

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBA
INSTITUTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

LUCIANO RIOS FONSECA

**Análise comparativa de camada eletrodepositada de cromo funcional em
conjunto com óxido de alumínio com alteração granulométrica**

ITAJUBÁ, Junho de 2016

LUCIANO RIOS FONSECA

Análise comparativa de camada eletrodepositada de cromo funcional em conjunto com óxido de alumínio com alteração granulométrica

Dissertação submetida ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica

Área de Concentração: Projeto e Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Edmilson Otoni Correa

Junho de 2016

Itajubá

LUCIANO RIOS FONSECA

Análise comparativa de camada eletrodepositada de cromo funcional em conjunto com óxido de alumínio com alteração granulométrica

Dissertação aprovada por banca examinadora em 28 de julho de 2016, conferindo ao autor o título de Mestre em da Engenharia Mecânica.

Banca examinadora:

Prof. Carlos Alberto Carvalho Castro –
CEFET MG

Prof. Manoel Ribeiro da Silva - UNIFEI

Prof. Edmilson Otoni Correa
(orientador)

Itajubá
2016

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho ao meu pai Abel e minha mãe Rute Maria, a minha esposa Danielle. E aos meus filhos Leo e Davi que possam se espelhar neste trabalho como fonte inspiradora de seus estudos.

AGRADECIMENTOS

Nesta página gostaria de agradecer a todos que de uma forma contribuíram com meu desenvolvimento deste trabalho

Agradeço a Deus por concluir este trabalho contribuindo para o desenvolvimento das áreas envolvidas.

Em especial agradecer minha esposa e meus filhos por entender com paciência e compreensão a importância desta dissertação para meu desenvolvimento e todos envolvidos;

E agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Edmilson Otoni Correa que me conduziu brilhantemente com todas as suas possibilidades para o bom desenvolvimento do trabalho desde as etapas iniciais até a conclusão.

A Dra. Carina de Barros Melo do Laboratório de Plasma do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais por partes das análises realizadas nesta obra.

Ao graduando Gabriel Urbano pelo apoio nas análises de resultados do trabalho que poderão auxiliar em um novo trabalho sobre o assunto.

E aos amigos do Laboratório de Microscopia pelas análises realizadas e o suporte durante o desenvolvimento deste trabalho.

"Ninguém faz bem o que faz contra a vontade, mesmo que seja bom o que faz."

Santo Agostinho

RESUMO

Neste trabalho foi realizada uma análise comparativa entre camadas de Cromo com co-depósito mecânico de alumina aplicado como um promotor de resistência ao desgaste alterando a granulometria do pó de óxido de alumínio durante a formação do revestimento. Foi realizado a eletrodeposição de cromo em laboratório de corpos de prova de aço SAE 1020 com retificadores de corrente com inversão de polaridade para promover o co-depósito. Os experimentos foram realizados em frascos de simulação para realização do depósito de Cromo com camada média depositada constante com a co-deposição mecânica de pó de óxido alumínio nas microfissuras pertencentes a estrutura de deposição de cromo. A concentração de alumina na solução de banho de cromo foi mantida para os experimentos em valor constante para não influenciar nos valores finais de resistência ao desgaste. A alumina foi preparada em diferentes dimensões de diâmetro médio de partícula, ou seja, diferentes características de granulometria através de processos de fabricação distintos. Para avaliar as diferenças de tamanho da partícula de óxido de alumínio foi realizado ensaio granulométrico. Após a deposição do composto em Laboratório, os corpos de provas foram analisados com ensaio de resistência ao desgaste tipo pino-disco e posteriormente, as características obtidas pelo ensaio foram analisadas por perfilômetro micrométrico e por MEV para avaliar e comparar a trilha formada. O material de alumina aprisionado na estrutura do cromo foi caracterizado pelo MEV por EDX validando do experimento. Verificou-se que com a diminuição do tamanho de grão do pó de óxido de alumínio na microfissura da camada de cromo resulta em um aumento leve na resistência ao desgaste, porém, quando comparado com o revestimento que não possui a alumina o aumento foi significativo.

Palavras-chave: Eletrodeposição Cromo Funcional. Co-deposição óxido de alumínio.
Resistencia ao desgaste.

ABSTRACT

Accomplish comparative analysis of functional chromium coating with Aluminum Oxide powder in order to increase wearing resistance through granulometric features powder variation. It was analyzed in specimen of mild steel using current rectifier with inversion polarity tool. The experiments were developed in laboratory using chromium acid solution assembled according to the technology available on literature for coating deposition. The alumina powder was embedded in chromium coating through of micro cracks present on electrocoating due to the common structural of functional coating. The concentration on chromium solution of the alumina powder was stabilized in constant through stirrers in order to guarantee the powder embedded on micro cracks of chromium. The size of alumina powder particles was separated by fabrication methodology different and it was validated through the laser diffraction analysis. The specimen obtained in laboratory was carried out for wearing resistance test type pin on disc in order to evaluate the resistance increase. The track obtained due to wearing test was evaluated by SEM and micrometer profile measuring in order to show the wearing feature differences. The alumina powder was analyzed and characterized by EDX. It was recommended in this job a future studies applying this coating on mechanical components in order to obtain real resistance increasing due to a granulometry of alumina powder. The results of experience show an increasing of wear resistance softly when the particle dimension is decreased due to capacity of alumina to fulfill the micro cracks of Chromium coating, however, when it compared with the coating without alumina the increasing becomes higher.

Keywords: Functional Chromium deposition. Aluminum oxide embedded. Wearing resistance

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Jones - Microfissura Camada de cromo - ampliação 200x -----	22
Figura 2 - Microfissura na formação da Camada de cromo adaptado de Jones 1989 -----	23
Figura 3 - ASM 2004 Esquema do Tanque de Eletrodeposição de Cromo -----	24
Figura 4 - Ferramental anódico e catódico do tanque de eletrodeposição de cromo adaptado ASM 2004 -----	24
Figura 5 - Retificador de Corrente -----	26
Figura 6 - Anodos de Chumbo - fonte Anodos Primor -----	27
Figura 7 - Intensidade da Raio X em camada de cromo – Safranek, 1974 -----	28
Figura 8 - Tensões residuais ao longo da espessura de camada de cromo adaptado de Carvalho (2006) -----	29
Figura 9 - Micrografia da Camada de Cromo em multi camadas em condições de deposição com retificado de corrente pulsada adaptado de Benaben 1998 -----	30
Figura 10 - Descrição do Ferramental anódico - Patente Empresa Teikoku demonstra patente 97309024.4 -----	31
Figura 11 - Análise de Textura da camada de cromo adaptado de Bergenstof 1997 -----	32
Figura 12 - Camada de Níquel com Carbetto de Silício impregnado adaptado de Lekka 201233	
Figura 13 - Comportamento corrosivo de alguns tipos de camada de níquel adaptado de Cardoso (2012) -----	34
Figura 14 - Partícula de óxido de alumínio no MEV adaptado Pradyot (2002) -----	35
Figura 15 - Análise de Fases da Alumina Empresa Elfusa -----	36
Figura 16 - Micrografia de Camada Cromo com impregnada com óxido de alumínio - Patent GOETZE patente 4.846.840 de 1989 -----	37
Figura 17 - Figura Empresa Teikoku demonstra patente 97309024.4 - Esquema das partículas de alumina presentes na camada de cromo -----	38
Figura 18 - Potencial Zeta em função do pH da solução de Cromo - Potencial Zeta das nano partículas de alumina na solução de cromo adaptado Gao (2011). -----	38
Figura 19 - Nódulos de Cromo na superfície da camada por MEV - Nódulo Superficial da Camada de Cromo em MEV (Jones, 1990) -----	39
Figura 20 - Óxido de Alumínio 0,0005mm a 0,0010mm da empresa ELFUSA - Imagem MEV óxido de alumínio -----	40

Figura 21 - Patente 4.846.840 Grão de Óxido de Alumínio presente nas micro trincas da camada de cromo - Detalhe óxido de alumínio impregnado microtrinca -----	41
Figura 22 - Patente Teikoku grãos de óxido de alumínio nas microtrincas - Micro trincas na camada após corte com feixe de íons -----	42
Figura 23 - Micro trinca de 0,0005mm exposta após ataque na amostra com feixe de ions, - Distribuição Granulométrica de óxido de Alumínio (Jones, 1989)-----	43
Figura 24 - Distribuição Granulométrica de óxido de Alumínio 0,005mm análise Empresa Elfusa.-----	44
Figura 25 - Amostra fresada para remoção de rugosidade – Rugosímetro - Análise de Rugosidade na Amostra-----	45
Figura 26 - Chapa de Aço SAE 1020 bruto após retificação acabamento espelhado com $R_a=0,30\mu\text{m}$ e $R_z=2,0\mu\text{m}$ - Imagem acabamento espelhado por retificação-----	46
Figura 27 - Anodos de chumbo (93% Pb e 7% Sn). Dimensões de 200mmx30mmx10mm----	46
Figura 28 - Célula de Cromação com amostra ao centro - Montagem da célula de cromação	47
Figura 29 - Termometro vidro convencional processo mantida a 55°C - Termometro -----	47
Figura 30 - Retificador de Corrente marca HOLIVERBRASS com inversão catódica - Retificador de Corrente com Inversão de polaridade -----	48
Figura 31 - Cabos elétrico de alimentação de corrente dos anodos e catodo - Ligação dos cabos de corrente -----	49
Figura 32 - Solução de ácido crômico com a amostra ao centro - Alumina ELFUSA Amostra MEV -----	50
Figura 33 - Alumina ELFUSA - amostra com a camada de cromo aplicada-----	52
Figura 34 - Identificação da partícula de alumina na micro fissura - Micro trincas experimento amostra 740.899 alumina identificando presença de óxido de alumínio na camada de cromo	52
Figura 35 - Identificação do alumínio por EDX - Presença de Óxido de Alumínio impregnado na Camada eletrodepositada de cromo-----	53
Figura 36 - Spectro EDS identificando os elementos Cromo e Óxido de alumínio na camada eletrodepositada. -----	54
Figura 37 - Tribometro CSM do Laboratorio Associado de Plasma INPETribometro CSM do Laboratorio Associado de Plasma INPE-----	55
Figura 38 - Ponta Esférica de alumina CSM tribometer-----	55
Figura 39 - Amostra embutida e com a trilha de Ensaio de Desgaste -----	56
Figura 40 - Alumina MEV laboratório 2000x amostra 740.899 - devido ao tamanho da	

ampliação não foi evidenciada diferença significativa entre as amostras.-----	57
Figura 41 - Detalhe da Alumina 10.000x de ampliação - Alumina MEV laboratório 10.000x amostra 740.899 - devido ao tamanho da ampliação não foi evidenciada diferença significativa entre as amostras.-----	58
Figura 42 - Detalhe aresta grão de alumina 30.000x ampliação - Detalhe Alumina MEV laboratório 30.000x amostra 740.899 - devido ao tamanho da ampliação não foi evidenciada diferença significativa entre as amostras.-----	58
Figura 43 - Difração de raio-X da amostra - análise realiza com objetivo de avaliar possíveis diferenças entre fases das amostras-----	59
Figura 44 - Identificação das fases da alumina - Concentração dos compostos presentes no óxido de alumínio-----	59
Figura 45 - Distribuição Granulométrica das 02 amostras - Distribuição Granulométrica medida por difração de raio laser MALVERN da empresa ELFUSA-----	60
Figura 46 - Gráfico coeficiente de atrito x n° de voltas (5N)-----	61
Figura 47 - MEV da trilha de desgaste Amostra 01-----	62
Figura 48 - MEV da trilha de desgaste Amostra 02-----	63
Figura 49 - MEV da trilha de desgaste Amostra 03-----	63
Figura 50 - Volume desgastado de cada amostra em mm ³ -----	64
Figura 51 - Medições Perfilômetro Amostra 01-----	65
Figura 52 - Medições Perfilômetro Amostra 02-----	65
Figura 53 - Medições Perfilômetro Amostra 03-----	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - A concentração pode ser alterada em $\pm 10\%$ sem alterar os resultados finais. É recomendável que as concentrações sejam ajustadas para a média durante as montagens de banho-----	22
Tabela 2 - Taxa de deposição de camada de cromo funcional para banhos com baixa concentração adaptado ASM 2004 -----	25
Tabela 3 - Parâmetro de processo de cromação realizada na célula de eletrodeposição-----	51

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

EDX	Energia Dispersiva de Raio-X
INPE	Instituto Nacional de Pesquisa Espacial
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura

LISTA DE SIMBOLOS

EDX	Energia Dispersiva de Raio-X
CBN	Nitreto de Boro Cúbico
HVOF	Asperção Térmica Hipersonica
PVD	Deposição Física no Vácuo
CVD	Deposição de Carbono no Vácuo
DLC	Deposição de Carbono Amorfo

SUMARIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.1 Importância do Tema	18
1.2 Objetivo	18
1.3 Limitações	19
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1 CAMADA DE ELETRODEPOSIÇÃO DE CROMO	21
2.2 ELETRODEPOSIÇÃO DE COMPÓSITOS	32
2.3 PROPRIEDADES DO OXIDO DE ALUMINIO	34
2.4 ELETRODEPOSIÇÃO DE CROMO COM OXIDO DE ALUMINIO	36
2.5 INFLUENCIA GRANULOMETRICA NA CAMADA ELETRODEPOSITADA	39
3 MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	45
3.1 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA	45
3.2 PREPARAÇÃO DA CÉLULA DE CROMAÇÃO	46
3.3 CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO	50
3.4 ELETRODEPOSIÇÃO DE CROMO	50
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	57
4.1 ÓXIDO DE ALUMINIO	57
4.2 Ensaio DE DESGATE	60
4.2.1 Ensaio de Medição de Perfil da Superfície	64
5 CONCLUSÃO	67
5.1 CONCLUSÕES GERAIS	67
5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	68
6 BIBLIOGRAFIA	69

1 INTRODUÇÃO

Atualmente é observado que os componentes mecânicos manufaturados são exigidos cada vez mais devido ao desenvolvimento de novas aplicações que demandam maiores tensões aplicadas. E também, devido aos novos projetos que demandam diminuição do peso total do produto resultando em peças com dimensões e áreas menores e pressões aplicadas maiores com um aumento de carga e potência para otimizar a solicitação energética final do sistema. Para estes projetos de inovação do setor mecânico têm-se trabalhado para aprimorar as características de resistência mecânica na superfície para que possuam tecnologia inovadora com baixo custo de fabricação atendendo as necessidades ambientais.

Segundo ABTS (2010), um dos principais problemas que afetam o desempenho de diversos componentes atualmente é o desgaste prematuro sem controle de parâmetros, onde a peça solicitada perde suas características iniciais com velocidade inesperada acarretando em perda de massa e estabilidade do equipamento podendo resultar na troca do componente. Os problemas de desgaste ocorrem com mais frequência em componentes que se movimentam com altas taxa de atrito aplicada solicitando o desenvolvimento de peças com alta resistência.

Quando os materiais e suas ligas não resistem ao desgaste solicitado, o processo de tratamento de superfície com objetivo de aumentar a resistência do componente poderá ser aplicado como solução do problema.

Com isso, o desenvolvimento dos materiais para fabricação dos equipamentos e a aplicação de revestimentos mostra que o tratamento de superfície pode ser uma opção para a solução de determinados problemas de desgaste.

O revestimento por eletrodeposição de Cromo é uma técnica muito utilizada, apesar de seus problemas de impactos ambientais devido a toxicidade do Cromo VI, e tem se mostrado, para certas aplicações, uma boa opção, principalmente pelo seu custo/benefício.

Nos países em desenvolvimento é possível encontrar o processo de cromação funcional sendo aplicado em larga escala em componentes de amortecedores e anéis de pistão e válvulas de comando de ignição como opção de revestimento para aprimorar a resistência ao desgaste do produto final.

Outro mercado bastante utilizado são as empresas de manutenção de ferramentas que utilizam do processo de recuperação de perda de massas de ferramentas e componentes de máquinas que se utilizam da eletrodeposição de cromo funcional como um inserto de massa

na parte danificada pelo desgaste para recompor as dimensões original da peça.

Um exemplo desta aplicação é a recuperação de ferramentas de estampagem que perdem suas dimensões devido ao desgaste ocorrido durante o processo de conformação das peças e posteriormente se destina ao processo de cromação para recuperar a dimensão original.

Para recuperação de ferramentas e processos avançados onde a solicitação de desgaste é altamente requisitada a eletrodeposição de Cromo com alta dureza de simples investimento quando comparadas a processo avançados.

Por se tratar de um processo milenar, o conhecimento da técnica se encontra difundida por todo mundo facilitando a utilização e aplicação do processo para uma vasta quantidade de peças e componentes de diversos materiais tais como aço; alumínio; cobre; latão e outros.

Outros tipos de revestimento têm se demonstrado como opção de aplicação ao processo de cromação funcional dentre eles os revestimentos de CVD; PVD; HVOF; Aspersão Térmica, porém, os equipamentos são de valores de investimento bem superior a técnica de eletrodeposição de cromo com dificuldade operacional de aplicação, restrição de geometria e perfil da superfície a ser aplicada. Outro problema encontrado nestas opções é a temperatura aplicada na superfície do tratamento que atinge em média 200°C podendo danificar as características do componente. E no processo de cromação as temperaturas de aplicação não passa de 70°C.

Devemos também citar neste trabalho que o mercado da comunidade Europeia tem demonstrado um grande comprometimento em eliminar os produtos tóxicos de seus processos de fabricação, apesar de podermos considerado o processo seguro quando tratado de uma maneira responsável. Com isso é esperado que os mercados formados pelos países emergentes seja um referencial para este tipo tecnologia pelo menos por mais 20 anos após a extinção do produto na Europa.

A eletrodeposição de metais acrescida de pós cerâmicos tem sido uma alternativa muito atraente principalmente para produtos de ferramenta de corte destacando-se as aplicações de níquel eletrodepositado embebido de diamante sintético ou com nitreto cúbico de boro para aprimorar a resistência ao desgaste.

Para anéis de pistão destaca-se o cromo eletrodepositado embebido com óxido de alumínio ou diamante sintético com uma alternativa consagrada para os componentes de motores de veículos de passeio a Diesel no mercado Europeu.

