



XXVI CREEM

Congresso Nacional de Estudantes
de Engenharia Mecânica

ILHÉUS/ITABUNA - BAHIA



XXVI Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica,
CREEM 2019
19 a 23 de agosto de 2019, Ilhéus, BA, Brasil

ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE REVESTIMENTOS DE CARBONETO DE VANÁDIO TERMOFUNDIDO PARA DIFERENTES COMPOSIÇÕES DO SAL DE TERMODIFUSÃO

Erik de Souza Lago, eng.eriklago@gmail.com¹
José Victor Silva Duarte, victorcond15@gmail.com¹
Rafael Silvestre de Sena, rafa-silvestre@hotmail.com¹
Lucas Costa Sena, lucas7821@gmail.com¹
Lunno Cláudio Nascimento Cincurá, lunnocincura@gmail.com¹
Filipe Menezes Rosa, filipe.menezes.r@gmail.com²
Evaldo José Corat, evaldo.corat@inpe.br²
Djoille DennerDamm, djoilled.damm@hotmail.com^{2 3}
Rômulo Luís Fernandes Martins, rlfmartins@uesc.br¹
Danilo Maciel Barquete, danilo@uesc.br¹

¹Universidade Estadual de Santa Cruz, Campus Soane Nazaré de Andrade, Rodovia Jorge Amado, km 16, Bairro Salobrinho, Ilhéus-Bahia, CEP 45662-900 – Brasil,

²Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, Av. dos Astronautas, 1758 – Bairro Jardim da Granja, São José dos Campos-São Paulo, CEP 12227-010 – Brasil.

³Universidade Federal do Recôncavo da Bahia, Rua Rui Barbosa, 710 – Centro, Cruz das Almas-Bahia, CEP 44380-000 – Brasil.

Resumo: O estudo do carboneto de vanádio (VC) depositado sobre substratos de aço AISI O1 visa obter uma camada que possua dureza e resistência maior que o aço. Há também diversas pesquisas em curso para utilizar revestimentos de VC como camada intermediária, na deposição de filmes de diamante CVD sobre aços. Neste trabalho, para melhorar as propriedades mecânicas superficiais de substratos de aço, utilizamos o processo de termodifusão reativa. As amostras revestidas pelo processo de termodifusão reativa de carboneto de vanádio (TDVC) são de aço AISI O1. As propriedades da superfície revestida dependem de diversos parâmetros de processo, como temperatura, tipo de substrato e composição do sal de termodifusão. O efeito da variação na proporção dos reagentes formadores do sal de termodifusão nas propriedades do revestimento foi avaliado por microscopia de varredura, difratometria de raios X e por indentação mecânica. Os resultados obtidos demonstraram que o sal contendo 68% de bórax, em peso, permite a formação de revestimentos com maior resistência mecânica.

Palavras chave: Termodifusão, Carboneto de vanádio, Propriedades mecânicas, Sal de termodifusão.

1. INTRODUÇÃO

As propriedades mecânicas dos materiais definem o comportamento quando submetidos a carregamentos mecânicos. Este comportamento irá definir as propriedades desse material, como tenacidade, resiliência, ductilidade, dureza, resistência a tração, elasticidade, etc. (Callister, 2015). Existem mecanismos utilizados para melhorar algumas propriedades, ou modificar a estrutura do material de forma a conferir a ele novas características. Um dos mais comuns são os processos de tratamentos térmicos, que consistem em elevar a temperatura do material e resfriar de forma lenta ou rápida, de acordo com a propriedade e estrutura cristalina que se deseja.

Para se aumentar a dureza dos aços, o método mais usual é tratamento térmico de têmpera, resultando em valores de dureza da ordem de 60 HRC ou 9 GPa. Estudos vêm mostrando que a deposição de filmes finos sobre aços traz como resultado melhorias nas suas propriedades mecânicas (inclusive a dureza) (Garcez, 2017). Para utilização como revestimento de aços ferramenta AISI O1, o carboneto de vanádio termodifundido (VCTD) produz excelentes melhorias quanto ao aumento da dureza superficial, atingindo durezas da ordem de 30 GPa. Esse processo, chamado de difusão térmica reativa ou termodifusão, é responsável por fazer o crescimento de camadas de carboneto de vanádio sobre aços, por interações químicas entre o substrato de aço e o sal fundido formado pelos reagentes bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), pentóxido de vanádio (V_2O_5) e o carboneto de boro (B_4C).

