

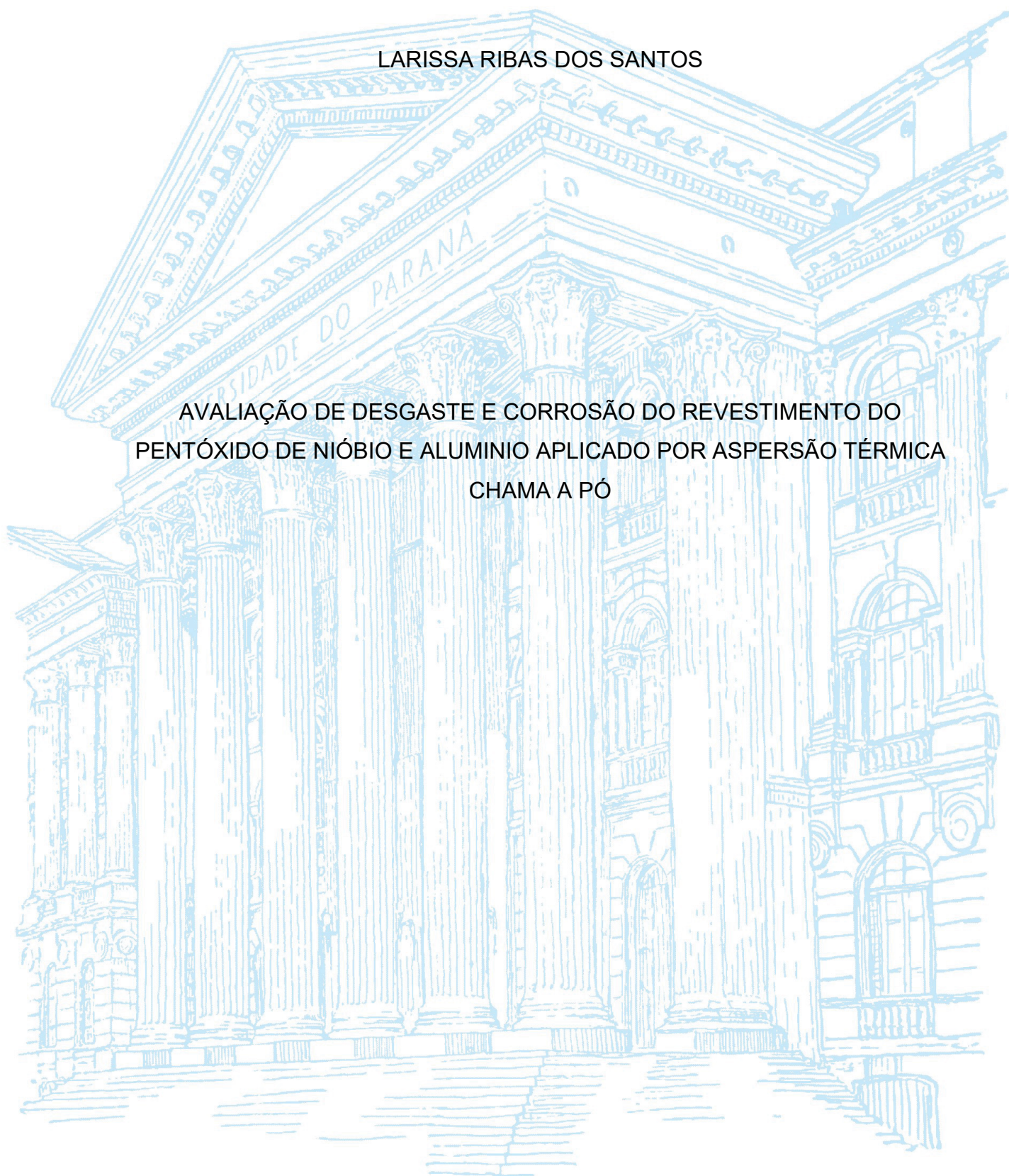
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

LARISSA RIBAS DOS SANTOS

AVALIAÇÃO DE DESGASTE E CORROSÃO DO REVESTIMENTO DO
PENTÓXIDO DE NÍÓBIO E ALUMÍNIO APLICADO POR ASPERSÃO TÉRMICA
CHAMA A PÓ

CURITIBA

2022



LARISSA RIBAS DOS SANTOS

AVALIAÇÃO DE DESGASTE E CORROSÃO DO REVESTIMENTO DO
PENTÓXIDO DE NIÓBIO E ALUMÍNIO APLICADO POR ASPERSÃO TÉRMICA
CHAMA A PÓ

Dissertação apresentada ao curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica- PGMEC, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Ramón Sigifredo Cortés Paredes

Coorientador: Prof. Dr. Gustavo Bavaresco Sucharski

CURITIBA

2022

DADOS INTERNACIONAIS DE CATALOGAÇÃO NA PUBLICAÇÃO (CIP)
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
SISTEMA DE BIBLIOTECAS – BIBLIOTECA DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA

Santos, Larissa Ribas dos

Avaliação de desgaste e corrosão do revestimento do pentóxido de nióbio e alumínio aplicado por aspersão térmica chama a pó / Larissa Ribas dos Santos. – Curitiba, 2022.

1 recurso on-line : PDF.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Paraná, Setor de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

Orientador: Ramón Sigifredo Cortés Paredes

Coorientador: Gustavo Bavaresco Sucharski

1. Aspersão térmica. 2. Pentóxido de Nióbio - Corrosão. 3. Alumínio - Corrosão. I. Universidade Federal do Paraná. II. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Cortés Paredes, Ramón Sigifredo. IV. Sucharski Gustavo Bavaresco. V. Título.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
SETOR DE TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO ENGENHARIA
MECÂNICA - 40001016040P5

TERMO DE APROVAÇÃO

Os membros da Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação ENGENHARIA MECÂNICA da Universidade Federal do Paraná foram convocados para realizar a arguição da dissertação de Mestrado de **LARISSA RIBAS DOS SANTOS** intitulada: **AVALIAÇÃO DE DESGASTE E CORROSÃO DO REVESTIMENTO DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO E ALUMÍNIO APLICADO POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ**, que após terem inquirido a aluna e realizada a avaliação do trabalho, são de parecer pela sua **APROVAÇÃO** no rito de defesa.

A outorga do título de mestra está sujeita à homologação pelo colegiado, ao atendimento de todas as indicações e correções solicitadas pela banca e ao pleno atendimento das demandas regimentais do Programa de Pós-Graduação.

CURITIBA, 17 de Março de 2022.

Assinatura Eletrônica

25/05/2022 17:41:18.0

RAMON SIGIFREDO CORTES PAREDES

Presidente da Banca Examinadora

Assinatura Eletrônica

30/05/2022 10:38:53.0

SIDNEI ANTONIO PIANARO

Avaliador Externo (UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA)

Assinatura Eletrônica

26/05/2022 07:42:58.0

CESAR EDIL DA COSTA

Avaliador Externo (UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA)

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer aos meus pais e a minha irmã que sempre me apoiaram e me ajudaram nos meus planos de realizar o mestrado.

A minha vó pelas boas conversas que ajudaram a trazer um conforto em momentos complicados.

Aos meus amigos: Watena, Eliane, Larissa, Karla, Vinicius, Milena, Daiane Vanessa, Thaline, que mesmo distantes durante este período de pandemia, estiveram presente em mensagens de apoio.

Ao professor Ramón por aceitar a minha orientação no mestrado e por me receber nesta caminhada longa de pesquisa, que começou desde a iniciação científica.

Ao meu coorientador Gustavo por aceitar esse desafio e contribuir para o desenvolvimento das etapas propostas do projeto.

Aos meus colegas de laboratório Pedro, Stefan e Rullian, que me ajudaram a realizar a parte pratica, e também, auxiliaram com opiniões construtivas de planejamento.

Aos meus outros colegas do LABATS que sempre estiveram apoiando e colaborando com considerações e observações para que eu pudesse desenvolver as minhas ideias da melhor forma.

Ao PGMEC e sua coordenação pela organização do programa de mestrado, e a bolsa da Agência CAPES-DS que foram primordiais para que fosse possível desenvolver esse trabalho.

A CBMM pela doação do material utilizado nesta pesquisa.

Ao Professor Claudemir pela disponibilidade e ajuda durante a realização dos substratos que foram utilizados para os revestimentos.

A Universidade Federal do Paraná pela infraestrutura utilizada durante o projeto.

Também, ao professor Giussepe e a Heloisa da UTFPR, e o professor Júlio da UDESC, pela atenção e disponibilidade para ensaios de desgastes propostos neste trabalho.

E finalmente gostaria de agradecer a Deus por tudo.

RESUMO

O uso de componentes que trabalham a temperaturas elevadas e que estão propícios à corrosão e desgaste durante sua utilização geram custos e tempos de manutenção que impactam no processo industrial. A possibilidade de promover maiores intervalos de conservação pode ser a partir de uso de revestimentos e, com isso, um processo de aplicação é a Aspersão Térmica e os materiais são os mais diversos para a deposição. O pentóxido nióbio, com o seu ponto alto de fusão pode ser uma escolha para essa aplicação, e misturado com o alumínio podem trazer alternativas de redução da corrosão e desgaste e degradação a altas temperaturas. Portanto, o trabalho teve por objetivo avaliar os revestimentos de aspersão térmica pelo processo chama a pó com pentóxido de nióbio/ alumínio em duas proporções diferentes para posteriormente aplicá-los a alta temperatura em forno e, também, realizar o ensaio de corrosão, adesão e desgaste, que posteriormente foram analisados os resultados após estas aplicações com comparativos a partir do potencial de proteção do pite recém-formado, tensão e área de pista. A partir do uso da metodologia experimental de Taguchi, os revestimentos foram avaliados com os parâmetros de proporções de Nb_2O_5 -40wt%Al e Al-40wt% Nb_2O_5 , variando as distâncias de aplicação de 150 mm e 250mm, com e sem pós-aquecimento de 300°C nos substratos de aços inoxidáveis austenítico. O resultado obtido para a melhor média do ensaio de tração normalizado por ASTM C633/13 foi de 22,37MPa, com a ruptura no substrato e revestimento. Nele se observa que o pós-aquecimento e maior proporção de pentóxido de nióbio foi o que beneficiou para o resultado. Também, os resultados do ensaio de riscamento e polarização anódica tiveram melhor resultado nestes dois níveis dos parâmetros de influencias. Portanto, a partir dos gráficos de análises e ranqueamento do Método Taguchi, a maior influência de parâmetros nos resultados foi o pós-aquecimento, que contribuiu para a melhoria da performance dos revestimentos nos ensaios que foram propostos.

Palavras-chave: Aspersão térmica 1. Flame spray 2. Desgaste 3. Corrosão 4. Nb_2O_5 +Al 5.

ABSTRACT

The use of components that work at high temperatures and that are enabling to corrosion and wear during use result in costs and maintenance times that affect the industrial process. The possibility of promoting longer conservation time intervals can be from the use of coatings, for this reason, an application process is Thermal Spray and the materials are the most diverse for deposition. Niobium, with its high melting point, can be an option for this application and mixed with aluminum bring alternatives for reducing corrosion, wear and degradation at high temperatures. Therefore, this study had to evaluate the thermal spray coatings by the flame-to-powder process with pentoxide/aluminum in different proportions for later purposes apply them at high temperature in oven and oven, perform the adhesion, adhesion and wear test as well, which analyzed the results after these applications with comparisons from the protection potential of the newly formed pit, test and track area. Using Taguchi experimental methodology, the coatings were evaluated with the parameters of proportions of Nb₂O₅-40wt%Al and Al-40wt%Nb₂O₅, varying the application distances of 150 mm and 250 mm, with and without post-heating at 300°C on austenitic stainless steel substrates. The result obtained for the best average of the tensile test normalized by ASTM C633/13 was 22.37Mpa, with the rupture between substrate and coating. It is observed that the post-heating and higher proportion of niobium pentoxide was what benefited the result. In addition, the anodic polarization and scratching test results were better at these two levels of influence parameters. From the comparison or evaluation charts of the method, the greatest influence of the parameters on the results was elaborated to improve the performance of the tests in the tests that were proposed for heating

Keywords: Thermal Spray 1. Flame Spray 2. Wear 3. Corrosion 4. Nb₂O₅/Al 5.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - MÉTODOS PARA CONTROLAR A CORROSÃO USANDO REVESTIMENTOS POR ASPERSÃO TÉRMICA.....	17
FIGURA 2 - PRINCÍPIO DA ASPERSÃO TÉRMICA.....	22
FIGURA 3- DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE UM REVESTIMENTO DE ASPERSÃO TÉRMICA.....	23
FIGURA 4- ILUSTRAÇÃO DAS INFLUÊNCIAS DOS ÂNGULOS ALFA DAS PARTÍCULAS DEPOSITADAS EM REFERÊNCIA AO EFEITO MOLHAMENTO	26
FIGURA 5 - DESENHO ESQUEMÁTICO DO SISTEMA DE ASPERSÃO TÉRMICA A CHAMA OXICETILÊNICA.....	30
FIGURA 6 - PISTOLA A COMBUSTÃO DO PROCESSO CHAMA A PÓ (FS-PÓ) 6P-II DA SULZER METCO (A) COM ALIMENTAÇÃO DE PÓ ATRAVÉS DO GÁS DE TRANSPORTE (B).....	30
FIGURA 7- TIPOS DE MECANISMOS DE DESGASTE QUANDO O ABRASIVO ESTÁ EM CONTATO COM A SUPERFÍCIE.....	35
FIGURA 8 –TIPOS DE ENSAIOS NORMALIZADOS DE DESGASTE ABRASIVO ..	36
FIGURA 9 - UM REVESTIMENTO TÍPICO COM FORMAÇÃO DE ÓXIDOS PARA PROTEGER CONTRA ATAQUES DE CORROSÃO	39
FIGURA 10- SÉRIES GALVÂNICAS EM ÁGUA SALINA MOSTRANDO POTENCIAL DE CORROSÃO DO AÇO, AL, ZN E SUAS LIGAS. TODOS OS VALORES SÃO EM COMPARAÇÃO AO ELETRODO CALOMELANO SATURADO (ECS)	39
FIGURA 11 - MECANISMOS DE PROTEÇÃO SACRIFICIAL FORNECIDOS POR REVESTIMENTOS DE ALUMÍNIO	40
FIGURA 12 - VOLUME DE PRODUÇÃO DA CBMM DURANTE OS PERÍODOS DE 2017 A 2019 DOS PRODUTOS DE NIÓBIO PRODUZIDOS.....	43
FIGURA 13 - ÁREAS TEÓRICAS DE IMUNIDADE E PASSIVAÇÃO DO NIÓBIO A 25 ° C.....	44
FIGURA 14 - DIAGRAMA DE EQUILÍBRIO POTENCIAL-PH PARA O SISTEMA NIÓBIO-ÁGUA A 25 ° C.....	45
FIGURA 15- DIAGRAMA DE FASES DO NIÓBIO - OXIGÊNIO	47
FIGURA 16 - MODIFICAÇÕES DO Nb_2O_5 EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA.....	48

FIGURA 17- MICROESTRUTURA FORMADA PELO N ₂ O ₅ DEPOSITADO PELO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA A CHAMA.....	49
FIGURA 18 - DIAGRAMA DE FASES Nb-Al.....	50
FIGURA 19 - UM REVESTIMENTO TÍPICO COM FORMAÇÃO DE ÓXIDOS PARA PROTEGER CONTRA ATAQUES DE CORROSÃO.....	51
FIGURA 20 - FLUXOGRAMA DE ETAPAS DA PARTE EXPERIMENTAL REALIZADAS.....	52
FIGURA 21- ESQUEMATIZAÇÃO DAS DIVISÕES DE AMOSTRAS POR ENSAIOS APÓS ASPERSÃO TÉRMICA.....	54
FIGURA 22 - AMOSTRAS UTILIZADAS PARA OS REVESTIMENTOS (A) CHAPA PADRÃO (B) AMOSTRAS DE ENSAIO DE TRAÇÃO E ALTA TEMPERATURA.....	55
FIGURA 23 - EQUIPAMENTO VIBRATÓRIO DE SEPARAÇÃO DOS PÓS POR FAIXA DE GRANULOMETRIA.....	56
FIGURA 24 - MÁQUINA DE JATEAMENTO ABRASIVO.....	57
FIGURA 25 - MÁQUINA DE ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ DO LABORATÓRIO DE ASPERSÃO TÉRMICA DA UFPR.....	57
FIGURA 26 - ESQUEMATIZAÇÃO DO PASSE ATRAVÉS DOS MOVIMENTOS DE PRIMEIRA E SEGUNDA CAMADA.....	59
FIGURA 27 -IMAGEM DA AMOSTRA 6N4A-2530 PARA QUANTIFICAÇÃO DE POROS VIA SOFTWARE IMAGE J.....	60
FIGURA 28- FORNO INTI FT-1200 USADO PARA O ENSAIO DE ALTA TEMPERATURA.....	62
FIGURA 29 - REPRESENTAÇÃO DO DISPOSITIVO UTILIZADO PARA O ENSAIO DE ADERÊNCIA CONFORME NORMA ASTM C633.....	63
FIGURA 30 – IMAGEM DO ENSAIO DE ADERÊNCIA USANDO O EQUIPAMENTO EMIC.....	64
FIGURA 31 –EQUIPAMENTO UTM USADO PARA O ENSAIO DE RISCAMENTO	65
FIGURA 32 - EQUIPAMENTO DE MICRODURÔMETRO VICKERS.....	66
FIGURA 33 –CURVA REPRESENTATIVA DA POLARIZAÇÃO POTÊNCIODINÂMICA CÍCLICA.....	68
FIGURA 34 - CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS DE PENTÓXIDO DE NÍOBIO- ALUMÍNIO DA 6N4A-2530.....	70