1.1 IMPORTÂNCIA DO TEMA

O processo de deposição de cromo funcional quando trabalhado de uma forma ambientalmente responsável, permite ser aplicado em diversas áreas de fabricação de componentes e principalmente, na recuperação de componentes mecânicos de alto custo agregado, possibilitando o retorno das características iniciais da peça, ou talvez, até uma melhoria quanto a resistência ao desgaste para algumas aplicações. Os processos de metalização bem como PVD, CVD, DLC e HVOF tem-se demonstrado uma boa opção com substituição da tecnologia do depósito de Cr, porém, algumas limitações como o custo alto de operação, dificuldades de adequação na geometria da peça, e as temperaturas aplicadas neste processo, tornam o depósito de cromo ainda atrativo apesar dos aspectos ambientais envolvidos em um processo de eletrodeposição de Cromo. Como as temperaturas da solução de cromo não ultrapassam os 70°C e a solução pode ser montada em tanques de aço comum revestidos com manta de PVC, permite ao usuário um baixo investimento em equipamento para iniciar suas atividades de operação. Entretanto, devido aos aspectos ambientais envolvidos faz-se necessário uma autorização junto ao Conselhos Ambientais do Estado ao usuário do processo. Os revestimentos com material cerâmico agregado a estrutura da camada é uma outra opção para exigências a desgaste maiores destacando as eletrodeposições consagradas de Níquel com Diamante e CBN aplicados em ferramentas de corte por várias décadas.

1.2 OBJETIVO

Devido as melhorias das características de resistência ao desgaste promovido pela agregação dos pós cerâmicos na camada de cromo e, de acordo com a literatura apresentada até o momento sobre estes tipos de depósitos, este trabalho propõe uma análise comparativa entre diferentes tipos de granulometria da alumina para se aprimorar o entendimento da característica final quanto a resistência ao desgaste da camada depositada.

E também, podemos adicionar alguns conhecimentos em segundo plano, tais como; os valores de polaridade invertida aplicado no depósito de cromo para obtenção do revestimento final com alumina agregada; os valores de tamanho de grão necessário para realização do depósito; morfologia da alumina típica envolvida neste trabalho.

1.3 LIMITAÇÕES

Alguns fatores limitantes no desenvolvimento deste estudo:

- Os experimentos foram limitados para chapa de aço carbono 1020 devido ser o material mais utilizado na deposição de cromo. Porém, para aplicação deste trabalho em outros substratos, deverá ser realizado um novo desenvolvimento pois a aderência do revestimento poderá ser alterada.
- O revestimento foi obtido em laboratório com escala reduzida em relação a escala industrial para corpos de provas, sendo assim, para a aplicação em componentes mecânicos deverá ser considerado novos fatores de limitação além dos mencionados neste item.
- Os parâmetros de usinagem posteriormente aplicados a deposição de cromo não foram considerados por se tratar de um corpo de prova com revestimento produzido para análise de desgaste.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Segundo ABTS (2010), para os revestimentos desenvolvidos atualmente existem vários fatores que podem ser aprimorados e otimizados para obtenção de uma maior resistência ao desgaste. Quando comparado com novos desenvolvimentos de novas coberturas, o investimento em pesquisa em novos materiais é muito maior que aprimoramento das tecnologias existentes através de otimização.

Uma outra alternativa para obter uma maior resistência ao desgaste, seria a combinação de vários revestimentos somando as vantagens de cada camada para resultar em um combinado com melhor resistência ao desgaste quando comparado as características individuais de cada revestimento.

Para aprimorar as características da superfície quanto a resistência ao desgaste existem várias formas tais como endurecimento do metal base por tratamento térmico, endurecimento por difusão de elementos atômicos como nitretação, cementação, nitrocementação, metalização e também o recobrimento ou deposição de metais sobre a superfície do substrato.

Segundo a ASM (2004), os revestimentos de superfície foram aprimorando ao longo de décadas e se adequando as necessidades de cada componente no que se diz aos esforços tensões e forças aplicadas as partes com objetivo de aumentar sua durabilidade juntamente com o conjunto de componentes para que se tenha um único período de vida otimizado.

Durante este desenvolvimento novos materiais e processos foram propostos simultaneamente como soluções alternativas em trabalho em conjunto, entre elas destaca-se os desenvolvimentos de novos pós cerâmicos como deposição de compósitos e processos eletro eletrônicos controlados por CLP.

A combinação de um revestimento com os pós cerâmicos para obtenção de um compósito mais resistente ao desgaste está sendo empregado desde a década de 70 nas camadas de níquel que foi a pioneira deste tipo de material.

Porém por se tratar de uma aplicação específica foi necessário de um grande estudo com objetivo de ampliar as possibilidades de aplicação do compósito. Tais estudos foram focalizados na aplicação elaborando padrões e métodos de análise para cada revestimento.

Nos anos posteriores vários outros tipos de revestimento foram inovados como os revestimentos de metalização a plasma com Mo + CrN e também os Cromo + Alumina

Este desenvolvimento foi possível também devido ao lançamento do CLP possibilitando o controle preciso dos retificadores de corrente responsáveis pelo fornecimento de energia na maioria absoluta dos processos de deposição de camada.

A engenharia de superfície que estuda e desenvolve novos tratamentos de superfície para o aprimoramento das características da superfície entre elas o desgaste tem aumentado cada vez mais o investimento no desenvolvimento de novos processos tais como o CVD que seria uma cobertura por deposição de átomo com características similares ao Carbono segundo.

A eletrodeposição de Cromo Funcional, mais conhecido como Cromo Duro se destaca com as seguintes vantagens:

- Alta dureza
- Resistência a corrosão
- Alta usinabilidade com bom acabamento

2.1 CAMADA DE ELETRODEPOSIÇÃO DE CROMO

O processo de eletrodeposição de Cromo é uma técnica centenária iniciada com a demanda de proteção dos metais contra oxidações oriundas da reação com ar atmosférico. E segundo Jones (1989) os primeiros relatos de estudos com camada de Cromo com espessura superior a 0,015mm iniciou-se em artigos em 1920 com as análises de estrutura de formação das microfissuras da camada. Para espessura de camada superior a 0,015mm denomina-se de cromo funcional ou cromo duro.

Segundo Jones (1989) existem 4 relatos que em 1940, de estudo com as microfissuras nas camadas de Cromo, porém o termo microfissura de camada de cromo somente foi utilizado na literatura em 1960 definindo com uma forma de alívio de tensões da camada devido à redução de volume durante a formação da camada com a redução do anidrido crômico hidratado com redução de volume. Neste período existia uma certa dificuldade de visualizar as microfissuras devido a eliminação na superfície devido ao ataque anódico.

Coyle (1944) analisou as condições de depósitos do Cromo funcional quantificando os números de microfissuras em fotografias retiradas de microscópio com objetivo de criar um padrão de depósito para as Forças Armadas Americanas como uma camada para aplicação em

componentes com alta retenção de óleo. Guffie (1986), discute os efeitos da concentração do íon Sulfato quando comparado com o número de microfissuras por área e elabora uma relação entre elas.

Tipo de Solução	Ácido Crômico ¹	Sulfato ¹	Densidade de corrente	Temperatura da Solução
	g/L	g/L	A/dm ²	°C
Baixa Concentração	250	2,5	31-62	52-63
Alta Concentração	400	4	16-54	43-63

Tabela 1 - A concentração pode ser alterada em $\pm 10\%$ sem alterar os resultados finais. É recomendável que as concentrações sejam ajustadas para a média durante as montagens de banho

Com o avanço dos equipamentos de análise de microestrutura das camadas, descobriu-se bastantes métodos para aprimorar as características da camada de cromo quanto a resistência ao desgaste tais como o controle de microfissuras e o padrão de acabamento.

Jones (1989), avalia a de microfissuras comparando com valores resultantes de micro dureza e demonstra que com o aumento da quantidade de microfissuras aumenta a resistência de cisalhamento. Na figura 01 nota-se as microfissuras superficial.

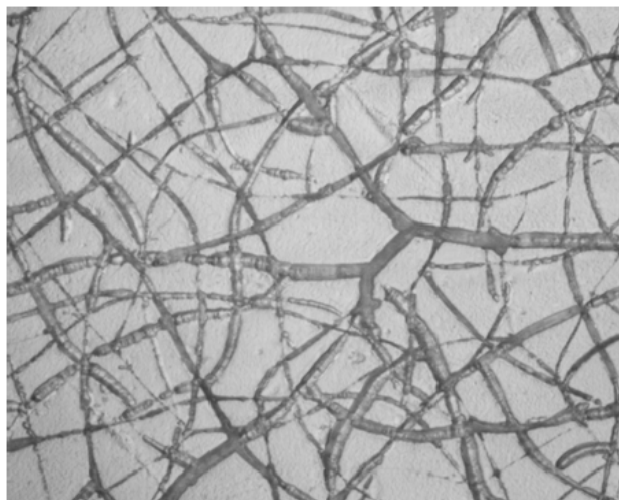


Figura 1 - Jones - Microfissura Camada de cromo - ampliação 200x

Jones (1989), demonstra que as microfissuras fazem parte do mecanismo de formação da camada e avalia os efeitos dos retificadores de corrente pulsante na estrutura da camada de cromo. Na figura 2 nota-se a evolução da figura no em volume.

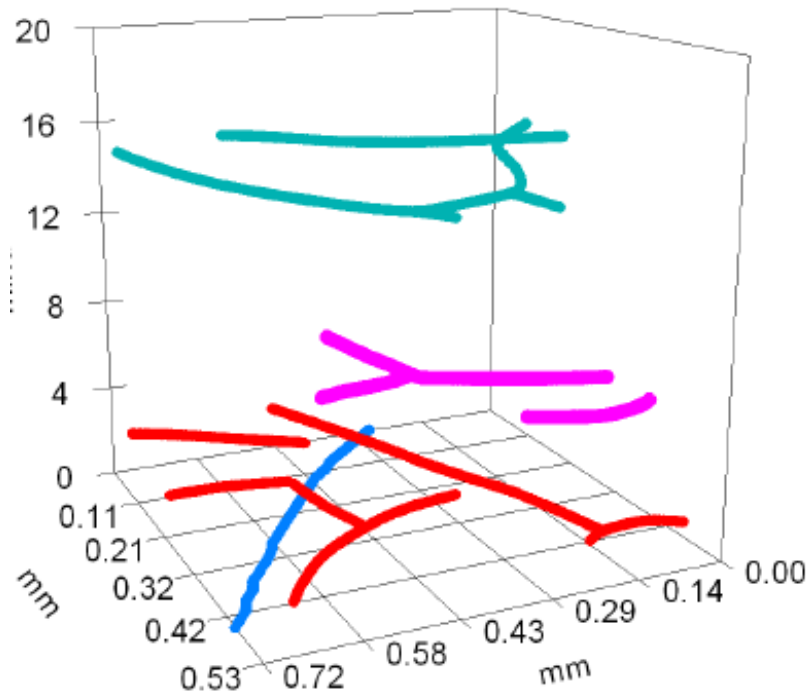


Figura 2 - Microfissura na formação da Camada de cromo adaptado de Jones 1989

A camada de cromo formada por eletrodeposição com intuito de promover, principalmente, um acréscimo da resistência ao desgaste com o tempo foi se consagrando e difundindo a denominação de cromo duro ou cromo funcional. Este processo é utilizado em vários tipos de peças incrementando a vida útil do elemento aplicado.

Na figura 3 é demonstrado o equipamento de eletrodeposição de cromo em forma esquemática detalhando a estrutura externa do tanque onde ficará armazenado a solução de cromo.

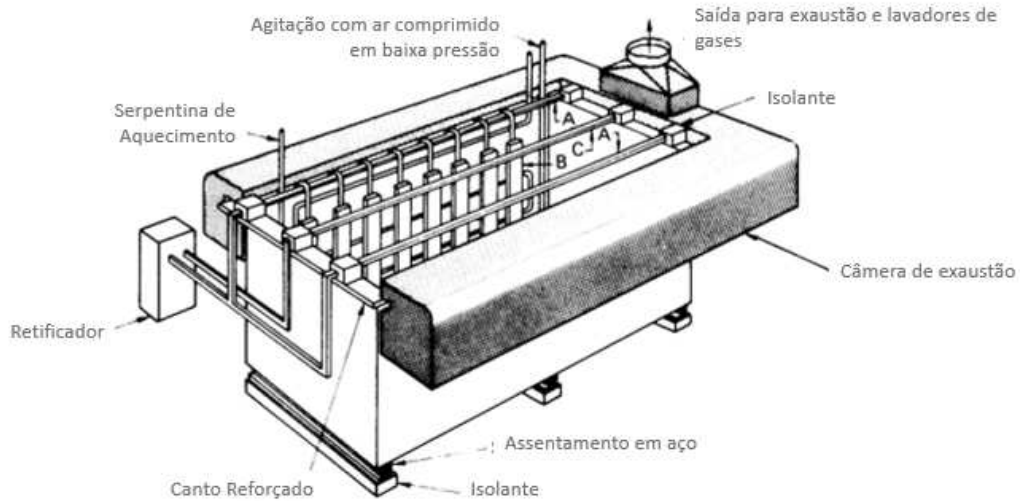


Figura 3 - ASM 2004 Esquema do Tanque de Eletrodeposição de Cromo

Os principais parâmetros de controle para construção do cromo são os retificadores de corrente, temperatura, composição química do banho, ferramental anódico e catódico conforme figura 4.

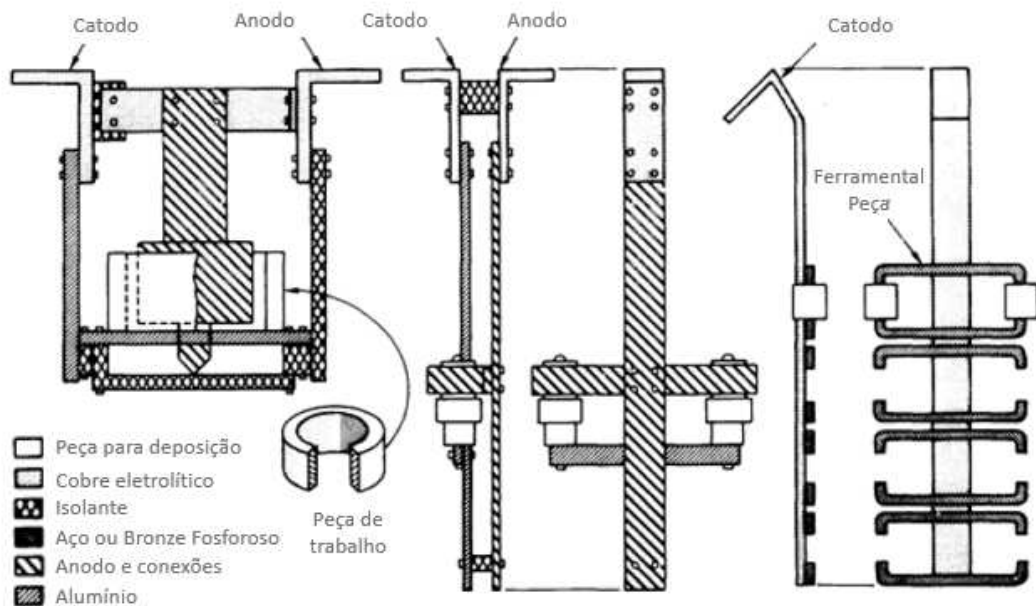


Figura 4 - Ferramental anódico e catódico do tanque de eletrodeposição de cromo adaptado ASM 2004

As primeiras soluções de eletrodeposição de cromo mais consagradas são as soluções conhecidas como banho sulfato onde o íon SO_4 como catalizador para ocorrer a redução de Cromo, sendo que com sua ausência, a ineficiência ou praticamente inexistência de reação impossibilita o uso da tecnologia.

Na tabela 2 é verificado os tipos de soluções de cromo mais comuns aplicados na indústria e quais as espessuras de camada.

Espessura de Camada	Tempo de Deposição, h:min na densidade de corrente, A/dm ³		
	31	47	62
μm			
Banho Sulfato Convencional			
25	01:05	00:40	00:25
50	02:05	01:20	00:55
125	05:20	03:20	02:20
Banho Catalisado			
25	00:50	00:30	00:20
50	01:40	01:00	00:40
125	04:05	02:25	01:45

Tabela 2 - Taxa de deposição de camada de cromo funcional para banhos com baixa concentração adaptado ASM 2004

Segundo ASM (2004), os retificadores de corrente que promovem a corrente contínua para realizar o fluxo de corrente podem ser do tipo corrente pulsante com micro variações de corrente para aprimorar a distribuição do campo elétrico ou podem ser tipo convencional. A taxa de aplicação de corrente é mais comumente inferida em quantidade de corrente em A dividido pela área exposta da superfície que será aplicada a camada. Na figura 5



Figura 5 - Retificador de Corrente

Segundo ASM (2004), os anodos mais comuns são fabricados em liga de Chumbo com Estanho normalmente em uma relação 93% para 7%. Para as ligas com quantidade menores de Estanho a vida útil do componente decresce acentuadamente devido a corrosão gerada pela solução de cromo.

Na figura 06 é demonstrado os tipos de conexões de encaixe dos ferramentais anódicos utilizados na indústria de eletrodeposição de cromo



Figura 6 - Anodos de Chumbo - fonte Anodos Primor

Durante o processo de usinagem de peças, após receberem o processo de cromo, um dos principais fatores de refugo da camada, são os chamados refugo por lascas, que nada mais são que pequenos destacamentos de parte da camada devido aos esforços aplicados durante os processos de usinagem. Hartzell (1964), e Duffy (1982), evidencia os principais processos de cromação bem como os fundamentais tipos de composição química de banho de cromo. E vários autores avaliaram as características estruturais de camada, Safranek (1974) e também Foulke (1977), reuni as principais informações das propriedades das camadas de cromo até então estudadas, incluindo as análises com difração de Raio-x.

Na figura 7 Safranek (1974), realiza experimentos em camada de cromo caracterizando a camada com difrator de raio-X auxiliando no catalogo os planos cristalinos.