Este trabalho tem como objetivo analisar as propriedades mecânicas de revestimentos de carboneto de vanádio termodifundido em substrato de aço ferramenta AISI O1, em especial, a dureza. Para verificar os efeitos da composição do sal de termodifusão nas propriedades mecânicas dos revestimentos serão realizadas caracterizações por difratometria de

raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e indentação superficial utilizando dispositivo de medição de dureza Rockwell.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Diversos estudos sobre processo de termodifusão de carboneto de vanádio têm sido realizadas nas últimas três décadas (Arai, 1991). O processo consiste em criar revestimentos de VC com espessuras de 12 a 16 μm , para aumentar de dureza e a resistência à abrasão de ferramentas de aço, principalmente para aplicação em processos de conformação plástica de metais. Uma das pesquisas atuais mais importantes dos revestimentos de VC é a sua utilização como camada intermediária única, para a deposição de filmes de diamante CVD sobre aços (Barquete, 2010). Existem diversas vantagens na união entre o diamante e o aço, dentre elas a combinação das propriedades mecânicas destes materiais se destaca para fabricação de ferramentas de corte para processos de fabricação, reduzindo de forma significada seu custo (Garcez, 2017).

2.1. SELEÇÃO DO SUBSTRATO

Diversos aços foram utilizados para realização do crescimento da camada de carboneto de vanádio (Arai, 1991). Resultados recentes mostram que aços ferramentas estão no topo da lista dos substratos mais bem-sucedidos para utilização do método de TRD nesta aplicação (Barros, 2005). Para essa aplicação deve se escolher um aço de boa qualidade, como os aços ferramentas, com elevado teor de carbono. Estudos mostraram que substratos com teor de carbono abaixo de 0,3% não permitem a formação de VC (Arai, 1991). Os aços ferramenta AISI D2 e D6 possuem elevado de carbono de 1,5 e 2,0% respectivamente, sendo indicados para o processo TDVC (Lopes, 2014). Os aços AISI 52100 também têm sido avaliados para serem revestidos com VC termofundido. O aço AISI O1 tem mostrado, além do elevado espessamento da camada de VC, a formação de fases que resultam em maior dureza e propriedades mecânicas adequadas para deposição de diamante (Silvia, 2019).

O aço ferramenta escolhido para ser utilizado neste trabalho foi o AISI O1, com uma faixa de 0,85 - 1,0% de carbono conforme a figura 1, com cerca de 3 vezes mais do que o mínimo admitido e alta possibilidade de formação de carboneto de vanádio.

Figura 1 – Amostras de aço AISI O1 para o processo TDVC (elaborada pelo autor).



3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Materiais

Para realizar este trabalho foram utilizados os seguintes materiais:

- Bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$);
- Pentóxido de vanádio (V_2O_5);
- Carboneto de boro (B_4C);
- Espátula;
- Balança com resolução de 0,01g;
- Almorafiz;
- Cadinho;
- Forno elétrico tipo mufla;
- 2 substratos de aço O1;
- 3 lixas de granulometria #150, #320 e #400;
- Politriz;
- Acetona;
- Pinças;
- Haste de metal;
- Luvas térmicas;
- Béquer;
- Aquecedor.

3.2. Preparação da amostra

As amostras de aço ferramenta AISI O1 foram cortadas de barras redondas com 19,2 mm de diâmetro, utilizando cortadeira metalográfica com refrigeração a água. As amostras foram lixadas em suas superfícies, para eliminar irregularidades e pontos de corrosão, em politriz metalográfica, utilizando lixas de granulometria #150, #320 e finalmente #400. As amostras também foram limpas com acetona para evitar oxidação antes de serem inseridas no cadinho.