FIGURA 35 – MAPEAMENTO QUIMICO POR EDS (ESPECTROSCOPIA DE RAIOS X) DA AMOSTRA 6N4A-15SA	71
FIGURA 36 - IMAGEM DA AREA DE INTERESSE DA AMOSTRA 6N4A-15SA APÓS O DESPLACAMENTO DO REVESTIMENO POR ALTA TEMPERATURA.....	77
FIGURA 37 - IMAGEM DE EDS <i>LINESCAN</i> DA AMOSTRA 6N4A-15SA	78
FIGURA 38 - IMAGEM DA AREA DE INTERESSE DA 6N4A-2530 APÓS O DESPLACAMENTO DO REVESTIMENO POR ALTA TEMPERATURA.....	79
FIGURA 39 - MAPEAMENTO QUÍMICO E PROPORÇÕES DE ELEMENTOS NA ÁREA DA AMOSTRA 6N4A-2530 POR EDS.....	80
FIGURA 40 - IMAGEM DA AREA DE INTERESSE DA AMOSTRA 4N6A-1530 APÓS O DESPLACAMENTO DO REVESTIMENO POR TESTE DE GRAVIDADE	82
FIGURA 41 - IMAGEM DE EDS <i>LINESCAN</i> DA 4N6A-1530	83
FIGURA 42 - IMAGEM DA AREA DE INTERESSE DA AMOSTRA 4N6A-25SA APÓS O DESPLACAMENTO DO REVESTIMENO POR TESTE DE GRAVIDADE.....	84
FIGURA 43 - IMAGEM DE EDS <i>LINESCAN</i> DA AMOSTRA 4N6A-25SA	84
FIGURA 44 - DIAGRAMA DE FASES Fe-Al	85
FIGURA 45 - SEÇÃO ISOTÉRMICA PARCIAL DE Al–Cr–Fe A 1000 °C	86
FIGURAS 46 - IMAGENS DE RUPTURA APÓS TESTE DE ADESÃO– (A)6N4A-15SA3 – (B)6N4A-25303 – (C)4N6A-15304 – (D)AMOSTRA 4N6A-25SA4	92
FIGURAS 47 – IMAGENS MEV EM 400x DAS PISTAS RESULTANTES DA FORÇA DE 50N NO ENSAIO DE RISCAMENTO: (A) 6N4A-15SA, (B) 6N4A-2530, (C) 4N6A-1530, (D) AMOSTRA 4N6A-25SA.....	96
FIGURAS 48- IMAGENS MEV EM 1000x DAS PISTAS RESULTANTES DA FORÇA DE 50N NO ENSAIO DE RISCAMENTO: (A) 6N4A-15SA, (B) 6N4A-2530, (C) 4N6A-1530, (D) AMOSTRA 4N6A-25SA.....	98
FIGURAS 49 - IMAGENS MEV EM 150x DAS PISTAS RESULTANTES DA FORÇA LINEARES NO ENSAIO DE RISCAMENTO: (A) 6N4A-15SA, (B) 6N4A-2530, (C) 4N6A-1530, (D) AMOSTRA 4N6A-25SA	101

LISTA DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1 - GRÁFICO DE INTERVALOS DOS RESULTADOS OBTIDOS POR AMOSTRA PARA PORCENTAGEM DE TEOR DE ÓXIDOS	74
GRÁFICO 2 -ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE OS RESULTADOS DAS QUANTIFICAÇÕES DE POROS.....	75
GRÁFICO 3 - GRÁFICO DE INTERVALOS DAS TENSÕES OBTIDAS NO ENSAIO DE TRAÇÃO	88
GRÁFICO 4- ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE OS RESULTADOS DO ENSAIO DE ADERÊNCIA.....	90
GRÁFICO 5 - GRÁFICO DE INTERVALOS DOS RESULTADOS OBTIDOS POR AMOSTRA PARA ÁREA ORIUNDA DO ENSAIO DE DESGASTE POR RISCAMENTO	94
GRÁFICO 6 - ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE AS ÁREAS RESULTANTES DO ENSAIO DE RISCAMENTO.....	95
GRÁFICO 7- VALORES DAS ÁREAS RESULTANTES DO ENSAIO DE RISCAMENTO LINEAR	101
GRÁFICO 8- POTENCIODINAMICA ANÓDICA DO AÇO INOX AUSTENÍTICO EM 3,5 % DE KCL OU KCL 0,5M.....	103
GRÁFICOS 9 –CURVAS POTENCIODINAMICAS ANÓDICAS DAS AMOSTRAS EM 3,5 % DE KCL OU KCL 0,5M: (A)6N4A-15SA, (B)6N4A-2530, (C)4N6A-1530, (D) 4N6A-25SA	104
GRÁFICO 10 - ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE OS RESULTADOS POTENCIODINAMICO ANÓDICOS....	106
GRÁFICO 11 -POTENCIODINAMICA ANÓDICA DA AMOSTRA PENTÓXIDO DE NIÓBIO EM 3,5 % DE KCL OU KCL 0,5M.....	108
GRÁFICO 12 - GRÁFICO DE INTERVALOS DOS RESULTADOS OBTIDOS POR AMOSTRA PARA MICRDUREZA VICKERS	109
GRÁFICO 13- ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE OS RESULTADOS DE MICRODUREZA VICKERS	110

LISTA DE TABELAS

TABELA 1- PROCESSOS DE ASPERSÃO TÉRMICA	27
TABELA 2 - COMPARAÇÃO DOS PROCESSOS DE ASPERSÃO TÉRMICA.....	28
TABELA 3 - PROPRIEDADES DO ALÚMINIO	41
TABELA 4 - REFERÊNCIA DE VALORES DO NIOBÍO NO ESTADO RECOZIDO ..	43
TABELA 5 - PARÂMETROS E NÍVEIS DOS REVESTIMENTOS A SEREM DEPOSITADOS	53
TABELA 6 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PÓ DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO FORNECIDO PELA CBMM.....	55
TABELA 7 - PARÂMETROS DE PROCESSO DETERMINADOS PARA REALIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS	58
TABELA 8 - REFERÊNCIAS DE ESPESSURAS DOS REVESTIMENTOS PARA ENSAIO DE ADERÊNCIA CONFORME NORMAS	63
TABELA 9 – FAIXA DE MEDIÇÕES REALIZADAS DAS PISTAS LINEARES DE DESGASTE NO MICROSCÓPIO CONFOCAL.....	66
TABELA 10 - VALORES MÉDIOS DE TEOR DE POROS DAS AMOSTRAS REALIZADAS POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ	73
TABELA 11 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE OS RESULTADOS DAS QUANTIFICAÇÕES DE POROS	74
TABELA 12 -VALORES MÉDIOS DAS TENSÕES DO ENSAIO DE TRAÇÃO	88
TABELA 13 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE AS TENSÕES DE RUPTURA RESULTANTES DO ENSAIO DE TRAÇÃO	89
TABELA 14 – ANÁLISE QUALITATIVA DE MODO DE FALHA DAS AMOSTRAS APÓS ENSAIO DE ADERÊNCIA.....	91
TABELA 15 - VALORES MÉDIOS DAS ÁREAS DE DESGASTE POR RISCAMENTO COM FORÇA DE 50N.....	93
TABELA 16 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE AS ÁREAS RESULTANTES DO ENSAIO DE RISCAMENTO	94
TABELA 17 - VALORES MÉDIOS DAS ÁREAS DE DESGASTE POR RISCAMENTO COM FORÇA LINEAR	100
TABELA 18 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE OS RESULTADOS POTENCIODINAMICO ANÓDICOS	106

TABELA 19- VALORES OBTIDOS DO POTENCIAL DE PROTEÇÃO DO PITE RECÉM-FORMADO (E _{pp}) DAS AMOSTRAS REALIZADAS POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ	108
TABELA 20 - VALORES MÉDIOS DE MICRODUREZA VICKERS DAS AMOSTRAS REALIZADAS POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ	109
TABELA 21 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE OS RESULTADOS DE DUREZA DAS AMOSTRAS.....	110

LISTA DE ABREVIATURAS OU SIGLAS

Al – Alumínio

APS- *Air Plasma Spraying*

ASP- *Arc Spray Process*

AT- Aspersão Térmica

ATSM - *American Society for Testing and Materials*

CE - contra-eletrodo

CGSM - *Cold-Gas Spraying Method*

cp - corpo de prova

CS - *Cold Spray*

D-Gun - *Detonation Thermal Spraying Process*

DRX - Difração de Raios X

EDS - Espectroscopia por Energia Dispersiva

Ecor - potencial de corrosão

ECS - calomelano saturado

Ep(p) - potencial de pite

ER -eletrodo de referência

ET - eletrodo de trabalho

FS - *Flame Spray* (pól/aramé)

HVOF - *High Velocity Oxy-Fuel*

HVCW -*High Velocity Combustion Wire*

ipas - densidade de corrente de passivação

MEV - Microscópio Eletrônico de Varredura

NaHCO₃ – Bicarbonato de Sódio

KCl – Cloreto de Potássio

Nb – Nióbio

Nb₂O₅ – Pentóxido de Nióbio

PTA- *Plasma Transferred Arc*

Zn – Zinco

LISTA DE SÍMBOLOS

© - copyright

@ - arroba

® - marca registrada

Σ - somatório de números

Π - produtório de números

° - grau

μ – micro

σ – sigma

C – Celsius

g – grama

k –quilo

m- metro

M – Mega

Pa – Pascal

rpm - rotação por minuto

s – segundos

W - Watt

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.1 JUSTIFICATIVA	19
1.2 OBJETIVOS	20
1.2.1 Objetivo geral	20
1.2.2 Objetivos específicos.....	20
2 REVISÃO DE LITERATURA	21
2.1 REVESTIMENTOS.....	21
2.2 ASPERSÃO TERMICA.....	21
2.3 PREPARAÇÃO DA SUPERFICIE	24
2.3.1 Limpeza e rugosidade	24
2.3.2 Pré-aquecimento	25
2.4 PROCESSOS DE ASPERSÃO TERMICA.....	27
2.5 ASPERSÃO TÉRMICA POR A CHAMA OXIACETILÊNICA - FS	29
2.6 ASPERSÃO TÉRMICA POR CHAMA A PÓ	30
2.7 OXIDAÇÃO DO REVESTIMENTO.....	31
2.8 DESGASTE/ TRIBOLOGIA.....	33
2.8.1 Desgaste abrasivo.....	34
2.9 ADÊRENCIA DO REVESTIMENTO	36
2.10 CORROSÃO	37
2.11 ALUMÍNIO	41
2.12 NIÓBIO.....	42
2.12.1 Pentóxido de Nióbio	46
2.13 SISTEMA NBAL	49
3 MATERIAIS E MÉTODOS	52
3.1 MÉTODO EXPERIMENTAL	52
3.2 CARACTERIZAÇÃO DO REVESTIMENTO.....	59
3.2.1.1 Análise por EDS e MEV.....	60
3.3 AVALIAÇÃO DOS REVESTIMENTOS.....	60
3.3.1 Porosidade	60
3.3.2 Ensaio de alta temperatura	61
3.3.3 Ensaio de Aderência Por Tração.....	62
3.3.4 Ensaio de riscamento.....	65

3.3.5 Microdureza Vickers	66
3.3.6 Ensaio de polarização potenciodinâmica anódica	67
3.3.6.1 Procedimento do ensaio de polarização anódica	68
4 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS	70
4.1 CARATERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS.....	70
4.1.1 Análise Metalografica via EDS	71
4.1.2 Medição da Porosidade.....	73
4.2 AVALIAÇÃO DOS TESTES REALIZADOS.....	76
4.2.1 Análise dos testes para alta temperatura	76
4.2.2 Ensaio de tração	87
4.2.3 Ensaio de desgaste por riscamento	93
4.2.3.1 Ensaio de desgaste por riscamento constante	93
4.2.3.2 Ensaio de desgaste por riscamento linear.....	100
4.2.4 Ensaio potenciodiâmico anódico	103
4.2.5 Análise de microdureza	108
5 CONCLUSÕES	112
5.1 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	113
REFERÊNCIAS.....	114

1 INTRODUÇÃO

Palhetas de turbinas a gás de aeronaves, turbinas geradoras de energia elétrica das plataformas, de termoelétricas e do processo de refino do petróleo operam em atmosferas agressivas, composta pela combinação de tensões cíclicas em alta temperatura e pressão, juntamente com uma atmosfera oxidante e corrosiva. Nestas condições estes componentes sofrem degradação precoce das propriedades mecânicas, químicas e metalúrgicas, comprometendo sua integridade estrutural e se tornando incapazes de desempenhar as funções adequadamente durante todo o tempo para os quais foram projetados. (SUCHARSKI, 2012).

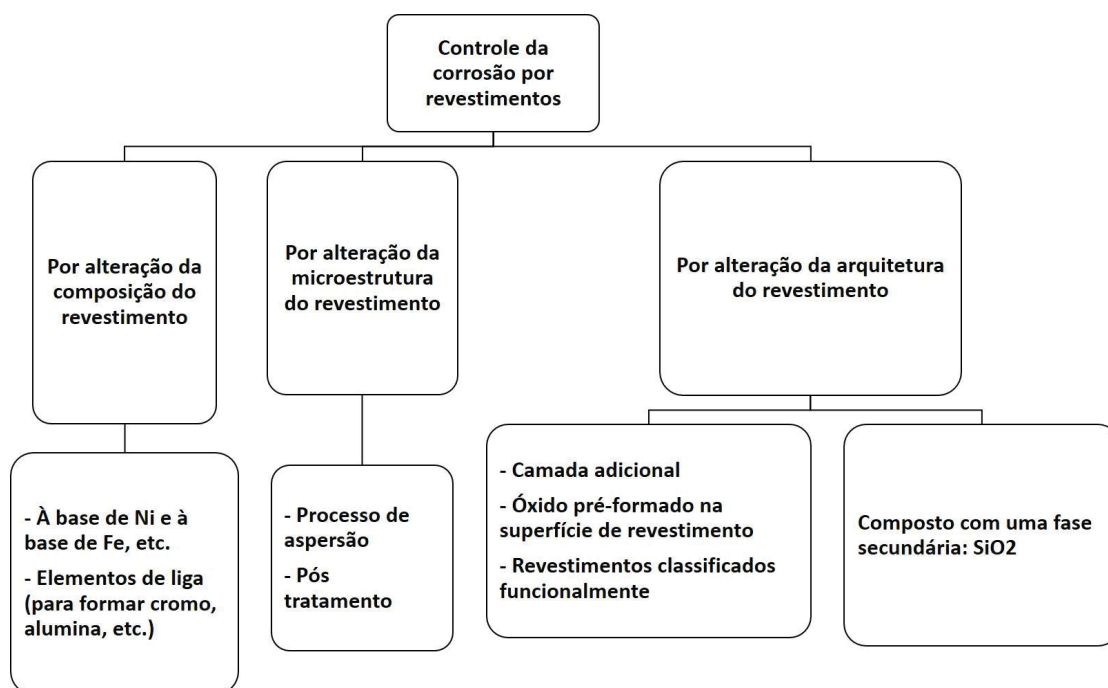
Os materiais, em forma especial os aços, estão sujeitos a deterioração, tanto por ação mecânica (desgaste) como por ação química ou eletroquímica (corrosão), ou pela ação conjunta dos dois: desgaste-corrosão. Sendo estes fenômenos normalmente superficiais, seu controle é, geralmente através da alteração da superfície dos materiais ou por substituição do material, modificação do ambiente, providenciando uma barreira protetora ou uma superfície de sacrifício ou ambas (PAREDES, 1998).

Nos locais onde as modificações construtivas não trazem bons efeitos, são utilizados determinados tipos de materiais, combinados com o aumento de sua espessura, e se isso não for suficiente, são aplicados coxins ou revestimentos especiais, os quais são feitos de materiais com alta resistência ao desgaste. Além disso, têm-se desenvolvido esforços tanto para isolar os metais do seu ambiente (por revestimentos protetivos) para diminuir a velocidade de corrosão (por adição de elementos de liga ao metal ou manipulando o ambiente através da adição de inibidores de corrosão) (SZYMAŃSKI *et al*, 2015; ABRANTES, 2014, GUEDES 2021).

Entre as técnicas utilizadas na obtenção de revestimentos destaca-se a tecnologia de aspersão térmica, constituída de diferentes processos nos quais partículas pequenas a elevada temperatura e divididas são lançadas com elevada velocidade contra o substrato previamente preparado. O revestimento obtido caracteriza-se pela sua elevada aderência, baixa porosidade e boas propriedades mecânicas (MARIANO, 2008). Dentre várias opções existentes no mercado, as sugestões para melhorar aplicabilidade de um revestimento feito

por aspersão térmica para o uso em corrosão, deve-se levar em consideração alguns tópicos abordados em literatura, conforme a Figura 1.

FIGURA 1 - MÉTODOS PARA CONTROLAR A CORROSÃO USANDO REVESTIMENTOS POR ASPERSÃO TÉRMICA



FONTE: Adaptado de Syrek-Gerstenkorn; Paul; Davenport (2020)

Na figura 1 mostra que o controle da corrosão por revestimentos através de três técnicas diferentes, as quais podem ser viabilizadas via a deposição de revestimentos pelos diferentes processos de aspersão térmica, inclusive depositando matérias dissimilares simultaneamente, tais como o processo com arame por arco elétrico (COSTA, 2021).

Quando se refere por aspersão térmica, esta possui diferentes métodos que visam melhorar a capacidade do revestimento para ter um comportamento mais eficiente em ambientes corrosivos quando requeridos. Conforme mostrado na figura 1, as diferentes alternativas de aprimorar a eficiência podem ser selecionadas conforme a necessidade, custo e viabilidade. Atualmente, os diferentes estudos de parâmetros e efeitos relacionados aos tipos de tecnologia existentes demonstram que afetam características finais de revestimentos, além de outros métodos que podem ser aplicados. As morfologias e estruturas dos

revestimentos podem ser ainda melhoradas a partir da prática de alteração de composição do revestimento, do pré-aquecimento do substrato e outras de formas após a realização dos revestimentos, como o shot pennig, refusão e/ou tratamentos térmicos.

Os materiais compósitos ou compostos classificados funcionalmente são materiais não homogêneos que consistem de dois ou mais materiais diferentes, projetados para ter perfil de composição espacial variável. Estes materiais estão crescendo como um dos materiais mais promissores para diferentes aplicações. As propriedades dos compostos mudam com os materiais constituintes e o tipo de distribuição das partículas. A variação gradual no volume de reforço com o material constituinte da matriz forma uma estrutura não homogênea que fornece uma variação gradual nas propriedades como resistência ao desgaste, dureza, calor específico, condutividade térmica e outras propriedades diferentes que são críticas em muitas aplicações (UDUPA; RAO; GANGADHARAN, 2014; KUMAR; DEVARAJAIAH; PRABHU, 2021)

Os materiais usados como revestimentos precisam ser eficazes protegendo superfícies contra corrosão e desgaste por erosão, bem como a fim de fornecer um bom comportamento de serviço e um layout de manutenção eficaz e econômica. Desse modo, demandas por novos materiais que podem lidar com um meio ambiente mais agressivo são desejadas, e o revestimento de nióbio e pentóxido de nióbio que visam proteção por barreira pode ser uma excelente alternativa para a redução de custos com o reparo de danos causados por corrosão, melhorando a proteção de equipamentos (HIDALGO *et. al.* 1997; ISRAELSSON, 2014; MARIANO 2008).

Para a misturas em uma liga, o alumínio pode ser uma boa escolha onde um material pode atender aos requisitos de propriedades diferentes. O desenvolvimento de diferentes materiais compostos baseados em alumínio com propriedades desejáveis mais altas tem um potencial muito alto para pesquisas futuras (KUMAR; DEVARAJAIAH; PRABHU, 2021).

Existem materiais resistentes somente ao desgaste ou à corrosão, e outros utilizados na resistência combinada desses processos destrutivos. Os estudos encontrados na literatura destacam o pentóxido de nióbio sendo aplicado para proteção contra a corrosão, não sendo discutida sua aplicação e avaliada sua resistência ao desgaste (BELEM, 2019). Portanto, este trabalho

visa observar a mistura de Nb₂O₅ e Al avaliando características que visam melhorar o comportamento de desgaste abrasivo e corrosão em meio salino.