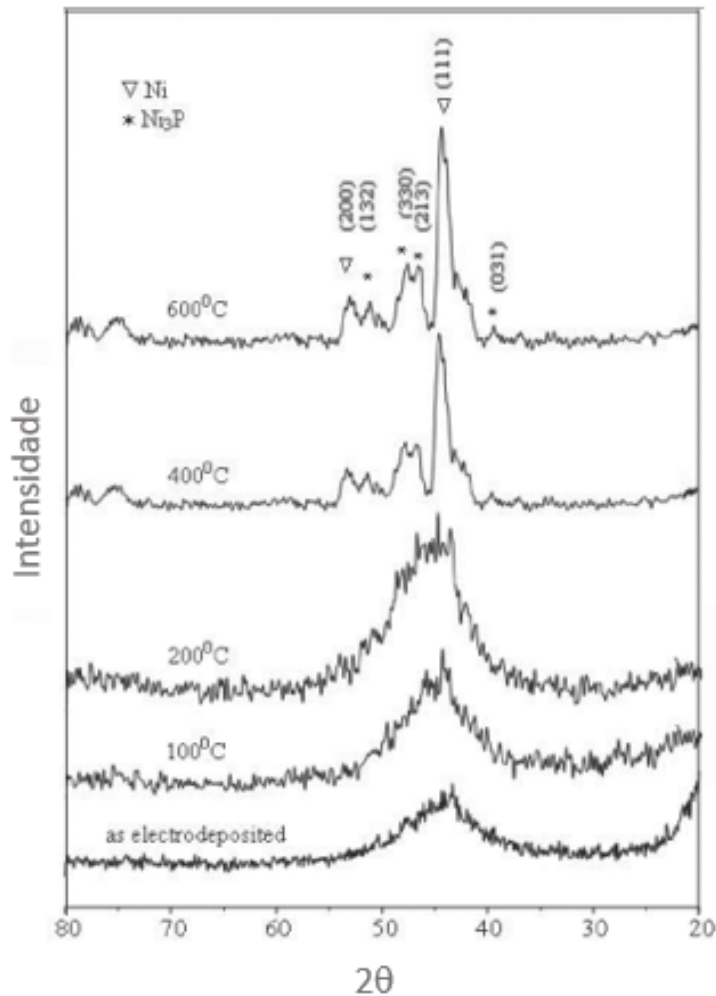


Figura 7 - Intensidade da Raio X em camada de cromo – Safranek, 1974

Jones (1990), demonstra como as fissuras ou micro trincas desenvolvidas no depósito influenciam na resistência ao desgaste. Benaben (1998), demonstra em suas pesquisas como a temperatura influência nas propriedades cristalográficas no processo de construção da camada. Bergenstof (1997), evidencia em seus estudos utilizando a técnica de difração por raio-x, que as quantidades de corrente contínuas e de pulsos reversos aplicadas durante o processo, influem no crescimento da camada de cromo. Torres (2003), avalia o relacionamento entre as características cristalográficas, dureza e tensão residual. Carvalho (2006) estuda fadiga por flexão, alternada em ligas de alumínio revestida com cromo duro.

Carvalho (2006), demonstra na figura 8 em experimento de camada de cromo utilizado na aeronáutica que as tensões residuais do revestimento variam de acordo com a profundidade da espessura da camada de cromo.

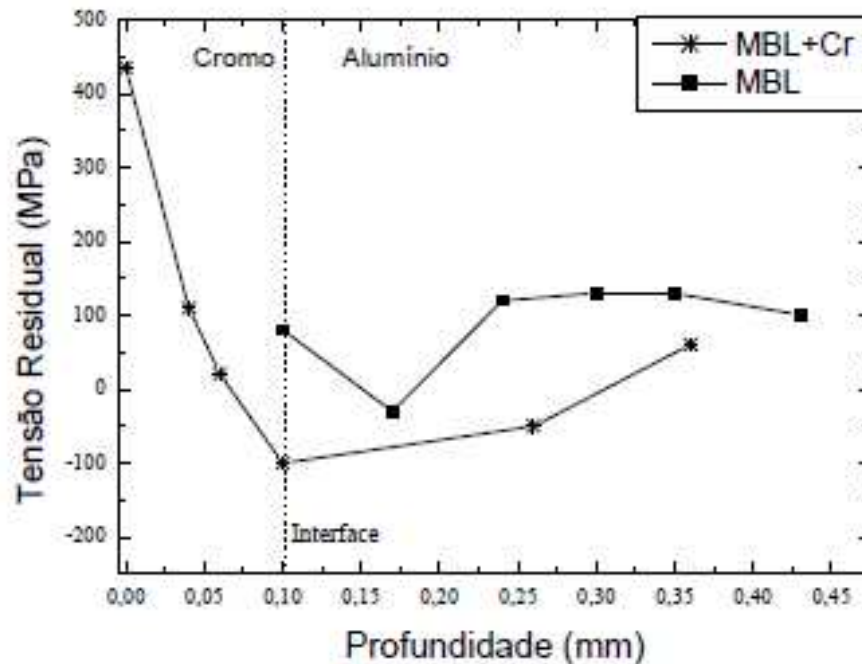


Figura 8 - Tensões residuais ao longo da espessura de camada de cromo adaptado de Carvalho (2006)

Pina (1997), demonstra como calcular tensão residual em camadas de aspersão térmica. Este trabalho tem como objetivo avaliar a relação entre a tensão residual na camada de cromo e sua influência na formação de lascas no depósito.

Segundo Askeland (2003), a camada de cromo formada por eletrodeposição com intuito de promover, principalmente, um acréscimo da resistência ao desgaste é denominada de cromo duro ou cromo funcional. Este processo é utilizado em vários tipos de peças incrementando a vida útil do elemento aplicado. Os principais parâmetros de controle para construção do cromo são os retificadores de corrente, temperatura, composição química do banho, ferramental anódico e catódico.

Segundo Benanbem (1998), as camadas cíclicas iniciaram uma nova etapa de evolução da tecnologia para aprimorar as deficiências das características descobertas que até determinado momento era considerado uma limitação do revestimento.

Na figura 9 pode-se notar as interfaces das multicamadas formada devido á uma condição de corrente pulsada inserida de maneira cíclica no processo

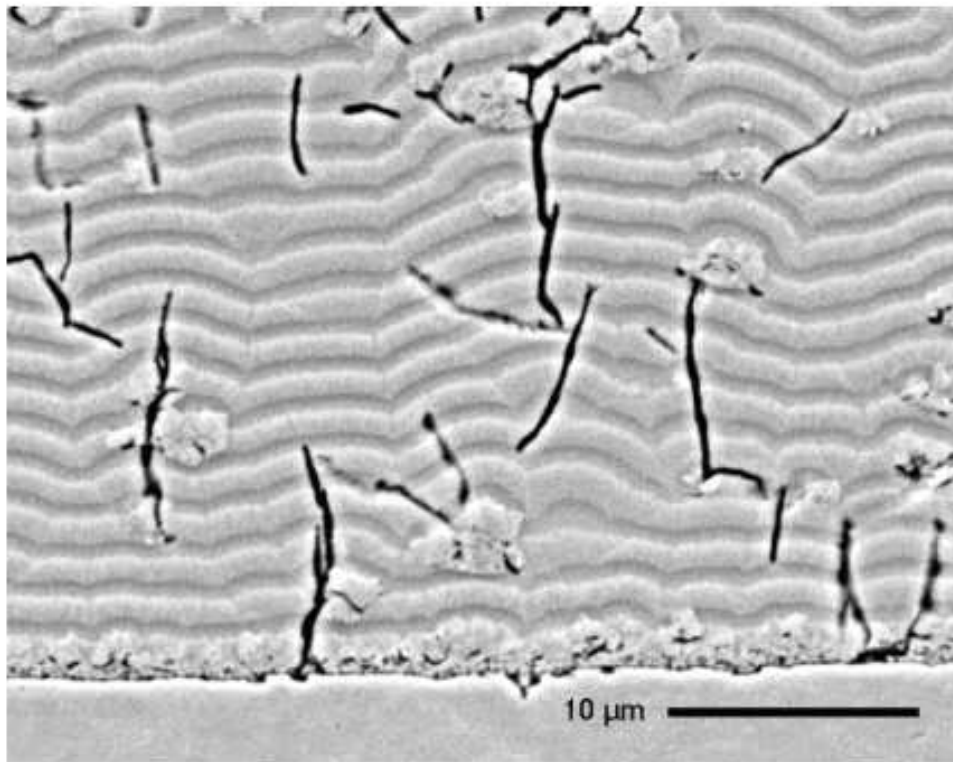


Figura 9 - Micrografia da Camada de Cromo em multi camadas em condições de deposição com retificado de corrente pulsada adaptado de Benaben 1998

Na figura 10 nota-se o ferramental anódico montado na barra anódica demonstrando a transferência de corrente.

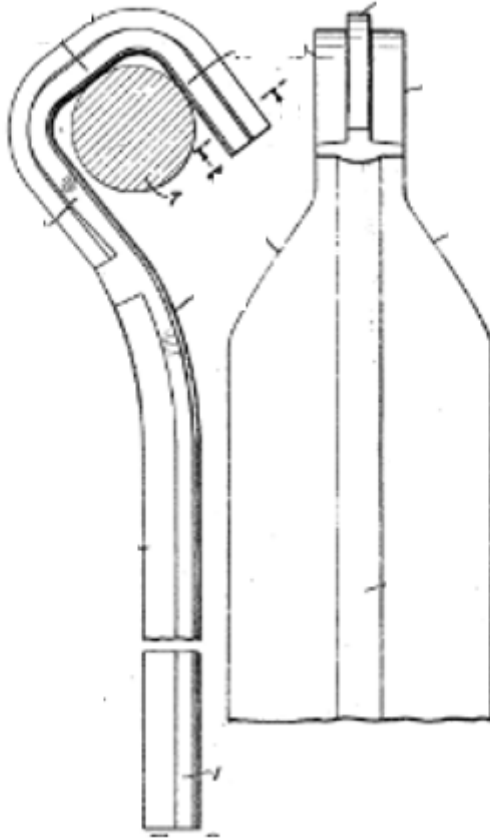


Figura 10 - Descrição do Ferramental anódico - Patente Empresa Teikoku demonstra patente 97309024.4

Bergenstof (1997), avalia a textura da camada de cromo quando aplicado corrente de pulsos reversos como mecanismo de aprimoramento da microestrutura descobrindo que grãos nanométrico de óxido de cromo é depositado na camada.

Na figura 11 Bergenstorf (1997) demonstra como se comporta os planos cristalinos da microestrutura da camada de cromo eletrodepositada.

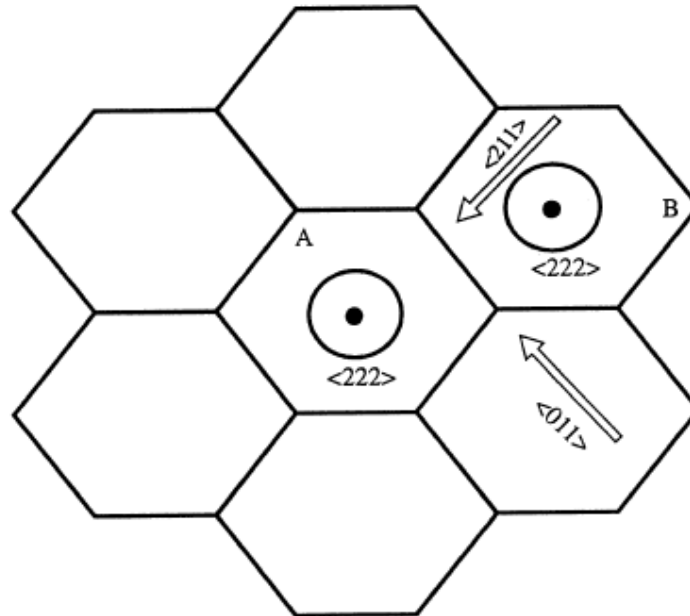


Figura 11 - Análise de Textura da camada de cromo adaptado de Bergenstorf 1997

2.2 ELETRODEPOSIÇÃO DE COMPÓSITOS

A eletrodeposição de compósitos está sendo estudada largamente por vários anos, Ross, (1982), avalia várias possibilidades de deposição eletrolítica de banho de níquel com partículas de carbeto de silício incorporada em suas estruturas para o aprimoramento da resistência ao desgaste.

O objetivo principal da eletrodeposição de compósito é unir as características extremas de dureza do material cerâmico juntamente com a resistência ao desgaste formando uma camada superior à inicial.

Devido às características de deposição do níquel com alto poder de cobertura, possibilita em determinado momento da deposição inserir partículas na deposição e realizar a co-deposição das partículas de Níquel impregnadas na matriz de Níquel;

Lekka, (2012) demonstra que partículas de carbeto de silício com menores granulometria podem aumentar a resistência ao desgaste devido ao empacotamento dos grãos na matriz de níquel.

Na figura 12 é demonstrado estudos microestruturais e de corrosão em camada de níquel impregnado com particulas de Níquel alterando com tamanhos granulométricas diferenciados

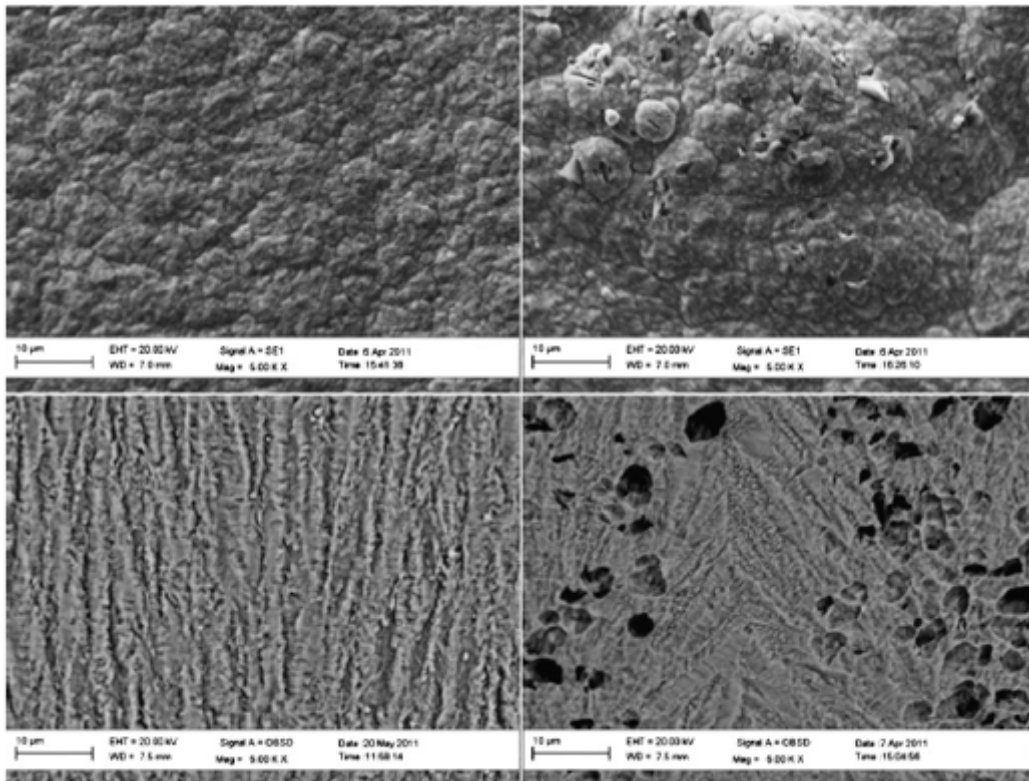


Figura 12 - Camada de Níquel com Carбето de Silício impregnado adaptado de Lekka 2012

Cardoso (2006), avalia as propriedades de corrosão comparando diversos tipos de camada de níquel avaliando o desempenho de cada um utilizando ferramentas estatística de planejamento fatorial, seleção dos melhores subconjuntos de regressão, regressão múltipla e curva de nível.

Na figura 13 pode-se notar um estudo de Tratamento Térmico em camada de eletrodepositada de níquel alterando valores de fósforo e magnésio na composição final do revestimento.

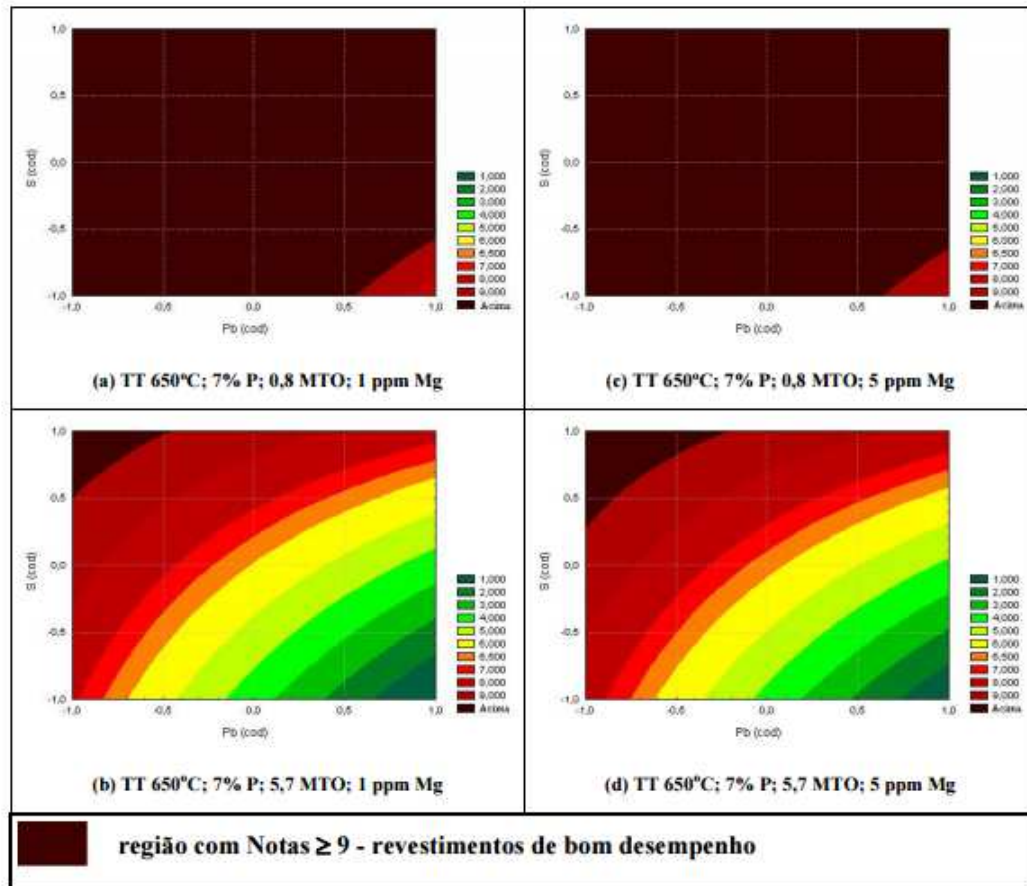


Figura 13 - Comportamento corrosivo de alguns tipos de camada de níquel adaptado de Cardoso (2012)

2.3 PROPRIEDADES DO OXIDO DE ALUMINIO

Segundo Pradyot (2002), a alumina ou o óxido de alumínio é um material cerâmico largamente utilizado devido suas propriedades granulométricas, ou seja, os grãos formados possuem características que permitem ser utilizados como material abrasivo com alta resistência ao desgaste, tais como, rebolo de processo de retificação, lixas, pasta de polimento e outros.