3.3. Processo de termodifusão

O processo consiste na formação de um revestimento de carboneto, em banho de sal fundido. Neste processo os átomos de carbono, disponíveis na fase austenítica do substrato de aço, difundem-se para a superfície para reagir com os átomos de livres no sal, formando uma densa e metalurgicamente ligada fase de carboneto de vanádio (VC). (Damm et al., 2018)

O sal de termodifusão composto por bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), cuja função primária é fornecer um ambiente eletrolítico; pentóxido de vanádio (V_2O_5), que fornece o elemento formador de carboneto de vanádio; e o carboneto de boro (B_4C), que reduz o pentóxido de vanádio.

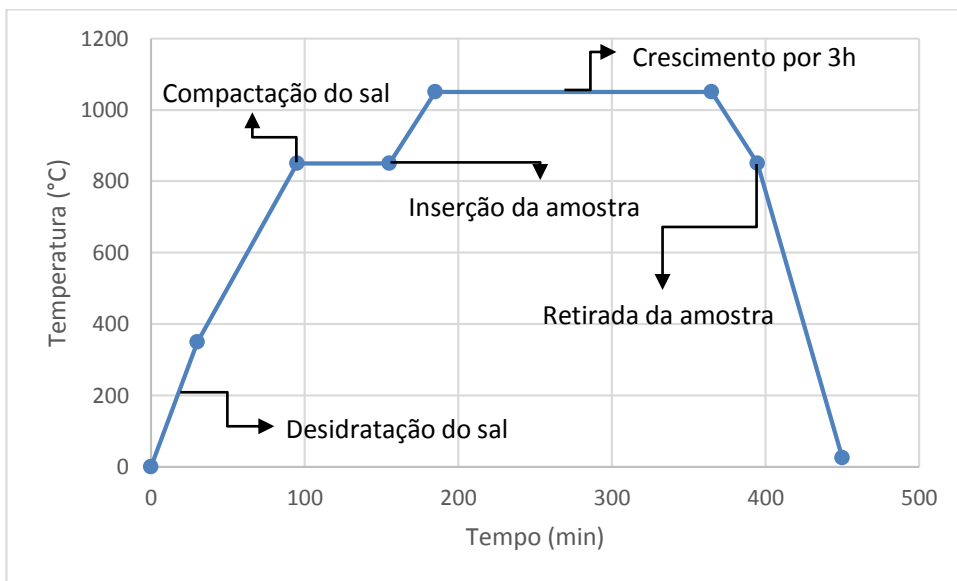
O processo de termodifusão é descrito através da tabela abaixo e tem as seguintes etapas: a – Preparação do sal: mistura dos reagentes em almofariz na proporção 68%, 24%, 8% em peso, respectivamente, e 75%, 20% e 5%, resultando 35 g massa de sal; transferência do sal para um cadinho; transporte para o forno a uma temperatura de 350°C para desidratar os sais; b – Compactação do sal: na temperatura de 850°C, retira-se o cadinho do forno para realizar a compactação do sal; o cadinho é reinsertado no forno, espera-se a temperatura se estabilizar novamente em 850°C, durante 30 minutos; c – Inserção da amostra: após os 30 minutos, retira o cadinho do forno e insere-se a amostra cobrindo-a completamente com o sal fundido. Em seguida, retorna-se o cadinho ao forno, e eleva-se a temperatura até 1050°C; d – Formação da camada de VC: após a estabilização da temperatura em 1050°C inicia-se a contagem do tempo de crescimento da camada de VC por 3h; e – retirada da amostra do cadinho: após 3h de processo, reduz-se a temperatura para 850°C, retira-se o cadinho do forno para remoção da amostra do cadinho e a coloca dentro do forno; f – amostra dentro do forno: com a amostra dentro do forno, desliga-se o forno para resfriamento lento, com o forno fechado e desligado, até a temperatura ambiente.

Tabela 1 – Termodifusão (Tempo e Temperatura conforme etapas) (elaborada pelo autor, 2019).

Termodifusão		
Etapas	Tempo (min)	Temperatura (°C)
a	0-30	25-350
	30-95	350-850
b	95-155	850
c	155-185	850-1050
d	185-365	1050
	365-395	1050-850
e	395-450	850-25
f	450	25

A figura 2, mostrada abaixo descreve o ciclo térmico do processo de termofusão conforme as temperaturas e tempo determinados em cada etapa.