1.1 JUSTIFICATIVA

As projeções de aplicabilidade em campo é um incentivo ao estudo, principalmente para componentes de locais que trabalham em temperaturas cíclicas, pois conforme Mariano (2008), o pentóxido de nióbio procedeu em bons resultados após avaliações a esta temperatura de estabilidade térmica a 300°C. Porém, em seus estudos, os revestimentos de nióbio e pentóxido de nióbio possuíram certa fragilidade entre panquecas quando aplicados sem pré-aquecimento durante o processo de aspensão térmica.

Para isso, o desenvolvimento de uma mistura que beneficie seu comportamento neste tipo de utilização, se procura realizar uma mistura com um material que tenha uma boa resistência a corrosão, além de uma melhor ductilidade para ancoramento das panquecas. Em trabalhos como de Paredes (1998) e Chaliampalias et. al. (2008), onde a aplicação do alumínio com aspensão térmica foi realizada para análise de aderência, e o resultados apresentaram um bom comportamento para este tipo de aplicação. Conforme Israelsson (2014) o alumínio também resulta uma escala de alumina altamente protetora para aplicação de corrosão a altas temperaturas.

O processo de aspensão térmica pelo processo chama a pó favorece na escolha pelo baixo custo de mercado e bons resultados de misturas para revestimentos testados em desgaste por deslizamento, conforme do trabalho de Belém (2020).

Este trabalho traz o entendimento do alumínio sobre o pentóxido de nióbio formando um compósito, e assim, a relevância de percentual da diferença de mistura nos revestimentos, junto com observação do comportamento sobre os ensaios de estabilidade térmica, corrosão e desgaste avaliando através da comparação se as misturas resultam algum aumento na durabilidade dos revestimentos de pentóxido de nióbio/alumínio.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo geral

O trabalho tem o objetivo de avaliar através dos ensaios de desgaste erosivo, estabilidade térmica e corrosão via polarização anódica o efeito da adição de alumínio nas propriedades no revestimento do pentóxido de nióbio que serão aplicados por Aspersão Térmica pelo processo chama a pó.

1.2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos deste estudo são:

- Avaliar a viabilidade de obter os revestimentos dos compósitos de Nb_2O_5 e Al propostos para o processo Chama a Pó;
- Avaliar a qualidade dos revestimentos após aplicação em alta temperatura para analisar estabilidade térmica;
- Verificar a morfologia dos revestimentos e caracterizar por microscopia confocal, por EDS e MEV as propriedades dos revestimentos das misturas de Nb_2O_5 e Al;
- Quantificar e qualificar os revestimentos por meio do teste de aderência da norma ASTM C633;
- Medir desgaste das amostras no ensaio de riscamento;
- Fazer o Ensaio de polarização potenciodinâmica anódica para avaliação da passivação do revestimento para observar a influência do alumínio no revestimento.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 REVESTIMENTOS

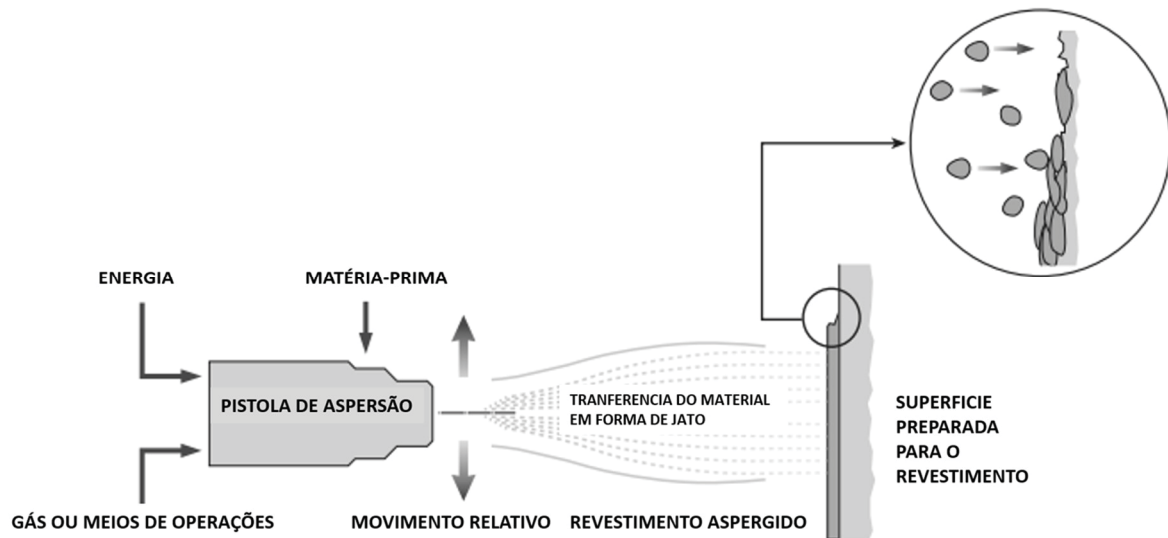
Os revestimentos são soluções que apresentam, de uma maneira geral, redução de custo para prolongar a vida de um componente usado em alta temperatura, pois mesmo considerando o valor agregado ao material e aos processos de deposição e manutenção do revestimento, se torna economicamente viável quando comparado a troca e manutenção destes componentes em uma condição não revestido (SUCHARSKI, 2012).

2.2 ASPERSÃO TERMICA

A aspersion térmica consiste de um grupo de processos nos quais partículas finamente divididas de materiais para revestimento, metálicos ou não metálicos, são depositadas sobre um substrato devidamente preparado, na condição fundida ou semifundida, para formar uma camada superficial (MARQUES,2003).

O calor necessário para a operação é gerado na tocha de aspersion e pode vir da queima de um gás combustível ou da geração de um arco elétrico. No começo deste processo as partículas aquecidas são aceleradas por um gás comprimido, confinadas no feixe, e dirigidas ao substrato. Ao se chocarem, as partículas se achatam e formam finas panquecas, que se conformam e aderem as irregularidades superficiais e entre si. Com a continuidade do processo, as partículas se resfriam, formando uma camada sólida de revestimento com estrutura lamelar, conforme mostrado na Figura 2 (MARQUES,2003; SALEH *et. al.* 2020).

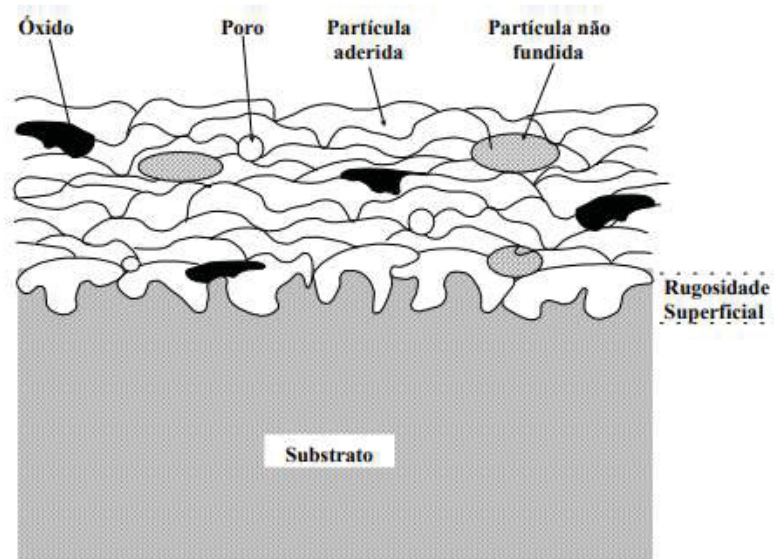
FIGURA 2 - PRINCIPIO DA ASPERSÃO TÉRMICA



FONTE: Adaptado de Metco (2016)

Um revestimento aspergido pode ser caracterizado por um conjunto de parâmetros específicos relacionados para suas futuras aplicações, tal como resistência ao desgaste, resistividade elétrica, isolamento térmico, etc.. Esses parâmetros são fortemente dependentes do material a ser aplicado e o processo de aspersão. O processo pode modificar as propriedades do material de entrada, durante o voo das partículas em um jato ou uma chama, e até no impacto do substrato. As modificações podem resultar redução do material, oxidação, solidificação rápida, resfriando ou outros fenômenos. (PAWLOWSKI,2008).

FIGURA 3- DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE UM REVESTIMENTO DE ASPERSÃO TÉRMICA



FONTE: Marques (2003)

Um revestimento de aspersão tem a característica de possuir algumas distinções. Ao se observar, ela é composta de vazios, poros, partículas não fundidas e oxidação das panquecas, conforme mostrada na Figura 3 acima. As suas quantidades presentes no revestimento são definidas por parâmetros, que podem envolver o material aplicado, o processo utilizado e outros critérios que serão mencionados nesta revisão de literatura.

Várias características do material aspergido e do substrato devem ser observadas para se produzir um bom revestimento, como coeficiente de expansão térmica e a compatibilidade química dos materiais durante a deposição e uso. Além das características dos materiais, devem ser levados em conta aspectos inerentes ao processo em si, como a geometria da peça. Um bom revestimento é, normalmente, caracterizado por boa adesão, compatibilidade com o substrato e baixa porosidade. Também, os revestimentos são normalmente aspergidos com uma espessura na faixa de 100–500 μ m. (PADILHA, 2011; BERGER, 2015)

2.3 PREPARAÇÃO DA SUPERFÍCIE

Com vistas ao preparo da superfície, para garantir a aderência adequada dos revestimentos ao substrato deve-se ativar a superfície, para permitir que as partículas projetadas no momento do impacto fiquem totalmente aderidas e livres de impurezas residuais. Esta ativação da superfície consta de três etapas (PAREDES, 1998):

- Limpeza obtida por processos químico, térmico ou mecânicos;
- Rugosidade da superfície (obtida pelos processos de jateamento abrasivo ou mecânicos);
- Preaquecimento (atingido por chama externa ou chama da própria pistola de aspersão).

2.3.1 Limpeza e rugosidade

O primeiro passo na preparação do substrato para a aspersão térmica é manter isenta de qualquer tipo de contaminante como, por exemplo, ferrugem, crosta de óxido de ferro, graxa, óleos e umidade presente na superfície para que não impeça o contato do material aspergido com a superfície. (PAREDES, 2012).

O jateamento abrasivo é a técnica mais comumente usada para se obter uma rugosidade adequada a aspersão térmica. A preparação de substratos para revestimentos de aspersão térmica envolve a jateamento de partículas abrasivas contra o substrato para remover contaminantes e para condicionar as superfícies para aspersão subsequente (MARQUES, 2003; GUILLEN, et al, 2005; PAREDES, 1998).

Uma superfície rugosa tem mais área superficial de que uma superfície polida então as partículas terão mais área de contato, zona ativa, para se aderirem ao substrato, pois terá mais pontos de ancoramento mecânico. E eliminará os planos preferenciais de cisalhamento que existem nas camadas depositadas em virtude da sua estrutura típica lamelar. Desenvolvem-se nestas camadas grandes tensões paralelas à base que são responsáveis pela sua baixa resistência à tração e isto pode ser verificado quando se fazem testes de aderência (PAREDES, 2012)

É usual, após a limpeza do substrato, trabalhá-la, o que pode ser realizado por jateamento abrasivo ou usinagem. Na Aspersão térmica (AT) de peças de grande porte comumente se utiliza o jateamento para obter ao mesmo tempo limpeza e rugosidade. Superior aderência é atingida com abrasivos que, sem contaminar a superfície, proporcionam rugosidade adequada. A seleção do abrasivo a ser usada deve ser feita com cuidado e diversos fatores devem ser considerados: dureza e espessura do substrato, tamanho da peça, tipo do revestimento, rugosidade requerida, condições de serviços, taxa de produção necessária, tamanho da partícula abrasiva, pressão do ar, tamanho do bocal de jateamento e ciclo de vida (PAREDES, 1998; MARQUES, 2003).

Diversos tipos de abrasivos estão disponíveis comercialmente. Os mais comuns são: óxido de alumínio, ferro de conchilha, aço angulado, carbetto de silício e abrasivo granada. A consideração deve ser dada aos materiais do substrato na seleção dos tipos de abrasivos. Traços de abrasivo residual podem afetar negativamente alguns revestimentos. Alumina, areia e especialmente carboneto de silício podem incorporar em substratos de metais mais macios, como alumínio, cobre e suas ligas (MARQUES, 2003; GUILLEN, et al, 2005).

2.3.2 Pré-aquecimento

O preaquecimento do substrato tem como objetivo proporcionar a queima e volatilização de graxas, óleos e umidade retidos junto à superfície do metal. Este preaquecimento pode ser feito por uma chama redutora da própria pistola de aspersão térmica, por um equipamento independente ou ainda por indução quando o tamanho da peça seja apropriado (PAREDES, 1998).

O preaquecimento favorece a redução das tensões internas, que por sua vez influencia na aderência e coesão da camada. Quando as partículas se chocam com o substrato há um resfriamento muito rápido, acompanhado da contração do material depositado. O substrato por sua vez dilata-se (por estar frio) ao absorver a energia de impacto (cinética) contida nas partículas, além daquela transferida pela chama ou plasma da pistola de aspersão. Em função disso ocorrem tensões contrárias na interface substrato-camada, que podem ser reduzidas e melhor distribuídas através do preaquecimento (PAREDES 1998).

O pré-aquecimento, aliado a determinadas condições de processamento (controle da velocidade de transferência do material aspergido, fluxo e velocidade de deslocamento da partícula) podem favorecer a formação de revestimentos que, além de aderente, pode formar revestimentos de propriedades distintas daquelas esperadas do material base aplicado (PADILHA,2011).

O efeito de molhabilidade, que ocorre entre as partículas aspergidas e o substrato e camadas já depositadas, não depende somente da energia térmica e cinética contida nas partículas, também tem especial importância a temperatura do substrato, ou seja, se foi utilizado preaquecimento ou não.

Sugere-se que o pré-aquecimento promove o incremento na molhabilidade da partícula, o que reduz a ocorrência na formação de partículas “fragmentadas”, e também, reduz a quantidade média de óxidos formado devido ao aumento de área superficial disponível caso ocorresse a fragmentação das panquecas (SILVA, PAREDES; 2016).

Segundo Nikkel (2016), o efeito molhamento também está relacionado com os ângulos oriundos de contato das panquecas com o a rugosidade de substrato e/ou sobre outras panquecas. Conforme a Figura 4, os Valores menores de 90° para o ângulo alfa (α) dificultam o contato de outra partícula a chocar-se com esta superfície, aumentando o efeito da porosidade. Quando o ângulo alfa (α) for maior que 90° , o contato entre panquecas na superfície facilita garantir melhor molhabilidade, que assim, reduz a porosidade no revestimento.

FIGURA 4- ILUSTRAÇÃO DAS INFLUÊNCIAS DOS ÂNGULOS ALFA DAS PARTÍCULAS DEPOSITADAS EM REFERÊNCIA AO EFEITO MOLHAMENTO



FONTE: Paredes (2012)

A Figura 4 também mostra que o pré-aquecimento do substrato permite aumentar o mecanismo de molhamento das partículas aspergidas, pela diminuição da taxa de transferência de calor para o substrato, ou seja, o aumento do tempo de resfriamento da partícula permite que seja mais eficiente o efeito do molhamento, isto possibilita obter revestimentos com maior aderência e menor porosidade (SUCHARSKI, 2016; SILVA, 2016).

O aquecimento pode ser realizado pela chama redutora da própria pistola de AT, por um equipamento independente ou se o tamanho da peça for apropriado também pode ser por indução. As temperaturas recomendadas para o substrato estão na faixa de 90 a 150°C (PAREDES, 2012).

Silva (2016) em seu trabalho testou temperaturas de pré-aquecimento para os revestimentos aplicados e duplex AF2209 depositado por aspersão térmica chama arame. Os resultados apresentados foram que quando a temperatura de pré-aquecimento foi aumentada para 450°C, as espessuras da camada de óxidos foram aumentadas e a aderência à tração da superfície foi reduzida. Os valores próximos a 650°C de pré-aquecimento resultaram fissuras entre revestimento e substrato devido a tensão de contração e, portanto, impediram a realização do ensaio de adesão. Além do mais, também foi avaliado o comportamento dos revestimentos em ambiente corrosivo, e a faixa de 150°C até 650°C foi observado um aumento de potencial de corrosão comparado aos revestimentos sem pré-aquecimento.

2.4 PROCESSOS DE ASPERSÃO TÉRMICA

A escolha de um revestimento específico e/ou processo de aspersão térmica, para uma determinada condição de serviço, depende, entretanto, da expectativa do usuário e do custo que poderá ser tolerado para a aplicação (FAUCHAIS; HEBERLEIN; BOULOS, 2014). Na Tabela 1, alguns processos de Aspersão Térmica são mostrados com as suas respectivas siglas e traduções.

TABELA 1- PROCESSOS DE ASPERSÃO TÉRMICA

Fonte de aquecimento	Sigla	Nome em Inglês	Nome Usual em português
----------------------	-------	----------------	-------------------------

	ASP	<i>Arc Spray Process</i>	Arco Elétrico
	APS	<i>Air Plasma Spraying</i>	Plasma por Arco não Transferido
Energia elétrica	PTA	<i>Plasma Transferred Arc</i>	Plasma por Arco Transferido
	FS (pó/arame)	<i>Flame Spray</i>	Chama Oxiacetilênica (pó ou arame)
	HVOF	<i>High Velocity Oxy-Fuel</i>	Chama de Alta Velocidade ou Ultrassônico
	HVCW	<i>High Velocity Combustion Wire</i>	Chama de Alta Velocidade com Arame
Combustão	D-Gun ou DS	<i>Detonation Thermal Spraying Process</i>	Detonação
Indução Elétrica	CS ou CGSM	<i>Cold Spray ou Cold-Gas Spraying Method</i>	Aspersão a Frio

FONTE: Sucharski (2016)

Para uma definição geral dos processos de aspersão térmica tem-se que, o material de revestimento, que pode estar inicialmente na forma de pó, arame, vareta ou cordão flexível, é alimentado em uma pistola de aspersão que possui uma fonte de calor, cuja origem pode ser por combustão ou elétrico (arco elétrico, plasma, indução) (SUCHARSKI, 2016). Conforme apresentado na Tabela 2, pode-se observar a comparação de alguns dos processos de aspersão térmica e suas características referentes de processos.

