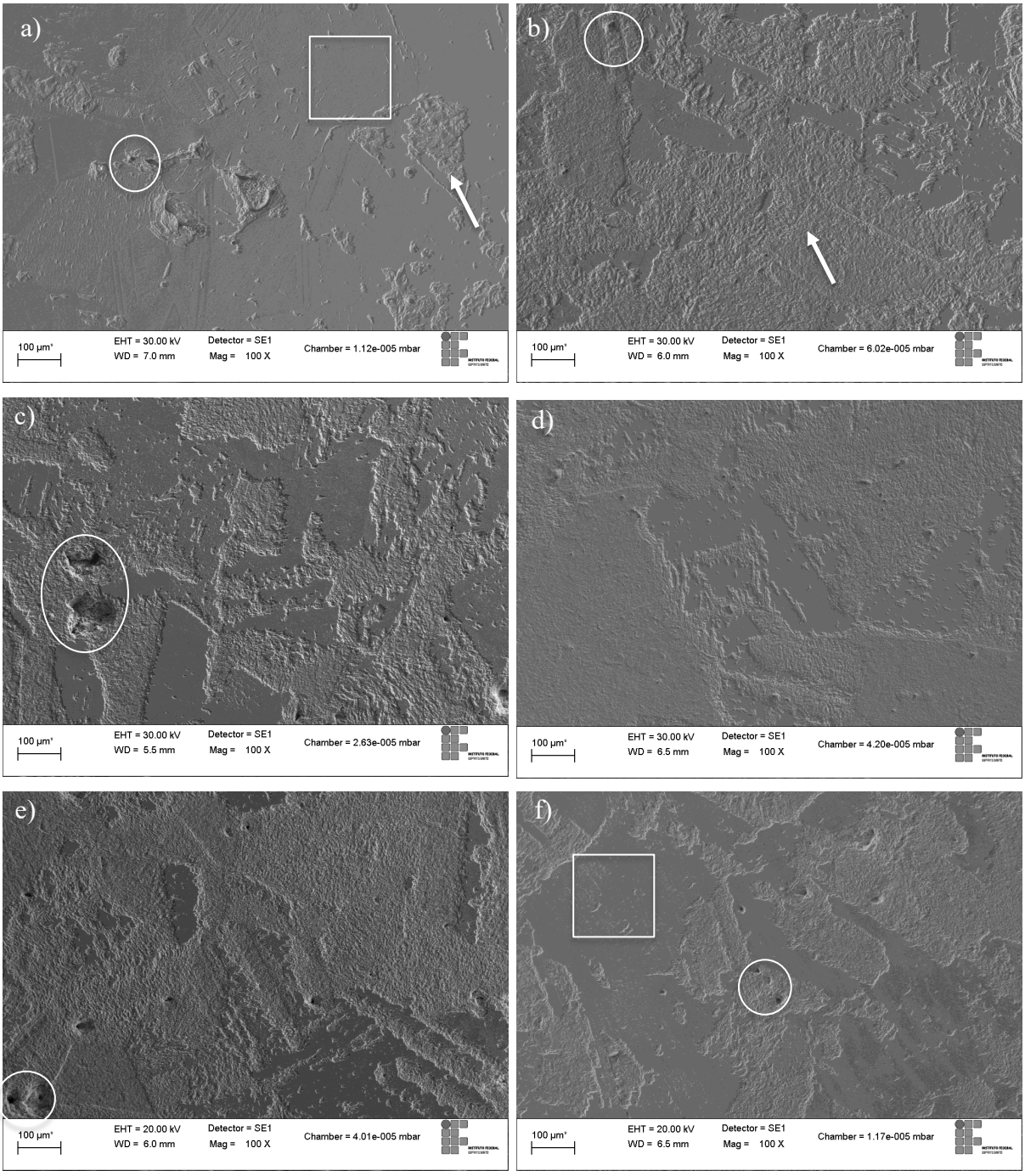
O tempo de incubação ainda não pode ser determinado, considerando que houve perda de massa significante. Deve-se, portanto, avaliar os mecanismos de desgaste atuantes para melhor compreensão dos eventos que ocasionaram a perda de massa nos instantes iniciais.

4.5.1 Mecanismos de desgaste

A Figura 54 ilustra a evolução do processo de desgaste por EC para a condição N380 em certos tempos de exposição.

A partir da análise da superfície durante a evolução do ensaio de cavitação vibratória observa-se que o principal mecanismo de desgaste por EC é o surgimento de crateras com remoção de material (círculo em branco na Figura 54) e descamação da superfície em regiões preferenciais (seta em branco na Figura 54).

Figura 54 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N380 para: a) 1,5 h; b) 6 h; c) 9h; d) 15 h; e) 21h; f) 30 h.



Fonte: Autor (2019).

Não foram observados formação de ondulação, nem de bandas de deslizamento ou maclas de deformação. Allenstein *et al*., (2013) atribuíram a ocorrência de nenhuma ondulação no aço martensítico nitretado e submetido ao desgaste por EC como um indicativo de que a superfície foi fortemente endurecida por nitrogênio.

Adicionalmente, os autores consideraram que quanto maior o teor de gás nitrogênio na mistura gasosa, maior a atividade do nitrogênio no plasma, e, por consequência,

camadas nitretadas mais profundas e mais duras podem ser esperadas. Como todas as condições N380, N400 e N420 foram nitretadas com a mesma mistura gasosa, 75%N_2 e 25%H_2, esse comportamento é esperado para as outras condições.

A precipitação de nitretos, conforme análise realizada em DRX (Figura 41) pode ter sido um dos motivos prejudiciais à resistência à erosão por cavitação. Espitia *et al.*, (2013) observaram duas regiões na camada nitretada no aço martensítico AISI 410 nitretado, composta de nitretos de ferro aciculares, Fe_3N, e martensita expandida nos primeiros 5μm e abaixo dessa primeira região apenas martensita expandida até 25μm de profundidade. De tal forma que os autores concluíram que estes nitretos reduziram drasticamente o período de incubação, permitindo o desprendimento de grãos inteiros sem deformação plástica significativa devido ao impacto da onda de choque sobre a superfície durante o ensaio de cavitação vibratória.

Na Figura 54 são observadas regiões lisas (quadrado em branco) que correspondem à superfície original da amostra (ESPITIA *et al.*, 2013). Essas áreas isoladas lisas aparecem desde o início até o tempo final de exposição (Figura 54 a-f). Ou seja, após 30 horas de exposição ainda há regiões que não foram completamente afetadas pela cavitação.

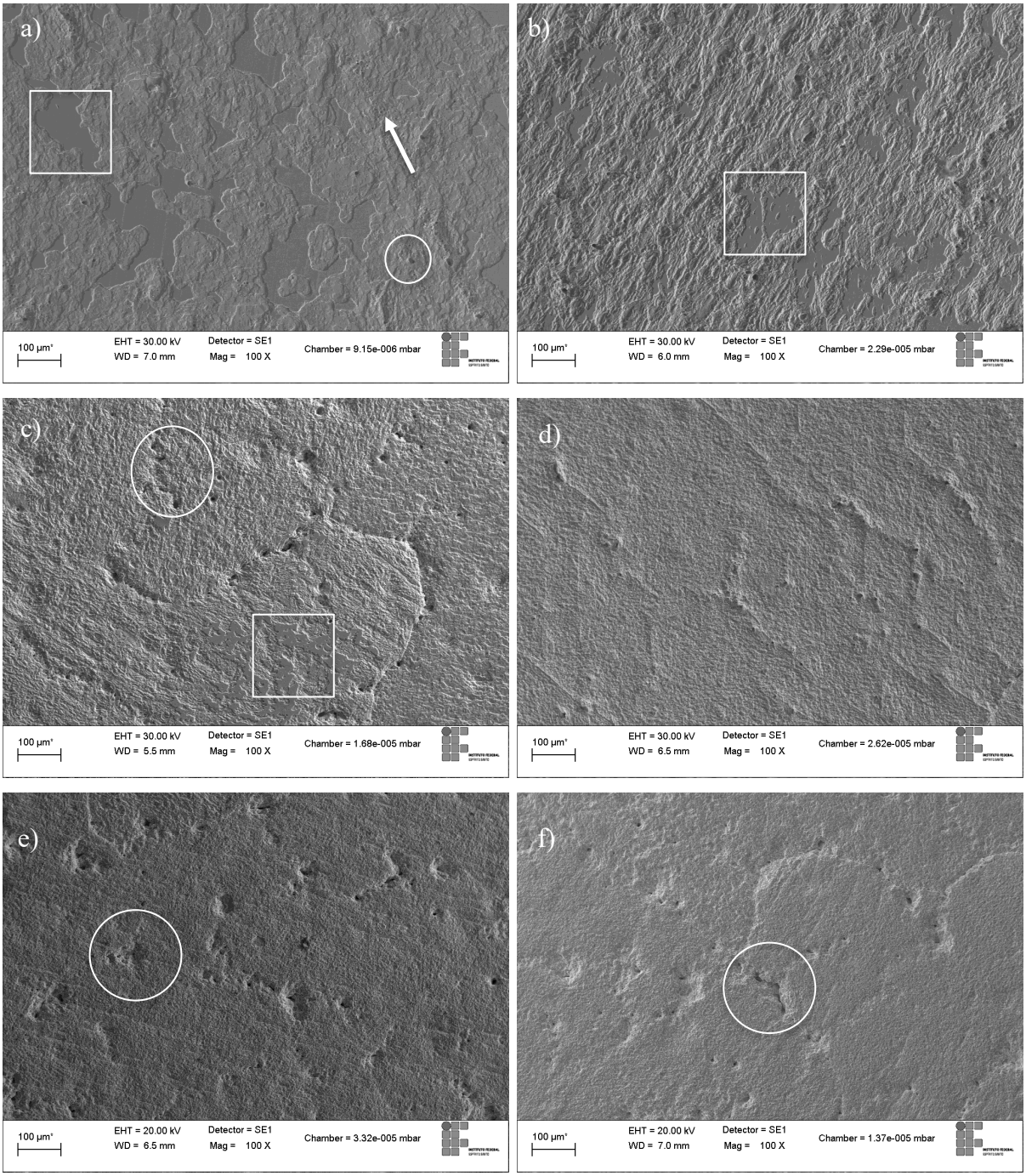
Esse comportamento corrobora a análise dos parâmetros de perda de massa acumulada, taxa máxima de erosão, MDE e MDPR, onde a melhor resistência ao desgaste por EC foi obtida pela condição N380 em comparação as outras condições.

A Figura 55 ilustra a evolução do processo de desgaste por EC para a condição N400 em certos tempos de exposição.

A superfície após 1, 5 e 6 horas de ensaio, Figura 55 a-b), apresenta áreas isoladas lisas não desgastadas (quadrado em branco). Entretanto, observa-se que a fração dessas regiões são menores do que as encontradas para a condição N380 para os mesmos tempos de exposição.

Na sequência, após 9 horas de exposição, ainda é possível observar essas áreas isoladas, acompanhadas de crateras (círculo em branco). Contudo, a partir de 15 horas, essas regiões já não são observadas conforme Figura 55 d). Comportamento diferente da condição N380 que apresentou fração dessa região lisa até o tempo final de exposição (Figura 54 f).

Figura 55 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N400 para: a) 1,5 h; b) 6 h; c) 9 h; d) 15 h; e) 21 h; f) 30 h.