A alumina possui características específicas de dureza para os grãos que permite trabalhar como abrasivo, tais como, estabilidade a altas temperaturas, isolamento elétrico e condutividade térmica.

Na figura 14 nota-se as partículas de óxido de alumínio com várias dimensões de uma amostra.

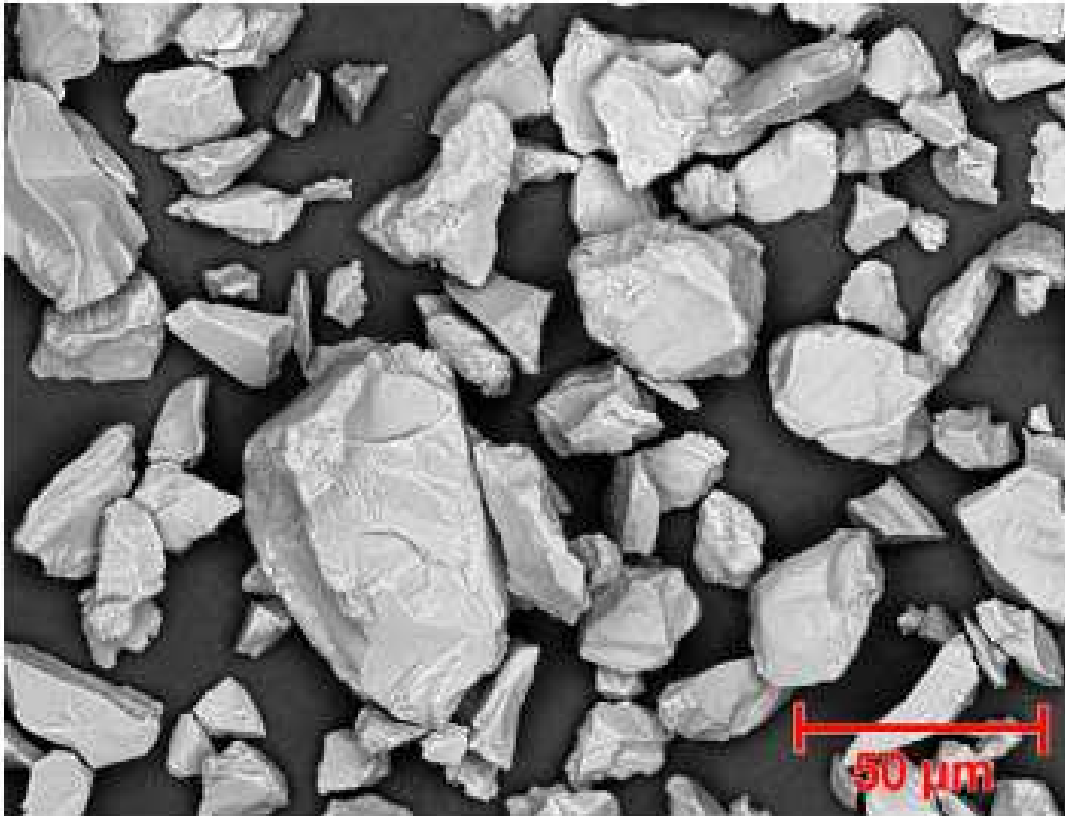


Figura 14 - Partícula de óxido de alumínio no MEV adaptado Pradyot (2002)

Atualmente a caracterização do material é possível através de várias análises, sendo as mais comuns:

- Análise de Imagem por MEV
- Análise de Raio-X para determinação das fases presentes
- Análises físicas como granulometria, densidade, e outros.
- Determinação do Potencial Zeta

Na figura 15 é identificado várias fases do óxido de alumínio por difração de raio-x durante a inspeção de qualidade de fabricação do produto.

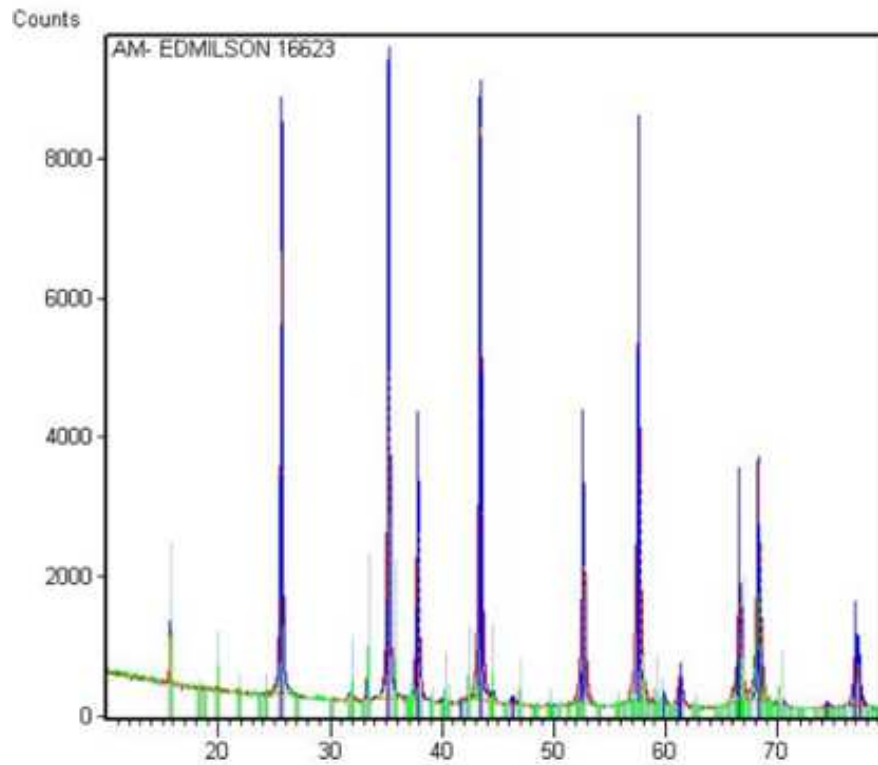


Figura 15 - Análise de Fases da Alumina Empresa Elfusa

2.4 ELETRODEPOSICÃO DE CROMO COM ÓXIDO DE ALUMÍNIO

Em 1989, a empresa alemã GOETZ através da patente 4.846.840 lança no mercado automotivo a eletrodeposição de Cromo com partículas impregnados por arraste de grãos de Óxidos de Alumínio. Segundo a patente, as microfissuras presentes na camada de cromo são embebidas com partículas sólidas de óxido de cromo por arraste durante o processo de eletrodeposição.

Na figura 16 percebe-se os grãos de alumínio impregnado nas microtrincas durante o processo de reversão anódica cíclica promovidos pelo retificaor de corrente.

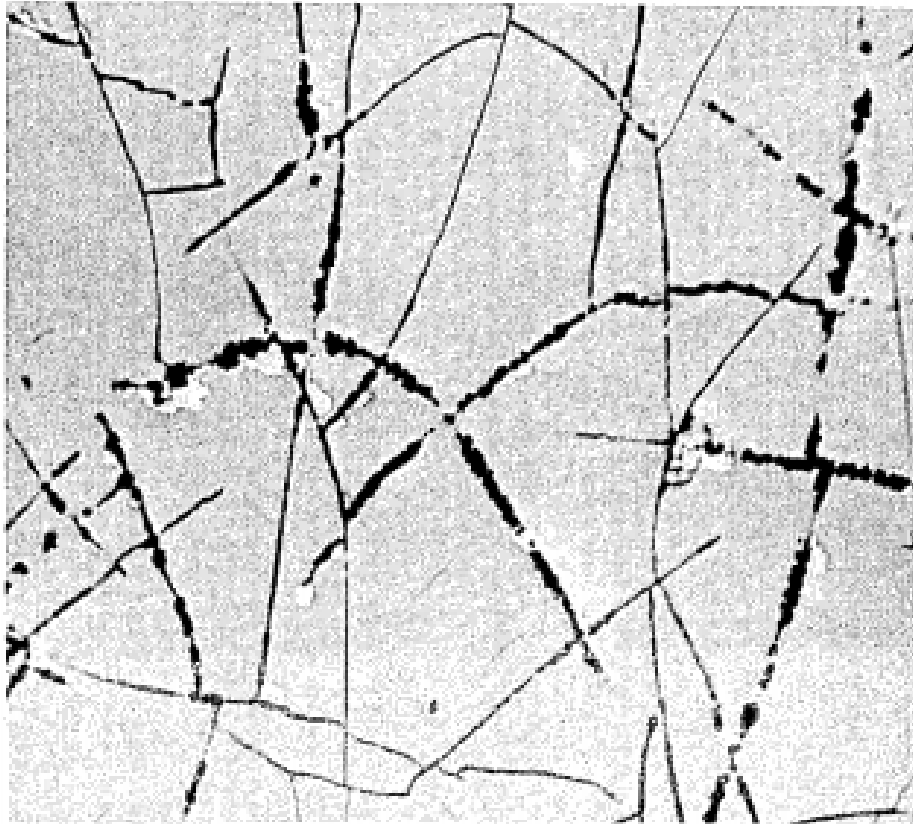


Figura 16 - Micrografia de Camada Cromo com impregnada com óxido de alumínio - Patent GOETZE patente 4.846.840 de 1989

Em 1997 a empresa japonesa Teikoku lança para seus clientes através de patente 97309024.4 uma tecnologia alinhando a Nitretação com a a Camada de Cromo eletro depositado com partículas de óxido de alumínio por deposição cíclica invertendo os polos positivos e negativos dos anodos e catodos. Ou seja, aplica-se uma reversão catódica invertendo o anodo e o catodo do processo para auxiliar a impregnação por arraste do material cerâmico.

Na figura 17 nota-se os grãos de alumínio impregnado junto as microtrincas para promover uma melhor resistência ao desgaste.

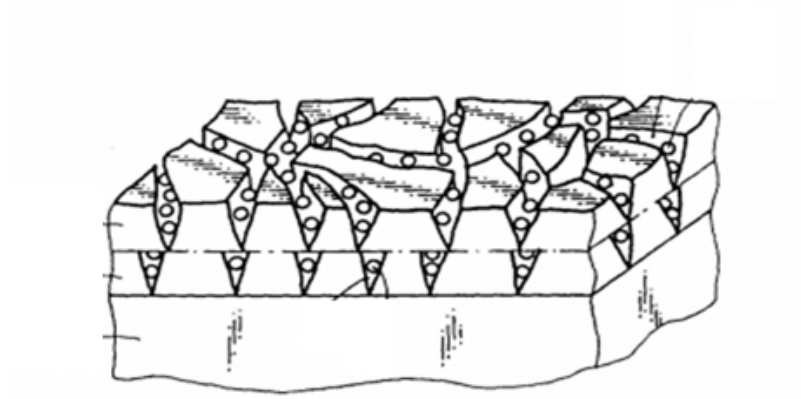


Figura 17 - Figura Empresa Teikoku demonstra patente 97309024.4 - Esquema das partículas de alumina presentes na camada de cromo

Após a divulgação destas patentes vários centros de pesquisa no mundo iniciaram estudo para simular e aprimorar a descoberta iniciada dentro das empresas automotivas. Trabalhos utilizando vários tipos de materiais dos grãos e alterando as características, tais como, carbeto de silício, nitreto cúbico de boro, diamante sintético e mistura entre eles foram iniciados. Gao (2011), demonstra que o potencial zeta das partículas de carbeto de silício influenciam na quantidade de grão depositado alterando a granulometria do material cerâmico e a concentração de cromo na solução.

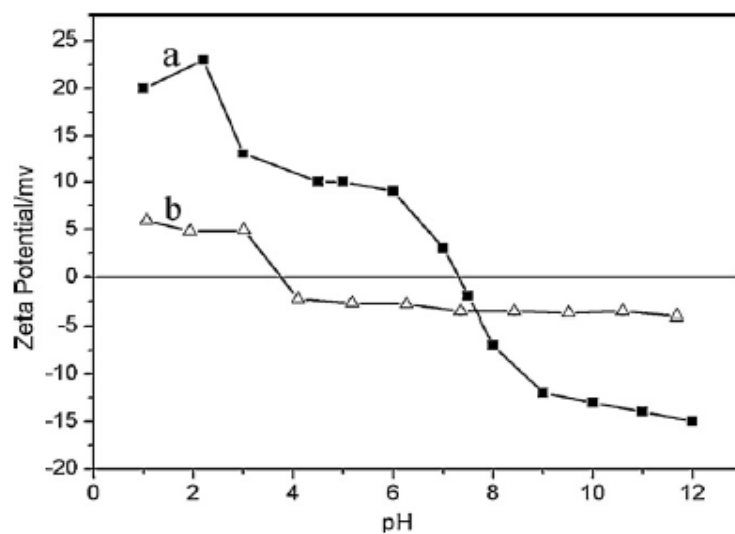


Figura 18 - Potencial Zeta em função do pH da solução de Cromo - Potencial Zeta das nano partículas de alumina na solução de cromo adaptado Gao (2011).

Segundo Jones (1989), devido a formação de micro trincas e nódulos na camada de cromo funcional, para uma análise coerente de desgaste faz-se necessário uma preparação da superfície para que estes interferentes afetem o resultado do teste. Os valores de rugosidade, geometria plana da amostra e espessura da camada são as características principais para se obter uma amostragem coerente.

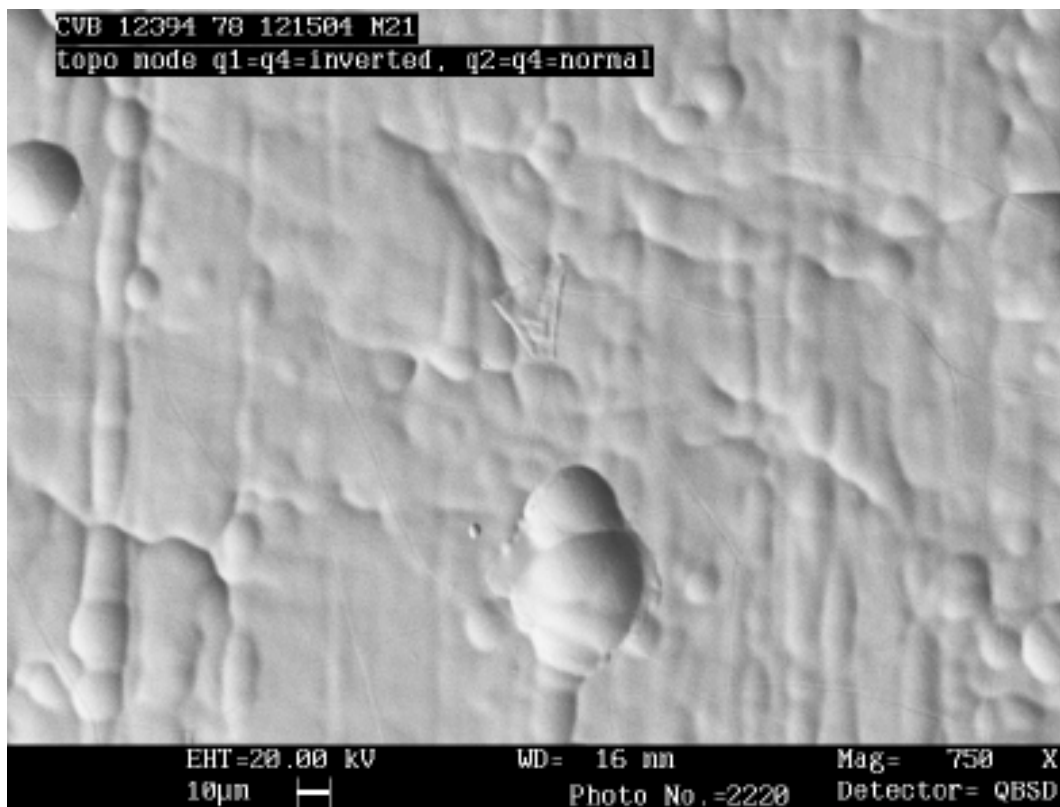


Figura 19 - Nódulos de Cromo na superfície da camada por MEV - Nódulo Superficial da Camada de Cromo em MEV Jones (1990)

2.5 INFLUENCIA GRANULOMETRICA NA CAMADA ELETRODEPOSITADA

No processo de fabricação do pó cerâmico obtém uma granulometria específica de acordo com a necessidade do cliente ou também, de acordo com as normas pré-estabelecida de granulometria.

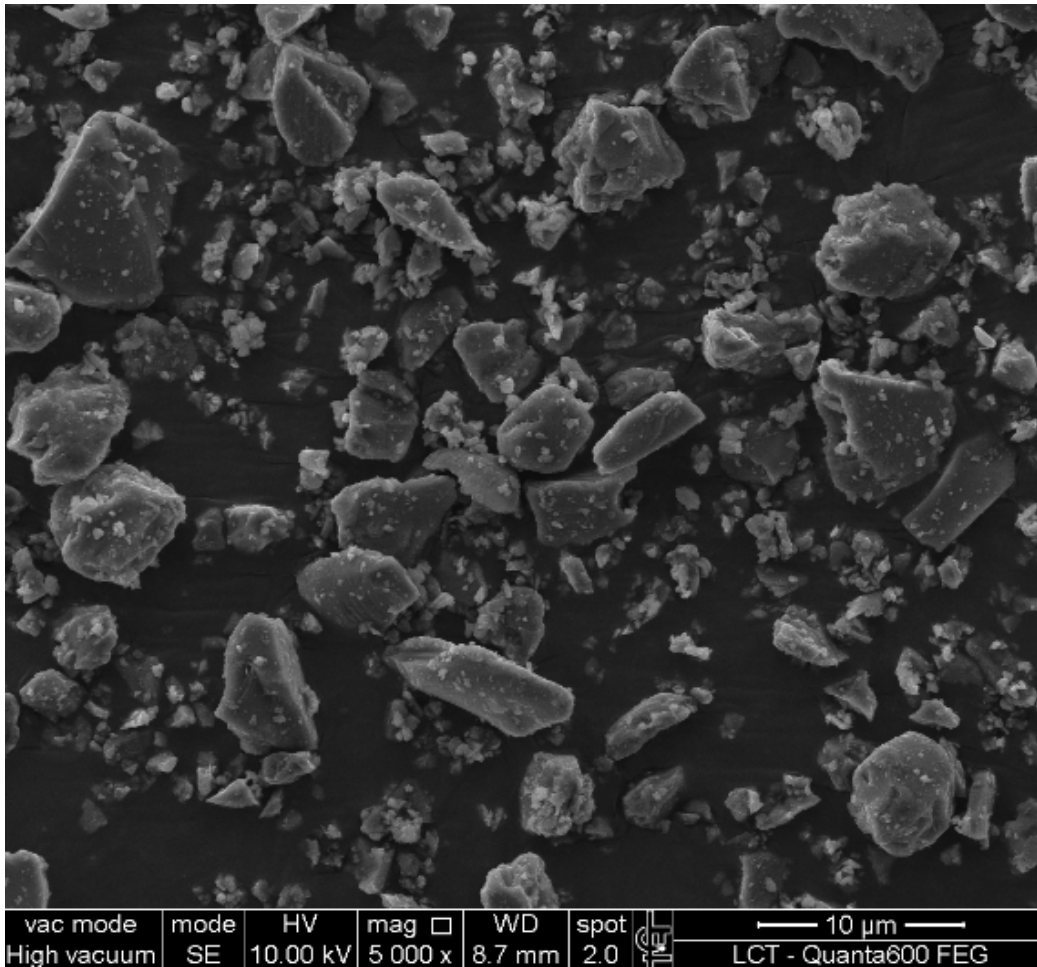


Figura 20 - Óxido de Alumínio 0,0005mm a 0,0010mm da empresa ELFUSA - Imagem MEV óxido de alumínio

Um dos principais fatores que influencia a resistência da camada resultante do compósito formado é a quantidade de grãos da partícula cerâmica que é impregnado na camada. Isso ocorre devido ao fator de empacotamento influenciar nas tensões resultantes tanto de compressão e tração segundo Benaben (1998).