TABELA 2 - COMPARAÇÃO DOS PROCESSOS DE ASPERSÃO TÉRMICA

Características	<i>Flame Spray</i> (pó)	Arco elétrico	APS	HVOF	Cold Spray
<i>Transferência</i>					
Temperatura de transferência (°C)	3000	4000	15000	2800	200-1000
Velocidade de transferência (m/s)	50-100	50-100	300-1000	500-900	400-1200
Fluxo de gás (slpm)	100-200	500-3000	100-200	400-1300	1000-2000
Natureza do gás			Ar, He, H ₂ ,	CH ₄ , C ₃ H ₆ ,	
	O ₂ , C ₂ H ₂	Air, N ₂ , Ar	N ₂	H ₂ +O ₂	He, N ₂
Energia de entrada (kW)	20	2-5	40-150	150-300	40-100
<i>Alimentação da partícula</i>					

Temperatura da partícula (°C)	2500	>3800	>3800	3000	<600
Velocidade da partícula (m/s)	50-100	50-200	200-600	600-1000	800-1000
Taxa de alimentação (g/min)	30-50	150-2000	50-150	20-100	20-200
<i>Deposição/ Revestimento</i>					
Taxa de densidade (%)	85-90	80-95	90-95	95	95
Força de ligação (Mpa)	7-18	10-40	40-70	70-100	80-100
Nível de óxidos	Alto	Moderado para alto	Moderado para grosseiro	Moderado para baixo	Nenhum
Dureza (Revestimento de WC) (HRC)	45-55	...	50-65	55-72	55-65

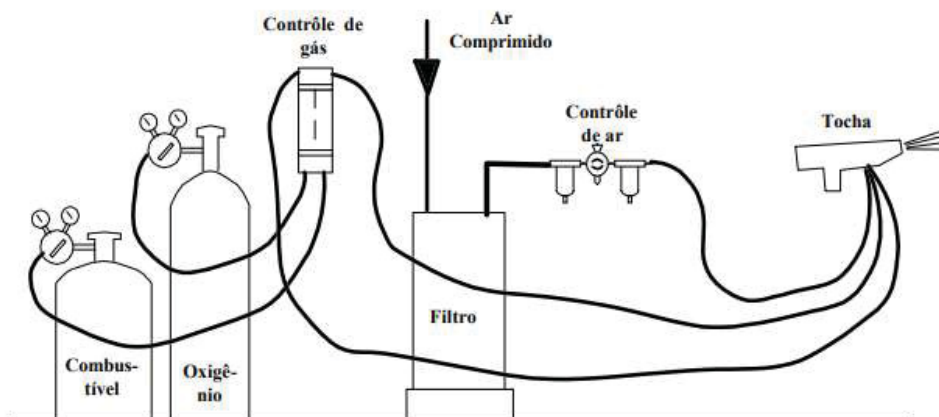
FONTE: Adaptado de Sadeghi, Markocsan, Joshi (2020)

2.5 ASPERSÃO TÉRMICA POR A CHAMA OXIACETILÊNICA - FS

O FS (Flame Spray – Aspersão por chama) é mais antigo processo de aspersão térmica caracterizado por baixo investimento de capital, altas taxas de deposição e eficiência e, relativa facilidade de operação e custo de manutenção do equipamento. Este grupo de processo, utiliza o calor gerado pela queima de um gás combustível. Qualquer substância que se funda e não sublima a temperaturas inferiores a cerca de 2760°C pode ser aspergido por estes processos. Os materiais para revestimentos, sendo metais, ligas metálicas, materiais cerâmicos ou mesmo alguns plásticos, podem ser utilizados sob a forma de pó ou arame (sólido ou tubular) (CHALIAMPALIAS *et. al.*, 2008; AMIN, 2016; MARQUES, 2003; PADILHA, 2011).

Como observado na FIGURA 5, o processo utiliza o calor gerado pela combustão de uma mistura de gases (oxigênio acetileno ou oxigênio propano) para a combustão e transferir ao material de deposição. Os materiais para revestimentos podem utilizar-se sob a forma de pó ou arame (sólido e tubular) e ser metais e ligas metálicas, materiais cerâmicos e alguns plásticos. As principais variáveis que devem de ser reguladas no processo FS são: pressão e fluxo de ar comprimido, utilizado para transferir as partículas da fonte de calor até o substrato e para fornecer à turbina a pressão suficiente para alimentar com arame ao bico da pistola e, o fluxo de acetileno e oxigênio para formar e manter a chama (neutra) que permite a fusão de materiais como o alumínio (PAREDES, 1998).

FIGURA 5 - DESENHO ESQUEMÁTICO DO SISTEMA DE ASPERSÃO TÉRMICA A CHAMA OXICETILÊNICA



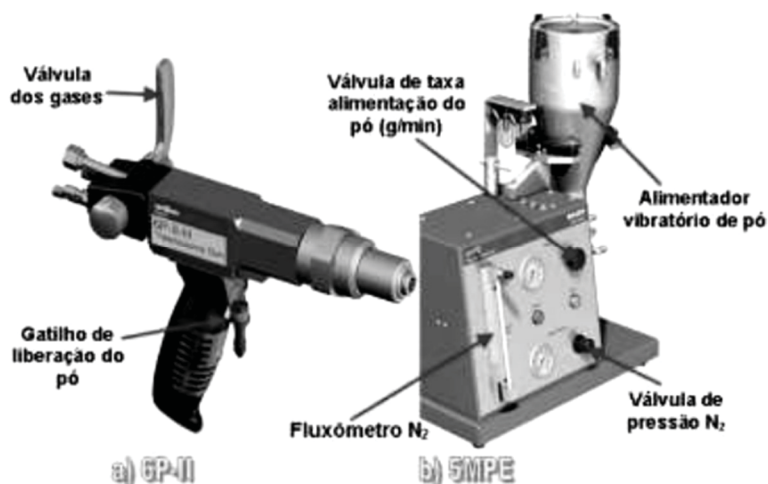
FONTE: Marques (2003)

2.6 ASPERSÃO TÉRMICA POR CHAMA A PÓ

O material a ser aspergido pode ser um material puro, uma liga metálica, um compósito, um carboneto, um cerâmico, um cermet ou combinações destes. O processo é geralmente usado para aplicação de ligas metálicas auto-fluxadas, que devem ser fundidas após aspersão (MARQUES, 2003).

A composição da camada frequentemente é afetada pela reação com o gás do processo e a atmosfera que se forma enquanto o material é fundido. A mistura dos gases para produzir a combustão no bico da pistola permite apenas fundir o material, no entanto, quando ar ou oxigênio é utilizado no processo, óxidos do material podem ser formados em parte da camada. Para transferir as partículas do material contra o substrato se utiliza normalmente jato de ar comprimido que atomiza o material fundido e o projeta de encontro ao substrato obtendo assim, velocidades elevadas de transferência, como indicado na Figura 6 (GOMES, 2016).

FIGURA 6 - PISTOLA A COMBUSTÃO DO PROCESSO CHAMA A PÓ (FS-PÓ) 6P-II DA SULZER METCO (A) COM ALIMENTAÇÃO DE PÓ ATRAVÉS DO GÁS DE TRANSPORTE (B).



FONTE: Adaptado de METCO (2016)

Muitas pistolas de FS- pó podem ser adaptadas para utilizar uma grande combinação de gases com finalidade de obter um balanço entre o custo e as propriedades da camada requerida. Tochas oxi-acetilênicas são mais comuns, porém gases como propano, metil-propano-acetileno e hidrogênio, também em mistura com oxigênio, são utilizados para formação da chama quando se deseja maiores temperaturas de combustão. A razão entre os gases pode variar para obter atmosfera mais redutora (rica em combustível) ou mais oxidante (rica em oxigênio) (GOMES,2016).

2.7 OXIDAÇÃO DO REVESTIMENTO

Na aspersão térmica, o mecanismo de oxidação das partículas depositadas, pela exposição ao ar e aquecimento simultaneamente, é responsável pela formação de fases escuras alongadas. A dureza é acentuadamente elevada pela formação de óxidos, reduzindo a aderência e forças coesivas do revestimento (MOTTA,2011).

Os óxidos são produzidos pela interação partícula aspergida/atmosfera e/ou pelo aquecimento da superfície do revestimento durante a deposição. O progressivo aumento da velocidade das partículas conduz a diferentes taxas de oxidação, devido à interação entre as partículas quentes com o ambiente,

geralmente ar, fazendo com que a superfície das partículas seja coberta por filmes de óxidos. Essas partículas, ao possuir uma maior relação área superficial/volume, elas reagem mais facilmente com o oxigênio e oxidam mais que as partículas de tamanhos maiores. Por outro lado, as partículas menores têm uma maior velocidade, um menor tempo de voo e menores tempos para reação de oxidação (PADILHA,2011; MOTTA,2011).

Também, o aumento da temperatura do substrato faz com que a taxa de resfriamento das gotículas diminua e assim os óxidos são formados, pois as partículas permanecem fundidas por mais tempo e reagem com o oxigênio da atmosfera. A quantidade final de óxidos formados também dependerá da morfologia da panqueca, “fragmentada” ou em “disco”, o que influencia a área total disponível para oxidar (CHRISTOULIS,2008; SILVA, PAREDES, 2016).

Já foi verificado também que essas inclusões de óxidos aumentam a dureza do revestimento. Portanto, a mistura composta de metal e óxidos metálicos se torna mais dura do que o próprio revestimento metálico. Essa dureza aumentada pode levar a revestimentos quebradiços, porque os óxidos fraturam facilmente. Se concentrados demais, os óxidos podem interferir na coesão panqueca-panqueca, levando à diminuição da força coesiva do revestimento. Inclusões de óxido ou nitreto são frequentemente consideradas prejudiciais às propriedades dos revestimentos. No entanto, em algumas aplicações são desejadas inclusões de óxido porque elas aumentam a resistência ao desgaste ou diminuem a condutividade (DAVIS, 2004).

Nos processos de aspersão térmica, a atmosfera pela qual são transferidas e depositadas as partículas fundidas ou superaquecidas no bico das pistolas, constitui um fator relacionado com a formação de óxidos. Sendo assim, na aspersão térmica deverá ser considerado que as principais fontes de oxidação são (PADILHA,2011):

- A fonte de calor;
- O gás de transporte quando não for um gás inerte, havendo reação entre as partículas e o oxigênio;
- O ar do meio ambiente, que envolve a zona de transferência das partículas;
- As partículas e as camadas já ancoradas ao substrato que ficam expostas ao ar do meio ambiente.

O trabalho realizado por Silva e Paredes (2016) avaliou parâmetros que influenciasse a quantidade de óxidos presentes nos revestimentos de aço inoxidável duplex AF2209 depositado por aspensão térmica chama arame em substrato de aço estrutural. Observou - se que as panquecas formadas em passe único apresentaram dureza superior às obtidas na deposição em passes múltiplos por não ocorrer o contínuo reaquecimento das camadas sem contato com a superfície, além que a temperatura de pré-aquecimento do substrato também influenciava a dureza média dos óxidos.

2.8 DESGASTE/ TRIBOLOGIA

Tribologia é definida como o ramo da ciência e da tecnologia relacionada à interação de superfícies em movimento relativo e aos assuntos associados e inclui o estudo do atrito, desgaste e lubrificação (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Quando superfícies movem-se umas sobre as outras, o desgaste ocorrerá danificando uma ou ambas superfícies, geralmente envolvendo perda de material progressiva. Algumas vezes o desgaste é imperceptivelmente leve, mas também pode ser extremamente rápido. Em muitos casos o desgaste é prejudicial e, possivelmente causando um aumento de folga entre as peças em movimento, gerando indesejadas liberdades de movimentos e perda de precisão. Isto leva muitas vezes a um aumento do carregamento mecânico que desgasta ainda mais rápido e, algumas vezes, leva a falha por fratura (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

O desgaste pode ocorrer em diversas formas, como por fricção, deslizamento, impacto, abrasão, erosão e outras condições de serviço associadas à corrosão. Os mecanismos de desgaste podem ocorrer em uma ou mais formas de interação entre partículas e superfície (BELÉM,2019; STACHOWIAK, BATCHELOR, 2013).

A aspensão térmica pode ser usada para produzir novas composições de revestimento que proporcionam redução na perda de atrito, além de melhorar significativamente no comportamento de desgaste para atrito misto em comparação com rolamentos produzidos com materiais convencionais (BOBZIN et al, 2020).

Uusitalo, Vuoristo e Mäntylä (2002) realizaram experimentos de erosão onde comparou revestimentos de aspersão térmica dos processos de Arco elétrico e HVOF. Os resultados observados foram justificados através de análises onde houve diferenças significativas no teste erosivo, sendo que os revestimentos de Arco elétrico sofreram maiores perdas de materiais, com as justificativas de tamanhos de panquecas maiores e velocidades de aplicação menores que influenciaram nas forças de ligações.

O trabalho feito por Belém *et.al.* (2020) avaliou o material WC12Co depositado pelo processo de aspersão térmica HVOF e concluiu que ângulos de incidências próximos a 90° resultaram em menor resistência a erosão nas amostras no teste de desgaste erosivo aplicado, com a justificativa de que o material aplicado possuiu propriedades mecânicas parecidas as dos materiais cerâmicos que são utilizados para proteção de peças contra deterioração.

2.8.1 Desgaste abrasivo

O desgaste abrasivo geralmente ocorre entre superfícies macias e partículas duras. É um fenômeno devido a partículas duras ou protuberâncias que deslizam ao longo de uma superfície sólida e macia. Isso resulta em fenômenos de aração, cunha e corte. Os danos são causados pela indentação de partículas mais duras nos materiais de desgaste e o movimento relativo subsequente, resultam em fenômenos de aração, corte e fratura (WEI *et. al.*, 2018; DEVARAJU, 2015; BADISCH ; VARGA; EDER, 2019).

O desgaste abrasivo pode ser classificado em dois modos (DEVARAJU, 2015):

(1) Desgaste abrasivo de corpo único em que marcas abrasivas ocorrerão em uma superfície. O exemplo prático de desgaste abrasivo de corpo único é retificação, corte e usinagem.

(2) Desgaste abrasivo de dois corpos no qual marcas abrasivas ocorrerão em ambas as superfícies. Em sistemas tribológicos, os detritos ficam presos entre as superfícies de contato e fazem ranhuras em uma ou em ambas as superfícies de contato.

Vários mecanismos têm sido propostos para explicar como o material é removido de uma superfície durante a abrasão. Esses mecanismos incluem

fratura, fadiga e fusão. Devido à complexidade da abrasão, nenhum mecanismo responde por toda a perda. A Figura 7 mostra alguns dos processos que são possíveis quando uma única ponta abrasiva atravessa uma superfície, que são eles os mecanismos: microsulcamento, microfadiga, microcorte e microtrincamento (ASM HANDBOOK, 1992; EFSING, OLSSON 2013).

FIGURA 7- TIPOS DE MECANISMOS DE DESGASTE QUANDO O ABRASIVO ESTÁ EM CONTATO COM A SUPERFÍCIE



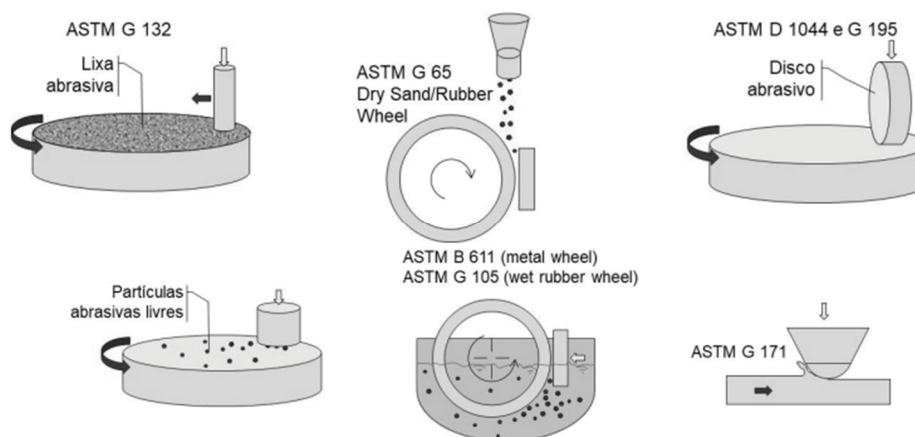
Fonte: Adaptado de EFSING; OLSSON (2013)

Os mecanismos de desgaste dependem principalmente dos materiais aplicados, das condições de carregamento e dos abrasivos presentes no sistema, portanto, a escolha do material é muitas vezes uma tarefa difícil e requer uma avaliação cuidadosa (BADISCH; VARGA; EDER, 2019).

Muitas cerâmicas apresentam excelente resistência à abrasão, devido à sua alta dureza em relação ao abrasivo partícula. Um de seus pontos fracos, no entanto, é a incapacidade de resistir ao impacto, ou seja, eles têm uma baixa tenacidade à fratura. Em altas cargas unitárias, as cerâmicas também estão sujeitas a microfraturas, o que pode levar a altas taxas de perda por desgaste (ASM HANDBOOK, 1992).

A avaliação do desempenho de materiais com relação à abrasão pode ser conduzida em laboratório através de ensaios que reproduzem a ação de uma única partícula. A seleção da geometria do contato em ensaios de atrito e desgaste deve ser realizada procurando reproduzir a correspondente situação de campo e, na figura 8 apresenta normas técnicas com suas respectivas geometrias de contato (UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA).

FIGURA 8 –TIPOS DE ENSAIOS NORMALIZADOS DE DESGASTE ABRASIVO



FONTE : UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

A maioria dos estudos apresentados sobre o custo do desgaste destaca a importância da mitigação dos danos causados pelo desgaste em diversos setores e a utilização de métodos protetores, reforçando a necessidade de uma melhor compreensão desse processo de degradação por meio de estudos e análises práticas. Utilizar revestimentos com o objetivo de proteção de superfícies contra o desgaste e, conseqüentemente, redução de custos trata-se de uma boa opção. É importante fazer uma correta seleção dos materiais e do método de aplicação dos revestimentos para garantir o aumento da resistência ao desgaste e, em geral, o aumento da eficiência do processo, tornando os componentes reconstruídos e/ou protegidos (BELÉM, 2019)

O estudo realizado por Paredes, Nikkel, et. al. (2019) evidenciou que revestimento com Carbetos de Tungstênio (WC) e Cobalto (Co) aplicado por AT em laminas de colheitadeiras, e posteriormente, os que foram caldeados e submetidos ao ensaio de desgaste abrasivo por impacto resultaram em menor destaque do revestimento pela melhor distribuição de tungstênio nas lamelas.

2.9 ADÊRENCIA DO REVESTIMENTO

A resistência mecânica de um revestimento efetuado por AT depende da aderência entre a camada e o substrato, bem como da coesão entre as partículas depositadas. Trata-se de um requisito essencial para o bom desempenho do

revestimento, pois de nada adianta ter uma camada com espessura ideal e livre de poros se a mesma não tem aderência suficiente (PAREDES,1998).

A resistência mecânica (tração) de um depósito por aspersão térmica consiste na ligação entre o depósito e o substrato (adesão) e a atração interpartículas (coesão). A adesão do revestimento ao substrato está relacionada a interações superficiais da partícula. Os mecanismos de ligação dividem-se em três categorias: mecânica, metalúrgico-química e física. A adesão é uma combinação desses mecanismos. Uma partícula fundida atingindo uma superfície preparada convenientemente irá aplainar e se conformar à superfície ondulada e se ligará mecanicamente às asperidades ali presentes (LIMA,1999).

A falha prematura, ou seja, com uma tensão abaixo da esperada, quando ocorre da forma adesiva indica que o problema pode estar tanto na preparação superficial, como nos parâmetros de deposição. Já no caso de uma falha prematura da forma coesiva é coerente se dizer que o problema se deu, principalmente, devido aos parâmetros de processo (SUCHARSKI, 2012).