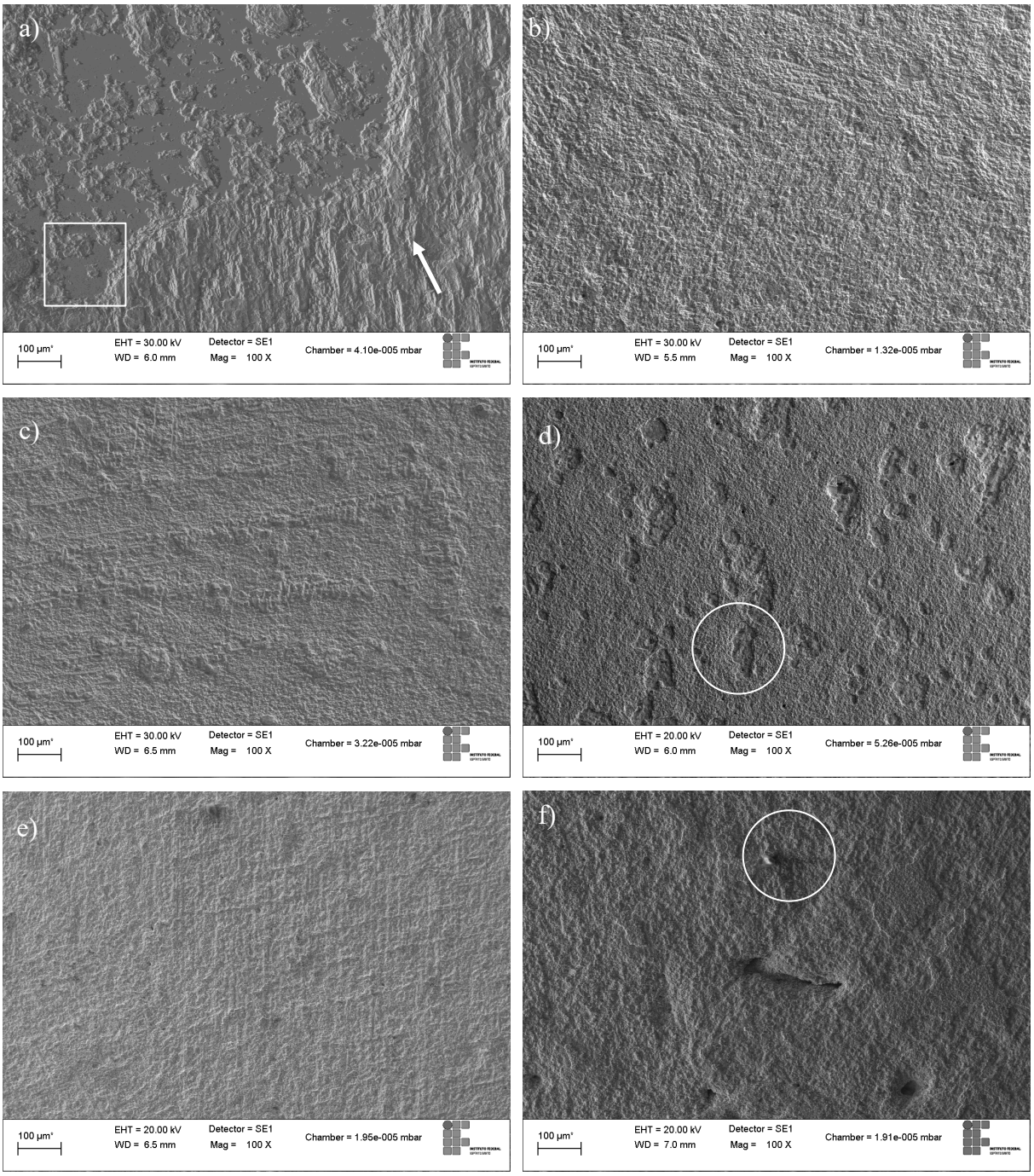
Fonte: Autor (2019).

Isto é um indicativo de que a condição N380 tem melhor comportamento em desgaste por EC em relação a N400. E isso pode ser corroborado, por exemplo, pela análise da perda de massa acumulada pois neste tempo de exposição, de 15 horas, os valores médios encontrados são de 6,08 mg e 12,11 mg, para as condições N380 e N400, respectivamente.

A partir da análise da evolução do processo de desgaste ilustrado na Figura 55 pode-se conferir os mesmos mecanismos relatados para a condição N380: formação de crateras com remoção de material e descamação da superfície em regiões preferenciais, sem deformação plástica significativa ou ondulações .

A evolução do processo de desgaste por EC para a condição N420 em certos tempos de exposição pode ser visualizada na Figura 56.

Figura 56 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N420 para: a) 1,5 h; b) 6 h; c) 9 h; d) 15 h; e) 21 h; f) 30 h.



Fonte: Autor (2019).

A superfície desgastada após 1,5 horas de ensaio apresenta áreas isoladas lisas não desgastadas (Figura 56 a) e regiões de dano por lascamento preferenciais. Essa região de destacamento reflete na alta taxa de erosão observada, para este tempo de exposição de 1,5h, de aproximadamente 5 mg/h.

E o valor médio da perda de massa acumulada em 1,5 horas de ensaio é de aproximadamente 11 mg, quase 7 vezes maior do que o da condição N380, com 1,6 mg. Mesmo com essa expressiva perda de massa acumulada da condição N420, as regiões lisas podem ser atribuídas a não uniformidade da distribuição da erosão por cavitação na superfície, devido a muitos parâmetros como, por exemplo, a distribuição de bolhas e o fluxo radial no ensaio vibratório (AHMED *et al*., 1991).

Essas regiões isoladas não aparecem a partir de maiores tempos de exposição cujo mecanismo de desgaste observado é a formação de crateras com remoção de material. E de forma similar as outras condições, também não foram observados mecanismos de deformação plástica significativos.

Ainda que a condição N420 apresente maior valor de dureza, foi constatado nos difratogramas de raios X (Figura 41) que juntamente com a formação da fase S, ocorreu a precipitação de nitretos em maior intensidade que nas outras condições. E isto, somados aos outros fatores já discutidos, pode ter contribuído para sua menor resistência à EC.

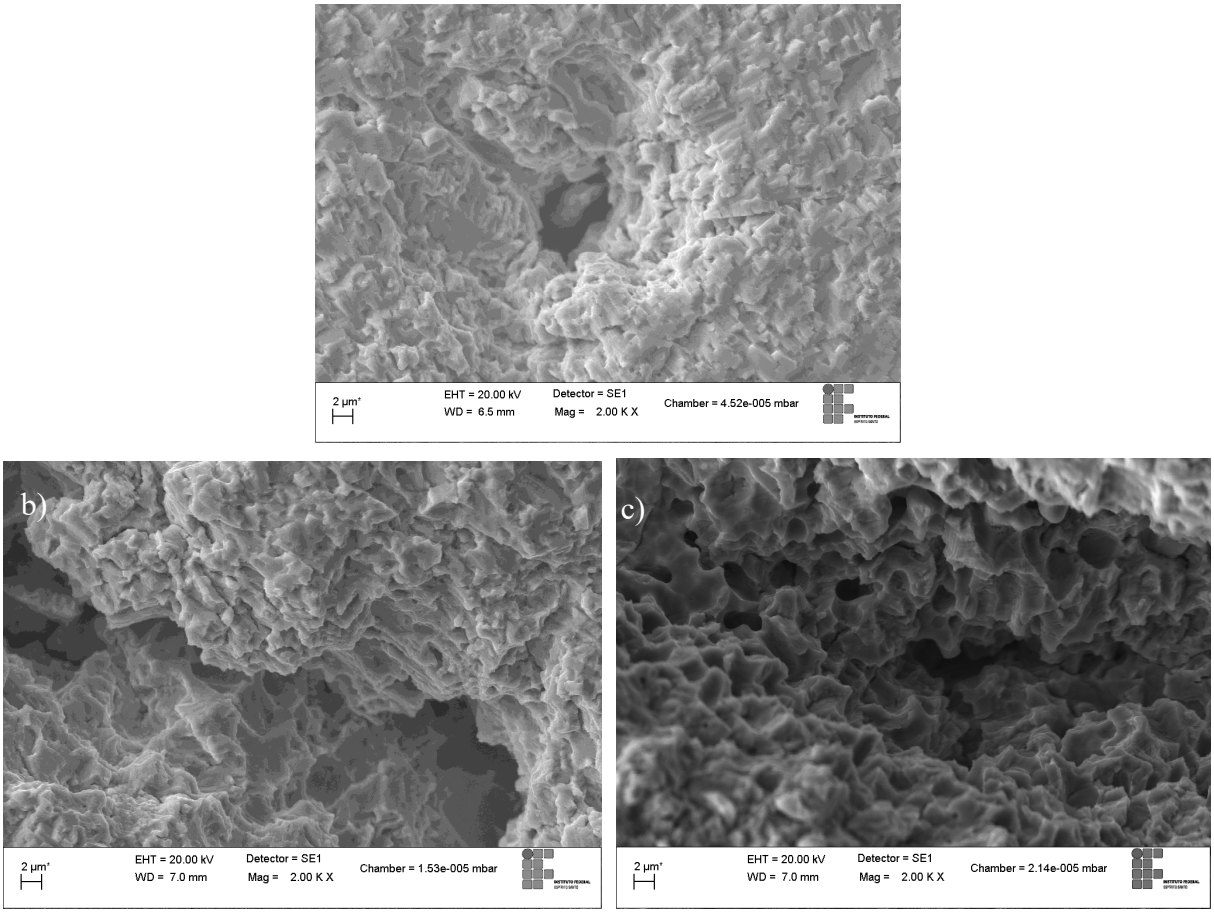
É relatado que muitas vezes a resistência à erosão por cavitação aumenta com a diminuição do tamanho dos grãos e com o aumento da dureza (ESCOBAR *et al*., 2013). Contudo, neste trabalho não se pode inferir que o tamanho de grão ou a dureza influenciaram nos resultados obtidos. Ao contrário, a condição com menor valor de dureza, N380, apresentou melhor resistência ao desgaste por EC.

A fim de contribuir a uma melhor análise do ensaio de cavitação vibratória, foi realizada uma ampliação nas imagens realizadas para o tempo de exposição final de 30 horas, conforme a Figura 57. Para todas as condições após as 30 horas de exposição ao ensaio de cavitação vibratória observa-se que crateras foram formadas.

Krellaa *et al*., (2017) ressalta que na região de intensa cavitação, a superfície é muito degradada e crescimento de profundas crateras (tuneis de cavitação) são formados devido a alta velocidade dos microjatos. Essas crateras e sulcos profundos que foram

observados podem ser explicados com base na fratura frágil por fadiga sendo o principal mecanismo de remoção de material.

Figura 57 – Crateras após 30 horas de exposição ao ensaio de cavitação vibratória para as condições: a) N380; b) N400; c) N420.



Fonte: Autor (2019).