Na figura 21 pode-se observar o grão de alumina detalhadamente impregnado em uma microtrinca da camada de cromo.

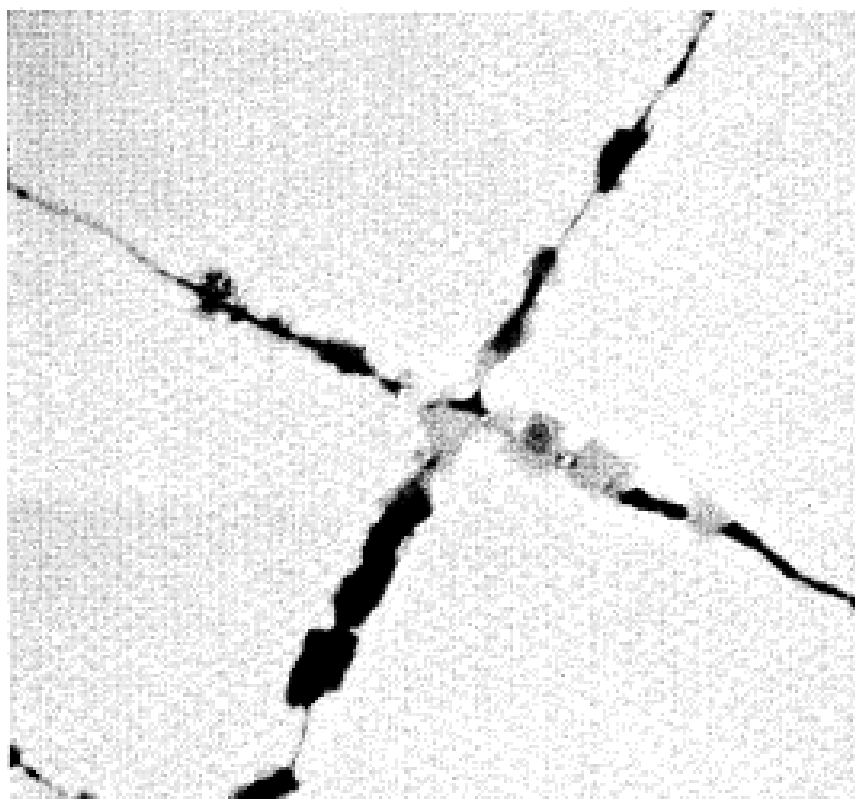


Figura 21 - Patente 4.846.840 Grão de Óxido de Alumínio presente nas micro trincas da camada de cromo - Detalhe óxido de alumínio impregnado microtrinca

Os valores normalmente encontrados de concentração de grão cerâmico em grama por concentração de volume de camada de cromo tem se aplicado em torno de 3%. Segundo a Patente 97309024.4 da empresa japonesa Teikoku os valores de óxido de alumínio na camada estão em cerca de 5% de concentração.

Na figura 22 a empresa Teikoku demonstra na Patente 7309024.4 como as partículas se impregnam na camada quando analisado de forma transversal.

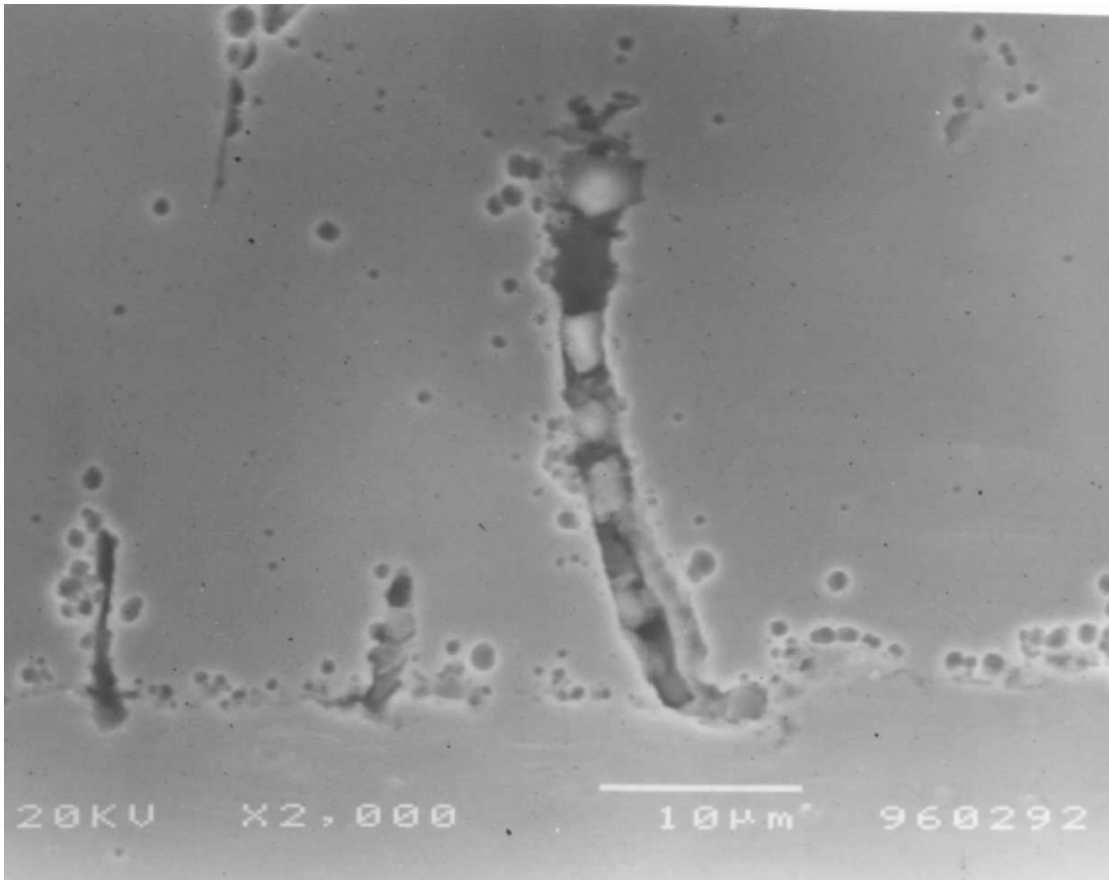


Figura 22 - Patente Teikoku grãos de óxido de alumínio nas microtrincas - Micro trincas na camada após corte com feixe de íons

Segundo as patentes das empresas os valores médios da partícula de alumina são de 0,0005mm a 0,0150mm, porém, Jones (1990), apresenta que as dimensões máximas das microfissuras da camada de cromo são aproximadamente de 0,0005mm para depósitos sem haver a reversão de catódica para abertura da micro trincas.

Na figura 23, Jones (1989), através de cortes no revestimento com feixe de íons demonstra a microtrinca na região A e B ao longo da espessura do revestimento.

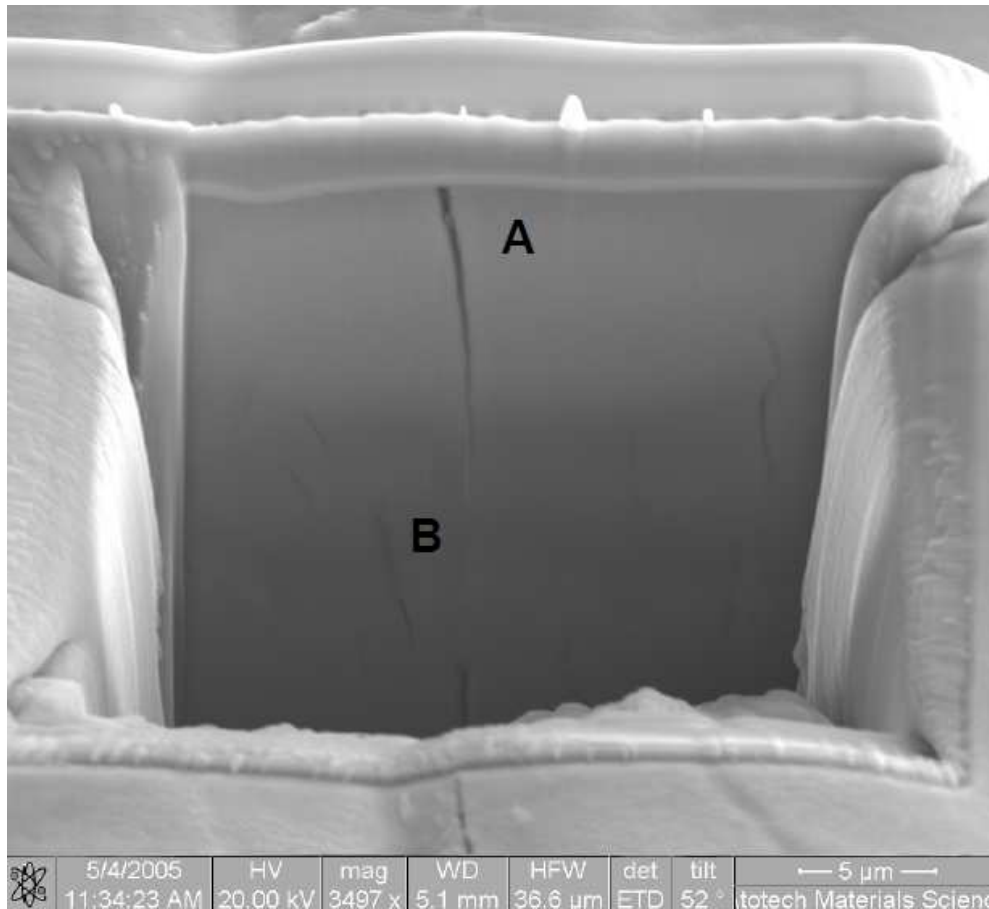


Figura 23 - Micro trinca de 0,0005mm exposta após ataque na amostra com feixe de ions, - Distribuição Granulométrica de óxido de Alumínio (Jones, 1989)

Mas, entretanto, segundo a Patente 4.846.840 é possível obter micro-trincas de até 0,001mm com o ataque anódico de cerca de 30A por decímetro quadrado sendo aplicada de maneira cíclica ao longo do tempo podendo ter duração do tempo total de processo de até 5 horas para uma deposição de 0,500mm.

Como a granulometria do pó cerâmico obedece á uma distribuição granulométrica, os grãos com dimensão maiores não impregnarão na camada.

Na figura 24 observa-se um gráfico típico de distribuição granulométrica do pó de óxido de alumínio quando analisados por difração de raio laser.

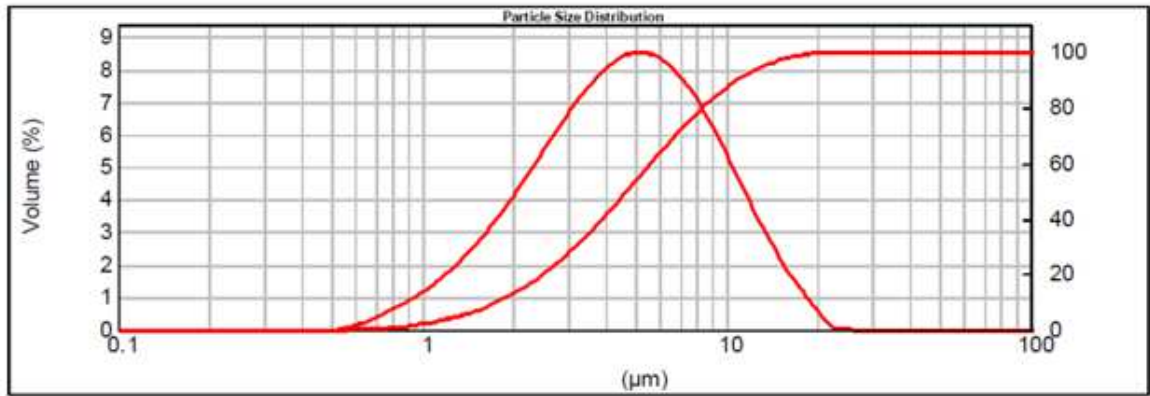


Figura 24 - Distribuição Granulométrica de óxido de Alumínio 0,005mm análise Empresa Elfusa.

3 MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

Neste trabalho foi utilizado o material necessário simulando as condições de um processo de eletrodeposição de cromo em laboratório para uma amostra adequada as dimensões da célula criada em escala reduzida.

A amostra foi preparada em aço 1020 de chapa laminada com 200mmx30mmx10mm sendo considerada destas dimensões e material devido ao tipo de material mais utilizado no mercado para o processo de cromação funcional e a dimensão mínima suficiente para se obter a amostra suficiente para realização do ensaio de desgaste em tribômetro.

A amostra foi fresada em uma profundidade suficiente para remoção da rugosidade inserida pelo processo de laminação que foi posteriormente retificada com rebolo de óxido de alumínio 20 grão μm para se obter uma medida com rugosidade de $R_a=0,30\mu\text{m}$ e $R_z=2,0\mu\text{m}$

Na figura 25 e 26 é demonstrado como foi realizado o ensaio de rugosidade na amostra anteriormente da deposição do revestimento.

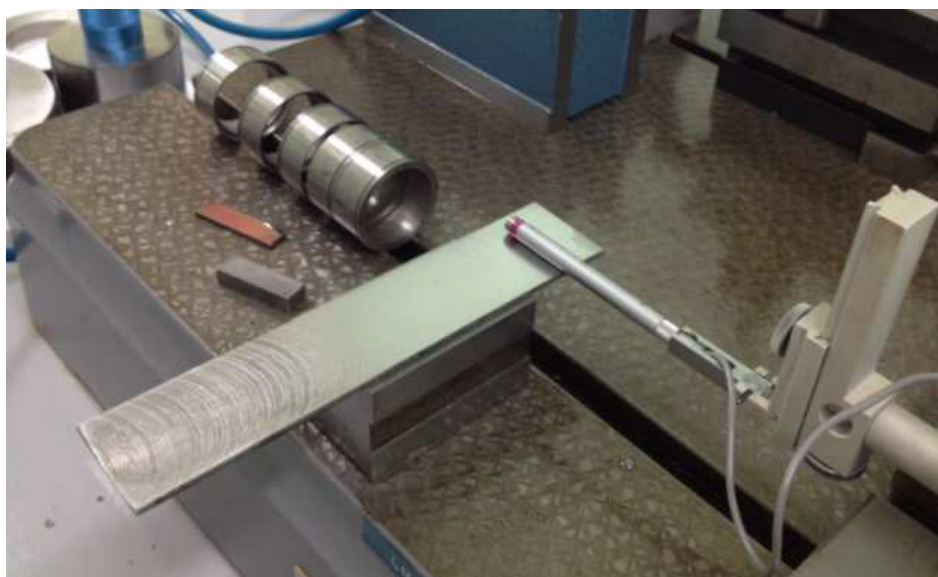


Figura 25 - Amostra fresada para remoção de rugosidade – Rugosímetro - Análise de Rugosidade na Amostra



Figura 26 - Chapa de Aço SAE 1020 bruto após retificação acabamento espelhado com $R_a=0,30\mu\text{m}$ e $R_z=2,0\mu\text{m}$ - Imagem acabamento espelhado por retificação

3.2 PREPARAÇÃO DA CÉLULA DE CROMAÇÃO

A célula de cromação foi elaborada em um béquer de 1000mL em estufa de laboratório com anodo em liga de Chumbo de 93% de Pb e 7% de Estanho com dimensões de 200mmx30mmx10mm similar ao que se utiliza em escala de produção para evitar contaminações com o metal durante a eletrodposição.



Figura 27 - Anodos de chumbo (93% Pb e 7% Sn). Dimensões de 200mmx30mmx10mm

A célula foi elaborada utilizando aprisionadores de bureta considerando as dimensões proporcional da distância entre a amostra e anodo de corrente em Amper: distancia de 2,5mm.

Na figura 28 observa-se a célula de cromação montada em laboratório anteriormente ao início dos experimentos.



Figura 28 - Célula de Cromação com amostra ao centro - Montagem da célula de cromação

A temperatura de cromação foi controlada com banho maria de 55°C com termômetro de vidro convencional.



Figura 29 - Termometro vidro convencional processo mantida a 55°C - Termometro

O retificador de corrente utilizado foi o modelo SWITHING AF com Inversão de Polaridade Marca HOLIVERBRASS com capacidade de distribuição de 20A com 12V capaz de realizar a inversão catódica através de um ciclo determinado por tempo e corrente para possibilitar o auxílio na co-deposição do óxido de alumínio.

Na figura 30 é observado o retificador de corrente adquirido com especificação para promover a reversão cíclica dos polos positivos e negativos.



Figura 30 - Retificador de Corrente marca HOLIVERBRASS com inversão catódica - Retificador de Corrente com Inversão de polaridade

Os cabos do anodo e catodo foram aprisionados com fixadores elétricos sendo que o polo negativo foi interligado ao catodo ou a amostra e o positivo aos anodos de chumbo.

Na figura 31 demonstra-se os aprisionadores simulando os barramentos anódicos e catódicos de um tanque de cromação.



Figura 31 - Cabos elétrico de alimentação de corrente dos anodos e catodo - Ligação dos cabos de corrente

A solução de cromo foi montada obedecendo as condições de patente da empresa Teikoku com Anidrido Crômico de 200g/L com acido sulfúrico de 2g/L e com óxido de alumínio de 5g/L com objetivo manter as condições constantes avaliando os parâmetros granulométrico das amostras de óxido de alumínio.

