

MICROABRASÃO DO FERRO SINTERIZADO E OXIDADO A VAPOR: MECANISMOS DE DESGASTE

Washington Martins da Silva Junior ¹

Roberto Binder ²

José Daniel Biasoli de Mello ³

Resumo

Estudos anteriores mostram que o tipo de abrasivo pode alterar o mecanismo de desgaste na microabrasão do ferro sinterizado e oxidado a vapor. O presente trabalho apresenta uma metodologia de análise tanto da influência da natureza dos abrasivos nos mecanismos de desgaste como o papel da porosidade aberta na microabrasão destes materiais. As amostras utilizadas neste trabalho são de pó de ferro atomizado, peneirado em quatro faixas de tamanhos (<65; 65-90; 90-125; > 125 μm), compactado a 300, 400, 500 e 600 MPa, sinterizados a 1120 °C por 30min. e ferroxidados a 540 °C por 2 horas. Foram realizados testes de microabrasão do tipo esfera livre, com a força normal de $0,22 \pm 1$ N, velocidade tangencial fixa em $0,11 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ e concentração de abrasivos de $0,75 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Realizou-se uma deposição química de cobre (metálico) sobre as amostras levemente limpas, logo após os ensaios. A superfície desgastada, com a presença dos abrasivos, foi observada via MEV. Esta metodologia permitiu “congelar” a condição dinâmica atuante na superfície desgastada. Observou-se a tendência das partículas ocuparem os poros que permanecem abertos na superfície durante o desgaste. Quando houve o deslizamento das partículas (microriscamento/microsulcamento) observou-se que estes permaneceram alinhados, enquanto que no mecanismo de rolamento dos abrasivos (indentação múltipla) estes permaneceram dispersos sobre a superfície.

Palavras-chave: Microabrasão; Ferro sinterizado; Tratamento a vapor.

MICROBRASION OF STEAM TREATED SINTERED IRON: ABRASIVE WEAR MECHANISMS

Abstract

Steam oxidized sintered iron-based materials have been used for load bearing parts in sliding contacts. The removal of the superficial oxide layer, its fragmentation and transfer to the counter-body associated with metallic debris generation, induces the formation of hard debris particles acting as abrasives on the tribological system. This work reports a new methodology to analyse the influence of abrasive nature and open porosity on wear mechanisms. The specimens were produced from atomised iron powders of four different size (<65; 65-90; 90-125; > 125 μm). They were compacted at four different pressures (300, 400, 500 and 600 MPa), sintered for 30min at 1120 °C and then subjected to continuous steam treatments at 540 °C for 2 h. The micro-abrasion tests were conducted under constant load and speed conditions. Two exogenous (Al_2O_3 and SiO_2) and one endogenous (Fe_2O_3) abrasive were used. After test the specimens were chemically attacked by a solution over saturated by aqueous CuCl_2 . This attack produces a thin copper layer coating both the worn surface and the remaining abrasive grits allowing the analysis of their distributions in the surface itself as well as their interactions with the pores. SEM microscopy analysis showed that the abrasive wear mechanisms were determined by the abrasive particle features.

Key words: Micro-abrasion; Sintered iron; Steam treatment.

¹ Mestre em Ciências, Laboratório de Tribologia e Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia - MG - washington@mecanica.ufu.br.

² Mestre em Ciências, Empresa Brasileira de Compressores (EMBRACO-SA), Joinville - SC.

³ Professor Titular, Laboratório de Tribologia e Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia - MG - Itm-secretaria@ufu.br.

I INTRODUÇÃO

Inicialmente, o processo oxidação a vapor, ou ferroxidação, foi aplicado ao ferro sinterizado no intuito de selar a rede de poros característicos de forma econômica, permitindo a utilização deste material em sistemas que exigem a impermeabilidade à líquidos e gases. Este tratamento, também, mostrou-se efetivo na melhoria das propriedades superficiais destes materiais.⁽¹⁻⁸⁾ Além do fechamento da porosidade interconectada, a literatura mostra que o óxido formado na superfície e dentro da porosidade promove o aumento da dureza e melhoria das propriedades mecânicas como um todo, e da resistência ao desgaste em particular, assim como o decréscimo do coeficiente de atrito e aumento da resistência a meios moderadamente corrosivos. Entre as desvantagens da oxidação a vapor sobre materiais ferrosos sinterizados, temos a diminuição da resistência a tração, ductilidade e resistência ao impacto.⁽²⁻⁵⁾