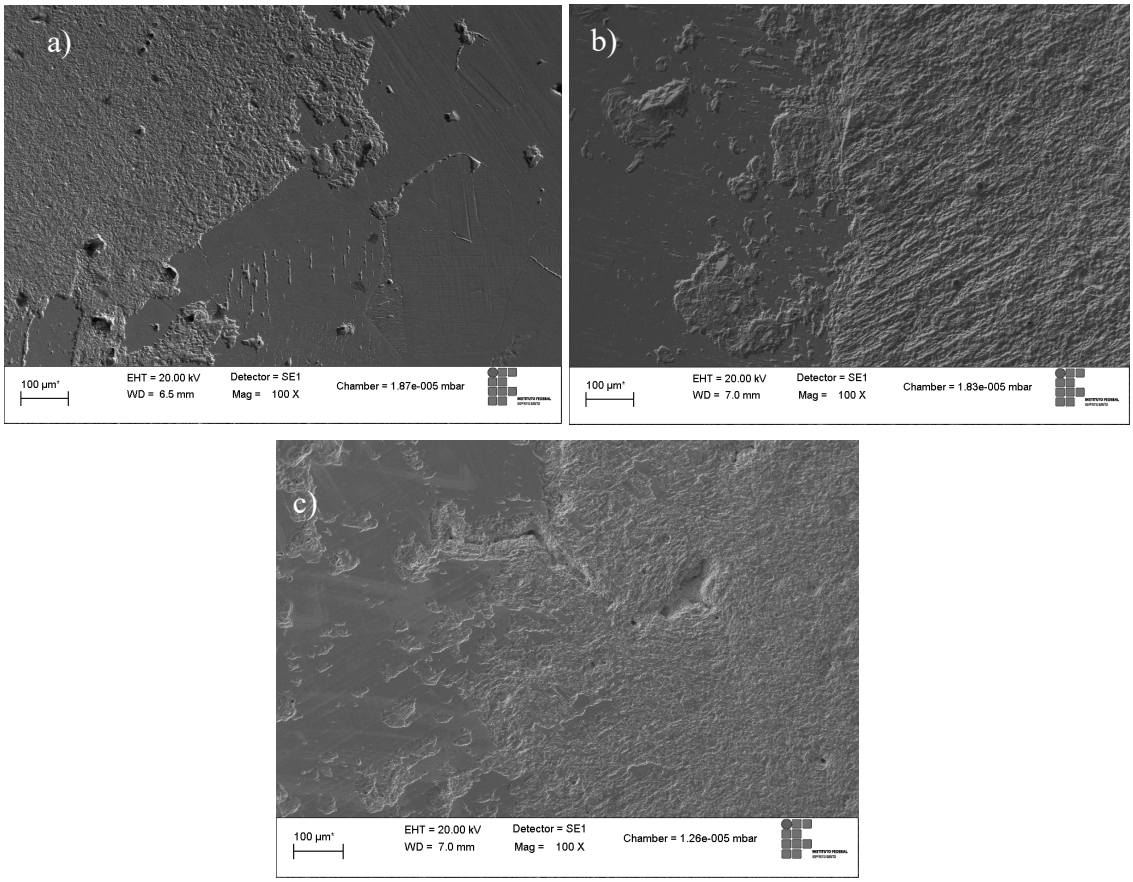
Segundo Holmberg e Matthews (2009), a partir de sítios de nucleação de trincas, essas se propagam e liberam o material da superfície, resultando em grandes crateras com diâmetros de 1 a 2 milímetros e destruição rápida de toda a superfície, mecanismo característico de desgaste por fadiga.

Observa-se que quanto maior o tempo de teste, maior é o dano por EC da superfície para todas as condições N380, N400, N430. Com a evolução do desgaste, há uma superfície com aspecto mais rugoso, devido à formação de crateras muito pequenas que crescem com acréscimos no tempo de exposição. A diferença entre as condições nitretadas está no tempo de exposição e na intensidade em que esse mecanismo de desgaste é observado.

De forma complementar a análise do mecanismo de desgaste, verificou-se uma região com menor efeito da cavitação devido a distância a qual se encontrava da ponta do

sonotrodo, denominada de região de transição. A Figura 58 a seguir ilustra a região de transição de cavitação para cada condição nitretada.

Figura 58 - Região de transição de cavitação: a) N380; b) N400; c) N420.



Fonte: Autor (2019).

Observa-se que para todas as amostras, a região cavitada é bem definida e há duas regiões em tons de cinza. A área em cinza mais claro é a região onde houve maior efeito da cavitação e a região menos afetada é caracterizada pela área em cinza escuro, em conformidade com o comportamento já analisado de que a região menos afetada tem aspecto mais liso.

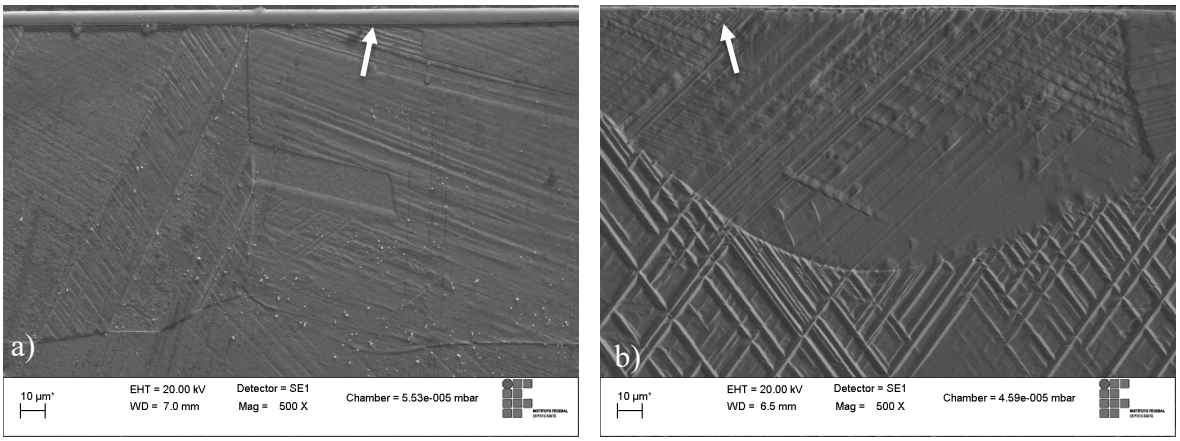
4.5.2 Análise da seção transversal após o ensaio de cavitação vibratória

A fim de melhor visualização após o ensaio, analisou-se a seção transversal da região cavitada em cada condição nitretada. A

Figura 59 ilustra a seção transversal antes do ensaio de cavitação vibratória e após o tempo de exposição de 30 horas do ensaio visando comparação para a condição N380.

Ainda que a condição N380 tenha uma camada nitretada com menor espessura, após 30 horas de cavitação observa-se uma diminuição na espessura ou remoção desta camada.

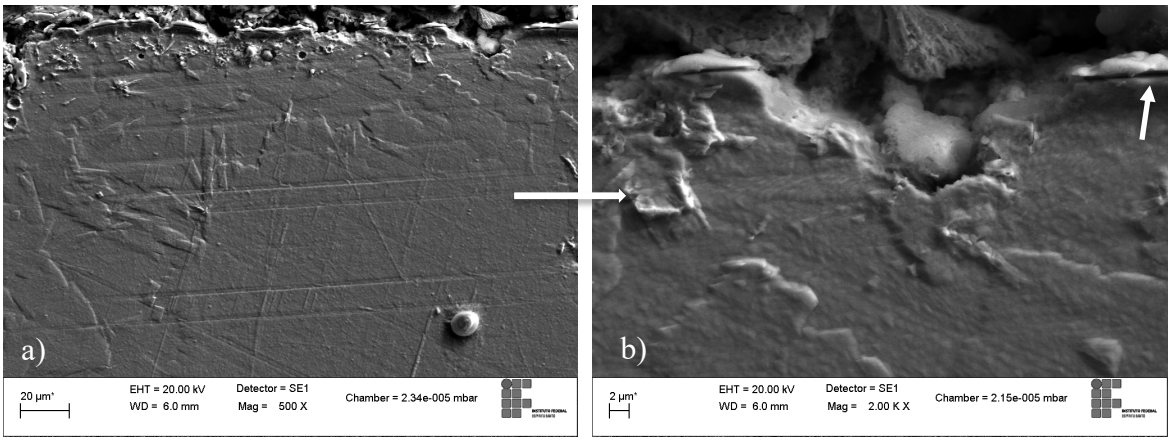
Figura 59 - Seção transversal da liga Co-30Cr-19Fe para condição N380 a) antes do ensaio de cavitação vibratória; b) após 30 horas de exposição ao ensaio de cavitação vibratória.



Fonte: Autor (2019).

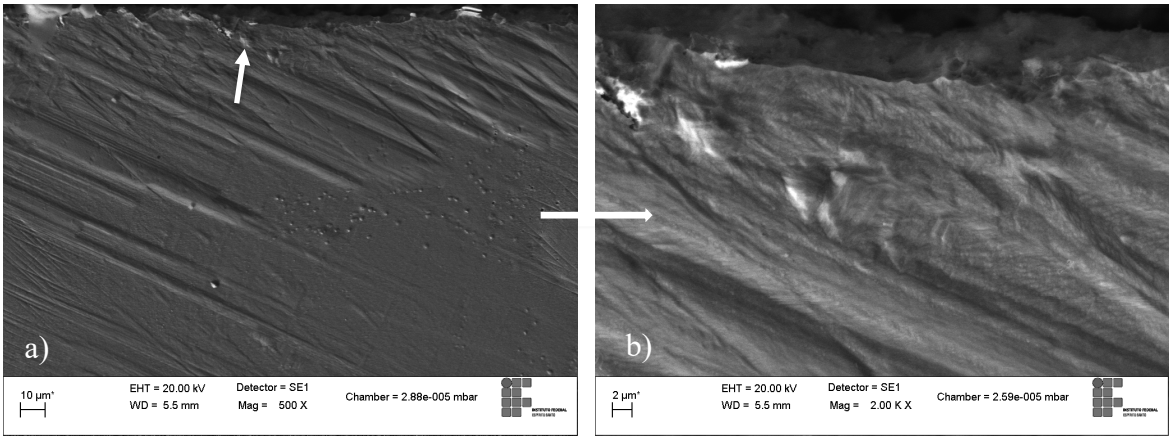
A seção transversal para as condições N400 e N420 após 30 horas do ensaio de cavitação vibratória se encontra na Figura 60 e na Figura 61, respectivamente.

Figura 60 - Seção transversal da liga Co-30Cr-19Fe após 30 horas de ensaio de cavitação vibratória para condição: a) N400; b) N400 com zoom.



Fonte: Autor (2019).

Figura 61 - Seção transversal da liga Co-30Cr-19Fe após 30 horas de ensaio de cavitação vibratória para condição: a) N420; b) N420 com zoom.



Fonte: Autor (2019).

Na condição N400 observa-se que há regiões com substrato e camada nitretada removida, assim como há regiões com camada nitretada. Por sua vez, na condição N420 houve uma maior remoção da camada nitretada, que está em conformidade com a menor resistência ao desgaste por EC encontrada em relação as outras condições.

Ainda que não se possa afirmar que há camada nitretada na condição N380, observa-se que para um mesmo aumento, a superfície das condições N400 e N420 são mais irregulares que a condição nitretada na menor temperatura de tratamento.

Esse comportamento é corroborado pelo valor de MDE encontrado após 30 horas de ensaio para todas as condições que se encontra próximo ao valor da espessura da camada nitretada, conforme já foi citado. Ressalta-se que o valor de MDE para a condição N420, 17,24μm, é superior ao valor da espessura da camada, 12,09 ± 1,42 μm, indicativo de que a camada foi removida como pode ser visualizado na Figura 61.

4.5.3 Análise do tempo de exposição inicial do ensaio de cavitação vibratória

A avaliação da perda de massa acumulada em função do tempo de exposição (Figura 49) indica que não houve tempo de incubação detectável para todas as condições. Por isso fez-se necessário avaliá-lo com um menor intervalo de interrupção para cada uma das condições trabalhadas.