Na figura 32 é demonstrado a célula de cromação preenchida com a solução de cromo na concentração ideal para o experimento sem adição do pó de óxido de alumínio que foi inserido posteriormente.



Figura 32 - Solução de ácido crômico com a amostra ao centro - Alumina ELFUSA Amostra MEV

3.3 CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO

Como o objetivo principal deste trabalho é de avaliar a resistência ao desgaste resultante da variação dos parâmetros de granulometria dos grãos cerâmicos de alumina, foi caracterizado a amostra de alumina em tamanho de grão, análise de fases por difração de raio-X, análise de imagem por MEV.

3.4 ELETRODEPOSIÇÃO DE CROMO

A eletrodeposição de cromo foi realizada utilizando uma receita sem alterações de parâmetros, porém foram montados 02 banhos de cromo distinto utilizando as amostras diferentes do pó de óxido de alumínio amostra 740.899 de com granulometria entre $0,5\mu\text{m}$ a $15\mu\text{m}$ e a amostra 740.090 granulometria de $0,5\mu\text{m}$ a $7\mu\text{m}$.

Vale ressaltar que a corrente total obtida é sempre dependente diretamente da área que

será eletrodepositada da amostra, com isso, os valores abaixo estão em função da área para um número total de 5 ciclos completos.

Etapa	Função	Densidade de corrente (Amperes por Área em dm² da amostra)	Tempo de Eletrodeposição
01	Corrente Direta	+ 60 ASD	20 min
02	Corrente Inversa	- 40 ASD	02 min
03	Corrente Direta	+ 60 ASD	20 min
04	Corrente Inversa	- 40 ASD	02 min
05	Corrente Direta	+ 60 ASD	20 min
06	Corrente Inversa	- 40 ASD	02 min
07	Corrente Direta	+ 60 ASD	20 min
08	Corrente Inversa	- 40 ASD	02 min
09	Corrente Direta	+ 60 ASD	20 min
10	Corrente Inversa	- 40 ASD	02 min

Tabela 3 - Parâmetro de processo de cromação realizada na célula de eletrodeposição

Após o processo de cromação as amostras foram enviadas ao laboratório para o processo de embutimento e preparação para o polimento para as dimensões serem possíveis de ser executada o ensaio de desgaste.



Figura 33 - Alumina ELFUSA - amostra com a camada de cromo aplicada

Para identificar a alumina impregnada junto a camada de cromo foi realizado no Laboratório da UNIFEI o MEV com EDX conforme figura em anexo.

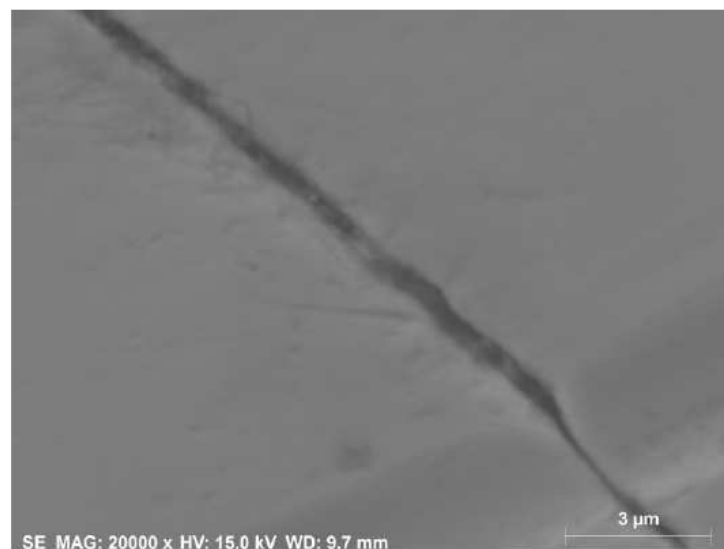


Figura 34 - Identificação da partícula de alumina na micro fissura - Micro trincas experimento amostra 740.899 alumina identificando presença de óxido de alumínio na camada de cromo

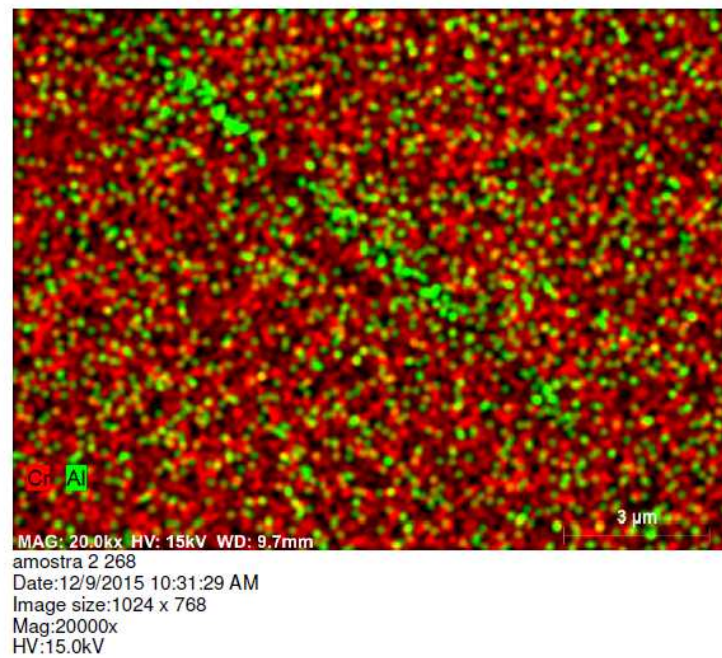


Figura 35 - Identificação do alumínio por EDX - Presença de Óxido de Alumínio impregnado na Camada eletrodepositada de cromo

Na figura 36 é identificado através de raio-x no MEV os elementos de Cromo e Alumínio presentes na amostra comprovando a impregnação da alumina nas microtrincas.

EDS
Unifei / IEM / LCE

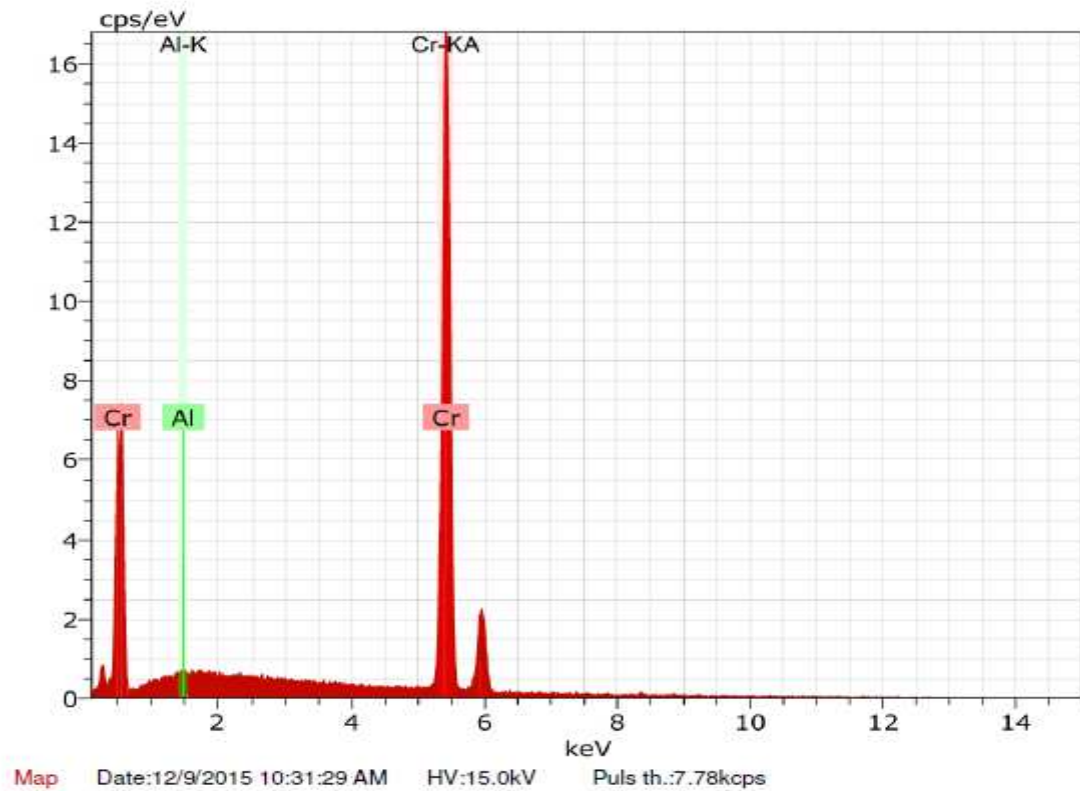


Figura 36 - Spectro EDS identificando os elementos Cromo e Óxido de alumínio na camada eletrodepositada.

3.5 ENSAIOS DE DESGASTE

Os ensaios de desgaste foram realizados no Instituto Nacional de Pesquisa Espacial no Laboratório Associado de Plasma com equipamento modado Tribometer s/n 18-313 marca CSM Instruments localizado em São José dos Campos-SP.

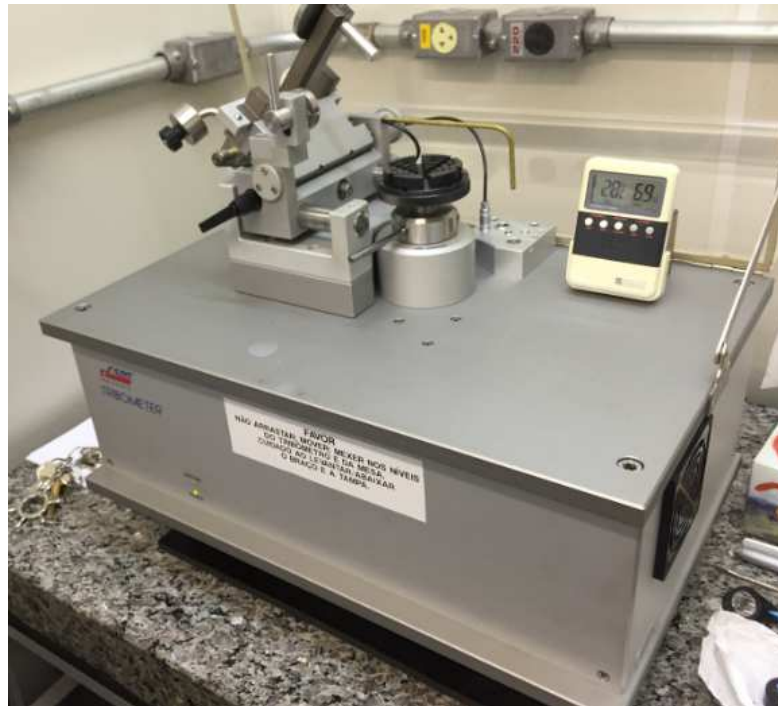


Figura 37 - Tribometro CSM do Laboratorio Associado de Plasma INPE Tribometro CSM do Laboratorio Associado de Plasma INPE

A esfera cerâmica que realiza o desgaste foi escolhido em Alumina com diâmetro de 3,0mm modelo 19BIAL0030



Figura 38 - Ponta Esférica de alumina CSM tribometer

As amostras foram preparadas com embutimento de 30mm e realizada lixamento polimento com lixas de grana 500, 1000, 2000 e pasta de diamantes removendo por completo os nódulos de cromo para não alterarem os resultados do ensaio.



Figura 39 - Amostra embutida e com a trilha de Ensaio de Desgaste

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 ÓXIDO DE ALUMÍNIO

Foram obtidas 02 amostras do pó de óxido de alumínio da empresa ELFUSA sendo a amostra 740.899 de com granulometria entre $0,5\mu\text{m}$ a $15\mu\text{m}$ e a amostra 740.090 com granulometria de $0,5\mu\text{m}$ a $7\mu\text{m}$

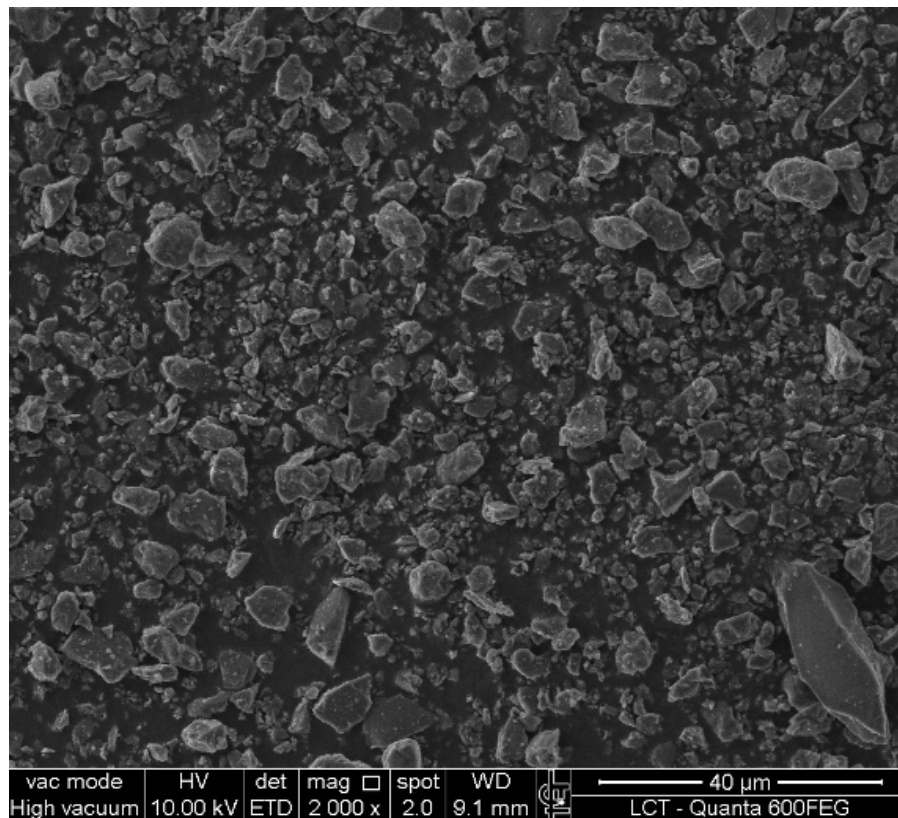


Figura 40 - Alumina MEV laboratório 2000x amostra 740.899 - devido ao tamanho da ampliação não foi evidenciada diferença significativa entre as amostras.

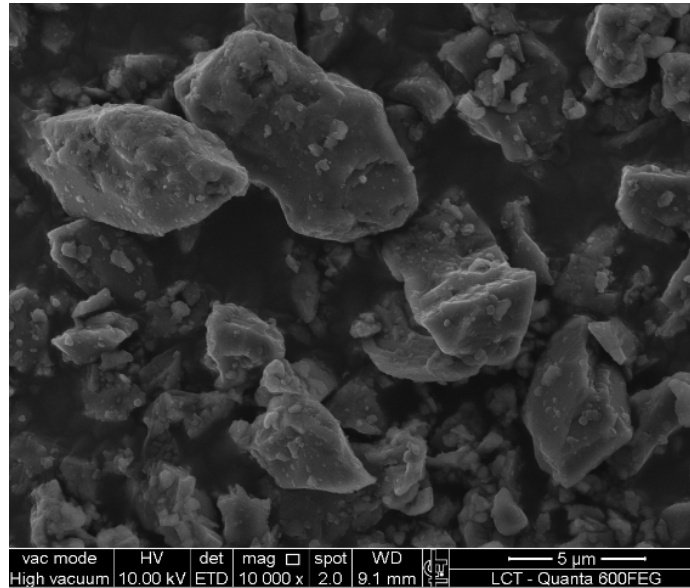


Figura 41 - Detalhe da Alumina 10.000x de ampliação - Alumina MEV laboratório 10.000x amostra 740.899 - devido ao tamanho da ampliação não foi evidenciada diferença significativa entre as amostras.

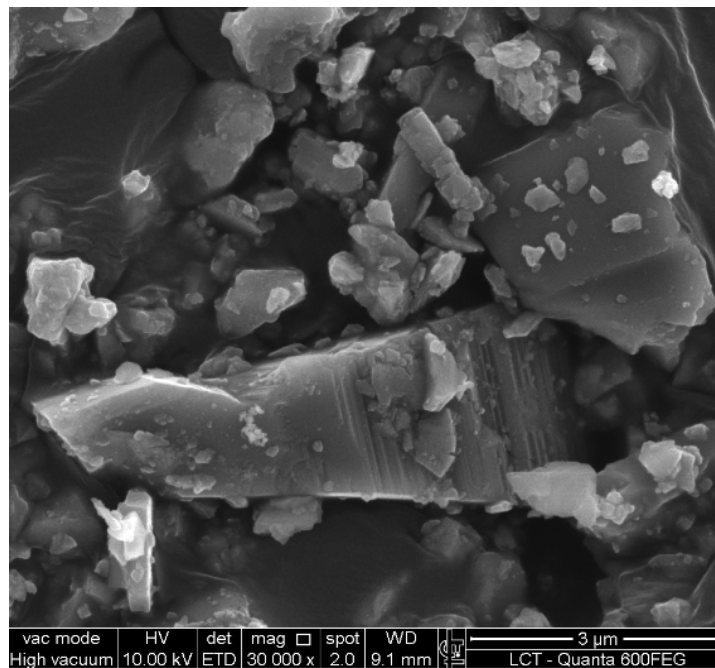


Figura 42 - Detalhe aresta grão de alumina 30.000x ampliação - Detalhe Alumina MEV laboratório 30.000x amostra 740.899 - devido ao tamanho da ampliação não foi evidenciada diferença significativa entre as amostras.