De Mello e Hutchings,⁽⁹⁾ estudam o desgaste por deslizamento do tipo alternativo em amostras de ferro sinterizado e oxidado. Eles mostram que, durante o desgaste, a fragmentação de partículas de óxidos, assim como a deformação de partículas metálicas originadas da amostra e do contra-corpo, produz uma aderente e compacta camada de ferro e óxido de ferro. A degradação gradual e localizada da camada é o principal fator que controla o processo de desgaste. Estes autores mostram, claramente, que nos estágios finais da remoção da camada de óxido as partículas duras, originadas da fragmentação da camada, causam desgaste do tipo abrasivo, sendo este mecanismo o principal agente de degradação do sistema.

Outros autores,⁽¹⁰⁻¹⁵⁾ também, ressaltam a importância da presença das partículas de desgaste no comportamento global do desgaste de materiais sinterizados e oxidados. Entretanto, somente dois trabalhos de Amsellem e co-autores⁽¹⁵⁾ e Razavizadeh e Davies⁽¹⁶⁾ contemplam uma abordagem direta do comportamento em desgaste abrasivo.

Em trabalhos anteriores,⁽¹⁷⁻²⁰⁾ os autores do presente trabalho elaboraram um estudo detalhado sobre as implicações dos principais parâmetros de fabricação (pressão de compactação e do tamanho do pó de ferro) no desgaste abrasivo do ferro sinterizado e oxidado a vapor.

A resistência ao desgaste aumenta com o aumento da pressão de compactação e diminui com o aumento do tamanho do pó de ferro. O principal parâmetro microestrutural que influencia o coeficiente de desgaste é o tamanho do poro.

Poros grandes presentes na interface aumentam a severidade do sistema, pois servem de local preferencial para a fragmentação da camada externa de óxidos, aumentando, em consequência, a taxa de desgaste.⁽¹⁷⁻²⁰⁾

Também é reportado que, para a mesma condição de ensaio, a alteração do tipo de abrasivo leva à mudança do mecanismo de desgaste predominante.⁽¹⁸⁻²⁰⁾ É observado o mecanismo de indentação múltipla na superfície, decorrente do rolamento dos abrasivos, quando se usou alumina, enquanto que no desgaste usando sílica observou-se o microsulcamento/microriscamento decorrente do deslizamento das partículas sobre a amostra. Quando se utilizou hematita (Fe_2O_3) ocorreu o mecanismo de deslizamento das partículas.⁽¹⁸⁻²⁰⁾

Com o intuito de entender a influência dos poros que permanecem abertos durante o desgaste, neste trabalho é apresentada uma metodologia para a visualização dos abrasivos atuantes na interface. Além disto, esta metodologia permite analisar a condição dinâmica das partículas abrasivas no sistema e sua influência sobre o tipo de mecanismo de desgaste predominante na microabrasão do ferro sinterizado e oxidado a vapor.

2 METODOLOGIA

As amostras utilizadas neste trabalho foram fabricadas a partir de pó de ferro atomizado (Ancor Steel 1000B Höganäs). O pó de ferro foi peneirado em quatro diferentes faixas de tamanhos (<65; 65-90; 90-125; >125 μm), denotadas pelos números de 1 a 4, respectivamente. O pó foi misturado com um lubrificante sólido (estearato de zinco 0,8% em peso), sendo então compactado em quatro pressões diferentes: 300, 400, 500 e 600 MPa. A compactação foi realizada em uma prensa industrial de dupla atuação. As superfícies testadas estavam em contato com os punções móveis. Após a compactação, as amostras foram sinterizadas em forno industrial com atmosfera controlada ($\text{N}_2 + 10\% \text{H}_2$) à temperatura constante de 1120 °C durante 25 a 30 minutos. Em seqüência, as amostras foram resfriadas à temperatura ambiente sendo, então, tratadas a vapor a uma temperatura de 540 °C por 2 horas num forno industrial contínuo. As amostras foram designadas usando a sigla Axy, onde x é a pressão de compactação (em MPa) dividida por 100, e y se refere ao tamanho do pó de ferro. Trabalhos anteriores^(6,9,17) mostram a caracterização deste material e enfatizam que a microestrutura é fortemente dependente dos parâmetros de fabricação (pressão de compactação e tamanho do pó de ferro). A camada de óxido forma-se uniformemente sobre toda a superfície, inclusive dentro dos poros, com uma espessura constante (3,5 – 4,0 μm) e independente das condições de processamento usadas. Difrações de raios X

mostram que a camada de óxidos é composta de magnetita (Fe_3O_4) e hematita (Fe_2O_3).⁽⁹⁾