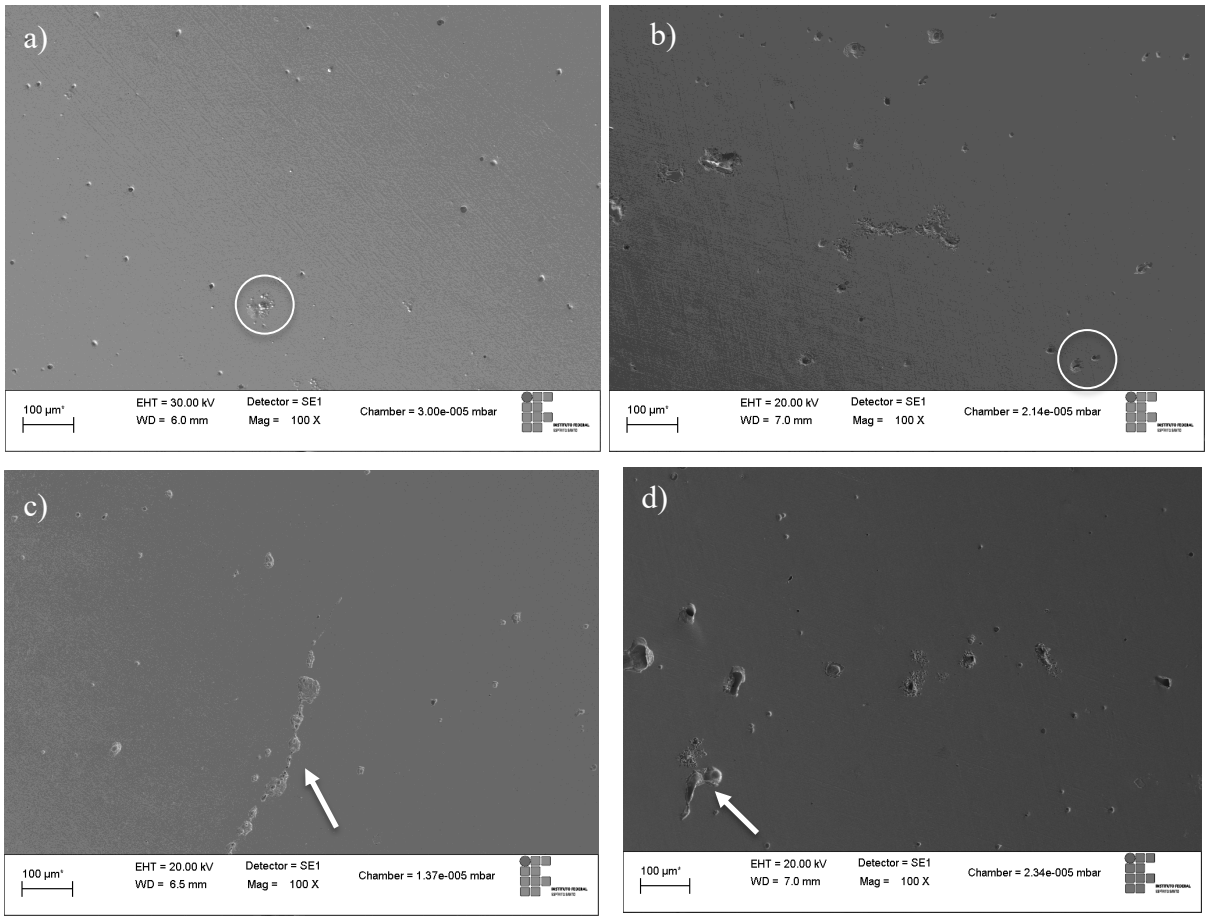
A Figura 62 apresenta a evolução do desgaste por EC da liga Co-30Cr-19Fe na condição N380 durante os primeiros 45 minutos de exposição à cavitação.

Na Figura 62 a) observa-se a microestrutura da liga na condição N380 antes do processo de cavitação. Não foram observadas trincas na superfície e apenas um pequeno defeito destacado pelo círculo em branco.

Após 15 minutos de exposição à cavitação (Figura 62 b), observa-se o surgimento de pites. Após 30 minutos de exposição ao ensaio, pode ser observado o surgimento de regiões de dano avançado que aparecem em maior fração com o acréscimo do tempo de exposição. De tal maneira que em 45 minutos de exposição ao ensaio, a condição N380 já apresenta perda de massa acumulada significativa de aproximadamente de 2mg (Figura 53).

A evolução do ensaio pode levar a formação das crateras, que segundo Chen e Wu (2008) é decorrente do aumento de tamanho e profundidade de alguns pites. Esse comportamento foi visualizado na Figura 54 a), pois crateras foram observadas após o tempo de exposição de 1,5 horas no ensaio.

Figura 62 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N380 a) antes do ensaio; após b) 15; c) 30; d) 45 minutos.



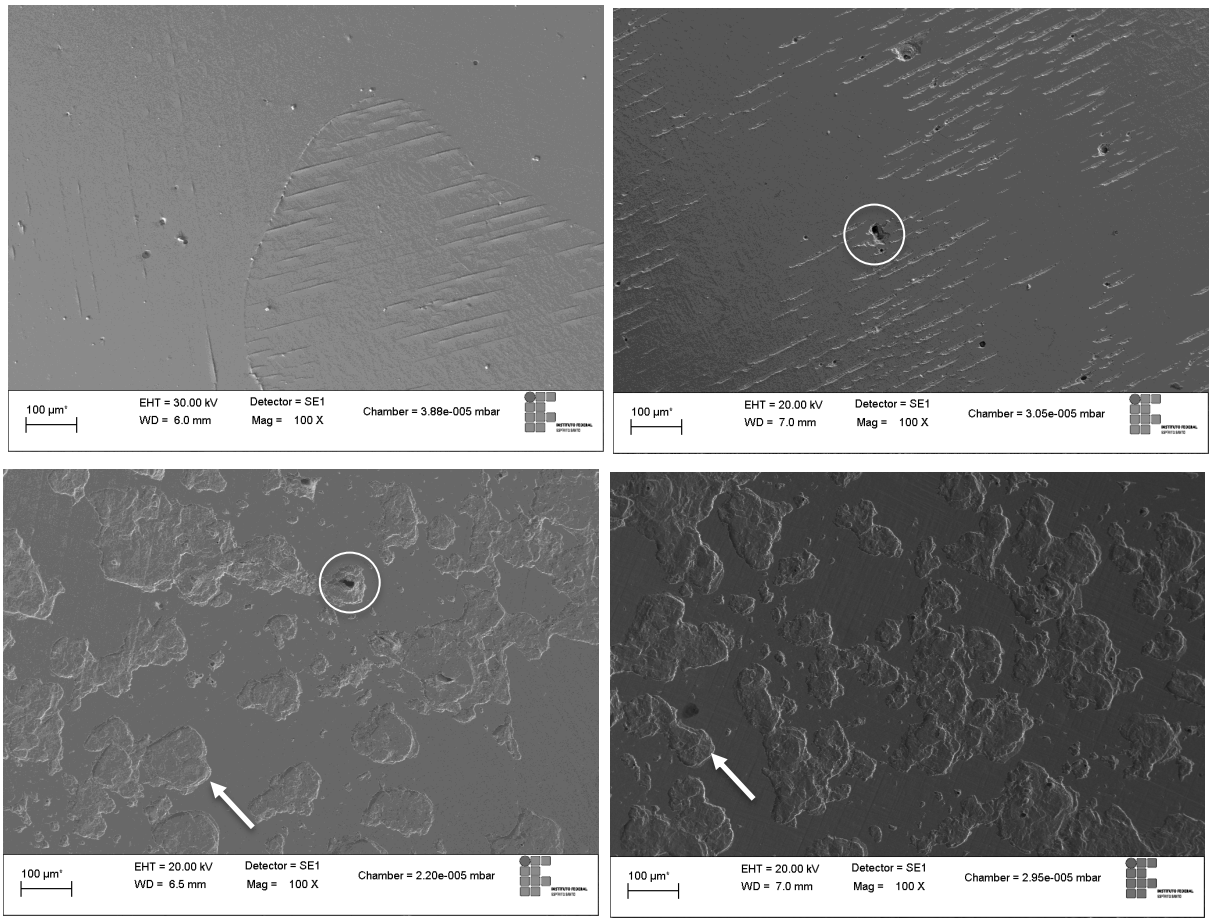
Fonte: Autor (2019).

Esse dano inicial com perda de massa relevante esta em conformidade com a avaliação do gráfico de perda de massa acumulada em função do tempo de exposição no qual o tempo de incubação não pode ser identificado para esta condição (Tabela 12).

A evolução do desgaste por EC da liga Co-30Cr-19Fe na condição N400 durante os primeiros 45 minutos de exposição à cavitação pode ser visualizada na Figura 63.

A superfície da liga na condição N400 antes do processo de cavitação pode ser visualizada na Figura 63 a). Não foram observadas trincas na superfície assim como na condição N380.

Figura 63 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N400 a) antes do ensaio; após b) 15; c) 30; d) 45 minutos.



Fonte: Autor (2019).

Após 15 minutos de cavitação (Figura 63 b) pode ser observado o processo de dano superficial com pequenas crateras (círculo em branco) que acarretam em remoção de massa, conforme foi observado por Espitia e Toro (2010). Consequentemente, a evolução do desgaste para essa condição está em conformidade com a ausência do tempo de incubação em concordância com a Figura 49.

Em 30 e em 45 minutos, verifica-se regiões de dano avançado, como indicado pela seta em branco na Figura 63 c) e d). A fração dessas regiões é muito maior na

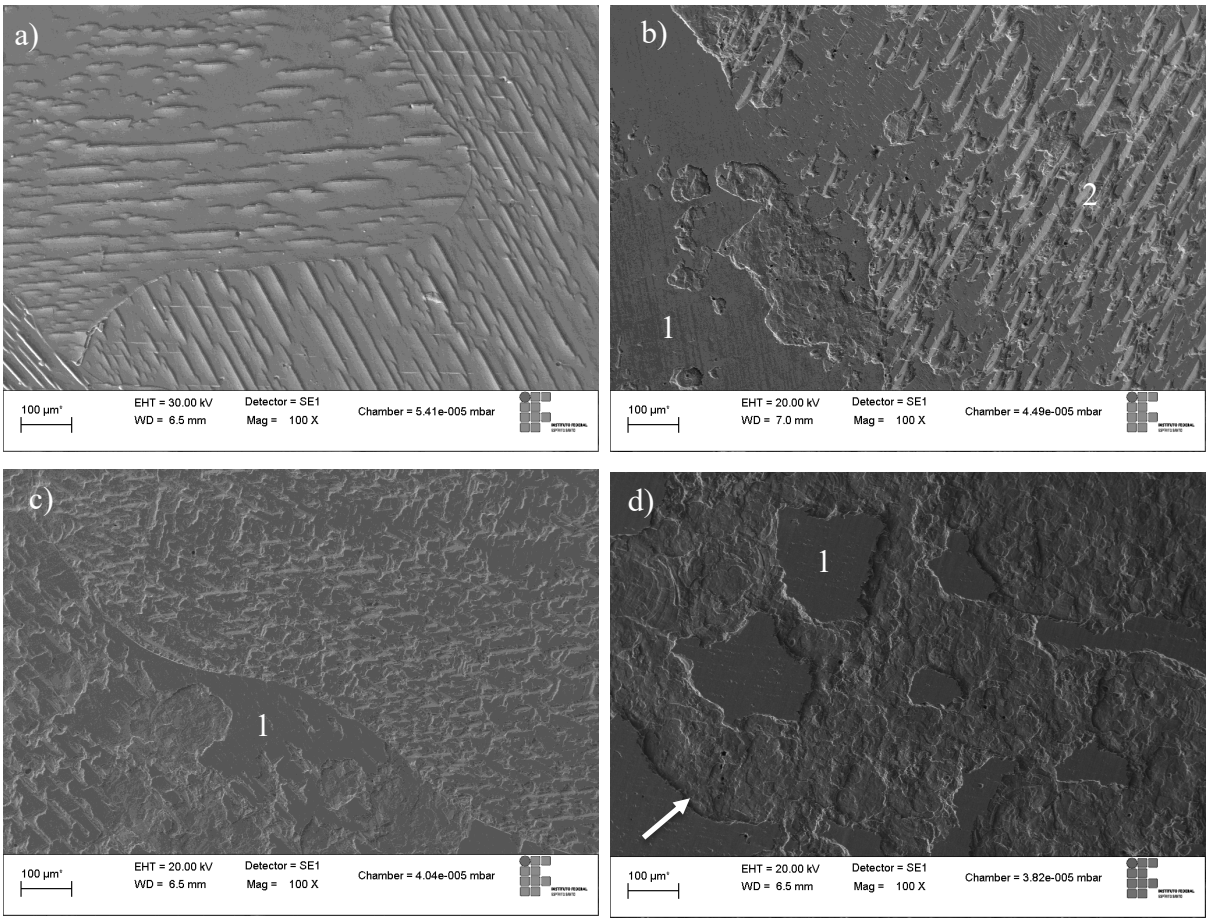
condição N400 do que em relação a anterior, condição N380, e em consequência da sua formação, a região lisa diminuiu.