Figura 2 – Ciclo do processo TDVC (elaborada pelo autor, 2019).



Foram realizadas seis termofusões. As três iniciais tinham a seguinte composição de sais: 75% de bórax (26,25g), 20% de V_2O_5 (7g) e 5% de B_4C (1,75g); as três últimas: 68% de bórax(23,8g), 24% de V_2O_5 (8,4g) e 8% de B_4C (2,8g), sendo que nos dois casos a massa total foi de 35 gramas.

3.4. Limpeza das amostras pós-termofusão

Depois de realizada cada termofusão retira-se excesso de sal que envolve a amostra, por imersão em água fervente em um béquer. Para que o excesso de sais seja completamente removido é necessário lixar a amostra, para que apenas a camada de VC fique sobre a ela; as granulometrias das lixas utilizadas foram #150 e #320. Como resultado, a figura 3 aponta a cor acinzentada do substrato após o revestimento.

Figura 3 – Substrato com revestimento de VC (elaborada pelo autor, 2019).



3.5. Caracterização

3.5.1. MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura)

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) permite a realização de estudos sobre a morfologia dos materiais. Podem ser obtidas informações sobre a espessura dos filmes finos e topografia das amostras analisadas, além de obter outras informações importantes pelo seu software. O equipamento consiste em bombardear o substrato com um feixe de elétrons acelerados, que faz uma varredura pela superfície do material condutor. No momento em que os elétrons penetram a amostra, interações ocorrem resultando na emissão de elétrons ou radiações; esta interação permite obter imagens

produzidas por elétrons retroespalhados, secundários e raios X. A partir da emissão de raios X próprios do material, é possível realizar análises para a composição química elementar da amostra (Girão, 2017).

3.5.2. DRX (Difratometria de Raios X)

A difratometria de raios X (DRX) é uma técnica utilizada para identificar e quantificar as fases cristalinas, determinar parâmetros de célula unitária, orientação de cristalinos, dentre outras aplicações. Dentre as mais diversas aplicabilidades, essa técnica já foi utilizada para poder identificar a formação das fases do carboneto de vanádio e o indicativo semiquantitativo das fases formadas (Garcez, 2019).

3.5.3. Durômetro

O aparelho de medir dureza realiza testes em diferentes escalas, que variam quanto à carga e quanto à geometria do indentador. O teste utilizado neste trabalho é o teste de indentação Rockwell, regido pela norma VDI 3198 como o método de análise qualitativo para verificação de aderência por comparação entre padrões disponibilizados pela norma, classificados de HF 1 a HF 6 (que vem do alemão *Hartfestigkeit* que significa Resistência a adesão) e a correlação com os modos de falha característicos de cada material (Dusselorf, 1991).

O ensaio consiste num penetrador de forma cônica com ponta de diamante 120°, que penetra a superfície do material, fazendo sobre ele deformação plástica. Os modos de falha e a aderência dependerão do conjunto substrato-revestimento e dos parâmetros estabelecidos no teste, como a geometria da peça, taxa de carregamento entre outros.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

As imagens do MEV das Figuras 4 e 5 mostram as características das marcas de indentação produzidas nas amostras de aço AISI pela aplicação da carga de 583 N através do durômetro.

Figura 4 – Formação de carboneto de vanádio com 68% de bórax (elaborada pelo autor, 2019).