A distribuição dos tamanhos e a morfologia dos abrasivos utilizados estão apresentadas em trabalhos anteriores.⁽¹⁸⁻²⁰⁾ A determinação da distribuição do tamanho das partículas abrasivas foi feita via difração a raio laser. A morfologia dos abrasivos foi caracterizada via microscopia eletrônica de varredura (MEV – Leo 940A – fabricante: Zeiss). A Tabela 2 apresenta a síntese destas características.

Tabela 1. Característica dos abrasivos.⁽¹⁸⁻²⁰⁾

Abrasivo	Dureza (HV)	Diâmetro médio da partícula (μm)	Morfologia
Alumina	1800 – 2000 ⁽²¹⁾	4,04	anguloso
Sílica	750 – 1260 ⁽²¹⁾	1,83	tende ao esférico
Hematita	1000 – 1050 ⁽²²⁾	0,92	tende ao esférico

A hematita apresenta o menor tamanho médio da partícula, aumentando da sílica para a alumina, que apresenta maior tamanho da partícula. As partículas de sílica e hematita tendem ao formato esférico, enquanto que as partículas de alumina tendem ao anguloso.⁽¹⁸⁻²⁰⁾

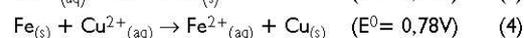
Os ensaios de desgaste abrasivo foram efetuados em um equipamento de microabrasão do tipo esfera livre.⁽²³⁾ Nesse tipo de equipamento a esfera gira sobre a amostra movida por um eixo motor. A amostra é fixa em um porta-amostra acoplado a uma célula de carga, que mede continuamente a força normal durante o teste.⁽²³⁾ A esfera, ou contra-corpo, é de aço inoxidável martensítico com um raio de 10 mm, sendo devidamente limpa antes de cada teste. O meio abrasivo é composto de partículas abrasivas em suspensão em água destilada, em uma concentração de 0,75 g de abrasivo por centímetro cúbico de água destilada. A vazão do abrasivo foi fixada em cerca de uma gota a cada 3 segundos. A rotação do eixo motor foi mantida em 150 rpm, gerando uma velocidade entre a superfície da esfera e a amostra de aproximadamente 0,11 m.s⁻¹. A força normal é medida através de uma célula de carga acoplada ao porta-amostra, sendo mantida em $0,22 \pm 0,01$ N com o sistema estático.⁽¹⁸⁻²⁰⁾

O estudo dos mecanismos de desgaste envolve a interação das partículas abrasivas com os poros, assim, foram realizadas séries de testes interrompidos em tempos pré-determinados. As amostras foram levemente limpas com algodão umedecido, e secas com ar quente. Em seqüência, estas amostras foram atacadas quimicamente com uma solução composta de: 6,14 g de cloreto cúprico (CuCl_2), 3,86 g de cloreto de amônia (NH_4Cl) e 100 g de água destilada. Nestas condições, a solução é supersaturada de CuCl_2 aquoso, que se dissocia de acordo com a Equação 1:



Quando este ataque é realizado, o ferro presente na superfície desgastada oxida de acordo com a Equação 2. O íon cúprico pode reagir com os elétrons livres de acordo com a Equação 3, gerando uma camada de cobre metálico sobre a

superfície onde o ferro está exposto. Esta camada de cobre metálico, Equação 4, recobre a superfície desgastada e as partículas abrasivas remanescentes permitindo a análise da distribuição das partículas sobre a superfície assim como sua interação com os poros. Assim, as amostras foram analisadas via MEV, após o recobrimento com ouro, segundo as reações:



3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 1 apresenta a disposição das partículas de sílica sobre a superfície desgastada em vários tempos de teste.

Observa-se, na Figura 1-d, o alinhamento das partículas de sílica quando é alcançado o regime permanente de desgaste. Este alinhamento segue a direção de movimento da esfera sobre a amostra.

Alguns testes realizados usando o abrasivo hematita são apresentados na Figura 2.