A evolução do desgaste por EC da liga Co-30Cr-19Fe na condição N420 durante os primeiros 45 minutos de exposição à cavitação pode ser visualizada na

Figura 64.

A Figura 64 a) ilustra a condição N420 antes do ensaio de cavitação vibratória e verifica-se que não há indícios da presença de poros, assim como na condição N400.

Figura 64 - Evolução do processo de desgaste por erosão cavitacional na liga Co-30Cr-19Fe na condição N420 a) antes do ensaio; após b) 15; c) 30; d) 45 minutos.



Fonte: Autor (2019).

Observa-se a irregularidade da superfície em comparação as outras condições nitretadas antes do ensaio, assim como relatado por Çelik *et al*., (2008). Os autores observaram por microscópio de força atômica (AFM) que o tratamento de nitretação em uma liga CoCrMo resultou em uma superfície mais rugosa, e, que essa rugosidade aumentou com acréscimos no tempo e na temperatura de tratamento devido ao bombardeamento iônico.

Nos primeiros 15 minutos de cavitação,

Figura 64 b), há duas regiões bem definidas: uma região com aspecto liso (1) e uma região onde houve provável remoção de material (2). Com o acréscimo no tempo de exposição observa-se que a porcentagem da região (2) aumenta, conforme pode ser visualizado na

Figura 64 c).

As regiões de dano avançado estão indicadas pela seta em branco na

Figura 64 d) e as regiões lisas, como indicadas por (1), ainda podem ser visualizadas para 45 minutos de exposição. Todavia, ao observar o mesmo tempo de exposição nas condições N380 e N400 constata-se que a fração relativa de área ocupada por essa região é muito menor quando comparada as condições nitretadas em menor temperatura.

A evolução do desgaste para essa condição é similar as condições anteriores, com danos iniciais que acarretam em perda de massa prematura, de aproximadamente 13 mg para esta condição nesse tempo de exposição.

De forma resumida, ao comparar essas regiões lisas com o resultado de perda de massa acumulada pode ser estabelecida uma relação inversamente proporcional. Ou seja, a remoção de massa encontrada foi maior para a condição N420 em comparação as outras condições, seguida da condição N400 e N380, o que está em conformidade com o indicado pelo gráfico de perda de massa acumulada.

De forma geral o mecanismo de desgaste observado para todas as condições foi ausência de mecanismos de deformação plástica, com formação de crateras e desprendimento frágil do material por fadiga. Todos os parâmetros analisados como a taxa máxima de erosão, a ausência do período de incubação e a evolução do desgaste por MEV corroboram essa fragilidade obtida pela camada nitretada.

5 CONCLUSÕES

A liga de Co-30Cr-19Fe como recebida apresenta uma estrutura dentrítica típica do processo de fundição, tamanho médio de grão de 1,65mm e uma estrutura cristalina mista α-CFC e ε-HC.

Após o tratamento térmico de solubilização, a estrutura cristalina permaneceu mista, porém com maior fração de fase ε-HC. Este tratamento promoveu a recristalização primária, distribuição de grãos duplex com tamanho médio diminuindo para 1,2mm.

Os valores de microdureza na superfície nas condições como recebida e solubilizada são da ordem de 300-400 $HV_{0,01}$.

O tratamento termoquímico de nitretação a plasma em 380°C, 400°C e 420°C foi realizado posteriormente à solubilização e observou-se que houve formação de fase S e nitretos de cromo para todas as condições.

Os valores de microdureza na superfície nas condições nitretadas são da ordem de 1000-1500 $HV_{0,01}$. A espessura, a microdureza na superfície das camadas e o percentual de nitretos formados são maiores para o tratamento em maior temperatura, 420°C.

No ensaio de cavitação vibratória, todas as condições nitretadas e a condição solubilizada apresentaram maior resistência à EC que o AISI 304. Contudo, somente a nitretação a 380°C resultou em menor desgaste por EC que a condição inicial (SOL).

A formação de fase S foi efetiva em aumentar a resistência ao desgaste somente para a menor temperatura do tratamento termoquímico de nitretação.

Os mecanismos de desgaste observados para todas as condições nitretadas incluem dano prematuro com formação e coalescência de pites, formação de crateras, lascamento em regiões preferenciais e desprendimento frágil do material por fadiga.

A remoção de material ocorreu logo nos primeiros instantes do ensaio, não se observando dessa forma o período de incubação para nenhuma das condições nitretadas da liga de Co-30Cr-19Fe.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar difratometria de raios X de todas as condições após o tempo de exposição de 30 horas ao ensaio de cavitação vibratória;

- Realizar difratometria de raios X rotacionando a amostra a fim de avaliar influência do tamanho de grão;

- Avaliar o perfil de profundidade de dureza da camada de fase S por nanodureza;

- Verificar o perfil de profundidade de dureza após o ensaio de cavitação vibratória por nanodureza;

- Utilizar a técnica de GDOES para traçar o perfil de profundidade de composição química;

- Avaliar a influência da orientação cristalográfica dos grãos a partir do EBSD.

REFERÊNCIAS

ABOUEL-KASEM, A.; EMARA, K.M.; AHMED, S.M. Characterizing cavitation erosion particles by analysis of SEM images. ***Tribology International,*** v. 42, p. 130–136, 2009.

AHMED, S. M.; HOKKIRIGAWA, K.; OBA, R. Fatigue failure of SUS 304 caused by vibratory cavitation erosion. ***Wear***, v.177, p.129-137, 1994.

AHMED, S. M.; HOKKIRIGAWA, K.; ITO, Y.; OBA, R. Scanning electron microscopy observation on the incubation period of vibratory cavitation erosion. ***Wear***, v. 142, p. 303-314, 1991.

ALLENSTEIN, Â. N.; LEPIENSKI, C.M.; BUSCHINELLI, A.J.A.; BRUNATTO, S.F. Improvement of the cavitation erosion resistance for low-temperature plasma nitrided Ca-6NM martensitic stainless steel. ***Wear***, v. 309, p. 159-165, 2014.

ALLENSTEIN, Â.N.; LEPIENSKI, C.M.; BUSCHINELLI, A.J.A.; BRUNATTO, S.F. Plasma nitriding using high H_2 content gas mixtures for a cavitation erosion resistant steel, ***Applied Surface Science***, v. 277 p. 15–24, 2013.

ALVES JR, C. **Nitretação a plasma – Fundamentos e aplicações**. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 2010. Disponível em: <https://core.ac.uk/download/pdf/71359572.pdf> Acesso em: 18/08/2018.

ALVES, C.; ARAÚJO, O.F.; RIBEIRO, M.R. Comparison of plasma-assisted nitriding techniques. ***Encyclopedhia of Tribology***. Springer, p. 402-409, 2013.

AMIRI, S. M.; MORADSHAHI, M. Influence of different layer microstructures induced by different gas compositions on corrosion behavior of plasma nitrided stainless steel. ***Surface and Coatings Technology***, v. 201, p. 7375-7381,2007.

ANGELINI, E.; BURDESE, A.; DE BENEDETTI, B. Ion-nitriding of austenitic stainless steels. ***Metallurgical Science and Technology***, v.6, p.33, 1988.

ASGARI, S. Anomalous plastic behavior of fine-grained MP35N alloy during room temperature tensile testing. ***Journal of Materials Processing Technology***, v. 1905-1922, p.155-156, 2004.

ASKELAND, D.R. ***The Science and Engineering of Materials***. PWS Engineering: USA, 1985.

ASTM A941. Standard Terminology Relating to Steel, Stainless Steel, Related Alloys, and Ferroalloys. ***ASTM International***, 2018.

ASTM E112-13. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. ***ASTM International***, 2013.

ASTM E1181-02. Standard Test Methods for Characterizing Duplex Grain Sizes, ***ASTM International*** 2015.

ASTM E92. Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. ***ASTM International,*** 2017.

ASTM G32. Standard test method for cavitation erosion using vibratory apparatus. ***ASTM International,*** 2016.

ASTM G40. Standard Terminology Relating to Wear and Erosion. ***ASTM International,*** 2017.

BALAGNA, C.; SPRIANO, S.; FAGA, M. G. Characterization of Co–Cr–Mo alloys after a thermal treatment for high wear resistance. ***Materials Science and Engineering***, v. 32, p. 1868-1877, 2012.

BELL, T.; SUN, Y.; MAO, K. BUCHHAGEN, P. Modelling Plasma Nitriding. ***Advanced Metals & Materials***, v. 152, n. 8, p. 40y-40bb, 1996.

BELL, T.; DONG, H.; SUN, Y. Realising the potential of duplex surface engineering. ***Tribology International,*** v.31, p.127, 1998.

BERNS, H. Microstructural properties of wear-resistant alloys. ***Wear***, New York, v.181-183, p. 271–279, 1995.

BERNS, H.; BOUWMAN, J.W.; EUL, U.; IZAGIRRE, J.; JUSE, R.L.; NIEDERAU, H.J.; TAVERNIER, G.; ZIESCHANG, R. Solution nitriding of stainless steels for process engineering. ***Materials Science & Engineering Technology***, v. 31, p.152–161, 2000.

BLAWERT, C.; MORDIKE, B.L.; COLLINS, G.A.; SHORT, K.T.; JIRASKOVA, Y.; SCHNEEWEISS, O.; PERINA, V. Characterisation of duplex layer structures produced by simultaneous implantation of nitrogen and carbon into austenitic stainless steel X5CrNi189. ***Surface and Coatings Technology***, v.128–129, p. 219, 2000.

BOCCHINI, G.F.; MOLINARI, A.; TESI, B.; BACCI, T. Ion nitriding of sintered steels – present situation and perspectives. ***Metal Powder Report***, v. 45, n. 11, p. 772-778, 1990.

BORGIOLI, F.; FOSSATI, A.; GALVANETTO, E.; BACCI, T. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature. ***Surface and Coatings Technology,*** v. 200, p. 2474, 2005.

BREGLIOZZI, G.; DI SCHINO, A.; AHMED, S.I.U.; KENNY, J.M.; AEFKEH, H. Cavitation wear behaviour of austenitic stainless steels with different grain sizes-; ***Wear***, v. 258, p. 503–510, 2005.

BRENNEN, C. E.; Cavitation and bubble dynamics. ***Oxford University Press***, 1995.

BUHAGIAR, J. **Plasma surface engineering and characterization of biomedical stainless steels.** 311 p. Tese (Doutorado em Metalurgia e Materiais) - School of Metallurgy and Materials, University of Birmingham, Birmingham. 2008.

CABROL, E.; BOHER, C.; VIDAL, V.; RAZAI-ARIA, F.; TOURATIER, F. Plastic strain of cobalt-based hardfacings under friction loading. ***Wear***, v. 330-331, p. 354-363, 2015.

CALERO, S. J. The Genesis of Fluid Mechanics: 1640-1780. ***Springer*** Netherlands, v.22, 2008.

CARLTON, J.S. Cavitation. In: ***Marine Propellers and Propulsion***, p. 217-260, 2019.

CARON, R. N.; STALEY, J.S. Effects of Composition, Processing, and Structure on Properties of Nonferrous Alloys: Cobalt and Cobalt Alloys. In: ***ASM Handbook: Materials selection and design***, v. 20, p. 926- 930, 1997.

ÇELIK, A.; BAYRAK, Ö.; ALSARAN, A.; KAYMAZ, I.; YETIM, A.F. Effects of plasma nitriding on mechanical and tribological properties of CoCrMo alloy. ***Surface & Coatings Technology*****,** v.202, p.2433–2438, 2008.