2.10 CORROSÃO

Corrosão é a degradação de materiais quando estes são expostos a ambientes reativos (líquidos ou gasosos). Embora o ataque possa ocorrer em metais, semicondutores, isoladores ou polímeros orgânicos, a designação está tradicionalmente associada ao desgaste de metais. E nos metais esta deterioração é, na maioria das vezes resultante de uma reação química e/ou eletroquímica, na qual há a dissolução do metal (ABRANTES, 2014; RODRIGUEZ ;2003).

Uma reação é considerada eletroquímica se ela estiver associada à passagem de corrente elétrica através de uma distância finita, maior do que a distância interatômica. Esta passagem de corrente envolve o movimento de partículas carregadas: íons, elétrons ou ambos. Dessa forma, na maioria das reações que se manifestam na presença de uma superfície metálica, ocorre a passagem de corrente através do metal, e a reação é eletroquímica em sua natureza (PANNONI,2007).

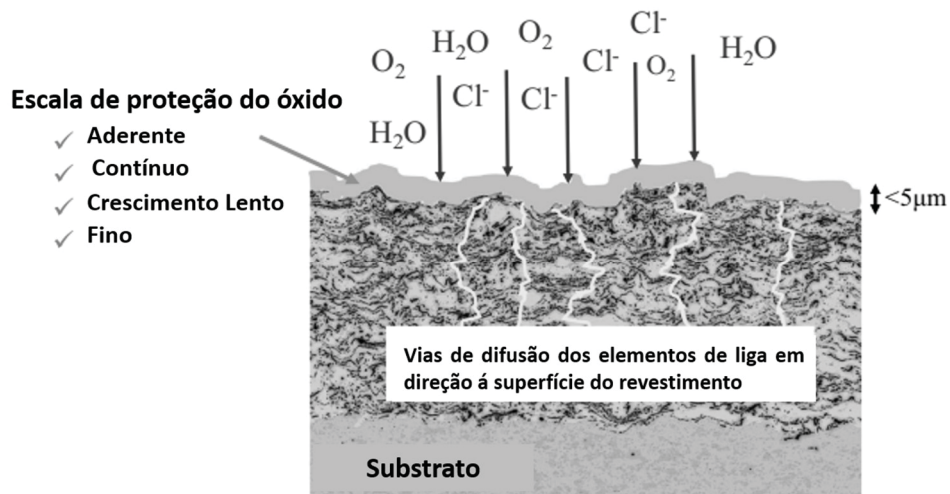
Na maioria das reações eletroquímicas os íons se movimentam através de eletrólito líquido, normalmente aquoso. No entanto, em reações de oxidação

(por exemplo, a reação à temperatura elevada entre um metal e o oxigênio atmosférico) não se tem eletrólito líquido e o movimento de íons ocorre através da película de óxido metálico que se forma na superfície do metal. Este óxido funciona como um eletrólito sólido e garante a natureza eletroquímica da reação (PANNONI,2007).

Uma das quatro formas de proteção contra a corrosão é por meio de aplicação de revestimentos metálicos. Dois tipos de revestimentos desta natureza podem ser utilizados: os catódicos ou nobres e os de anódicos e os de sacrifício. Os anódicos são preferidos quando o único requisito é a proteção contra corrosão e no meio de exposição o metal de revestimento apresenta baixa taxa de corrosão. Os catódicos são utilizados quando se deseja conferir, além da proteção contra corrosão, uma ou mais propriedades adicionais ao revestimento, tais como condutividade elétrica e resistência à abrasão (PANOSSIAN,2001).

A compreensão dos princípios eletroquímicos é importante o comportamento de revestimentos protetores, como o Al. No caso de metais que passam por uma transição ativo-passiva, condições mais oxidantes causam taxas de dissolução muito mais baixas e velocidade de corrosão menores. Esta tendência de um metal de se manter inalterado por longo tempo é chamada de passividade, atribuída geralmente à formação da camada protetora na interface metal/solução, que atua como barreira, evitando o contato do metal com o meio, como apresentado na Figura 9 (PAREDES,1998).

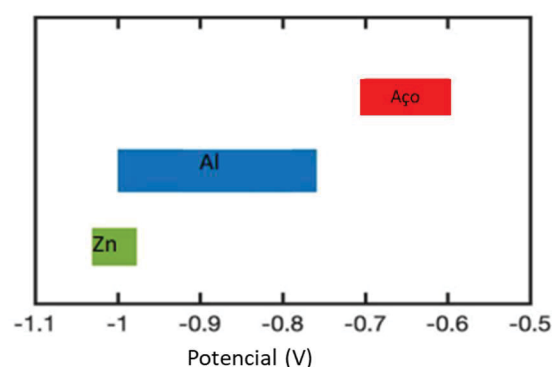
FIGURA 9 - UM REVESTIMENTO TÍPICO COM FORMAÇÃO DE ÓXIDOS PARA PROTEGER CONTRA ATAQUES DE CORROSÃO



FONTE: Adaptado de Sadeghi; Markocsan; Joshi (2019)

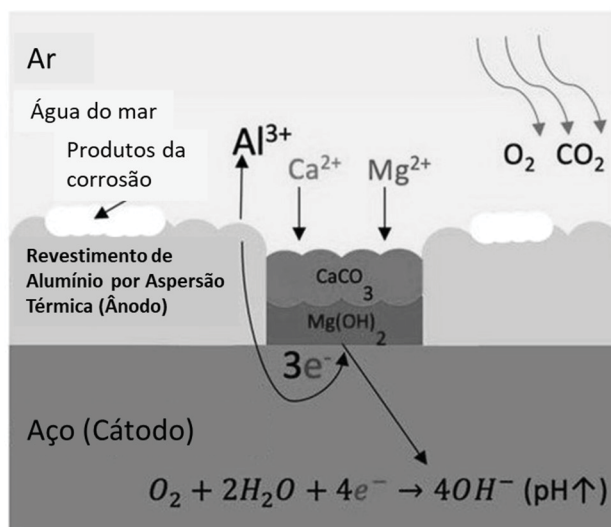
Revestimentos metálicos (os quais são mais ativos que aços) como Al, Zn, e suas ligas (Figura 10) fornecem proteção catódica para o substrato por trabalhar como um ânodo de sacrifício. Quando Al (ou Zn) e aços são unidos e expostos juntos a água salina, o par galvânico é estabelecido entre dois metais, o fluxo de elétrons saem do revestimento (ânodo) para o substrato (cátodo), que é acompanhado pela dissolução do revestimento, como é mostrado na Figura 11. Quando o aço é catodicamente protegido, as substâncias alcalinas depositam-se em sua superfície (devido às mudanças locais de pH), que diminuem a requisição de proteção catódica (PC) (SYREKGERSTENKORN ; PAUL ; DAVENPORT, 2020).

FIGURA 10- SÉRIES GALVÂNICAS EM ÁGUA SALINA MOSTRANDO POTENCIAL DE CORROSÃO DO AÇO, AL, ZN E SUAS LIGAS. TODOS OS VALORES SÃO EM COMPARAÇÃO AO ELETRODO CALOMELANO SATURADO (ECS)



FONTE: Adaptado de Syrek-Gerstenkorn; Paul; Davenport (2020)

FIGURA 11 - MECANISMOS DE PROTEÇÃO SACRIFICIAL FORNECIDOS POR REVESTIMENTOS DE ALUMÍNIO



FONTE: Adaptado de Syrek-Gerstenkorn; Paul; Davenport (2020)

A quebra ou perda da passividade com início de corrosão pode ocorrer quando fatores eletroquímicos, mecânicos ou químicos produzem remoção da película passiva. A quebra eletroquímica pode ocorrer se a película passivante tiver pontos fracos onde ânodos locais poderiam se desenvolver na ausência de agente oxidante na solução. Outros fatores importantes para a diminuição da resistência à corrosão são a porosidade nos revestimentos e a oxidação dos elementos, principalmente do cromo, durante o processo de aspersão (SIITONEN; KONOS.; KETTUNEN, 1994; PAREDES, 1998).

A tendência de um metal a passivação num dado meio, determina seu comportamento eletroquímico. Através da utilização da técnica de polarização anódica, é possível conhecer em laboratório o comportamento eletroquímico de um metal, ou seja, a sua tendência a permanecer ativo ou a passivar-se, pela construção de curvas de potencial vs corrente. A susceptibilidade ao pite também está relacionada com a área do laço sob a curva de polarização e, assim, quanto maior a área do laço sob a curva, mais susceptível à corrosão por pite será o material (MARIANO et. al., 2006; RODRIGUEZ, 2003).

Ferker et. al. (2011) avaliaram em testes de corrosão potenciodinâmica revestimentos finos de Nb-O-N por pulverização catódica por magnetron reativo. Os substratos revestidos mostraram que o oxigênio presente aumentou a

resistência por corrosão por pite, pois houve um aumento na densidade do revestimento, reduzindo o número de defeitos.

2.11 ALUMÍNIO

O alumínio puro funde a 660°C e várias ligas possuem um ponto de fusão inferior a esse. Suas outras características físicas são demonstradas na Tabela 3. O metal puro e muitas ligas perdem um pouco a sua resistência, ficando sujeitas a uma lenta deformação plástica, chamada de fluência, se permanecer sob tensão por longos períodos em temperaturas acima de 200°C. Por outro lado, ligas feitas para serviços em altas temperaturas, como às usadas em pistões, retêm suas propriedades adequadamente, funcionando satisfatoriamente dentro da faixa de temperatura de trabalho requerida. (ABAL).

TABELA 3 - PROPRIEDADES DO ALUMÍNIO

Propriedades físicas típicas	Valores
Densidade (g/cm ³)	2,70
Temperatura de fusão (°C)	660
Módulo de elasticidade (MPa)	70000
Coefficiente de dilatação térmica (L/°C)	23.10-6
Condutibilidade térmica a 25°C (Cal/cm/°C)	0,53
Condutibilidade elétrica (%IACS)	61

FONTE: Adaptado de ABAL (Associação Brasileira de Alumínio)

O alumínio é um material atraente para muitas aplicações, incluindo transporte, indústrias elétricas e de embalagens, arquitetura e indústrias alimentícias. Também é um metal reciclável, que oferece vantagens ambientais e econômicas. A enorme variedade de aplicações pelas quais o alumínio tem competido, requer a criação de composições e condições materiais para atender demandas técnicas específicas. A caracterização física e mecânica e resultados de teste de desempenho deste material forneceram a base sobre as inovações de suas novas ligas e refinamentos de controle de composição que podem ser continuamente melhoradas (ASHKENAZI, 2019; DOAN, et. al, 2021).

O alumínio puro apresenta excelente resistência à corrosão devido à sua natureza passiva. Quando exposto a um ambiente oxidante (por exemplo, ar e

água), um filme de óxido natural contínuo e uniforme (Al_2O_3) se desenvolve na superfície do metal, que funciona como um isolante elétrico. Impede o movimento de elétrons (produzidos durante a dissolução anódica do metal) do metal para a interface óxido / solução, o que resulta na inibição das reações catódicas (SYREK-GERSTENKORN; PAUL; DAVENPORT, 2020).

Os revestimentos depositados por aspersão térmica são aplicados tipicamente para a proteção contra a corrosão, especialmente o alumínio, pois este confere à superfície do aço, predominantemente proteção por barreira, impedindo o contato do aço com o meio corrosivo. Também pode oferecer proteção catódica em condições em que seu potencial de corrosão seja mais ativo (mais negativo) que o aço. E em condições em que haja a exposição do substrato de aço, a proteção é anódica. Por isso, é um material bastante utilizado na aspersão térmica para proteger o aço em meios agressivos, especialmente contra a corrosão marinha. (RODRIGUEZ 2003).

Chaliampalias et. al. (2008) concluiu em suas avaliações de trabalho que a espessura do revestimento Al por *Flame Spray* após o teste de corrosão de atmosfera marinha aumentou notavelmente devido à formação contínua de óxido na superfície e isso também explicou o aumento de massa dos corpos de provas medidos. No entanto, sob o revestimento oxidado, ainda havia uma parte significativa dele que permaneceu não oxidada, tornando o revestimento durável em condições ambientais severas. Além disso, a camada espessa de Al_2O_3 na superfície melhorou ainda mais durabilidade do revestimento por causa da passivação deste.

2.12 NIÓBIO

O nióbio (Nb) ou colômbio (Cb) é um elemento metálico de número atômico 41 na Tabela Periódica dos Elementos Químicos. Sua massa específica é de $8,57\text{g/cm}^3$ pouco superior à do ferro, e seu ponto de fusão é de 2.468°C . À temperatura ambiente resiste bem à ação de ácidos clorídrico (até 35%), sulfúrico (até 95%), nítrico concentrado, fosfórico, crômico, acético, fórmico e cítrico. Possui baixa resistência à oxidação, o metal começa a oxidar ao ar a 200°C e, quando processado em temperaturas moderadas, deve ser colocado em uma atmosfera protetora. Também tem propriedade da supercondutividade em

temperaturas inferiores à -264°C . Suas outras características são mostradas na Tabela 4 abaixo (HAYANES, 2014; SILVA, 2001).

TABELA 4 - REFERÊNCIA DE VALORES DO NIOBÍO NO ESTADO RECOZIDO

Parâmetros	Valores
Resistência à tração	195 MPa
Limite de elasticidade	105 Mpa
Dureza	60 HV
Módulo de elasticidade	103 GPa
Resistividade elétrica 0 - 600C	15.22 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$
Potencial de ionização	6.67 eV
Equivalência eletroquímica	0.19256 mg/C

FONTE: Adaptado de Eckert (1993)

A columbita-tantalita e o pirocloro, que para efeitos de simplificação utiliza-se a terminologia química (N_2O_5) são as principais fontes de nióbio no Brasil e no mundo. Este é um dos elementos mais exportados pelo Brasil e é principalmente usado em produções de ligas especiais para o uso de gasodutos, turbinas a ar e entre outras aplicações. A Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) é a única empresa com presença em todos os segmentos de mercado do nióbio, abastecendo 100% o Brasil e cerca de 78% da demanda mundial e vem aumentando continuamente sua produção, como aparece na Figura 12 (JUNIOR, 2019; BRUZIQUESI et al, 2019; CBMM, 2018).

FIGURA 12 - VOLUME DE PRODUÇÃO DA CBMM DURANTE OS PERÍODOS DE 2017 A 2019 DOS PRODUTOS DE NÍOBIO PRODUZIDOS



FONTE : CBMM (2019)

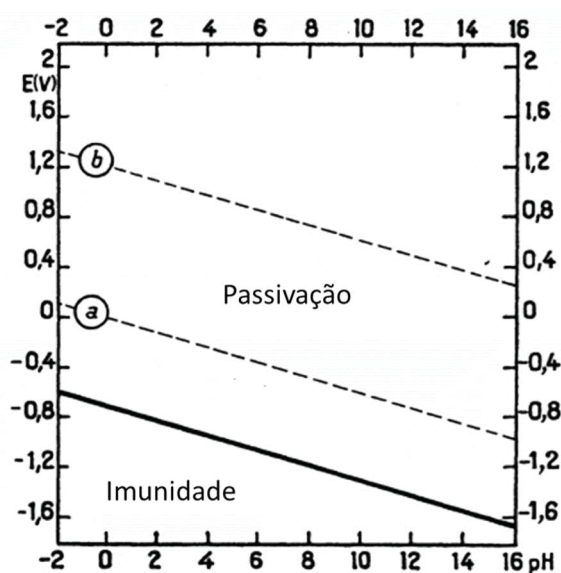
O elemento nióbio é de fato um elemento importante para o Brasil. Suas aplicações são as mais variadas. A proposta de valor do nióbio, de transformar propriedades de materiais, é percebida e aplicada em larga escala em setores

como mobilidade, infraestrutura e em sistemas de geração e distribuição de energias de transição e renováveis (BRUZIQUESI et al, 2019; CBMM,2019)

Acredita-se que materiais à base de nióbio podem ser obtidos para aplicações de maior valor agregado e em áreas igualmente estratégicas. Pesquisas para obter materiais para maximizar o uso de energia renovável e novos materiais nanoestruturados para melhorar o desempenho de diferentes componentes estão em andamento e prometem uma revolução para os próximos anos. Em se tratando da indústria aeroespacial o nióbio tem sido largamente utilizado, seja na fabricação de artefatos espaciais, ou nas pesquisas de desenvolvimento para melhoria da tecnologia e de novas aplicações do minério (CBMM,2019; BRUZIQUESI et al, 2019; MENDES et al, 2019).

O nióbio é um metal resistente à corrosão: não é afetado pelo ar, oxigênio e água, não é atacado pelos ácidos comuns como HCl, H₂SO₄ e HNO₃ e suas misturas (POURBAIX,1974).

FIGURA 13 - ÁREAS TEÓRICAS DE IMUNIDADE E PASSIVAÇÃO DO NIÓBIO A 25 ° C



FONTE: Adaptado de Pourbaix (1974)

Na Figura 13 acima apresenta a região de imunidade que corresponde a área de estabilidade do nióbio metálico, e a região de passivação corresponde

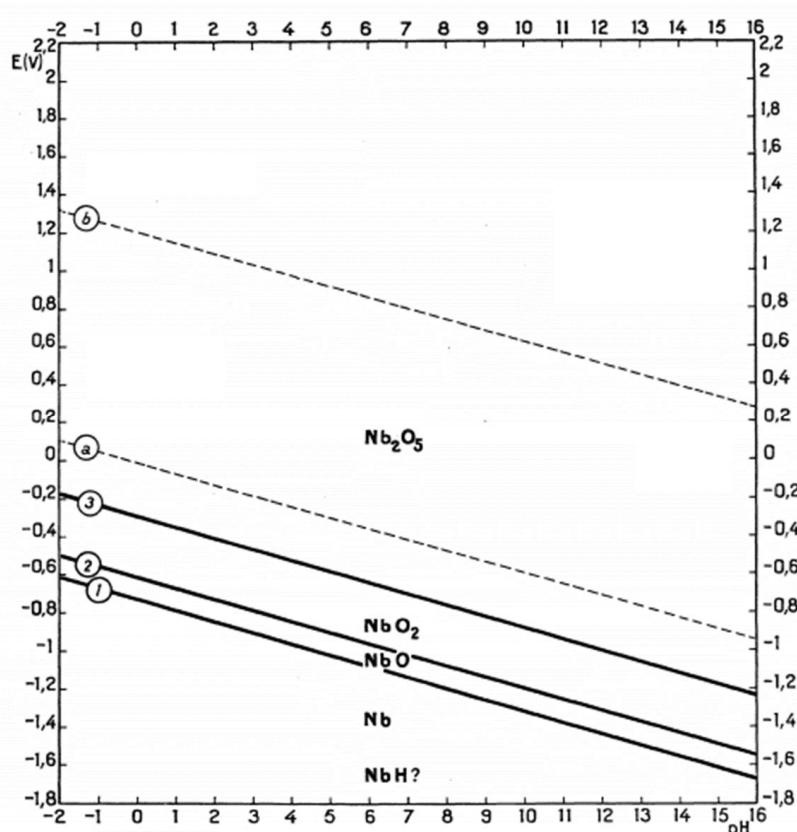
a área de estabilidade dos óxidos de nióbio; na ausência de substâncias complexantes a área de corrosão do metal é inexistente (POURBAIX,1974).