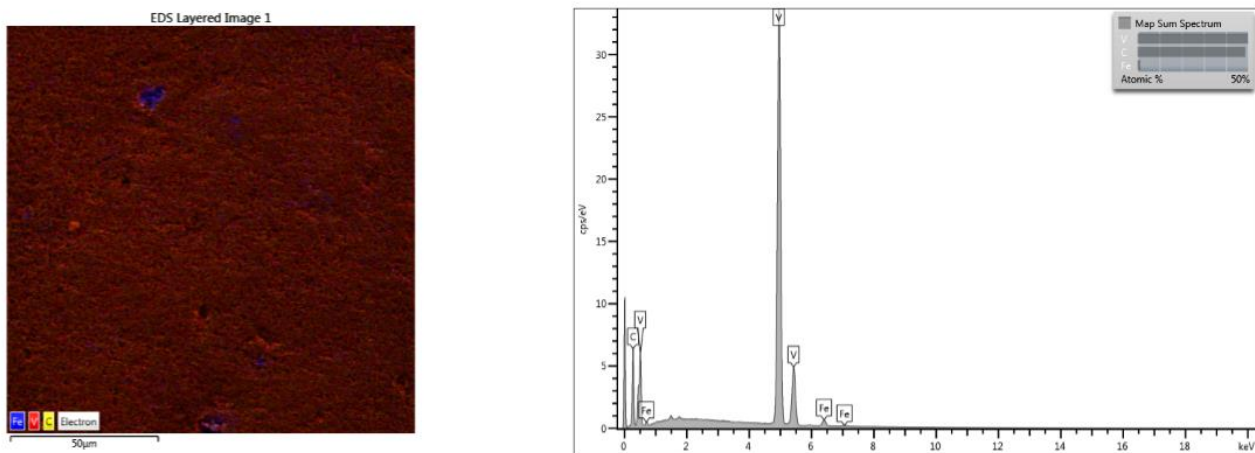
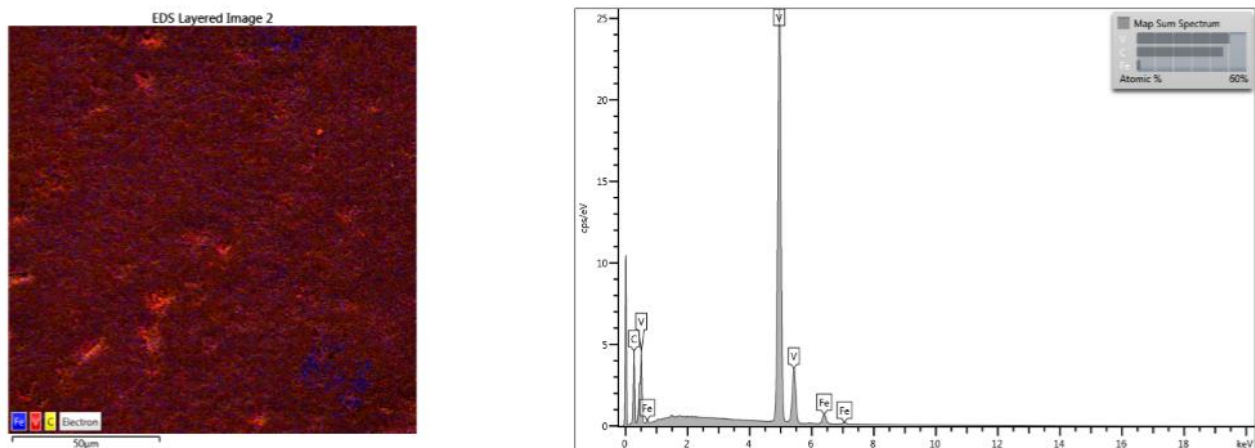


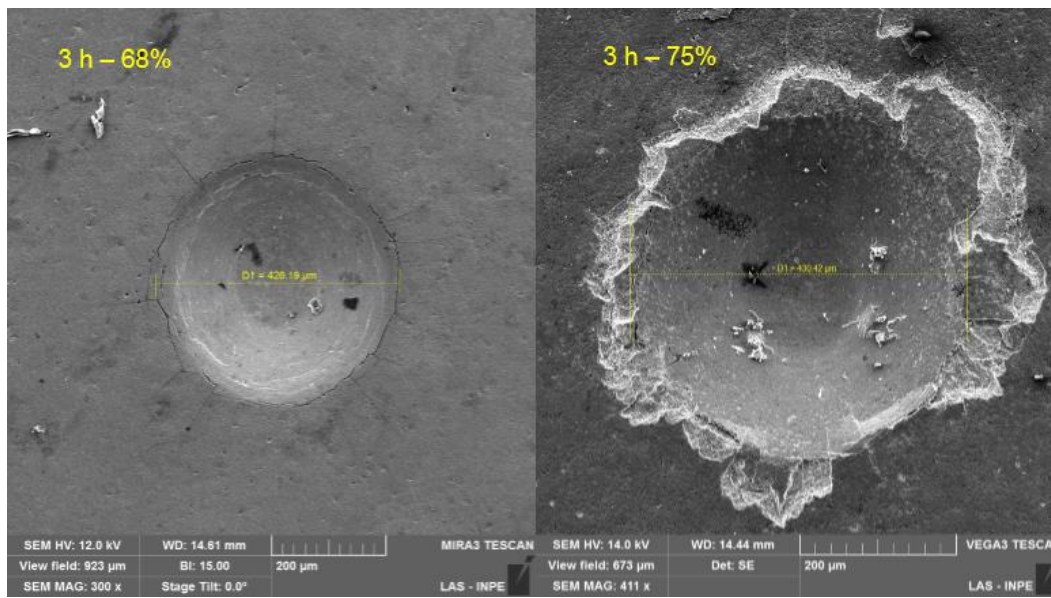
Figura 5 – Formação de carboneto de vanádio com 75% de bórax (elaborada pelo autor, 2019).