CHAPMAN, B. N. **Glow discharge processes**: Sputtering and plasma etching. New York (USA): John Wiley & Sons, p. 105-178, 1980.

CHEN, J.H.; WU, W. Cavitation erosion behavior of Inconel 690 alloy. ***Materials Science and Engineering A***, v. 489, p. 451–456, 2008.

CHIBA, A.; LEE, S.H.; MATSUMOTO, H.; NAKAMURA, M. Construction of processing map for biomedical Co-28Cr-6Mo-0.16N alloy by studying its hot deformation behavior using compression tests. ***Materials Science and Engineering A***, v.513-514, p.286–293, 2009.

CHRISTIANSEN, T.; SOMMERS, M. A. J. Low temperature gaseous nitriding and carburizing of stainless steel. ***Surface Engineering***, v. 21, p. 445-455, 2005.

CUPPARI, M. G. D. V. **Relação entre a microestrutura e a resistência à cavitação de ligas fundidas baseadas no sistema quaternário**. 230 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Escola politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.

DA SILVA, F.J.; MARINHO, R.R.; PAES, M.T.P.; FRANCO, S.D. Cavitation erosion behavior of ion-nitrided 34 CrAlNi 7 steel with different microstructures. ***Wear,*** v.304, p.183-190, 2013.

DAVIS, J. R. ASM Specialty Handbook - Nickel, Cobalt, and their alloys. **ASM International**, 2000.

DEAL, A.; OTHON, M.; TARTE, L.L.; MORRA, M. Tensile property investigation of cast wrought Co-Cr-Fe. **Microscopy and Microanalysis**. v.13, p. 942-943, 2007.

DELORO. *Datasheet* do fabricante. Disponível em: <https://www.deloro.com/stellite-data-sheets/> Acesso em: 31/05/2018.

DI SCHINO, A.; KENNY, J.M. Grain size dependence of the fatigue behaviour of an ultrafine-grained AISI 304 stainless steel. ***Materials Letters***, v.57 p. 3182–3185, 2003.

DONACHIE, M. J.; DONACHIE, S. J. **Superalloys:** A Technical guide. 2nd ed., ASM International, 2002.

DONG, H. S-phase surface engineering of Fe–Cr, Co–Cr and Ni–Cr alloys. ***International Materials Reviews***, v. 55, p. 65–98, 2010.

DOS SANTOS, J.F.; GARZÓN, C.M.; TSCHIPTSCHIN, A.P. Improvement of the cavitation erosion resistance of an AISI 304L austenitic stainless steel by high temperature gas nitriding**.** ***Materials Science and Engineering A****,* v. 382, p.378–386, 2004.

EDENHOFER, B. Physical and Metallurgical Aspects Ionitriding. ***Heat Treatment of Metals,*** v. 1, p. 23-28, 1974.

ELETRONORTE. Saldo da Conta de P&D em 2017 e informações relativas aos Projetos de P&D. Pág. 8. 2018. Disponível em: <http://www.Eletronorte.gov.br/opencms/export/sites/eletronorte/pilares/tecnologia/pepd/2018/Publicacao_Situacao_do_PxD_Marco_2018.pdf> Acesso em: 14/05/2018.

ERICSSON, T. The temperature and concentration dependence of the stacking fault energy in the Co-Ni system. Acta Metallurgica, v.14, p.853–865, 1966.

ESCOBAR, J.D.; VELASQUEZ, E.; SANTOS, T.F.A.; RAMIREZ, A.J.; LÓPEZ, D. Improvement of cavitation erosion resistance of a duplex stainless through friction stir processing (FSP). ***Wear***, v. 297, p. 998–1005, 2013.

ESCOBEDO, J.; MÉNDEZ, J.; CORTÉS, D.; GÓMEZ, J.; MÉNDEZ, M.; MANCHA, H. Effect of nitrogen on the microstructure and mechanical properties of a Co–Cr–Mo alloy. ***Materials Design***, v.17, p. 79-83, 1996.

ESPITIA, L.A.; DONG, H.; LI, X.Y.; PINEDO, C.E.; TSCHIPTSCHIN, A.P. Cavitation erosion resistance and wear mechanisms of active screen low temperature plasma nitrided AISI 410 martensitic. ***Wear***, v. 332-333, p. 1070-1079, 2015.

ESPITIA, L.A.; TORO, A. Cavitation resistance, microstructure and surface topography of materials used for hydraulic componentes. ***Tribology International***, v.43, p. 2037–2045, 2010.

ESPITIA, L.A.; VARELA, L.; PINEDO, C.E.; TSCHIPTSCHIN, A.P. Cavitation erosion resistance of low temperature plasma nitrided martensitic stainless steel. ***Wear***, v. 301, p. 449-456, 2013.

EULER, L. Theorie plus compiette des machines qui sont mises en mouvement par la reaction de l'eau. ***Mémoires de l'académie des sciences de Berlin***, v. 10, p. 227–295, 1754.

FALQUETO, L. E.; BUTKUS, D.J.; DE MELLO, J.D.B.; BOZZI, A.C.; SCANDIAN, C. Sliding wear of cobalt-based alloys used in rolling seamless tubes. ***Wear***, v. 376-377, p. 1739-1746, 2017.

FARGES, G.; DEGOUT, D. Interpretation of the indentation size effect in vickers microhardness measurements-absolute hardness of materials. ***Thin Solid Films***, v.181, p. 365, 1989.

FEWELL, M.P.; MITCHELL, D.R.G; PRIEST, J.M.; SHORT, K.T.; COLLINS, G.A. The nature of expanded austenite. ***Surface Coatings and Technology***, v. 131, p. 300-306, 2000.

FORMOSA, D.; HUNGER, R.; SPITERI, A.; DONG, H.; SINAGRA, E.; BUHAGIAR, J. Corrosion behaviour of carbon S-phase created on Ni-free biomedical stainless steel. ***Surface and Coatings Technology***, v. 206, p. 3479-3487, 2012.

FOSSATI, A.; BORGIOLI, F; GALVANETTO, E.; BACCI, T., Glow discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment time. ***Surface and Coatings Technology,*** v. 200, p. 3511, 2006.

FRANCO JÚNIOR, A. **Obtenção de revestimentos dúplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13.** 196 p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica (Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Universidade de São Paulo, São Paulo. 2003.

FRENK, A.; KURZ, W. Microstructural effects on the sliding wear resistance of a cobalt based alloy. ***Wear***, v. 174, p. 81-91, 1994.

FU, W.; ZHENG, Y.; HE, X. Resistance of a high nitrogen austenitic steel to cavitation erosion. ***Wear***, p. 788–791. 2001.

GARZÓN, C. M.; THOMAS, H.; DOS SANTOS, J.F.; TSCHIPTSCHIN, A. P. Cavitation erosion resistance of a high temperature gas nitrided duplex stainless steel in substitute ocean water. ***Wear***, v. 259, n 1-6, p145-153, 2005.

GEDDES, B.; LEON, H.; HUANG, X. Superalloys: Alloying and Performance. ***ASM International,*** 2010.

GODOY, C.; MANCOSU, R. D.; LIMA, M. M.; BRANDÃO, D.; HOUSDEN, J.; AVELAR-BATISTA, J. C. Influence of plasma nitriding and PAPVD $CR_{1-X}N_X$ coating on the cavitation erosion resistance of an AISI 1045 steel. ***Surface & Coatings Technology***, v.200, p. 5370–5378, 2006.

GOTTARDI, G.; TOCCI, M.; MONTESANO, L.; POLA, A. Cavitation erosion behaviour of an innovative aluminium alloy for Hybrid Aluminium Forging. ***Wear***, v. 394–395, p.1–10, 2018.

GRAJALES, D. H. M.; OSPINA, C. M. G.; TSCHIPTSCHIN, A. P. Avaliação da resistência ao desgaste erosivo gerado por cavitação em aços inoxidáveis austeníticos com alto teor de nitrogênio: estudo dos mecanismos de desgaste. ***Revista Escola de Minas***, v.63, n.1, p.147-152, 2010.

GRAJALES, D. H. M.; OSPINA, C.M.G.; TSCHIPTSCHIN, A. P. Mesoscale plasticity anisotropy at the earliest stages of cavitation-erosion damage of a high nitrogen austenitic stainless steel. ***Wear,*** v. 267, n. 1-4, p. 99-103, 2009.

GRAJALES, D.H.M.; PINEDO, C.E.; TSCHIPTSCHIN, A.P. Improvement of the cavitation erosion resistance of UNS S31803 stainless steel by duplex treatment. ***Surface and Coatings Technology,*** v. 205, p. 1552–1556, 2010.

HAMMITT, F.G. Cavitation and multiphase flow phenomena. ***McGraw-Hill International Book Co***. New York, 1980.

HANSSON, I.; MORCH, K, A. The dynamics of cavity clusters in ultrasonic (vibratory) cavitation erosion. ***Journal of Applied Physics***, v. 51, p. 4651, 1980.

HATTORI, S.; MIKAMI, N. Cavitation erosion resistance of stellite alloy weld overlays, ***Wear,*** v.267, p. 1954–1960, 2009.

HEATHCOCK, C.J.; BALL, A.; PROTHEROE, B.E. Cavitation erosion of cobalt-based stellite alloys, cemented carbides and surface-treated low alloy steels. ***Wear,*** v. 74, p. 11-26, 1981.

HIRSCH, T.; CLARKE, T.G.R.; ROCHA, A.S. An in-situ study of plasma nitriding. ***Surface & Coatings Technology***, v. 201, p.6380–6386 2007

HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A. Coatings Tribology – Properties, Mechanisms, Techniques and applications in surface engineering. ***Elsevier***, 2ª Ed., v.56, 2009.

HOSFORD, W.F. Mechanical Behavior of Materials. ***Cambridge University Press***, 2005.

HOWATSON, A.M**. Descargas Eléctricas en Gases**. Madrid, Urmo, p.198, 1965.

HUANG, P.; LÓPEZ, H. F. Effect of grain size on development of athermal and strain induced ε martensite in Co-Cr-Mo implant alloy. ***Material Science and Technology***, v. 15, p. 157-164, 1999.

HUTLI, E.A.F.; NEDELJKOVIC, M.S.; RADOVIC, N.A. Mechanics of submerged jet cavitating action: material properties, exposure time and temperature effects on erosion**. *Archive of Applied Mechanics*,** v. 78, p. 329–341, 2008.

ICHII, K.; FUJIMURA, K.; TAKASE, T. Structure of the ion-nitrided layers of 18-8 stainless steel. ***Technology Report of the Kansai University****,* v. 27, p. 135-144, 1986.

ISHIDA, K.; NISHIZAWA, T. The Co-Cr (Cobalt-Chromium) system. ***Bulletin of Alloy Phase Diagrams***, v.11(4), p.357–370, 1990.

JIMÉNEZ, L. B. V. **Estudo dos micromecanismos de dano por cavitação em aço inoxidável UNS S 31803 de alto teor de nitrogênio com e sem encruamento**. 104 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2014.

JONES, C.K.; MARTIN, S.W.; STURGES, D.J. Heat Treatment. ***The Metals Society***, p. 71-77, 1973.

KARIMI, A.; AVELLAN, F. Comparison of erosion mechanisms in different types of cavitation, ***Wear***, v.113, p. 305, 1986.

KARIMI, S.; NICKCHI, T.; ALFANTAZI, A. Effects of bovine serum albumin on the corrosion behaviour of AISI 316L, Co-28Cr-6Mo, and Ti-6Al-4V alloys in phosphate buffered saline solutions. ***Corrosion Science***, v.53, p.3262–3272, 2011.

KIKUCHI, K.; HAMMITT, F. Effect of separation distance on cavitation erosion of vibratory and stationary specimens in a vibratory facility. ***Wear***, v. 102, p. 211-225, 1985.

KIM, H. K.; CHAHINE, G.; FRANC, J.P.; KARIMI, A. Advanced Experimental and Numerical Techniques for Cavitation Erosion Prediction. ***Springer***, v.106, 2014.