Sobre o nióbio e seus óxidos em exposições a H₂O, Pourbaix (1974) apresenta a estabilidade relativa do nióbio em soluções aquosas:



Estas relações descritas acima resultam no diagrama Pourbaix, que é um método gráfico que apresenta uma possibilidade de prever condições que podem ocorrer à corrosão, imunidade ou passivação. Na Figura 14, as condições de estabilidade termodinâmica do sistema Nb-H₂O são mostradas de como são influenciadas pela presença de água e soluções aquosas, isentas de substâncias que formam complexos solúveis com o nióbio. A região denominada imunidade corresponde à estabilidade do nióbio metálico (Nb) e a região de passivação representa a estabilidade dos óxidos de nióbio (GENTIL, 2012; BELÉM, 2019).

FIGURA 14 - DIAGRAMA DE EQUILÍBRIO POTENCIAL-PH PARA O SISTEMA NIÓBIO-ÁGUA
A 25 ° C



FONTE: Adaptado de Pourbaix (1974)

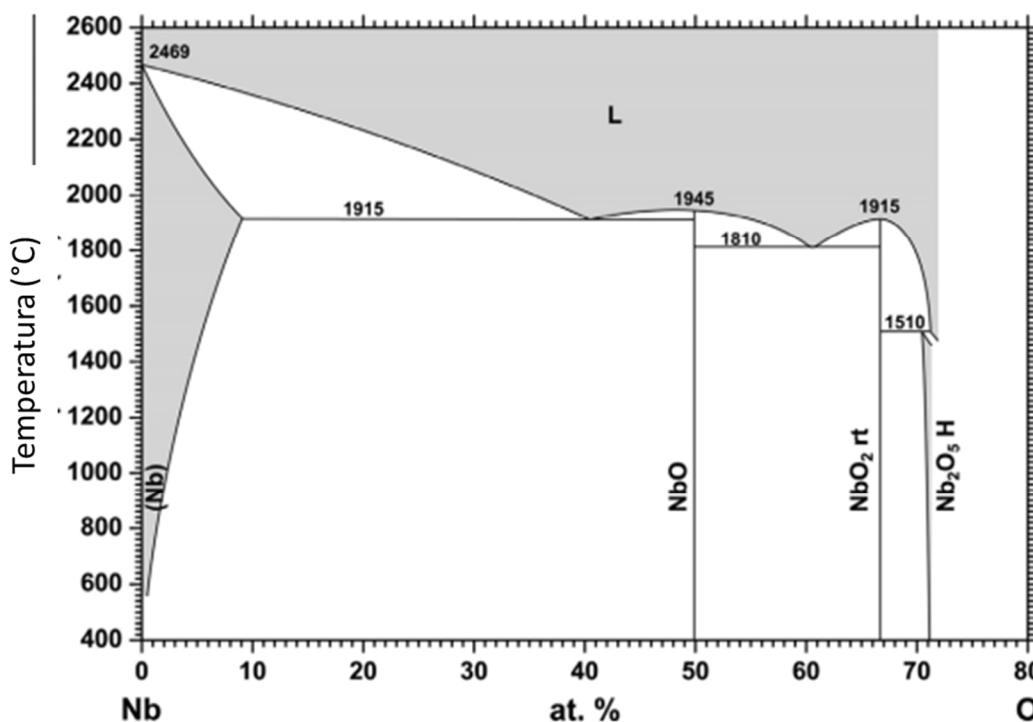
Pode ser observado no diagrama que o dióxido de nióbio (NbO_2) apresenta estabilidade na região abaixo da linha (a); porém, em presença de solução aquosa ácida, básica ou neutra, o NbO_2 tende a oxidar e formar o Nb_2O_5 . Verifica-se o domínio do Nb_2O_5 em toda a faixa de pH e a tendência à passivação em meios oxidantes e redutores, ou seja, o Nb_2O_5 é o óxido mais termodinamicamente estável desse sistema (BELÉM, 2019)

2.12.1 Pentóxido de Nióbio

Os óxidos de nióbio podem levar a muitas propriedades diferentes e interessantes no grupo de materiais, muitas delas baseadas em uma questão importante que pode levar a propriedades diferentes: as vacâncias de oxigênio. Este elemento químico reage prontamente com oxigênio, sendo esta reação de difícil controle em temperaturas elevadas. No sistema de nióbio-oxigênio, o elemento de nióbio pode ser encontrado em quatro diferentes estados de carga: 0, 2+, 4+ e 5+. Geralmente, esses estados de carga estão relacionados às fases

do Nb metálico e ao NbO, NbO₂ e Nb₂O₅. Entre os óxidos presentes, o Nb₂O₅ é o óxido de nióbio mais estável e o principal produto da reação de oxidação, como a Figura 15 ilustra (NICO; MONTEIRO; GRAÇA, 2016; MENEGOTTO, 2015).

FIGURA 15- DIAGRAMA DE FASES DO NIÓBIO - OXIGÊNIO



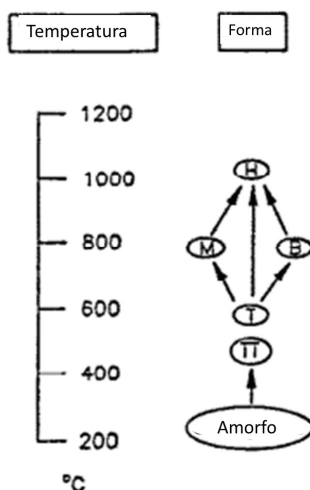
FONTE: Adaptado de Nico; Monteiro; Graça (2016); Massalski; Subramanian (1990)

O pentóxido pode ser encontrado nas estruturas ortorrômbica (T), monoclínico (B, H, N, Z, R), Tetragonal (M e P) e também TT (pseudo-hexagonal ou monoclínico). Os Polimorfos de Nb₂O₅ e óxidos de nióbio em geral, a fase H é termodinamicamente a mais estável (NICO; MONTEIRO; GRAÇA, 2016; SCHÄFER; GRUEHN; SCHULTE; 1966)

O comportamento de cristalização do pentóxido de nióbio varia de uma estrutura para outra e depende de fatores como temperatura de transição, materiais de partida, nível de impureza, programação de aquecimento, a escala de temperatura que deve ser tomada como indicativa e não absoluta. No entanto, na Figura 16 se vê que as modificações começam com uma fase amorfa, o Nb₂O₅ cristaliza em uma forma de baixa temperatura (TT ou T) em 500 ° C, outra a

temperatura média (M ou B) a 800 ° C, e também de alta temperatura (H) em 1000°C (KO; WEISSMAN, 1990).

FIGURA 16 - MODIFICAÇÕES DO Nb_2O_5 EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA



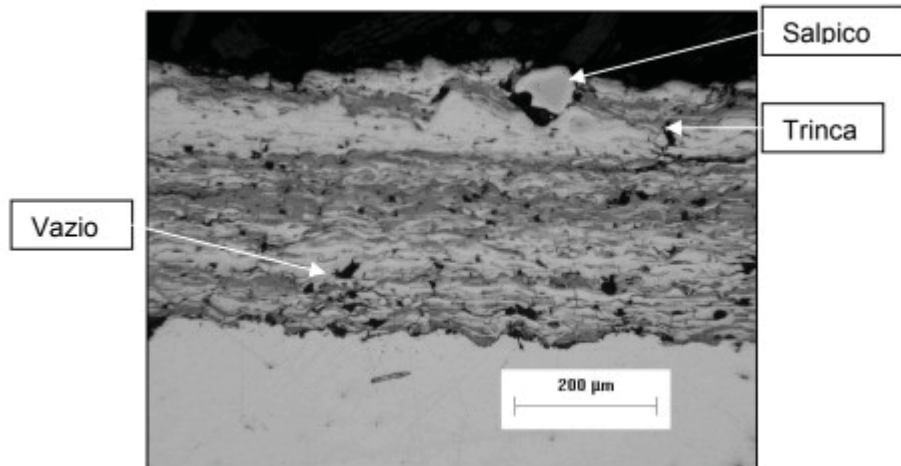
FONTE: Adaptado de Ko; Weissman (1990)

No processo de aspersão térmica, entre fatores que participam da oxidação de forma importante é a fonte de calor e o gás de transporte. No caso do Nb ocorre, em maior ou menor grau, em função da fonte de calor e do poder oxidante do gás de transporte à conversão $Nb \rightarrow Nb_xO_y$. O Nb metálico, forma-se Nb_2O_5 pelo seu alto ponto de fusão o Nb poderia fundir ou somente superaquecer nas pistolas de AT, sendo que as partículas quando transferidas pelo gás de transporte oxidam durante a solidificação e/ou resfriamento, algumas rompem no impacto com o substrato e formam outros tipos de óxido (NbO_2 , NbO , etc.) apenas com o O_2 do ar do meio ambiente. Isto pode ocorrer naqueles processos que utilizam fonte de calor entre 3000 e 6000 °C (MARIANO,2007).

Mariano (2008), menciona que os revestimentos por aspersão térmica de nióbio (Figura 16) e pentóxido de nióbio com a influência do pré-aquecimento

resultaram boas condições de ductilidade e aderência no substrato em testes de corrosão de névoa salina e estabilidade térmica.

FIGURA 17- MICROESTRUTURA FORMADA PELO N_2O_5 DEPOSITADO PELO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA A CHAMA



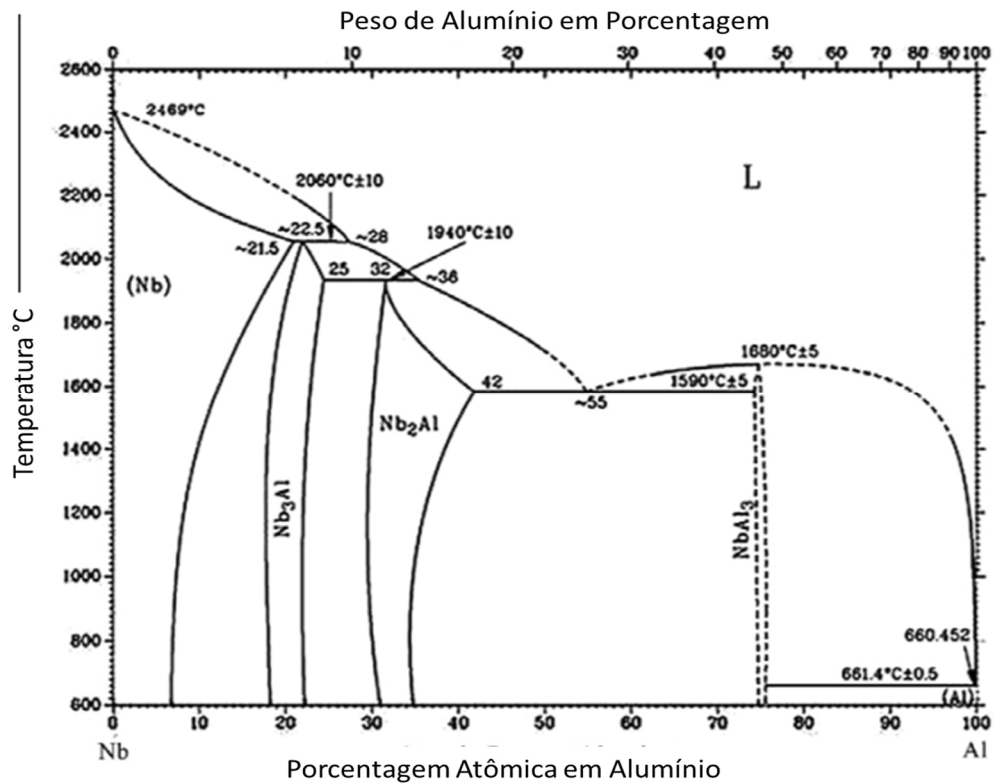
FONTE: Mariano et. al. (2007)

2.13 SISTEMA NbAl

Nem todas as combinações entre metais são chamadas ligas. Quando eles estão combinados em uma proporção fixa, como num composto químico, são chamados de intermetálicos. Compostos intermetálicos são intrinsecamente designados para aplicações em temperaturas elevadas devido à sua estrutura ordenada de longo alcance, o que torna estas ligas interessantes para proteger componentes que trabalham nestas condições (CARDOZO, 2015; MENEGOTTO, 2015).

O diagrama de fases binário Nb-Al (Figura 18) pode ser usado para a previsão das composições químicas capazes de formar os intermetálicos Nb_3Al e $NbAl_3$ na solidificação. Porém, deve-se lembrar que este diagrama considera o resfriamento no equilíbrio, o que não ocorre nos processos de deposição por soldagem (MENEGOTTO, 2015).

FIGURA 18 - DIAGRAMA DE FASES Nb-Al



FONTE: Adaptado de ASM Handbook (1992)

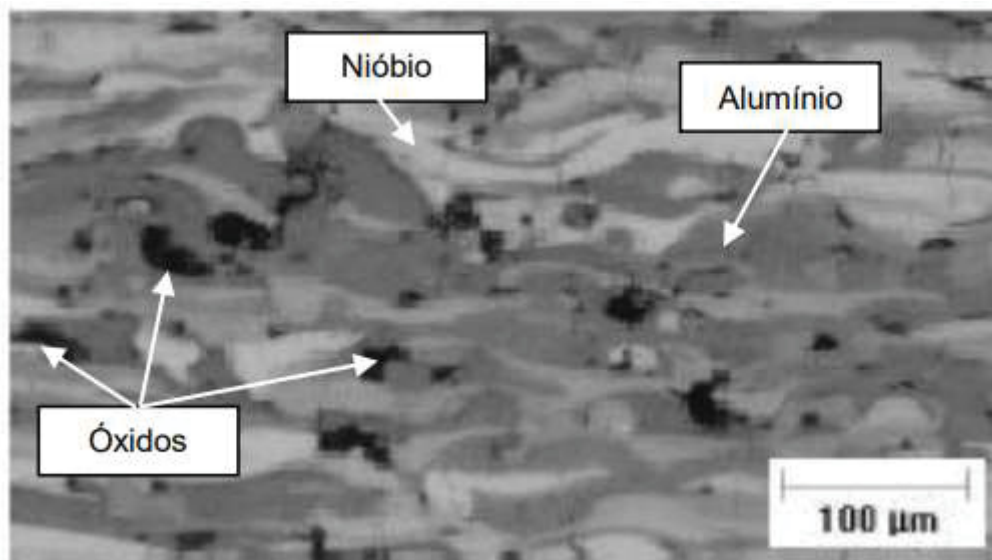
Na maioria dos compostos intermetálicos, a estrutura ordenada tende a se desordenar com o aumento da temperatura devido ao aumento da entropia da estrutura. Essas modificações alteram a resistência mecânica do material. Os compostos intermetálicos Nb_3Al e $NbAl_3$ não apresentam esta tendência. Dessa maneira, os intermetálicos Nb_3Al e $NbAl_3$ apresentam grande potencial na formação de ligas e revestimentos de elevada dureza e estáveis à altas temperatura (MENEGOTTO, 2015).

A fase sigma de estrutura tetragonal do Nb_2Al é geralmente indesejável na maioria das aplicações devido a sua baixa tenacidade que implica em elevada fragilidade a temperatura ambiente (GRAF, 2009).

Conforme Cardozo (2015), a aplicação de NbAl por aspensão térmica mostrou de que os revestimentos de Nb50wt%Al estavam mais homogêneos no substrato do que os revestimentos de Nb30wt%Al. Na Figura 19 abaixo, a morfologia do revestimento da proporção Nb30wt%Al realizado por AT.

O NbAl_3 foi obtido por meio da reação de combustão, entretanto não foram verificados perfis de temperaturas experimentais, porém acredita-se que a temperatura de ignição foi de aproximadamente 800°C e temperatura máxima de 1680°C , ou seja, a temperatura de fusão desse intermetálico. Todavia, para temperaturas abaixo de 1000°C , a solubilidade de nióbio no alumínio líquido é relativamente baixa, o que leva à formação de uma camada fina de NbAl_3 na superfície do nióbio (CARDOZO, 2015).

FIGURA 19 - UM REVESTIMENTO TÍPICO COM FORMAÇÃO DE ÓXIDOS PARA PROTEGER CONTRA ATAQUES DE CORROSÃO



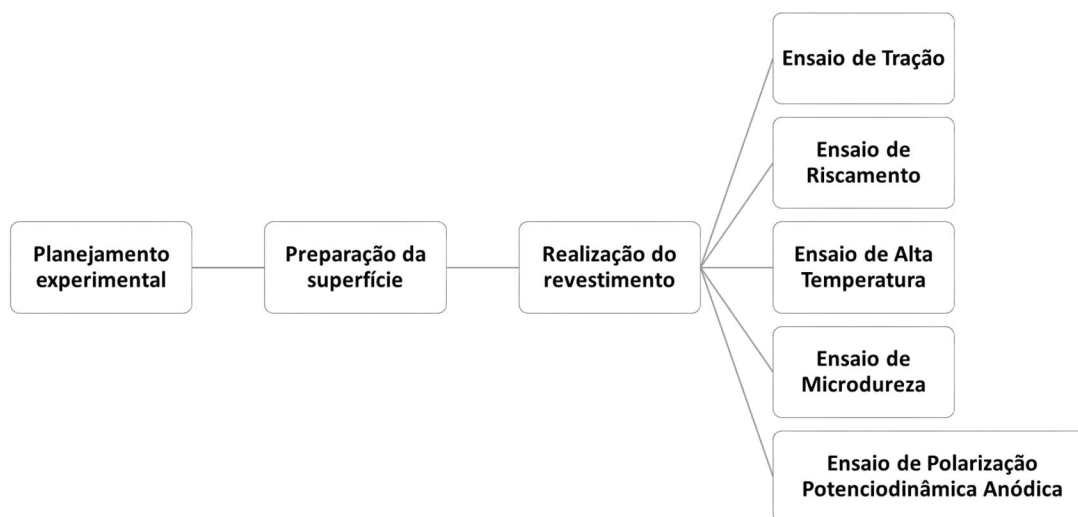
FONTE : Cardozo (2015)

Também, segundo Cardozo (2015), os revestimentos $\text{Nb}50\%\text{wtAl}$ e $\text{Nb}30\%\text{wtAl}$ produzidos demonstraram boa resistência a oxidação após o ensaio de estabilidade térmica na aplicação a alta temperatura em forno à 850°C , que justificou pelo aumento da difusão do oxigênio mais refinado oriundo da área exposta no contorno de fases, que culminou o favorecimento da boa resistência a oxidação pela mudança do ponto fusão do alumínio pela geração do intermetálico provocado durante o processo de aspensão térmica.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O trabalho foi dividido em etapas conforme mostrado na Figura 20 abaixo.