As Figuras 1 e 2 referem-se a amostras (pressão de compactação 600 MPa) que se caracterizam por apresentarem tamanhos de poro pequenos. É interessante notar que, nos instantes iniciais do processo de desgaste destas amostras, as partículas abrasivas entram nos poros iniciando o processo de fechamento dos mesmos, Figuras 1- a, 1- b e 2- a.

Na Figura 2 observam-se ainda detalhes interessantes sobre o ataque utilizado para a

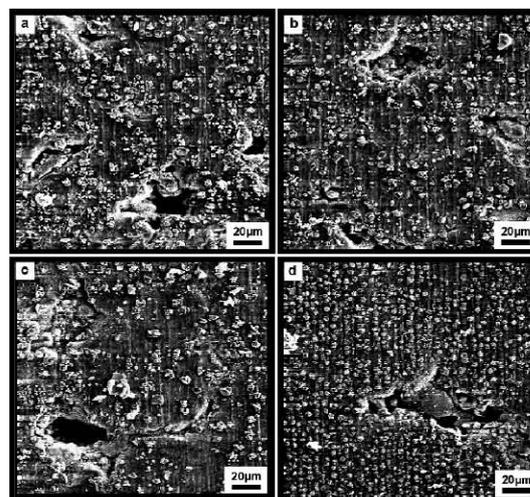


Figura 1. Disposição das partículas sobre a superfície desgastada. Tempo de teste: a- 10s, b- 30s, c- 100s e d- 360s. Amostra: A64. Abrasivo: sílica (SiO_2). MEV.

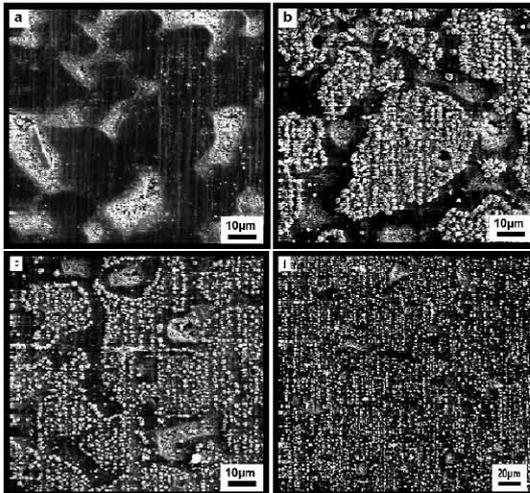


Figura 2. Partículas abrasivas sobre a superfície desgastada. Tempo de teste: a- 30s, b-30s, c- 100s, d- 240s. Amostra: A6 I. Abrasivo: hematita (Fe_2O_3). MEV.

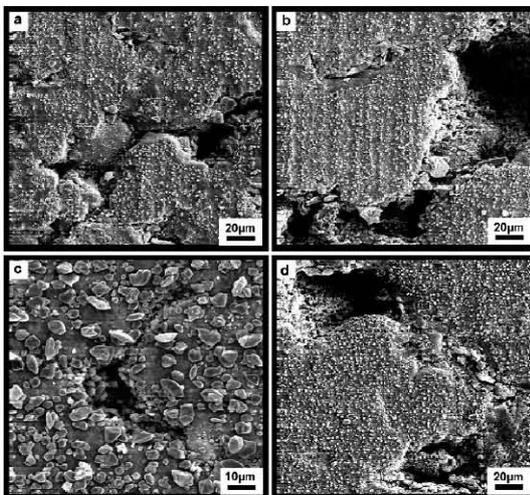


Figura 3. Disposição do abrasivo no desgaste. Tempo de teste: a- 10s, b- 20s, c-100s, d- 240s. Amostra: A34. Abrasivo: alumina (Al_2O_3). MEV.

fixação das partículas. A deposição de cobre concentra-se nas regiões onde o ferro está exposto. Observam-se, nas Figuras 2-b e c, faixas que se referem às regiões que predominam o óxido de ferro e áreas onde o ataque fixou as partículas, ou seja, que se referem a regiões desgastadas. Neste tempo de teste (100 segundos) o desgaste não se encontrava no regime permanente.

Observa-se, também, o alinhamento das partículas de hematita (Figura 2-d) na direção do movimento relativo das superfícies, quando se está no regime permanente de desgaste.

Na Figura 3, são apresentados alguns testes nos quais a alumina foi utilizada como abrasivo.