Ao analisar a superfície e verificar as concentrações de elementos na camada, percebe-se claramente o crescimento do vanádio na maior parte do substrato com alguns residuais de ferro. Ao observar o gráfico podemos verificar que os maiores picos são de vanádio (V) e carbono (C), ou seja, existe uma formação de carboneto de vanádio nos dois casos, tanto para 68% como para 75% de bórax.

Nas figuras 6 abaixo, temos a visualização das calotas formadas pelo indentedor do equipamento do ensaio de dureza, com carga de 583 N para ambos os casos.

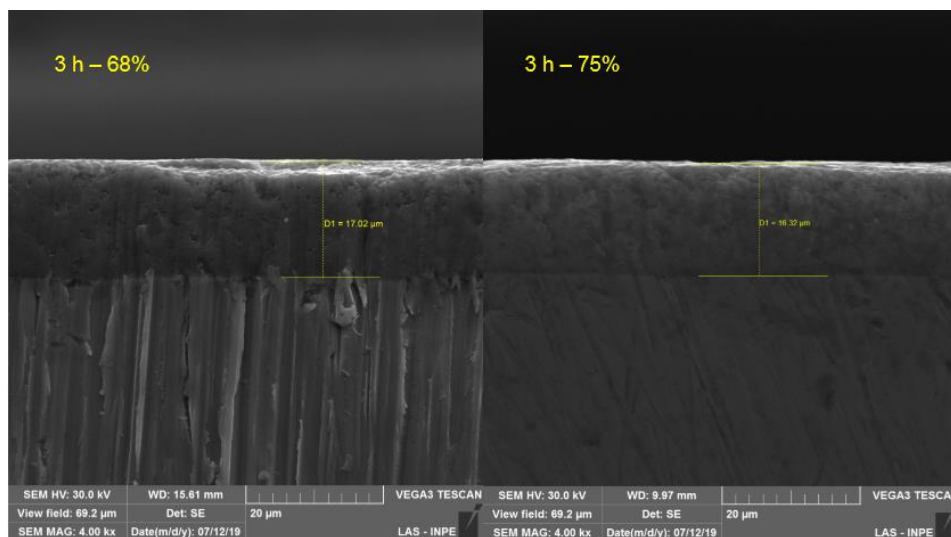
Figura 6 – Diâmetro da calota formada após indentação sobre camada de VC com 68% e 75% de bórax (elaborada pelo autor, 2019).



As marcas de indentação sobre os revestimentos de VC evidenciam o efeito da variação da composição do sal de vanadização na resistência mecânica da superfície. Na Figura 6, com 68% de bórax, existe formação de trincas circunferenciais no contorno da marca de indentação, e também no sentido radial. Não há nenhum tipo de delaminação ou separação de placas de revestimento, como ocorreu na amostra com 75% de bórax (Fig. 6). Estas características da amostra com 68% de bórax estão associadas à elevada aderência da camada de VC ao substrato de aço, além de boa tenacidade do revestimento.