FIGURA 20 - FLUXOGRAMA DE ETAPAS DA PARTE EXPERIMENTAL REALIZADAS



FONTE: O autor (2021)

3.1 MÉTODO EXPERIMENTAL

O planejamento experimental é umas técnicas que atualmente vem sendo usada em grande escala. Através dele, pesquisadores podem determinar as variáveis que exercem maior influência no desempenho de um determinado processo. (CALADO; MONTGOMERY, 2003)

Também, Calado e Montgomery (2003) explicam as possibilidades do uso do planejamento do experimento em aplicações:

1. Avaliação e comparação de configurações básicas de projetos;
2. Avaliação de diferentes materiais;
3. Seleção de parâmetros de projeto;
4. Determinação de parâmetros de projetos que melhorem desempenho de produtos;
5. Obtenção de produtos que sejam mais fáceis de fabricar, que sejam projetados, desenvolvidos e produzidos em menos tempo, que tenham melhor desempenho e confiabilidade que os produzidos pelos competidores.

Portanto, a análise de muitos parâmetros e variáveis poderia ser realizada em forma otimizada e simultânea utilizando a metodologia de fatoriais, incluindo ademais, caso necessário, vários níveis de experimentação dos fatores (PAREDES, 1998). Um dos métodos nesta característica é o método Taguchi, sendo conhecido como um planejamento que tem a quantidade de experimentos mais enxuto.

O método Taguchi é um arranjo ortogonal (mais especificamente um arranjo ortogonal de elemento fixo) de S elementos, denotado por $OA_N(s^m)$ é uma matriz $N \times m$ cuja as colunas tem as propriedades no mesmo par de colunas as quais os possíveis pares ordenados de elementos aparecem no mesmo número de vezes.. Os símbolos usados para os elementos de um arranjo ortogonal são arbitrários. Usa-se os símbolos $(0, 1, 2, \dots, s - 1)$ para denotar os S elementos. Também, o Taguchi refere-se a $OA_N(s^m)$ ou pela notação $L_N(s^m)$. (KACKER; LAGERGREN; FILLIBEN, 1991).

No trabalho de Sucharski et. al. (2015) realizaram primeiramente experimentos que utilizaram o arranjo L9 e verificaram que o uso do Método Taguchi foi uma boa ferramenta para analisar as respostas dos parâmetros das deposições de HFOV. Como consequência conseguiram analisar os ótimos níveis de cada parâmetro aplicado, que resultou posteriormente em revestimentos com propriedades melhores.

O Método Taguchi apresentado como proposta avaliou a influência de proporções de massa de $\%Nb_2O_5$ e $\%Al$, distância de deposição e pós-aquecimento. Por isso, o Arranjo Ortogonal a ser usado é o L4 (quatro experimentos com três parâmetros variando 2 níveis). Sendo organizados os parâmetros e níveis da seguinte maneira como mostra na Tabela 5.

TABELA 5 - PARÂMETROS E NÍVEIS DOS REVESTIMENTOS A SEREM DEPOSITADOS

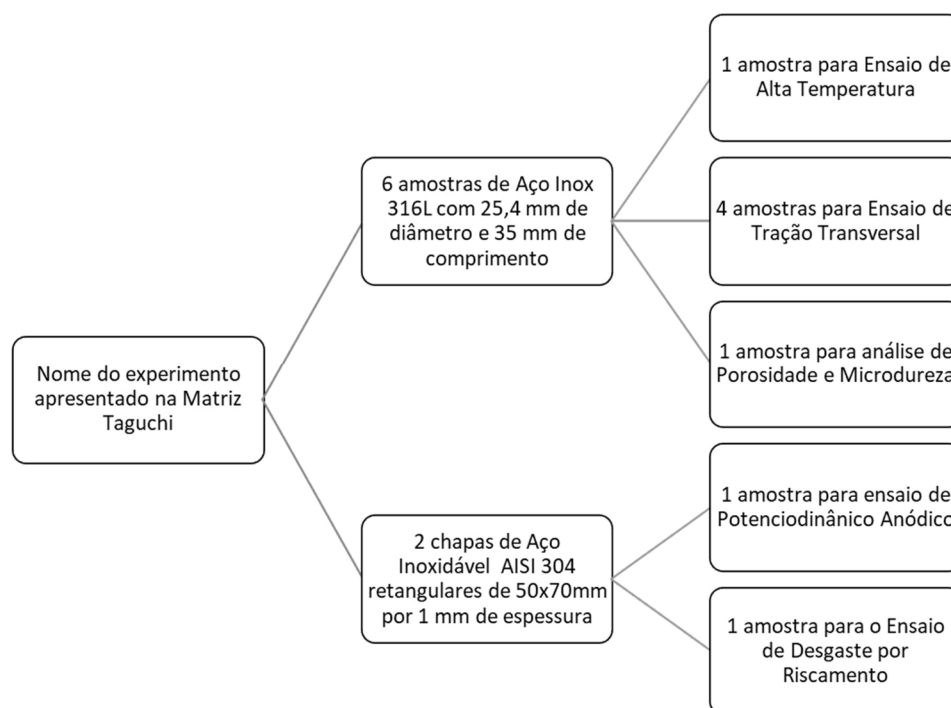
Nomes das amostras	Proporções de mistura	Distância	Pós-aquecimento
--------------------	-----------------------	-----------	-----------------

6N4A-15SA	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	150 mm	Sem aquecimento
6N4A-2530	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	250 mm	300°C
4N6A-1530	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	150 mm	300°C
4N6A-25SA	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	250 mm	Sem aquecimento

FONTE: O autor (2021)

Para cada nome de experimento apresentado no arranjo, foram necessárias 8 amostras do tipo aço inoxidável austenítico, para que reduza possibilidades de ruídos de processo e sejam divididas para os quatro ensaios posteriores, conforme é mostrado na Figura 21 abaixo.

FIGURA 21- ESQUEMATIZAÇÃO DAS DIVISÕES DE AMOSTRAS POR ENSAIOS APÓS ASPERSÃO TÉRMICA



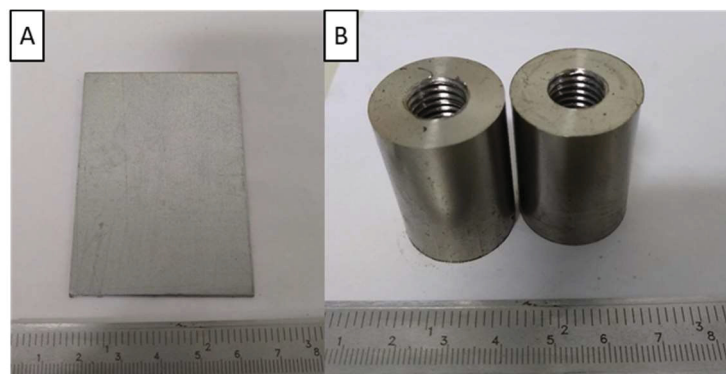
FONTE: O autor (2021)

De acordo com a Figura 21, as divisões foram de seis amostras de aço inoxidável austenítico 316 com 25,4 mm de diâmetro e 35 mm de comprimento, sendo quatro para o ensaio de aderência, com furo roscado M12X1,75 com 20mm de profundidade para o acoplamento no dispositivo para o ensaio de tração, uma para o ensaio de alta temperatura térmica e outra para análise metalográfica do revestimento. Junto com 2 chapas de Aço Inoxidável Austenítico AISI 309 retangulares de 50x70 mm por 1 mm de espessura, como

apresentado na Figura 22, sendo uma amostra para o ensaio de polarização potenciodinâmica anódica que foi usado como referência o experimento feito por Rodrigues, Silva e Paredes (2003), e outra para o ensaio de riscamento.

As amostras foram feitas com aço inoxidável austenítico por causa da baixa condutividade térmica apresentada neste tipo de material, assim como sua dilatação é maior comparada aos aços carbonos e outros tipos de aços inoxidáveis, desta forma, solicitando mais os revestimentos a uma temperatura de 300°C, que foi aplicado aos testes de estabilidade térmica por Mariano (2008) e utilizado como pós-aquecimento na matriz Taguchi nesta pesquisa.

FIGURA 22 - AMOSTRAS UTILIZADAS PARA OS REVESTIMENTOS (A) CHAPA PADRÃO (B) AMOSTRAS DE ENSAIO DE TRAÇÃO E ALTA TEMPERATURA



FONTE: O autor (2021)

O alumínio utilizado para o trabalho foi proveniente do estoque Laboratório de Aspersão Térmica e Soldagens Especiais (LABATS) da Universidade Federal do Paraná, e o Pentóxido de Nióbio utilizado foi doado pela CBMM (Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração), com as características mostradas na Tabela 6.

TABELA 6 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PÓ DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO FORNECIDO PELA CBMM

Elemento	Composição
N_2O_5	99,8%
Ta	1047 (ppm)

Fe	4,3 (ppm)
Si	<30 (ppm)
Al	<3 (ppm)
Cr	<1 (ppm)
Mn	<1 (ppm)
Co	<1 (ppm)
Cu	<1 (ppm)

FONTE: CBMM (2020)

Ambos os pós foram submetidos ao peneiramento para obter uma faixa de valores de grãos os quais o processo de FS (pó) pudesse processar sem dificuldades de entupimento. Por isso, os materiais foram submetidos as peneiras Tyler de 0,106mm e 0,063mm na máquina vibratória CT-025 Vibrotec (Figura 23) para separação necessária, conforme Mariano (2008).

FIGURA 23 - EQUIPAMENTO VIBRATÓRIO DE SEPARAÇÃO DOS PÓS POR FAIXA DE GRANULOMETRIA



FONTE: O autor (2021)

Logo depois, os pós foram submetidos as misturas das proporções propostas no estudo. Em porções de 200g utilizando a Balança Analítica Eletrônica BG 2000 Gehaka, geraram o total de 400g, com as proporções mássicas propostas no estudo para cada mistura. Sendo assim,

subsequentemente os pós misturados foram colocados no misturador em formato de Y em uma máquina rotativa com acoplamento que fez a rotação de 12rpm por uma hora, com o propósito de gerar uma maior homogeneidade das misturas.

Para a obtenção da preparação de superfície necessária, o equipamento de jateamento de abrasivo do laboratório LABATS foi utilizado. Afim de conseguir a limpeza Sa3 e rugosidade para adesão dos revestimentos, conforme a norma PETROBRÁS 2568/18, foi usado o óxido de alumínio marrom com a granulometria de 20 Mesh na câmara de jateamento CMV, demonstrada da Figura 24 abaixo. As rugosidades foram medidas com o rugosímetro portátil Mitutoyo, modelo SJ201.

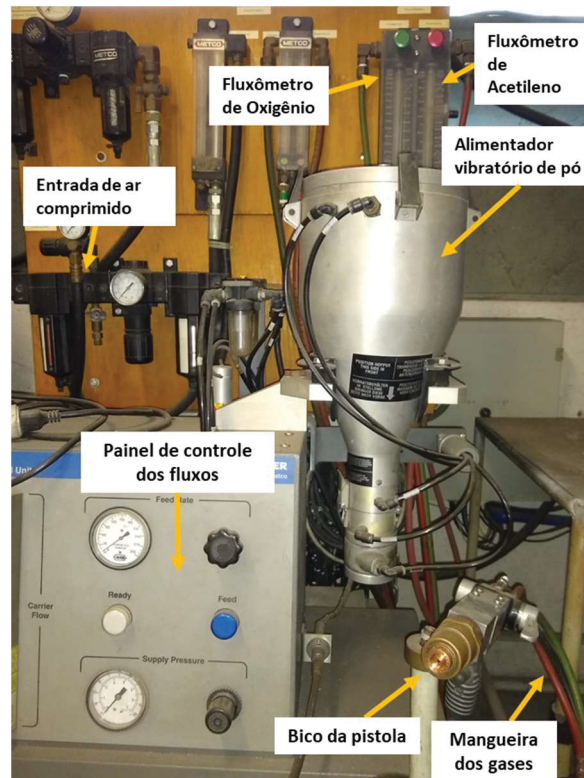
FIGURA 24 - MÁQUINA DE JATEAMENTO ABRASIVO



FONTE: O autor (2021)

Para o processo de aspersão térmica, a pistola utilizada foi do tipo 6P-II da marca Sulzer Metco do LABATS (Figura 25).

FIGURA 25 - MÁQUINA DE ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ DO LABORATÓRIO DE ASPERSÃO TÉRMICA DA UFPR



FONTE: O autor (2021)

Nas aplicações dos revestimentos, os parâmetros do processo foram fixos para não exercerem influências de variáveis de processo sobre os resultados dos revestimentos, portanto, fatores como: Fluxo do acetileno e oxigênio para a combustão, fluxo do ar comprimido, argônio, distância e passes de aplicação e fluxo de gás argônio ficaram padronizados em todos os números experimentos realizados com os valores exibidos na Tabela 7.

TABELA 7 - PARÂMETROS DE PROCESSO DETERMINADOS PARA REALIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS

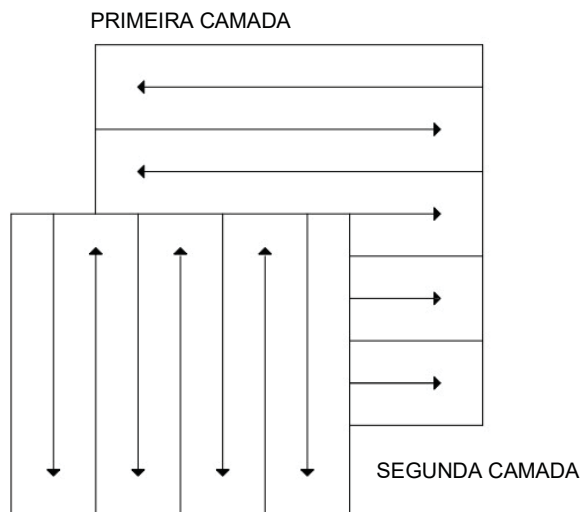
Parâmetros	Valores
Taxa de alimentação	35 g/min
Pré-aquecimento	120°C
Fluxo de Argônio	15 pés ³ /h
Fluxo de Acetileno	40 pés ³ /h
Fluxo de Oxigênio	80 pés ³ /h
Número de passes	4

FONTE: O Autor (2021)

Os revestimentos foram feitos por passes, que são movimentos que se somam de primeira e segunda camada, em orientações verticais e horizontais, indicado de forma esquemática na Figura 26, que tem por objetivo de cobrir toda

a superfície da área desejada. Para todos os exemplares das amostras foram realizados 4 passes.

FIGURA 26 - ESQUEMATIZAÇÃO DO PASSE ATRAVÉS DOS MOVIMENTOS DE PRIMEIRA E SEGUNDA CAMADA



FONTE: Norma Petrobras 2568(18)

O valor para o pré-aquecimento proposto de 120° C foi baseado conforme norma. Realizou-se através de um maçarico e medido com um pirômetro, desejando obter valores aproximados ao estipulado afim de melhorar a aderência entre substrato e revestimento.

3.2 CARACTERIZAÇÃO DO REVESTIMENTO

Neste trabalho, a preparação das amostras para metalografia foram realizadas de acordo as orientações da norma ASTM E3 (2017). Para análises através do MEV, Microscopia Confocal, Microdureza Vickers e EDS utilizou-se as etapas as quais consiste em primeiramente realizar cortes nas amostras com 12 mm de largura através da máquina CutOff Arotec Arcor 80. Posteriormente, as amostras foram para a Prensa de embutimento PRE-30Mi junto com Resina acrílica preta em pó da Arotec que resultou na cura devido à alta temperatura e pressão estabelecida. O lixamento ocorreu na Politriz Lixadeira Metalográfica da Marca Fortel, Modelo Plf. Nela, usou-se lixas d'água que eram trocadas por uma redução na granulometria a cada fase, assim, foi estabelecido o uso das lixas

nas seguintes ordens: 120, 220, 400, 600 e 1200. Após o uso da lixa d'água com granulometria 1200, os polimentos ocorreram nos panos de polimento com pasta de diamante de 3 μm , e posteriormente na de 1 μm para acabamento final.

3.2.1.1 Análise por EDS e MEV

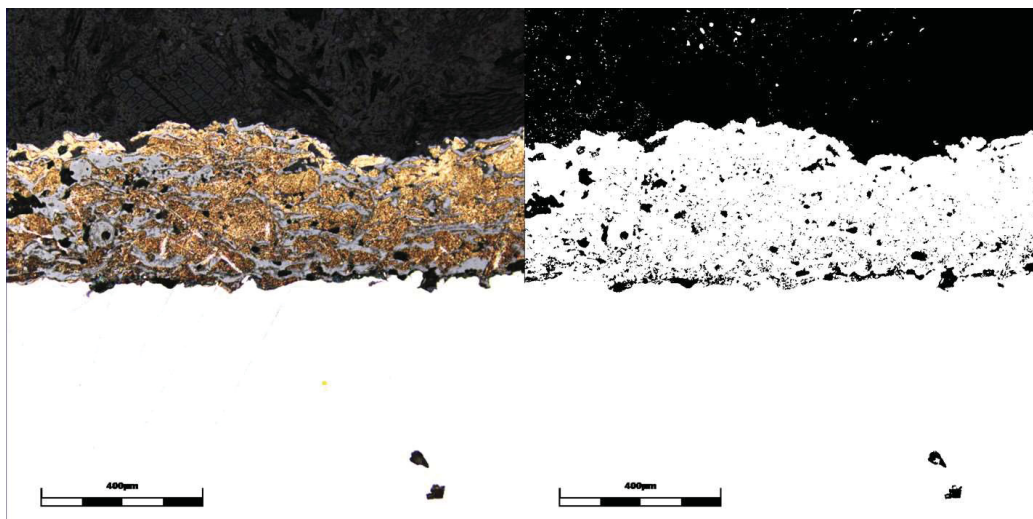
Utilizou-se o MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) para caracterização dos revestimentos, para a avaliação de comportamento das misturas Nb₂O₅-40wt%Al e Al-40wt%Nb₂O₅, características do processo de revestimento por FS, influências do aquecimento e da distância de aplicação utilizados, assim como a visualização das amostras após testes de alta temperatura e desgaste. As caracterizações químicas também ocorreram para averiguar as influências dos parâmetros e níveis por meio de EDS (Espectroscopia de raios X). O equipamento utilizado para o MEV e EDS foi o VEGA3 TESCAN da Universidade Federal do Paraná, com o *software* Oxford Instruments© para a quantificação e mapeamento químico no Espectroscopia de Raios X.

3.3 AVALIAÇÃO DOS REVESTIMENTOS

3.3.1 Porosidade

As quantificações de porosidade foram através das imagens obtidas pelas amostras que foram preparadas conforme mencionado no tópico 3.2. O equipamento de Microscopia Confocal Olympus OLS 4000 LEXT foi usado, e nele foi possível adquirir imagens ópticas que permitiram serem analisadas no *software* Image J®, na função *Threshold* para quantificação percentual de área apontada por determinação de cor, conforme a Figura 27 abaixo. Para cada amostra foram feitas um total de seis áreas do revestimento.