Esta figura apresenta uma amostra fabricada com baixa pressão de compactação (300 MPa) que se caracteriza pela presença de poros grandes. Nesta família de amostras, alguns poros permanecem abertos na superfície mesmo depois de atingido o regime permanente de desgaste. Observa-se que os poros grandes não são preenchidos com abrasivos durante o desgaste, Figura 3- c e d. Este fenômeno aumenta a severidade do sistema levando a maiores coeficientes de desgaste. Por outro lado, para as amostras que apresentam pequenos tamanhos de poro, a grande maioria dos poros permanece cheia de partículas abrasivas, Figuras 1- b, 1- c, 2- b e 2- c, reduzindo a severidade do desgaste.

Trabalhos anteriores,⁽¹⁸⁻²⁰⁾ dos presentes autores, mostram que o mecanismo de desgaste predominante neste sistema está intimamente relacionado com as características dos abrasivos (Tabela 1). A dureza do abrasivo está mais relacionada com a severidade do sistema tribológico, enquanto que o tamanho e a forma das partículas podem influenciar no mecanismo de rolamento ou deslizamento das mesmas. Fang e co-autores⁽²⁴⁾ mostram que as partículas mais esféricas tendem ao mecanismo de deslizamento sobre a amostra.

A capacidade da metodologia proposta para “congelar” a condição dinâmica atuante durante o processo de microabrasão é notável, em particular a habilidade de mostrar a distribuição das partículas abrasivas sobre a superfície. A distribuição das partículas “congeladas” sobre a superfície, Figuras 1-d, 4-d e 5-d, surpreendentemente reproduz a posição esperada dos abrasivos durante o processo de desgaste, em particular o alinhamento das partículas na condição em que houve o deslizamento do abrasivo sobre a amostra. Na condição de rolamento do abrasivo, Figura 3, há uma distribuição aleatória das partículas sobre a superfície.

4 CONCLUSÕES

A metodologia proposta, baseada na deposição ‘*in situ*’ de uma fina camada de cobre sobre a superfície desgastada e levemente limpa, obteve sucesso no sentido de promover o entendimento dos mecanismos envolvidos nas interações das partículas abrasivas com a superfície das amostras, e o papel dos poros no comportamento do desgaste.

Os diferentes tipos de abrasivos proporcionaram mecanismos de desgaste diferentes. Quando se utilizou o abrasivo alumina observou-se o mecanismo de rolamento do abrasivo sobre a amostra. Ao se utilizar sílica e hematita como abrasivos houve o deslizamento dos abrasivos.

Utilizando a metodologia proposta, observa-se que na condição onde o abrasivo rola sobre a superfície (alumina) as partículas encontram-se distribuídas aleatoriamente sobre a superfície. Na condição de deslizamento as partículas estão alinhadas de acordo com a direção do movimento da esfera, nos tempos de teste referentes ao regime permanente.

Em amostras fabricadas sob condições que promovem poros pequenos (altas pressões de compactação), o abrasivo penetra na porosidade preenchendo os poros ao longo do tempo, reduzindo a taxa de desgaste nestas amostras. Nas amostras

fabricadas com menores pressões de compactação os poros grandes permanecem abertos durante todo o desgaste, o que eleva a severidade do desgaste.