Na figura 43 e 44 pode-se observar que as amostras de óxido de alumínio com granulometria distintas possuem a mesma microestrutura e composição química

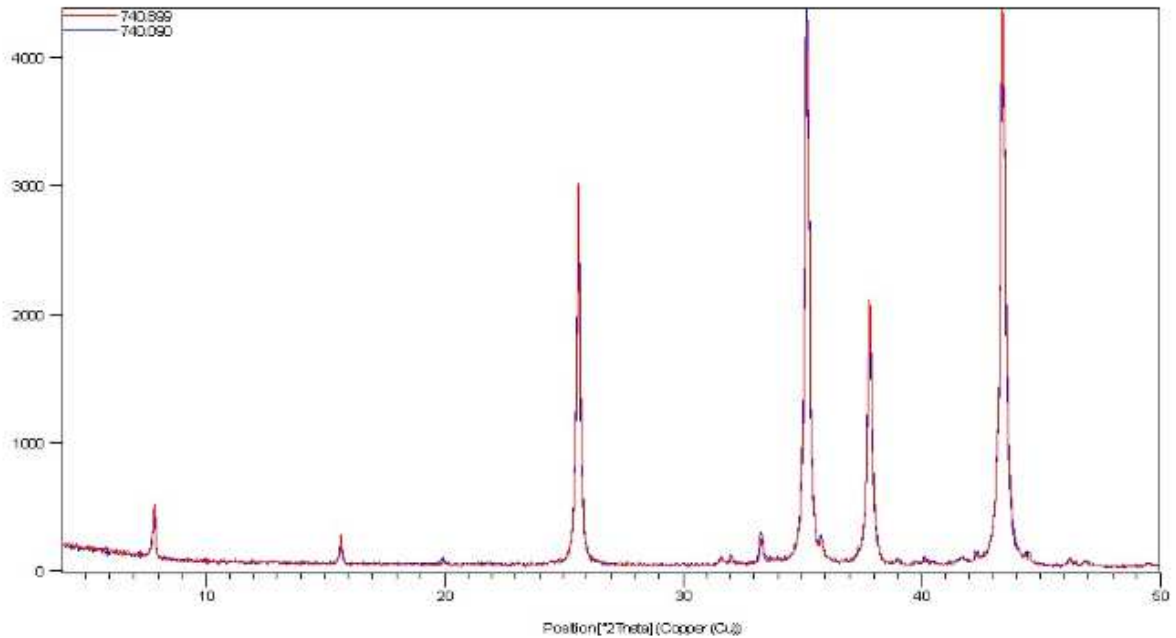


Figura 43 - Difração de raio-X da amostra - análise realiza com objetivo de avaliar possíveis diferenças entre fases das amostras

ICDD	Nome do composto	Fórmula Química	% estimada
01-081-2266	Óxido de alumínio	Al_2O_3	87
01-079-2288	Diaoyudaofita	$\text{NaAl}_{11}\text{O}_{17}$	13

Figura 44 - Identificação das fases da alumina - Concentração dos compostos presentes no óxido de alumínio

Na figura 45 observa-se os valores das distribuições granulométricas da amostra 740.899 de com granulometria entre 0,5 μ m a 15 μ m e a amostra 740.090 granulometria de 0,5 μ m a 7 μ m.

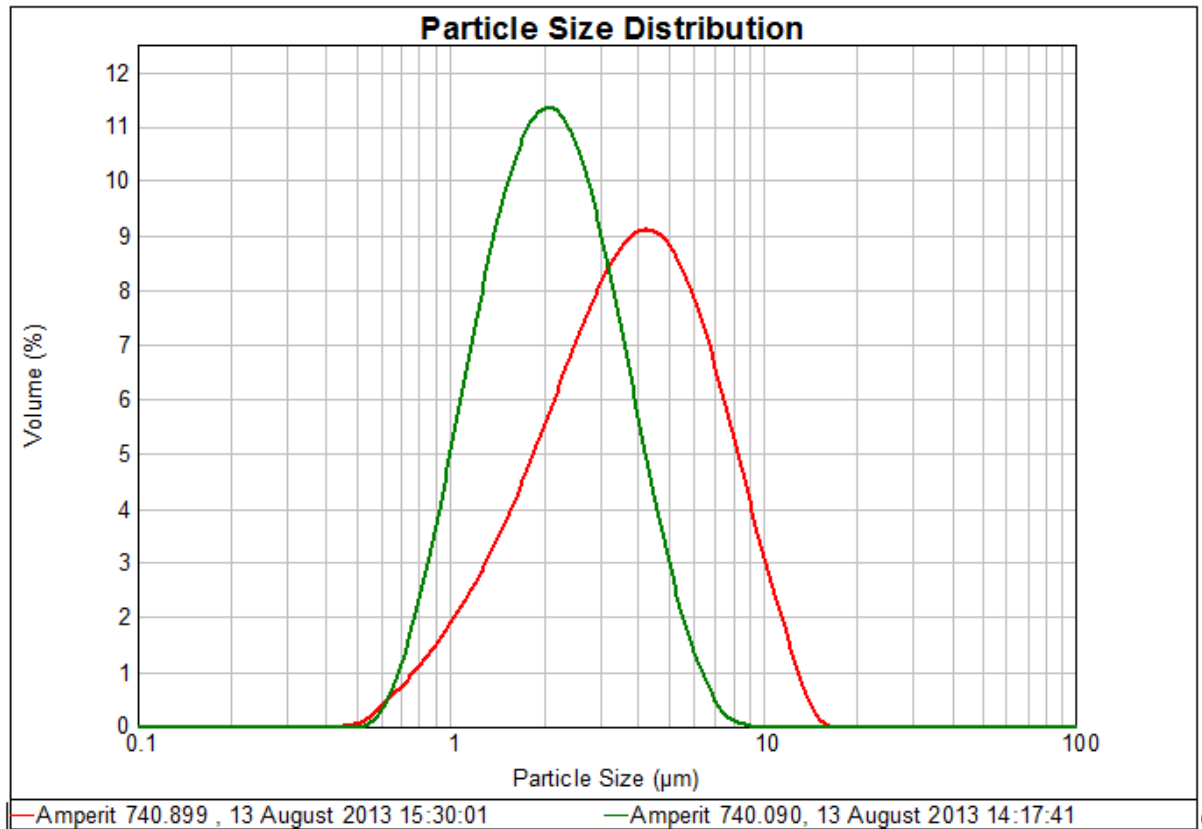


Figura 45 - Distribuição Granulométrica das 02 amostras - Distribuição Granulométrica medida por difração de raio laser MALVERN da empresa ELFUSA

4.2 ENSAIOS DE DESGATE

Para avaliar o comportamento das amostras foram elaborados os seguintes corpos de prova:

Amostra 01: corpo de prova com depósito de cromo com adição de alumina com granulometria entre 0,5 μ m a 15 μ m

Amostra 02: corpo de prova com depósito de cromo com adição de alumina com granulometria de 0,5 μ m a 7 μ m

Amostra 03: corpo de prova com depósito de cromo sem adição de alumina

Na figura 46 observa-se as curvas dos coeficientes de atrito das amostras de camada de cromo.

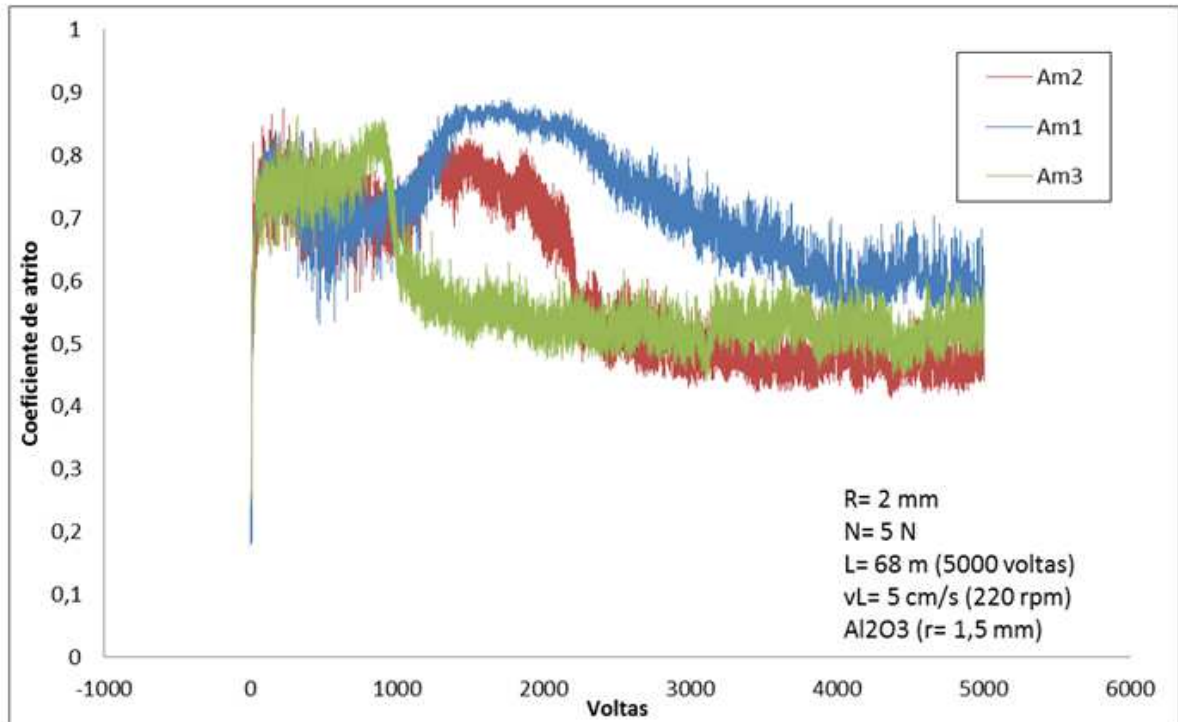


Figura 46 - Gráfico coeficiente de atrito x n° de voltas (5N)

A Amostra 1 após um intenso período de assentamento, com μ de aproximadamente 0,7 até a volta 1000, apresentou um período de alta do coeficiente de atrito até a volta 2000 com μ igual a 0,89. A partir deste momento, o coeficiente caiu constantemente até permanecer no valor de 0,6.

Sua curva é caracterizada por oscilações próprias de desgaste adesivo. Isso ocorre, pois parte do material é removido da trilha de desgaste durante o assentamento da esfera com o depósito de cromo. Esse mesmo material, por deslizamentos subsequentes, pode voltar a aderir à superfície original ou formar partículas de desgaste.

A comportamento da Amostra 2 foi levemente inferior ao da amostra 1. O período de assentamento foi mais intenso até a volta 1000, depois sofreu uma alta até a volta 2000. Em média nesses dois momentos o valor de μ foi de 0,75 chegando ao valor de 0,87. Depois disso o coeficiente estabilizou-se até o valor de 0,5.

A Amostra 3 apresentou período de assentamento até a volta 1000, com um valor médio de 0,75. Após esse período o valor de μ estabilizou-se em aproximadamente 0,55.

Assim como a Amostra 1, as Amostras 2 e a Amostra 3 também apresentaram claramente o desgaste adesivo como principal mecanismo de desgaste, como mostra a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

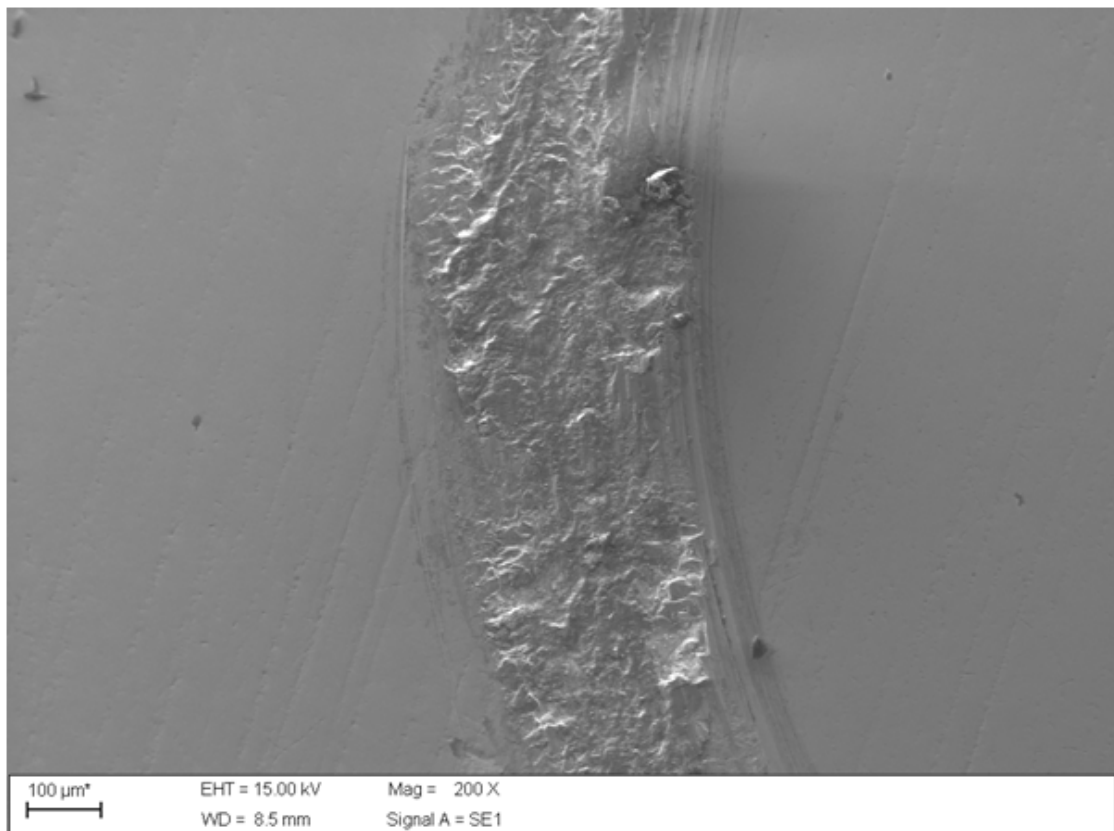


Figura 47 - MEV da trilha de desgaste Amostra 01

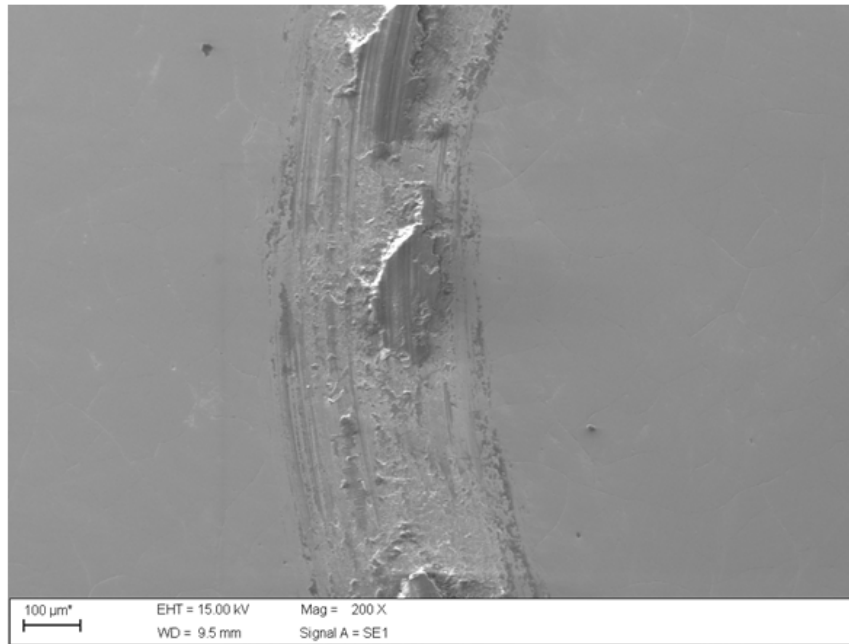


Figura 48 - MEV da trilha de desgaste Amostra 02

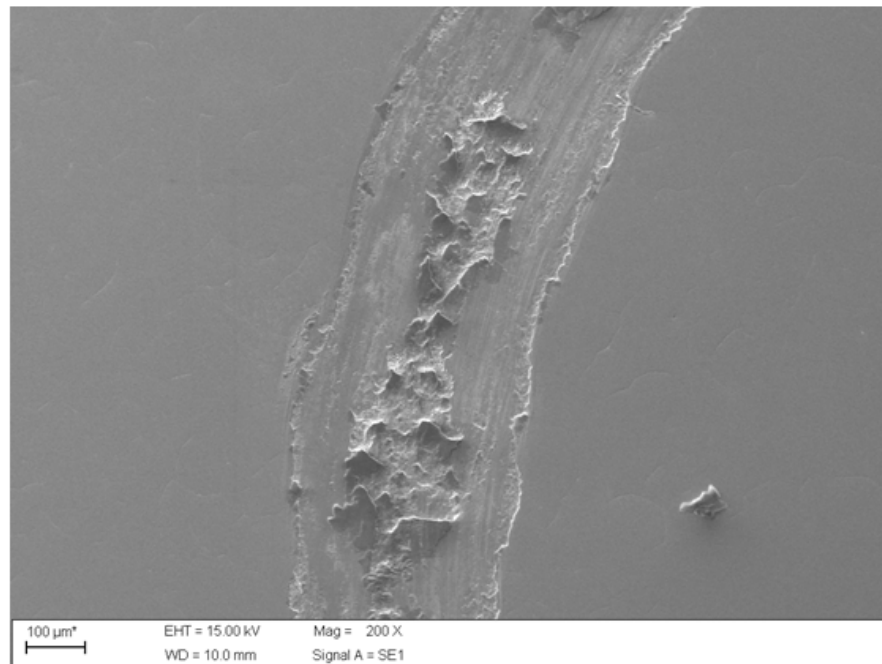


Figura 49 - MEV da trilha de desgaste Amostra 03

A amostra 3 apresentou o maior volume desgastado, como se pode observar no gráfico da Figura 3. As outras amostras obtiveram desgaste semelhantes, com destaque para a amostra 1 que foi a menos desgastada.

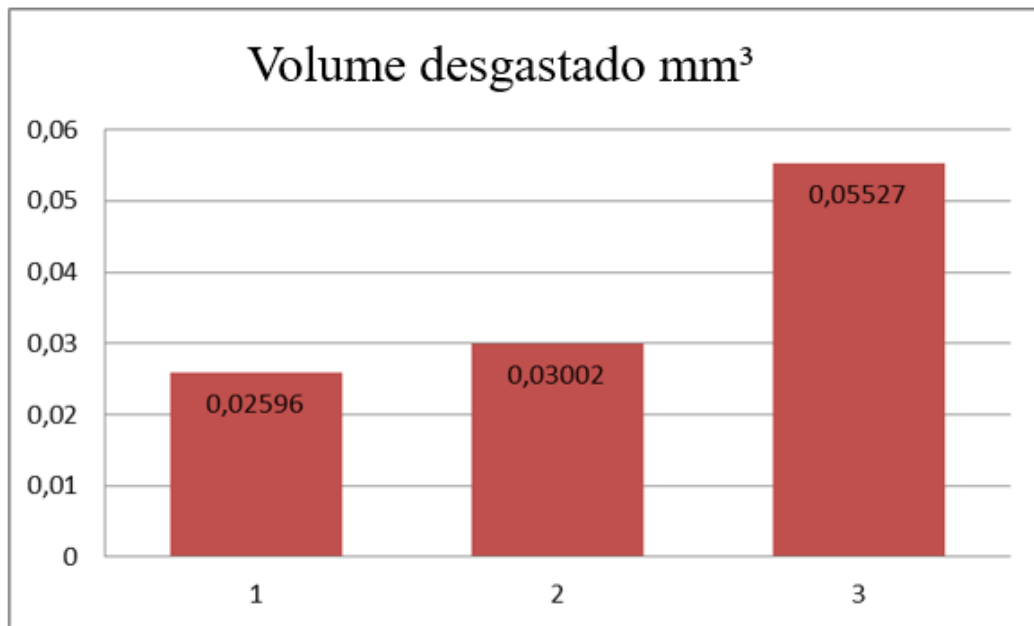


Figura 50 - Volume desgastado de cada amostra em mm³

4.2.1 ENSAIO DE MEDIÇÃO DE PERFIL DA SUPERFÍCIE

Foram realizadas nas amostras um ensaio de medição do perfil da superfície através do equipamento MAHR determinando e medindo da superfície do filme mediante o contato e deslizamento de uma ponta de diamante sobre a mesma junto a superfície rugosa dos filmes a ponte sobe e desce descrevendo a topografia da superfície sobre a qual desliza.