KIM, J.H.; NA, K.S.; KIM, G.G.; YOON, C.S.; KIM, S.J. Effect of manganese on the cavitation erosion resistance of iron–chromium–carbon–silicon alloys for replacing cobalt-based stellite. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 352, p.85–89, 2006.

KLARSTROM, D.; CROOK, P.; WU, J. Metallography and microstructures of cobalt and cobalt alloys in ***Metallography and Microstructures*,** ASM Handbook, v.9, p. 762–774, 2004.

KNAPP, R.T.; DAILY, J.W.; HAMMITT, F.G. Cavitation. ***MacGrawHill***. New York, 1970.

KREFTING, D.; METTIN, R.; LAUTERBORN, W. High-speed observation of acoustic cavitation erosion in multibubble systems ***Ultrasonics Sonochemistry***, v.11, p, 119–123, 2004.

KRELLAA, A. K.; CZYŻNIEWSKIB, A.; GILEWICZB, A.; KRUPAA, A. Cavitation erosion of CrN/CrCN multilayer coating. ***Wear***, v. 386–387, p. 80–89, 2017.

KRUMENACKER, L. ***Contribution à la prévision de l'érosion de cavitation à partir de simulations numériques : proposition d'un modèle à deux échelles pour l'estimation du chargement imposé en paroi par le fluide.*** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica, Mecânica dos Fluidos) - Université de Grenoble Alpes. França, 2015. Disponível em: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01170332>. Acesso em: 17/05/2018.

LAMPE, T.; EISENBERG, S.; LAUDIEN, G. Compound layer formation during plasma nitriding and plasma nitrocarburising. ***Surface Engineering***, v.9, p.69-76, 1993.

LEYLAND, A.; LEWIS, D.B.; STEVENSOM, P.R.; MATTHEWS, A. Low temperature plasma diffusion treatment of stainless steels for improved wear resistance. ***Surface and Coating Technology***, v.62, p.608–617, 1993.

LI, G. J.; PENG, Q.; LI, C.; GUI-JIANG, L., QIAN PENG, CONG LI, YING WANG, JIAN GAO, SHU-YUAN CHEN, JUN WANG, BAO-LUO SHEN. Effect of DC plasma nitriding temperature on microstructure and dry-sliding wear properties of 316L stainless steel. ***Surface and Coatings Technology***, v. 202, p. 2749, 2008.

LI, X.Y.; HABIBI, N.; BELL, T.; DONG, H. Microstructural characterization of a plasma carburized low carbon Co–Cr alloy. ***Surface Engineering***, v. 23, p. 45–51, 2007.

LIU, R.; LI, X.; HU, X.; DONG, H. Surface modification of a medical grade Co-Cr-Mo alloy by low-temperature plasma surface alloying with nitrogen and carbono. ***Surface & Coatings Technology,*** v. 232, p. 906-911, 2013.

LIU, W.; ZHENG, Y.G.; LIU, C.S.; YAO, Z. M.; KEA, W. Cavitation erosion behavior of Cr–Mn–N stainless steels in comparison with 0Cr13Ni5Mo stainless steel. ***Wear***, v. 254, p. 713–722, 2003.

LO, K.H.; KWOK, C.T.; WANG, K.Y.; WENJI AI. Implications of solution treatment on cavitation erosion and corrosion resistances and synergism of austenitic stainless steel. ***Wear***, v. 392–393, p.159–166, 2017.

LUO, X.; LI, X.; SUN, Y.; DONG, H. Tribocorrosion behavior of S-phase surface engineered medical grade Co–Cr alloy. ***Wear***, v.302, p. 1615–1623, 2013.

MAHBOUBI, F.; ABDOLVAHABI, K. The effect of temperature on plasma nitriding behaviour of DIN 1.6959 low alloy steel. ***Vacuum***, v.81, p. 239–243, 2006.

MANIKA,I.; MANIKS, J. Size effects in micro- and nanoscale indentation. ***Acta Materialia***, v.54, p. 2049–2056, 2006.

MARCHEV, K. ; COOPER, C. V.; BLUCHER; J. T.; GIESSEN, B. C. Condition for the Formation of a Martensitic Single-phase Compound Layer in Ion-nitrided 316L Austenitic Stainless Steel. ***Surface and Coating Technology***, v.99, p.225–228, 1998.

MARQUES, F.P.; BOZZI, A.C.; SCANDIAN, C.; TSCHIPTSCHIN, A.P. Microabrasion of three experimental cobalt-chromium alloys: Wear rates and wear mechanisms. ***Wear*****,** v. 390-391, p. 176-183, 2017a.

MARQUES, F.P.; SCANDIAN, C.; BOZZI, A.C.; FUKUMASU, N.K.; TSCHIPTSCHIN, A.P. Formation of a nanocrystalline recrystallized layer during microabrasive wear of a cobalt-chromium based alloy (Co-30Cr-19Fe). ***Tribology International***, v.116, p. 105–112, 2017b.

MEGED, Y. Modeling of the initial stage in vibratory cavitation erosion tests by use of a Weibull distribution. ***Wear***, v.253, p. 914–923, 2002.

METIN, E.; INAL, O.T. Formation and growth of iron nitrides during ion-nitriding. ***Journal of Materials Science***, v. 22, p. 2783-2788, 1987.

MEZLINI, S.; KAPSA, PH.; ABRY, J.C.; HENON, C.; GUILLEMENET, J. Effect of indenter geometry and relationship between abrasive wear and hardness in early stage of repetitive sliding. ***Wear,*** v. 260, p.412-421, 2006.

MILLS, D.; KNUTSEN, R. An investigation of the tribological behaviour of a high-nitrogen CrMn austenitic stainless steel. ***Wear***, v. 215, p. 83–90, 1998.

MINETA, S.; NAMBA, S.; YONEDA, T.; UEDA, K.; NARUSHIMA, T. Carbide Formation and Dissolution in Biomedical Co-Cr-Mo Alloys with Different Carbon Contents during Solution Treatment. ***Metallurgical and Materials Transactions A,*** v. 41A, p.2129-2138, 2010.

NAKAO, E.; HATTORI, S. Cavitation erosion mechanisms and quantitative evaluation based on erosion particles. ***Wear***, v. 249, p. 839-845, 2001.

NIEDERHOFER, P.; HUTH, S. Cavitation erosion resistance of high interstitial CrMnCN austenitic stainless steels. ***Wear***, v. 301,p. 457–466, 2013.

NOLI, F.; PICHON, L.; ÖZTÜRK, O. The influence of plasma-based nitriding and oxidizing treatments on the mechanical and corrosion properties of CoCrMo biomedical alloy. ***Metallurgical and Materials Transactions A,*** v. 49, p.1383, 2018.

OSTERMAN, A.; BACHERT, B.; SIROK, B.; DULAR, M. Time dependent measurements of cavitation damage. ***Wear***, v. 266, p. 945–951, 2009.

ÖZTÜRK, O.; FIDAN, M.; MÄNDL, S. MFM imaging of expanded austenite formed on 304 SS and CoCrMo alloys. ***Surface & Coatings Technology***, v. 256,p. 15–22, 2014.

PARK, I.-C., KIM, S.-J. Cavitation erosion behavior in seawater of electroless Ni-P coating and process optimization using Taguchi method. ***Applied Surface Science***, Article *in press*, 2018.

PICHON, L.; OKUR, S.; ÖZTÜRK, O.; RIVIÈRE, J.P.; DROUET, M. CoCrMo alloy treated by floating potential plasma assisted nitriding and plasma-based ion implantation: Influence of the hydrogen content and of the ion energy on the nitrogen incorporation. ***Surface and Coatings Technology***, v. 204, n.18-19, p. 2913-2918. 2010.

PINEDO, C. E. **Estudo Morfológico e Cinético da Nitretação por Plasma Pulsado do Aço Inoxidável Martensítico AISI 420**. 203p. Tese (Doutorado em Ciências na

Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2000.

PLESSET, M. S.; DEVINE, R. E. Effect of exposure time on cavitation damage, ***Journal of Basic Engineering***, v. 88, p.691-699, 1966.

PODGORNIK, B.; VIZINTIN, J.; LESKOVSEK, V. Tribological properties of plasma and pulse plasma nitrided AISI 4140 steel. ***Surface and Coatings Technology***, v. 108– 109, p. 454-460, 1998.

PUKASIEWICZ, A. G. M. **Desenvolvimento de Revestimentos Fe-Mn-Cr-Si-Ni Resistentes à Cavitação Depositados por Aspersão ASP.** Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais e Processos) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais e Processos, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008.

PYE, D. Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing. ***ASM International.*** 2003.

RAMÍREZ, L.E.; CASTRO, M.; MÉNDEZ, M.; LACAZE, J.; HERRRERA, M.; LESOULT, G. Precipitation path of secondary phases during solidification of the CoCrMoC alloy. ***Scripta Materialia***, v.47, p. 811–816, 2002.

RAYLEIGH, L. On the pressure developed in a liquid during the colapse of a spherical cavity. ***Philosophical Magazine***, v.34, n1, p.94-98, 1917.

REED, R. C. The Superalloys: Fundamentals and Applications. ***Cambridge University Press***, 2006.

REMY, L.; PINEAU, A. Twinning and strain induces FCC -> HCP transformation in the Fe-Mn-Cr-C system. ***Materials Science and Enginering***, v.26, p.99-107, 1977.

RIBEIRO, H. O. **Desenvolvimento de ligas para revestimentos por PTA resistentes à cavitação.** 145 p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2007.

RICHMAN, R.H.; McNAUGHTON, P. Correlation of cavitation erosion behavior with mechanical properties of metals. ***Wear***, v.140, p. 63-83, 1990.

ROMERO, M, C. **Sobre o comportamento em erosão-cavitação da liga Co-30Cr-19Fe nas condições metalúrgicas fundida, solubilizada, encruada e nitretada em baixa temperatura.** 131 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2018.

ROMO, S.A; SANTA, J.F.; GIRALDO, J.E.; TORO, A. Cavitation and high-velocity slurry erosion resistance of welded Stellite 6 alloy***. Tribology International,*** v.47, p.16-24, 2012.

RUSSEL, A. M.; LEE, K. L. Structure property relations in nonferrous metals. ***John Wiley e Sons,*** 2005.

SANGWAL, K.; SUROWSKA, B.; BLAZIAK, P. Analysis of indentation size effect in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys. ***Materials Chemistry and Physics***, v.77, p. 511-520, 2002.

SANTA, J.F.; ESPITIA, L.A.; BLANCO, J.A.; ROMO, S.A.; TORO, A. Slurry and cavitation erosion resistance of thermal spray coatings. ***Wear***, v. 267, p.160–167, 2009.

SDS PLASMA. Arquitetura do reator de fonte pulsada. Disponível em: <http://sdsplasma.com.br/p3.html> Acesso: 27-08-2018.

SIMS, C.T. Contemporary view of cobalt-base alloys. ***J. Metals***, v. 21, p. 27–42, 1969.

SIMS, C.T. Superalloys: Genesis and Character. Superalloys II, ***John Wiley Sons,*** p. 3-26, 1987.

SMITH, W.F. ***Structure and properties of engineering alloys***. McGraw-Hill: USA, 1993.

SONOSYS. High frequency Ultrasonic Cleaning Systems. Disponível em: < https://sonosys.de/en/megasonic.html >. Acesso em: 15/5/2018.

SOUZA, E.C.N.; JUNIOR, A.R.F.; BOZZI, A.C. Carbonitretação a plasma em gaiola catódica da superliga Co-Cr-Fe em baixas temperaturas. ***Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo,*** v. 36, N°2, p. 59-63, 2017.

STELLA, J.; SCHÜLLER, E.; HEßING, C.; HAMED, O.A.; POHL, M.; STÖVER, D. Cavitation erosion of plasma-sprayed NiTi coatings. ***Wear,*** v.60, p.1020-1027, 2006.