REFERÊNCIAS

- 1 MOLINARI, A.; STRAFFELINI, G. Dry sliding wear of ferrous PM materials. **Powder Metallurgy**, v. 44, n. 3, p 248-252, 2001.
- 2 BINDER, R. **Influência dos processos de ferroidação nas propriedades do ferro sinterizado**. 1996, 121p. Dissertação de Mestrado em Ciências dos Materiais – Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC.
- 3 FRANKLIN, P.; DAVIES, B. L. The effects of steam oxidation on porosity in sintered iron. **Powder Metallurgy**, v. 20, n.1, p. 11-16, 1977.
- 4 RAZAVIZADEH, K.; DAVIES, B. L. Influence of powder type and density on pore closure and surface hardness changes resulting from steam treatment of sintered iron. **Powder Metallurgy**, v. 22, n.4, p 187-192, 1979.
- 5 BEISS, P. Steam treatment of sintered parts. **Powder Metallurgy**, v. 34, n.3, p. 173-177, 1991.
- 6 MELLO, J. D. B.; BINDER, R.; KLEIN, A. N.; HUTCHINGS, I. M. Effect of compaction pressure and powder grade on microstructure and hardness of steam oxidised sintered iron. **Powder Metallurgy**, v. 44, n. 1, p 53-61, Janeiro de 2001.
- 7 VOLENÍK, K.; VOLRÁBOVÁ, H.; NEID, J.; SEBERÍNI, M. Structure of oxidation products of sintered steel in superheated steam. **Powder Metallurgy** v. 21, n.3, p. 149-154, 1978.
- 8 STRAFFELINI, G.; MOLINARI, A. Dry sliding behaviour of steam treated sintered iron alloys. **Wear**, v. 159, n. 1, p. 127-134, Novembro de 1992.
- 9 De MELLO, J. D. B.; HUTCHINGS, I. M. Effect of processing parameters on the surface durability of steam-oxidized sintered iron. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON WEAR OF MATERIALS, 13., 2001, Vancouver, Canada, **Wear**, v. 250, n.1-12, p. 435-448, Outubro de 2001.
- 10 BOZZI, A. C.; BINDER, R.; MELLO, J. D. B. Effect of industrial processing parameters on the surface durability of steam oxidised sintered iron. INTERNATIONAL TRIBOLOGY CONFERENCE -AUSTRIB '02, 6., dezembro de 2002, Perth, Austrália. **Proceedings of 6th International Tribology Conference – AUSTRIB 02**, p. 383-390.
- 11 EYRE, T. S.; WALKER, R. K. Wear of sintered materials. **Powder Metallurgy**, v. 19, n.1, p. 22-30, 1976.
- 12 GOPINATH, K. The Influence of speed on the wear of sintered iron based materials. **Wear**, v. 71, n.2, p 161-178, Setembro de 1981.
- 13 LIM, S. C.; BRUNTON, J. H. The unlubricate wear of sintered iron. **Wear**, v. 113, n. 3, p. 371-382, Dezembro de 1986.
- 14 LEHEUP, E. R.; ZHANG, D.; MOON, J. R. Fretting wear of sintered iron under low normal pressure. **Wear**, v. 221, n.2 p. 86-92, Outubro de 1998.
- 15 AMSALLEM, C.; GAUCHER, A.; GUILLOT, G. The unlubricate frictional behavior of sintered iron. **Wear**, v. 23, n. 1, p. 97-112, Janeiro de 1973.
- 16 RAZAVIZADEH, K.; DAVIES, B. L. The effects of steam treatments on the wear resistance of sintered iron and Fe-Cu alloys. **Wear**, v. 69, n.3, p. 355-367, Julho de 1981.
- 17 DE MELLO, J. D. B., HUTCHINGS, I. M. Surface Durability of Steam Oxidised Sintered Iron: Effect of Surface Topography. In: WORLD TRIBOLOGY CONGRESS, 2., 2001, Viena, Austria. **Key papers of 2nd World Tribology Congress – WTC**, p. 105-112.
- 18 SILVA, W. M.; BINDER, R.; MELLO, J. D. B. Abrasive wear of steam treated sintered iron. **Wear**, v. 258, n.1-4, p. 166-177, Janeiro de 2005.
- 19 SILVA, W. M.; BINDER, R.; MELLO, J. D. B. Efeito do tipo de abrasivo sobre o desgaste abrasivo do ferro sinterizado e oxidado a vapor. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 58., 2003, Rio de Janeiro. **Anais do 58º congresso anual da ABM**, São Paulo: ABM, julho de 2003. p 740-749.

- 20 SILVA, W. M. **Efeito da pressão de compactação e tamanho do pó de ferro na microabrasão do ferro sinterizado oxidado a vapor.** 2003, 98p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica – Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG.
- 21 HUTCHINGS, I. M. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials.** Boca Raton: CRC Press, 1992. 273 p.
- 22 STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology.** 2.ed. Butterworth– Heinemann, 2001. 744 p.
- 23 RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M. Theory and application of a micro-scale abrasive wear test. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 25, n.2, p 250-260, Março de 1997.
- 24 FANG, L.; KONG, X. L.; SU, J. Y.; ZHOU, Q. D. Movement patterns of abrasive particle in three-body abrasion. **Wear**, v.162-164, parte 2, p. 782-789, Abril de 1993.

Recebido em: 06/04/05

Aceito em: 15/12/05

Proveniente de: CONGRESSO ANUAL DA ABM - INTERNACIONAL, 59., 2004, São Paulo. São Paulo: ABM, 2004.