Nas figuras 51,52 e 53 pode-se observar as diferenças de penetração da esfera do tribômetro, sendo que nas figuras 51 e 51 apresentaram resultados similares, entretanto, bem superior ao resultado da figura 53.

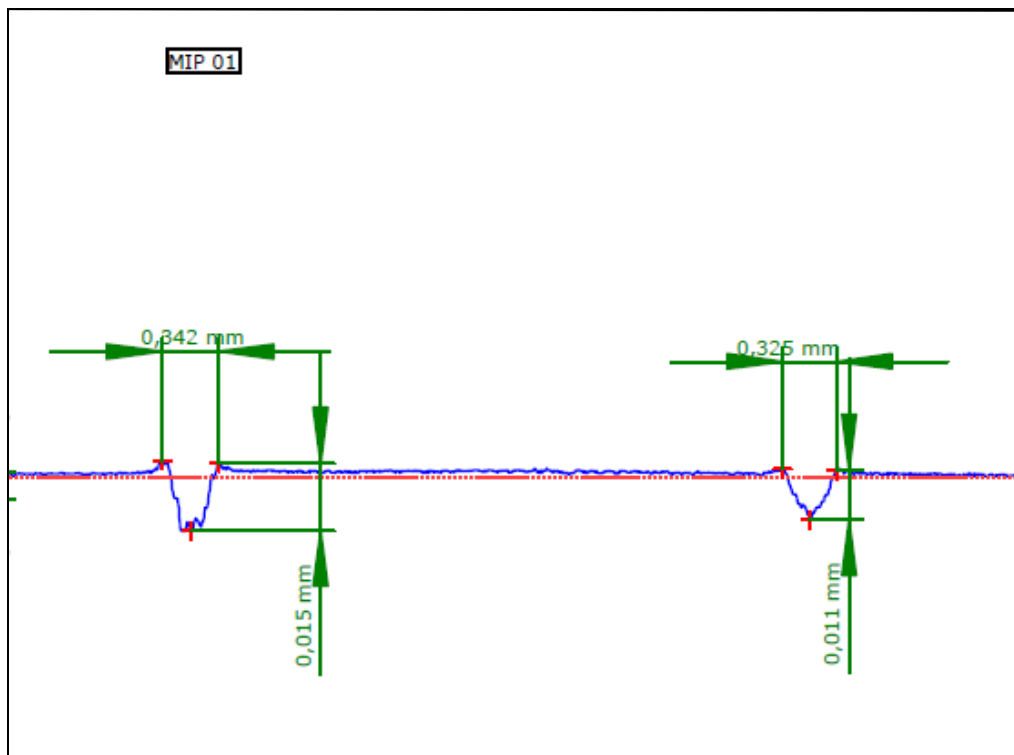


Figura 51 - Medições Perfilômetro Amostra 01

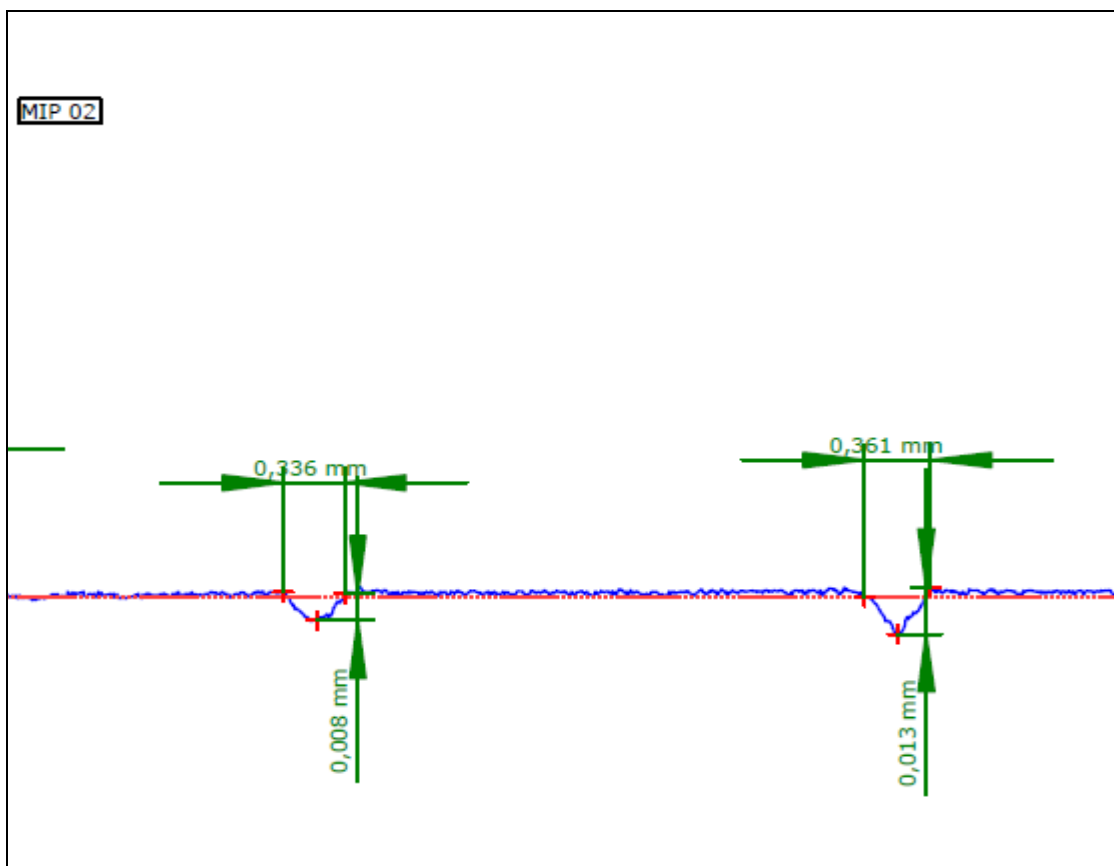


Figura 52 - Medições Perfilômetro Amostra 02

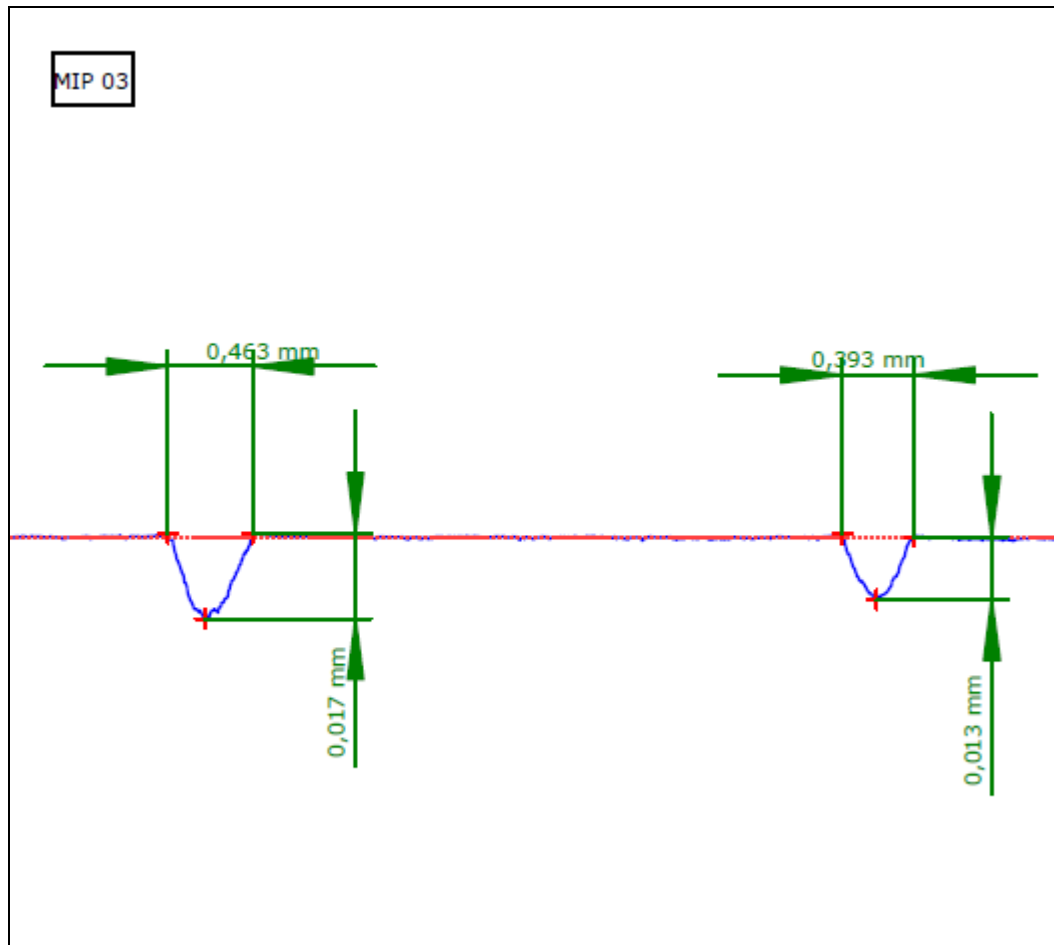


Figura 53 - Medições Perfilometro Amostra 03

5 CONCLUSÃO

5.1 CONCLUSÕES GERAIS

Através dos resultados obtidos neste trabalho fica evidenciado algumas características significativa da camada de cromo com alumina que podem contribuir para um melhor entendimento da tecnologia através dos seguintes itens:

- Pode-se observar que as amostras apresentaram valores coerentes, ou seja, entre as três amostras tratadas, a que se saiu com melhores resultados foi a Amostra 1 que possui tamanho de grãos maiores quando comparado com a Amostra 2

- Amostra 3 que apresentou uma menor resistência ao desgaste nos demonstra que o compósito forma nas Amostras 1 e Amostras 2 realmente aumenta resistência ao desgaste. Nos dois ensaios realizados, ela teve maior volume desgastado.

- O mecanismo de desgaste observado foi o de Adesão (nas três Amostras) principalmente devido as características da camada de cromo.

- No ensaio a carga a primeira amostra obteve melhor desempenho, com uma diferença pequena de volume desgastado entre os ensaios. A segunda também teve um volume desgastado baixo.

- Dentre as amostras que receberam alumina juntamente com o cromo (amostras 1 e 2) a que apresentou melhores resultados foi a amostra 2 (com grãos menores de alumina).

- O fator de penetração dos grãos nas micro trincas não foi avaliado mas poderá ser considerado em trabalho de futuro, pois, a partir deste trabalho sabe-se que o tamanho do grãos influenciam na formação do compósito.

- Na análise de MEV fica demonstrado os grãos de alumina empacotado nas microfissuras.

- Como os parâmetros de eletrodeposição das 03 amostras foram os mesmos, pode-se considerar que o tamanho de grão da alumina contribui para alterar a taxa de resistência ao desgaste, mas, entretanto, trabalhos futuros alterando os parâmetros de eletrodeposição seriam de grande importância para a tecnologia.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão para o desenvolvimento futuro da tecnologia apresenta-se as seguintes considerações:

- Avaliar o fator de empacotamento dos grãos da alumina nas micro fissuras alterando os parâmetros de cromação de tempo e corrente de inversão de polaridade aplicada nos retificadores de corrente.

- Alterar o material cerâmico empregado neste trabalho tal como: diamante sintético, carbetto de silício, nitreto cúbico de boro, entre outros.

- Realizar análise de desgaste utilizando óleos lubrificantes para avaliar os tipos de desgaste envolvidos com objetivo de aprimorar os estudos.

- Aplicar corrente pulsante nos retificadores de corrente contínua para avaliar a formação e tamanho das micro trincas formadas na camada de cromo.

6 BIBLIOGRAFIA

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE TRATAMENTO DE SUPERFÍCIES. ABTS. – Revista de Tratamento de Superfícies. São Paulo, 2010.

ASM HANDBOOK, Vol. 05 Surface Engineering, ASM, International The Materials Information Company, 2004

JONES, A. R. Plating Surface Finishing, Vol 76, (No. 4), 1989, p 62-66

COYLE, T. G. Processes Amer. Electroplaters' Soc., Vol. 43, 1944, p 20-76

HARTZELL, P., D. Hard Chromium Plating. In: Metals Handbook. 8ª edição. Volume 2. Ohio: American Society for Metals, 1964. P. 462-474.

DUFFY, J., I. Electrodeposition Methods. In: Electrodeposition Processes, Equipment and Compositions. New Jersey: Noyes Data Corporation, 1982. P. 3-36.

SAFRANEK, W., H. Chromium and Chromium Alloys. In: The Properties of Electrodeposited Metals and Alloys. New York: American Elsevier Publishing Company, 1974. P. 33-61.

FOULKE, CLARENCE D., Electrodeposition of Chromium from Chromic Acid Solutions, 1977.

BENABEN, P., DURUT, F., FOREST, B., RIEU, J. Influence of Temperature on the Microstructure and Properties of Chromium Electrodeposits. Metal Finishing. Saint Etienne, p. 52-60, março 1998.

BERGENSTOF NIELSEN, C., LEISNER, P., HORSEWELL, A. On Texture Formation of Chromium Electrodeposits. *Journal of Applied Electrochemistry*. Lyngby, p. 141-150, junho 1997.

TORRES GONZÁLES, J., BENABEN, P. Study of The Influence of Electrolyte Chemical Composition on The Properties of Chromium Electrodeposits-Microstructure, Crystallographic Texture, Residual Stress, and Microhardness. *Metal Finishing*. Saint Etienne, P. 107-116, junho 2003.

TORRES GONZÁLEZ J. , CASTAÑEDA, F., BENABEN, P . Study of Chromium Multilayers Properties Obtained by Pulsed Current Density: Residual Stress and Microhardness. *Leonardo Electronic Journal of Practices and Technologies*, p. 117-130, Dezembro 2010

CARVALHO A.L.M, VOORWALD H.J.C. , Uma avaliação do comportamento em fadiga por flexão alternada da liga de alumínio 7050-t7451 2006, 216p

PINA, J., DIAS, A., Francois, M. et. all, Residual Stress and Crystallographic Texture in Hard-Chromium Electroplated Coatings, *Surface &Coatings Technology*, pp. 148-162, 1997.

ASKELAND, D., A., PHULÉ, P., P. *Engineering Materials*. In: *The Science and Engineering of Materials*. 4ª edição. Pacific Grove: Thomson Learning, 2003. P. 574-581.

LEKKA M., LANZUTTI A., CASAGRANDE A, Room and high temperature wear behaviour of Ni matrix micro- and nano-SiC composite electrodeposits, *Surface and Coatings Technology*, 2012.

PRADYOT, PATNAIK, *Handbook of Inorganic Chemicals* 1st Edition, McGraw-Hill Professional, 2002.

GAO, Jifeng , SUO, Jinping, Preparation and characterization of the electrodeposited Cr–Al₂O₃/SiC composite coating, 2011.

GRAHAM, A., K. Electroplating Engineering Handbook. Pennsylvania: Van Nostrand Reinhold Company, 1971. 845 p.

GUFFIE, R. K. Hard Chromium Plating, Gardner Pub. Inc., 1986, p 22

LOW, C.T.J., WILLS, R.G.A, WALSH, Surface Coating Technology, 201, 2006

NEWBY, R., K. Functional Chromium Plating. In: Metal Finishing Guidebook and Directory Issue. Tarrytown: Association of Business Publisher, 1997. P. 219-229.

SANTOS, S. I., 2004, “Adesão de Filme Auto-Sustentado de Diamante CVD em Metal Duro”, Tese de Doutorado,UFRGS.

ZAPAROLLI, D., Tratameno de Superfície, Revista Química e Derivados, maio 2008.

ZUM GAHR, K. H, Microstructure and Wear of Materials, p. 222, 1987.

STACHOWIACK, G. W., BATCHELOR, A. W. Engineering Tribology. Amsterdan, Elsevier, Science Publishers, B. B., 1993.

TYLCZAK, J. H. Abrasive Wear. ASM Handbook, ASM International, Materials Park, OH, USA, vol. 18, p. 185-190, 1992.

RUTHERFORD , K.L. HUTCHINGS, I.M. Theory and application of a microscale abrasive wear test. Journal of Testing and Evaluation, vol. 25, n. 2, p. 250-260, 1997.

CELIS, J. P, ROSS J. R., Coating e Corrosion Journal, 1-4 1982

BAYER, R. G. Wear Testing. Metals Handbook, ASM International, Materials Park, vol. 8, p. 601-608, 1985

DUBPERNELL, G., Lowenheim, F.A., Modern Electroplating, pp. 80-129, 1968.

HORSEWELL A., Processing and properties of electrodeposited layered surface coatings, Materials Science Technology 14 (June 1998) 549-553.

NASCIMENTO, M.P., Souza, R.C., Pigatin, W.L. and Voorwald, H.J.C., Evaluation of an Electroless Nickel Interlayer on the Fatigue & Corrosion Strength of Chromiumplated AISI 4340 Steel, Plating & Surface Finishing, pp 84-90, 2001.

WILES K.B. , MSc Thesis, Faculty of the Virginia, Polytechnic Institute and State Univ. Aug (2002).

PLETCHER, D., Industrial Electrochemistry, Chapman and Hall Pub, 1982.

BODGER, B.E., R.T.R. McGrann, D.A. Somerville, Plating and Surface Finishing 72 (1997) 28.

ANCHEN, X. Qiu, K. Sridharan, W.G. Horne, R.A. Dodd, A.H. Hamdi, A.A. Elmoursi, G.W. Malaczynski, J.R. Conrad, Surface Coating Technology 82 (1996) 305.