STOLTZ, R. E.; VANDER SANDE, J.B. The Effect of Nitrogen on Stacking Fault Energy of Fe-Ni-Cr-Mn Steels. ***Metallurgical Transactions A***, v. 11, p. 1033, 1980.

SUN, T.; BELL, T. Plasma surface engineering of low alloy steel. ***Materials Science and Engineering,*** v.140, p.419–434, 1991.

SUN, Y.; BELL, T.; WOOD, G. Wear Behaviour of Plasma-Nitrided Martensitic Stainless Steel. ***Wear***, v.178, 131-138, 1994.

SUN, Y.; LI, X.; BELL, T. X-ray diffraction characterization of low temperature plasma nitrided austenitic stainless steels. ***Journal of Materials Science***, v. 34, p. 4793-4802, 1999.

TANG, C.H.; CHENG, F.T.; MAN, H.C. Laser surface alloying of a marine propeller bronze using aluminium powder. ***Surface and Coatings Technology***, v. 200, p. 2602-2609, 2006.

THAIWATTHANA, S.; LI, X.Y.; DONG, H.; BELL, T. Comparison studies on properties of nitrogen and carbon S phase on low temperature plasma alloyed AISI 316 stainless steel. ***Surface Engineering***, v.18:6, p.433-437, 2002.

TOMLINSON, W.J.; TALKS, M. G. Laser surface processing and the cavitation erosion of a 16 wt.% Cr white cast iron. ***Wear,*** v. 139, p.269-284, 1990.

TSCHIPTSCHIN, A. P.; PINEDO, C. E. Estrutura e propriedades do aço inoxidável austenítico AISI 316L Grau ASTM F138 nitretado sob plasma à baixa temperatura. **Revista Escola de Minas**, v. 63, n.1, p. 137-141, 2010.

U.S. Geological Survey. Mineral Commodity Summaries 2018. p. 50. 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.3133/70194932>

<https://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/cobalt/mcs-2018-cobal.pdf> Acesso em: 31-05-18

VAIDYA, S.; PREECE, C.M. Cavitation erosion of age-hardenable aluminum alloys. ***Metallurgical Transactions A***, v. 9, p. 299, 1978.

VIEIRA, L. B. **Análise do comportamento tribológico em ensaios de microabrasão da superliga de cobalto Co-30Cr-19Fe nitretada a plasma**. 117 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2017.

VYAS, B.; PREECE, C. Stress produced in a solid by cavitation". ***Journal of Applied Physics***, v. 47, p.5133, 1976.

WANG, L.; SHIJUN JI; SUN,J. Effect of nitriding time on the nitrided layer of AISI 304 austenitic stainless steel. ***Surface Coatings & Technology***, v. 200, pp. 5067-5070, 2006.

WANG, Q.; HUANG, C.; ZHANG, L. Microstructure and Tribological Properties of Plasma Nitriding Cast CoCrMo Alloy. ***Journal of Materials Science and Technology***, v. 28(1), p. 60–66, 2012.

WANG, Q.; ZHANG, L.; SHEN, H. Microstructure analysis of plasma nitrided cast/forged CoCrMo alloys, ***Surface & Coatings Technology***, v. 205, n. 7, p. 2654-2660, 2010.

WANTANG, F.; YANGZENG, Z.; XIAOKUI, H. Resistance of a high nitrogen austenitic steel to cavitation erosion. ***Wear*** v. 249, p.788–791, 2001.

WILLIAMSON, D.L.; DAVIS, J.A.; WILBUR, P.J. Effect of austenitic stainless steel composition on low-energy, high-flux, nitrogen ion beam processing. ***Surface and Coatings Technology***, v. 103-104, p. 178-184, 1998.

WOODFORD, D.A. Cavitation-erosion-Induced phase transformations in alloys. ***Metallurgical Transactions***, v.3, p.1137-1145, 1972.

WU, J-H.; WANG, Y.; MA, F.; GOU, W-J. Cavitation erosion in bloods. ***Journal of Hydronamics***, v.29, p.724-727, 2017.

WU, S.K.; LIN, H.C.; YEH, C.H. A comparison of the cavitation erosion resistance of TiNi alloys, SUS304 stainless steel and Ni-based self-fluxing alloy. ***Wear***, v.244, p.85-93, 2000.

YAMANAKA, K.; MORI, M.; CHIBA, A. Effects of nitrogen addition on microstructure and mechanical behavior of biomedical Co–Cr–Mo alloys. ***Journal of the Mechanical Behaviour of Biomedical Materials,*** v. 29, p.417–426, 2014.

YOUNG, F.R. Cavitation. ***McGraw Hill Book Co***., New York, 1989.

ZHANG, S.; ZHAO, D. Aerospace materials handbook. ***CRC Press***, 2013.

ZHANG, X.F.; FANG, L. The effect of stacking fault energy on the cavitation erosion resistance of α-phase aluminium bronzes. ***Wear***, v. 253, p. 1105-1110, 2002.

ZHANG, Z. L.; BELL, T. Structure and corrosion resistance of plasma nitrided stainless steel. ***Surface Engineering***, v. 1-2, p. 131-136, 1985.

APÊNDICES

APÊNDICE A – PROCEDIMENTO PARA DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE

Neste procedimento foi utilizado um suporte disponível no laboratório TRICORRMAT, construído segundo a norma ASTM B3111-13 (2013). Três amostras foram utilizadas e os ensaios foram realizados de forma aleatória.

Previamente às medidas, as amostras foram limpas com álcool etílico e secas com jato de ar à temperatura ambiente. A massa de cada uma das amostras foi medida em uma balança analítica, modelo SATORIUS CP225D, com resolução de 0,01 mg. O ar ambiente foi mantido com temperatura controlada (23 +/- 1°C).

As medições foram realizadas em dois casos: massa A sem o suporte; e massa B com o suporte e com amostra imersa em água destilada. No primeiro caso, foram realizadas 15 medições para cada amostra em ambiente seco. Já no segundo caso, o número de medidas realizadas foi o mesmo, porém em ambiente úmido com auxílio de um suporte e um bécker com 500 mL de água destilada. Neste último, a tara da balança foi feita com o suporte e a temperatura de água destilada foi medida com um termômetro de mercúrio cuja resolução é de 0,5°C. A inserção das amostras foi feita de forma cuidadosa para evitar a formação de bolhas no interior do bécker. Desta forma, a densidade para cada réplica foi determinada conforme a Equação 4:

$$\rho = \frac{\rho_{h_2o}\ \overline{m_A}}{\overline{m_A} - m_B} \tag{4}$$

Onde ρ_{h_2o} é a densidade da água, m_Aé média da massa calculada no caso 1, e m_B é a massa calculada no caso 2.

A Tabela 15 apresenta os valores da densidade da água em função da temperatura.

Tabela 15 - Densidade de água livre de bolhas em função da temperatura.

Temperatura (°C)	Densidade (g/cm^3)
22,5	0,9976
23,0	0,9975
23,5	0,9974
24,0	0,9973
24,5	0,9972
25,0	0,9970

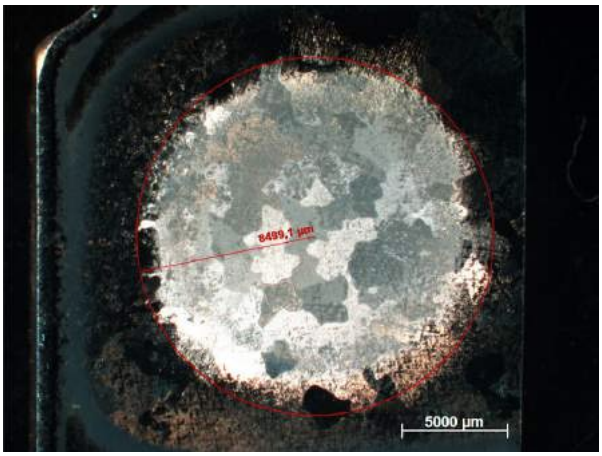
Fonte: Adaptado de ASTM B311-13.

APÊNDICE B – PROCEDIMENTO PARA ESTIMAR ÁREA CAVITADA

De acordo com a norma ASTM G32 (2016), a amostra a ser ensaiada deve ser usinada com diâmetro de 15,9 ± 0.05 mm a fim de ser enroscada na ponta do sonotrodo no método direto. Desta forma a área da região cavitada por ser calculada. Contudo, para o método indireto não há um procedimento definido pela norma para cálculo da mesma ou de tamanho de amostra padronizado.

Por isso, neste trabalho o procedimento utilizado para estimar a área cavitada foi através de análise de imagem. As imagens das amostras após o ensaio de cavitação vibratória foram feitas por estereoscopia ótica com aumento de 5 vezes, conforme pode ser visualizado na Figura 65, destacado pelo círculo em vermelho.

Figura 65 - Microestrutura da liga Co-30Cr-19Fe na condição nitretada N420 após 30 horas do ensaio de cavitação vibratória.



Fonte: Autor (2019).

Foi realizada análise da imagem da região cavitada para 3 amostras distintas após o tempo final de exposição ao ensaio de cavitação vibratória (30 horas).

APÊNDICE C – PROCEDIMENTO PARA ESTIMAR TAMANHO DE GRÃO

O método do intercepto linear ou de Heyn foi utilizado com objetivo de determinar os tamanhos médios de grão apresentados pelas amostras em diferentes condições.

Para estimativa do tamanho de grão, foram utilizadas imagens obtidas através do uso da Lupa Estereoscópica Digital, que se encontra no Laboratório de Caracterização de Superfície dos Materiais (LCSM) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). A seleção ocorreu entre as imagens que possuíam aumento de 5x, tendo em vista a nitidez dos grãos e seus contornos.

Sobre as imagens, foram traçados seguimentos de reta de comprimento L_t, conhecido, de modo que o número grãos (N) interceptados por esses segmentos pudessem ser contados com precisão.

Para contagem dos interceptos foi considerado que o ponto final da linha de teste L_t, é contado como 0,5 interseção quando toca o contorno de grão. Quando a linha de teste aparentemente coincidir com a junção de três grãos é contado como 1,5 interseção e quando a linha de teste tangencia o contorno de grão é contado como 1 interseção.

Desta forma, o número de interceptos por unidade de comprimento (N_L), pode ser calculado de acordo com a Equação (5).

$$N_L = \frac{N}{L_t} \tag{5}$$

Com o número de interceptos por unidade de comprimento (N_L) conhecido, é possível calcular através da Equação (6) o comprimento do intercepto médio linear ($\bar{L}$).

$$\bar{L} = \frac{1}{N_L} \tag{6}$$

APÊNDICE D – PROCEDIMENTO PARA DETERMINAÇÃO DA PROFUNDIDADE DE INDENTAÇÃO

Os valores para determinação da profundidade de indentação foram calculados segundo a norma ASTM E92 (2017). A diagonal da indentação d para o ensaio de dureza Vickers pode ser estimada a partir da Equação (7) abaixo.

$$HV = \frac{F}{A} \cong \frac{1{,}8544\,F}{d^2} \tag{7}$$

Onde F é a carga em kgf e d é dada em milímetros.

A profundidade da indentação h pode ser calculada pela seguinte Equação (8):

$$h = \frac{d}{2\sqrt{2}\,\tan(\theta/2)} \cong \frac{d}{7{,}006} \tag{8}$$

Os valores calculados pelas equações e com as medidas de espessura realizadas no MO, estão dispostas na Tabela 16.

Tabela 16 - Diagonal e profundidade de indentação calculadas para cada condição nitretada.

Condição	$HV_{(0,01)}$	Espessura MO (μm)	d	h
N380	1088,3	5	0,00412	0,589192
N400	1357,8	9,85	0,00369	0,527489
N420	1460,9	12,09	0,00356	0,508535

Fonte: Autor (2019).