Na figura pode se observar que existem poucas trincas circunferenciais e radiais, porém ocorrem delaminações com 75%. Isto demonstra pouca adesão da camada ao substrato e uma baixa tenacidade quando comparado com o substrato com 68%.

Figura 7 – Espessura da camada de VC a 68% e 75% (elaborada pelo autor, 2019).



A figura 7 expõe a realização de um corte segundo a seção transversal das amostras para obter a espessura da camada de carboneto de vanádio em cada caso. A diferença de 0,7 microns entre as espessuras das camadas demonstra que a alteração na composição do sal de TD não produziu diferença significativa na taxa de crescimento das camadas de VC.

A tabela 2 a seguir apresenta os resultados obtidos neste trabalho:

Tabela 2 – Resultados da comparação entre as composições de sal (elaborada pelo autor, 2019).

Composição (%)	Diâmetro da calota (μm)	Espessura da camada (μm)
68	426,19	17,02
75	430,42	16,32

Podemos observar que o diâmetro da calota de indentação aumenta com o aumento da porcentagem de bórax maior, demonstrando maior fragilidade da camada de VC. Além disso, a delaminação ou a separação de placas de revestimento da superfície do substrato indicam a aderência da camada de VC foi menor para a amostra que utilizou 75% de bórax na composição do sal.

5. CONCLUSÕES

Embora os resultados sejam bem similares quanto à espessura e a porosidade da camada de carboneto de vanádio, pode-se observar através da figura 3 que existe uma melhor adesão e maior tenacidade para a camada de VC que utilizou 68% de bórax na composição do sal de termodifusão. A delaminação e fragilização observadas na camada de VC produzida com 75% de bórax evidenciam a degradação desta camada em relação àquela produzida com 68% de bórax.

Desta forma, sais de termodifusão de VC com 68% de bórax, 24% de pentóxido de vanádio e 8% de carboneto de vanádio são indicados para a o processo de termodifusão de VC em substratos de aço AISI O1.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Laboratório de Manufatura (LAMAN – UESC), Laboratório de Projetos Mecânicos e Tribologia (LAPMET – UESC), Laboratório de Materiais e Meio Ambiente (LAMMA – UESC), Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LABAS-INPE) e seus coordenadores pela disponibilidade e uso de equipamentos. Também agradecem às bolsas FAPESB (Pedido 4976/2018) e PIBIC/CNPq (Processo 120136/2018-0).

7. REFERÊNCIAS

- Arai, T.; Harper, S. Thermoreactive deposition / diffusion process. ASM Handbook, v. 4, Heat Treating, ASM International, USA, p.448- 453, 1991.
- Barquete. D.M., E.J. Corat, R. A. Campos, C. Moura Neto, V.J. Trava-Airoldi, Thermodiffused vanadium carbide interface for diamond films on steel and cemented carbides substrates, Surf. Eng. 26, 2010.
- Callister, W. D. JR. Ciência de Engenharia de Materiais: uma Introdução. 5. ed.
- Damm, D.D., Contin, A., Cardoso L.D.R., Trava-Airoldi V.J., Barquete D.M., Corat E.J., A Novel Method to Mitigate Residual Stress in CVD Diamond Film on Steel Substrates with a Single Intermediate Layer., Surf. Coat. Technol, 2018.
- Garcez, S. A. Aprimoramento da aderência do filme diamante CVD sobre carboneto de vanádio termodifundido no aço AISI O1 através de ancoramento mecânico. Universidade Estadual de Santa Cruz, Programa De Pós-Graduação em Ciência, Inovação e Modelagem Em Materiais, 2019.
- Girão, A. V.; Caputo, G.; Ferro, M. C. Chapter 6 – Application of scanning electron microscopy–energy dispersive x-ray spectroscopy (SEMEDS). Compr. Anal. Chem. v. 75, p. 153–168, 2017.
- Lopes, N. C. F. Estudo da interface termodifundida de carboneto de vanádio para a deposição de filmes de diamante CVD sobre aços. Universidade Estadual de Santa Cruz, Programa de Pós-Graduação em Ciência, Inovação e Modelagem em Materiais, 2014.
- Verein Deutscher Ingenieure Normen, VDI 3198, VDI-Verlag, Dusseldorf, 1991;

8. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

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