FIGURA 27 -IMAGEM DA AMOSTRA 6N4A-2530 PARA QUANTIFICAÇÃO DE POROS VIA SOFTWARE IMAGE J



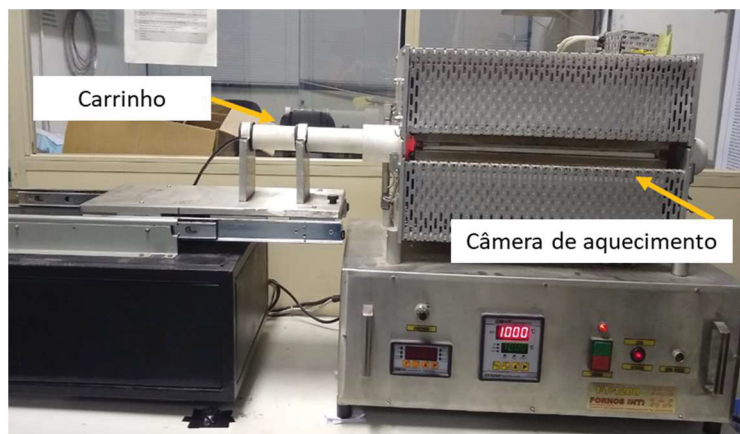
FONTE: O Autor (2021)

3.3.2 Ensaio de alta temperatura

O intuito deste ensaio foi avaliar as tensões resultante sobre os revestimentos provenientes do mecanismo de dilatação e contração do substrato, além do aumento de óxidos e possíveis difusões devido ao ensaio a alta temperatura aplicada nas amostras.

As amostras foram postas no carrinho acoplado ao forno INTI FT-1200, conforme a Figura 28, com a programação para quando chegasse a 400°C do forno, as amostras fossem enviadas ao interior na câmara de aquecimento. A uma velocidade de 30°C/min, a temperatura de 1000°C foi alcançada e foi permanecida por 3 horas. O resfriamento automático do forno as liberava com o retorno do carrinho para ao ar livre quando chegava a 400°C. Posteriormente foram analisadas para averiguar como ficaram após a aplicação da alta temperatura.

FIGURA 28- FORNO INTI FT-1200 USADO PARA O ENSAIO DE ALTA TEMPERATURA



Fonte: O Autor (2021)

Depois, elas foram examinadas através de teste por gravidade nos revestimentos, onde deveriam suportar o peso do substrato após a retirada do forno para averiguar a aderência.

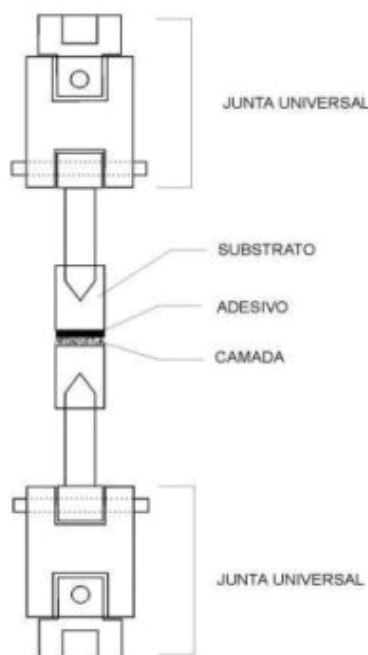
Em seguida as amostras foram preparadas para metalografia, conforme descrito no tópico 3.2 de caracterização do revestimento, para imagens de MEV e EDS.

3.3.3 Ensaio de Aderência Por Tração

O teste de tração é um dos mais utilizados por ser normalizado e relativamente simples de executar, permitindo a avaliação dos parâmetros de aspersão e adequação da preparação da superfície. O ensaio de tração consiste na aplicação de uma força trativa crescente e perpendicular ao plano da interface revestimento substrato (PAREDES, 2012).

Uma das técnicas de avaliação quantitativa para revestimentos aspergidos termicamente é a análise da aderência dos revestimentos, ensaio este que obedece a norma ASTM C-633/13 (2017), a qual descreve um método de ensaio destrutivo para revestimentos de aspersão térmica, onde um corpo de prova revestido é colado a outro de mesma dimensão, não revestido, e puxado com auxílio de uma máquina tração, indicado na Figura 29 a seguir. A avaliação é feita a partir da tensão necessária para o rompimento das amostras coladas e do local onde ocorre a separação das mesmas (SUCHARSKI, 2016).

FIGURA 29 - REPRESENTAÇÃO DO DISPOSITIVO UTILIZADO PARA O ENSAIO DE ADERÊNCIA CONFORME NORMA ASTM C633



FONTE: Paredes (2012)

Para validação dos resultados obtidos dos revestimentos aspergidos, os valores de espessuras deveriam estar dentro da faixa recomendada de cada norma que consta na tabela abaixo. Nela, contém as espessuras mencionadas nas normas PETROBRÁS 2568/18 e ASTM C633/17 para ensaios de aderência.

TABELA 8 - REFERÊNCIAS DE ESPESSURAS DOS REVESTIMENTOS PARA ENSAIO DE ADERÊNCIA CONFORME NORMAS

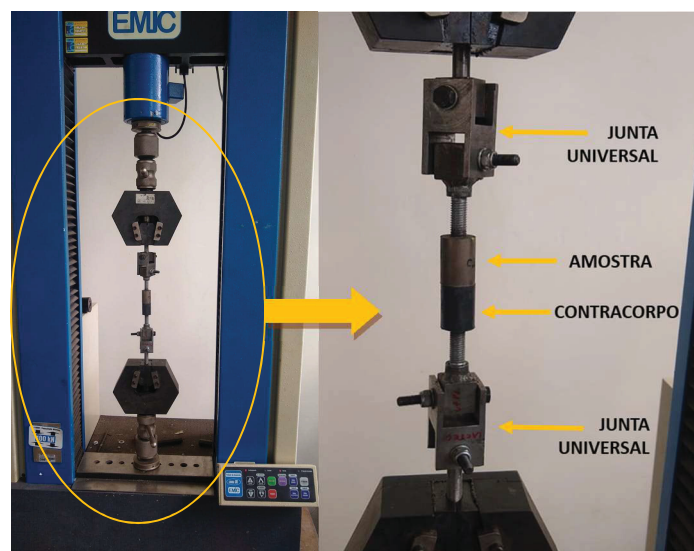
Norma	Faixa de valores (μm)
ASTM C633/17	>380
Petrobrás N-2568	300-400

FONTE: O Autor (2021)

Os revestimentos após aspersão térmica que foram medidos pelo paquímetro Mitutoyo e extrapolaram de forma significativa a espessura, considerando acima de 400 μm não ideal, obtiveram a sua área de contato usinadas, como consta na norma ASTM C633, afim de obter uma área regular para a união com os contracorpos.

Nos contracorpos foram realizados o jateamento com o intuito da rugosidade necessária para a união com a amostra. Foi utilizado o óxido de alumínio marrom com granulometria de 20 Mesh na câmara de jateamento CMV. Logo após, foi realizada a união com o uso da cola Epóxi com cura de 48h. Em seguida, foram acopladas na junta universal no sistema para realização do ensaio no equipamento de tração e ajustado com um avanço de 1mm/min na máquina universal de ensaios EMIC (Figura 30). Após a ruptura na área crítica, foram obtidos os valores de tensão através da força máxima aplicada na área de interesse. Também, as amostras foram avaliadas de forma qualitativa.

FIGURA 30 – IMAGEM DO ENSAIO DE ADERÊNCIA USANDO O EQUIPAMENTO EMIC



FONTE: O Autor (2022)

Para análise qualitativa, o local do rompimento permite definir o tipo de falha, que podem ser (SUCHARSKI, 2016):

- Adesiva, quando a ruptura do corpo ocorre na interface revestimento/substrato;
- Coesiva, que ocorre entre as lamelas (camadas) do próprio revestimento;
- Mista, que ocorre uma mistura da falha adesiva e coesiva;
- Falha no adesivo, rompimento na interface com o corpo de prova sem revestimento, indicando que a adesão e coesão ficaram acima do limite do adesivo.

O exame de cada corpo de prova após fratura deve ser observado para se identificar a causa da falha. Nenhum ensaio pode ter uma ruptura do tipo falha 100% adesiva ou 100% no metal de base (SILVA , 2017).

3.3.4 Ensaio de riscamento

O ensaio de riscamento é quando o corpo de prova é submetido ao teste de carga, e os parâmetros decisivos do teste são medidos, como força vertical e horizontal, profundidade e comprimento de pista. De acordo com a verticalidade de carga, o teste de riscamento pode ser realizado em três tipos: Constante, progressivo, incremental, que durante o teste podem ocorrer três tipos de falhas: elástica, plástica e por fratura (KADLÍČEK,2014).

Conforme norma ASTM 171-03, as condições de ensaios foram avaliadas em temperatura ambiente e com três perfis para cada tipo de cargas aplicada sobre a amostra. Com o tribômetro do fabricante CETR® do Laboratório LASC do Universidade Tecnológica Federal do Paraná, o UTM (*Universal Mechanical Tester*), conforme indicado na Figura 31 abaixo, foram aplicadas as forças constantes de 50 N e forças lineares de 20N a 80N, sobre o comprimento de 10mm e uma velocidade de 0,1m/s, com indentador tipo Vickers.

FIGURA 31 –EQUIPAMENTO UTM USADO PARA O ENSAIO DE RISCAMENTO



Fonte: O autor (2021)

Após testes, as pistas resultantes dos testes foram visualizadas no microscópio Confocal para análise do perfil e área da pista resultante. Nos testes com 50N foram realizadas duas imagens, cada uma próxima das extremidades do perfil de desgaste. As medições de áreas das pistas lineares de 20N a 80N

foram feitas três imagens equidistantes do perfil, sendo uma no início da trilha, no meio e fim, conforme mostrado na Tabela 9 abaixo. Todas as imagens captadas, em ambas as forças aplicadas, foram verificadas as áreas em três pontos.

TABELA 9 – FAIXA DE MEDIÇÕES REALIZADAS DAS PISTAS LINEARES DE DESGASTE NO MICROSCÓPIO CONFOCAL

Faixa de comprimento da imagem captada (mm)	Faixa de força aplicada (N)
0 – 1,2	20 -27,2
4,6– 5,4	47,6 -52,4
8,8-10	72,8-80

FONTE: O autor (2021)

Também, foram efetuadas imagens no MEV para análise de trincas e comportamento do pentóxido de nióbio e alumínio no mecanismo de desgaste.

3.3.5 Microdureza Vickers

As avaliações de Microdureza Vickers foram elaboradas conforme as orientações da norma técnica ASTM E384/ 17. Os revestimentos por serem heterogêneos na morfologia, foi proposto nesta pesquisa o uso de um peso que gerasse uma indentação maior para abranger áreas com pentóxido de nióbio e alumínio, além dos óxidos presentes. O equipamento de microdurômetro Vickers, do fabricante SHIMADZU, modelo HMV-2/HMV-2T, demonstrado na Figura 32, foi configurado para a carga de 300g (HV0,3).

FIGURA 32 - EQUIPAMENTO DE MICRODURÔMETRO VICKERS



Fonte: O autor (2021)

O objetivo durante o ensaio de Microdureza foi realizar cinco indentações na secção transversal do revestimento, com distancias de 150 μm entre as penetrações, num período de 10 segundos cada.

3.3.6 Ensaio de polarização potenciodinâmica anódica

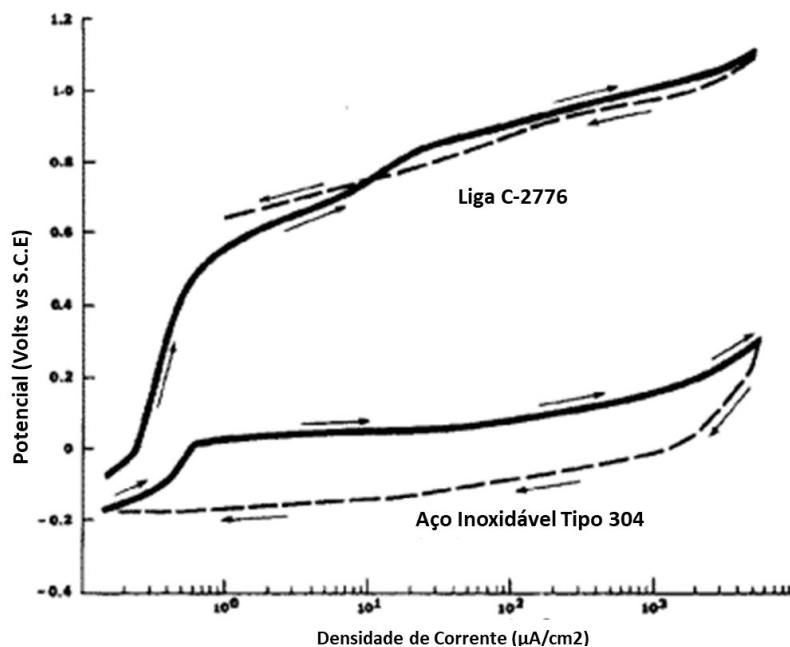
Dessa forma, é possível obter os principais parâmetros da corrosão, como potencial de proteção, potencial de pite, susceptibilidade ao pite e potencial de corrosão (MARIANO et. al., 2006)

O teste apresenta o potencial de proteção que indica o potencial abaixo do qual nenhum pite se forma e os pites já existentes serão passivados. O potencial de proteção é obtido diretamente das curvas de polarização, no ponto de intersecção, após a reversão da varredura do potencial. O potencial acima do qual os pites nucleiam e se desenvolvem é definido como potencial de pite e convencionou-se que o seu valor é aquele no qual a densidade de corrente aumenta acentuadamente, praticamente sem variação de potencial (MARIANO et. al., 2006).

Na norma ASTM G61-86, sobre o método de teste para conduzir medições de polarização potenciodinâmica cíclica para susceptibilidade de corrosão localizada para ferro-níquel demonstrada na Figura 33, que o aço inoxidável austenítico tipo 304 apresenta maior tendência a corrosão por pite

quando comparado a Liga C-2776, que possui elementos como Tungstênio e Cobalto e maior proporção do Molibdênio como elemento ligante.

FIGURA 33 –CURVA REPRESENTATIVA DA POLARIZAÇÃO POTÊNCIODINÂMICA CÍCLICA



FONTE: Adaptado de ASTM G61(1986)

Rodriguez (2003), realizou ensaios nos revestimentos de aspersão térmica como comparativo eletroquímico das superfícies, sendo testado sobre revestimentos de FS e a Arco elétrico, através de dois meios: salino, NaCl 3,5%, e de NaHCO₃ 0,75mol/L. Além disso, avaliou como os gases de transporte diferentes (argônio, nitrogênio e ar comprimido) de aspersão térmica por arco elétrico poderiam afetar no comportamento da passivação dos revestimentos de alumínio durante o ensaio. As soluções utilizadas eram aeradas e os ensaios potenciodinâmicos dos revestimentos foram realizados sem agitação.

3.3.6.1 Procedimento do ensaio de polarização anódica

Rodriguez et. al. (2003) realizaram ensaios potenciodinâmicos anódicos com um potenciostato MODEL 173 POTENCIOSTAT/GALVANOSTAT, sendo que foram feitos em células de teflon, que são compostas de um compartimento com entradas separadas para o eletrodo de referência (ER) de calomelano saturado, uma para o contra-eletrodo (CE) de platina 41 e o fundo da célula foi

o eletrodo de trabalho (ET). Os testes foram realizados em triplicata e mantidos a uma temperatura ambiente.

O procedimento de polarização foi iniciado após 30 minutos de imersão do corpo de prova (cp). Durante este período foi monitorado o potencial de corrosão (E_{cor}) em relação a um eletrodo de referência de calomelano saturado (ECS). Para aqueles corpos de provas que se mantiveram passivos, inicialmente preservados ao longo do processo de polarização anódica, imposto pelo potenciostato, determinou-se a densidade de corrente de passivação (i_{pas}). (RODRIGUEZ, 2003)

Rodriguez (2003) também menciona sobre medir o potencial de pite (E_{pp}), sendo que este parâmetro, quanto menor o valor agregado sobre ele, o material tende a ter menor susceptibilidade por este tipo de ataque.

O teste foi para avaliação de propensão a pite do material nos revestimentos e utilizou os parâmetros conforme norma ASTM G5 -94, usando a velocidade de varredura de 5 mV/s e em uma solução de 3,5% KCl.

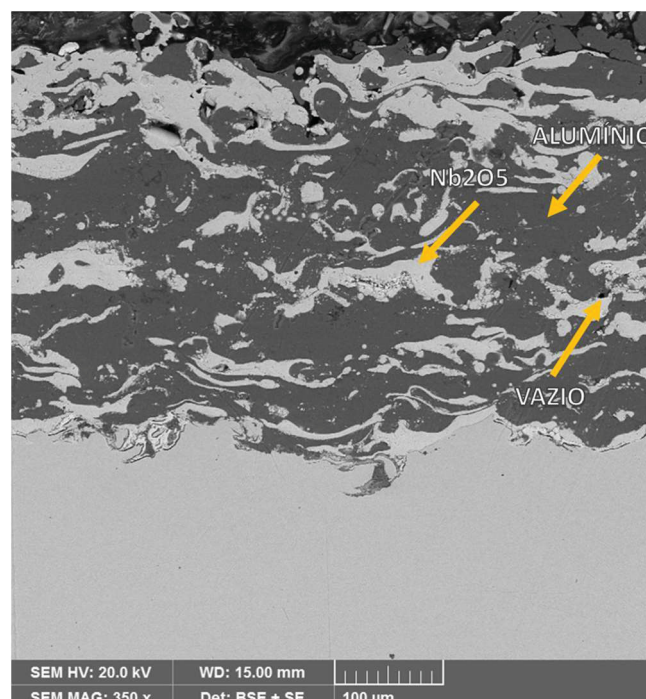
4 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

As amostras após a realização dos ensaios, como tração, desgaste e corrosão e alta temperatura, foram analisadas as influências dos três parâmetros propostos neste trabalho. A metodologia Taguchi permite comparações de parâmetros, porém por ser uma matriz L4, as análises de ANOVA e Teste Tukey não foram realizadas pela baixa quantidade de experimentos, que afetaram os cálculos necessários para as fórmulas, portanto, as verificações se deram no ranqueamento dos parâmetros de variações dos níveis nos resultados através dos gráficos.

4.1 CARATERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS

Após o jateamento, a rugosidades médias (R_a) para a realização do processo de aspensão térmicas foram de $7,08 \pm 0,74 \mu\text{m}$, condizente com o referido por Lima e Trevisan (2007) que menciona a faixa entre 2,5 a $13 \mu\text{m}$ de R_a como adequada. Após o processo de aspensão térmica, analisou-se as características dos revestimentos, como é mostrado na Figura 34.

FIGURA 34 - CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS DE PENTÓXIDO DE NÍOBIO-ALUMÍNIO DA 6N4A-2530



FONTE: O Autor (2022)

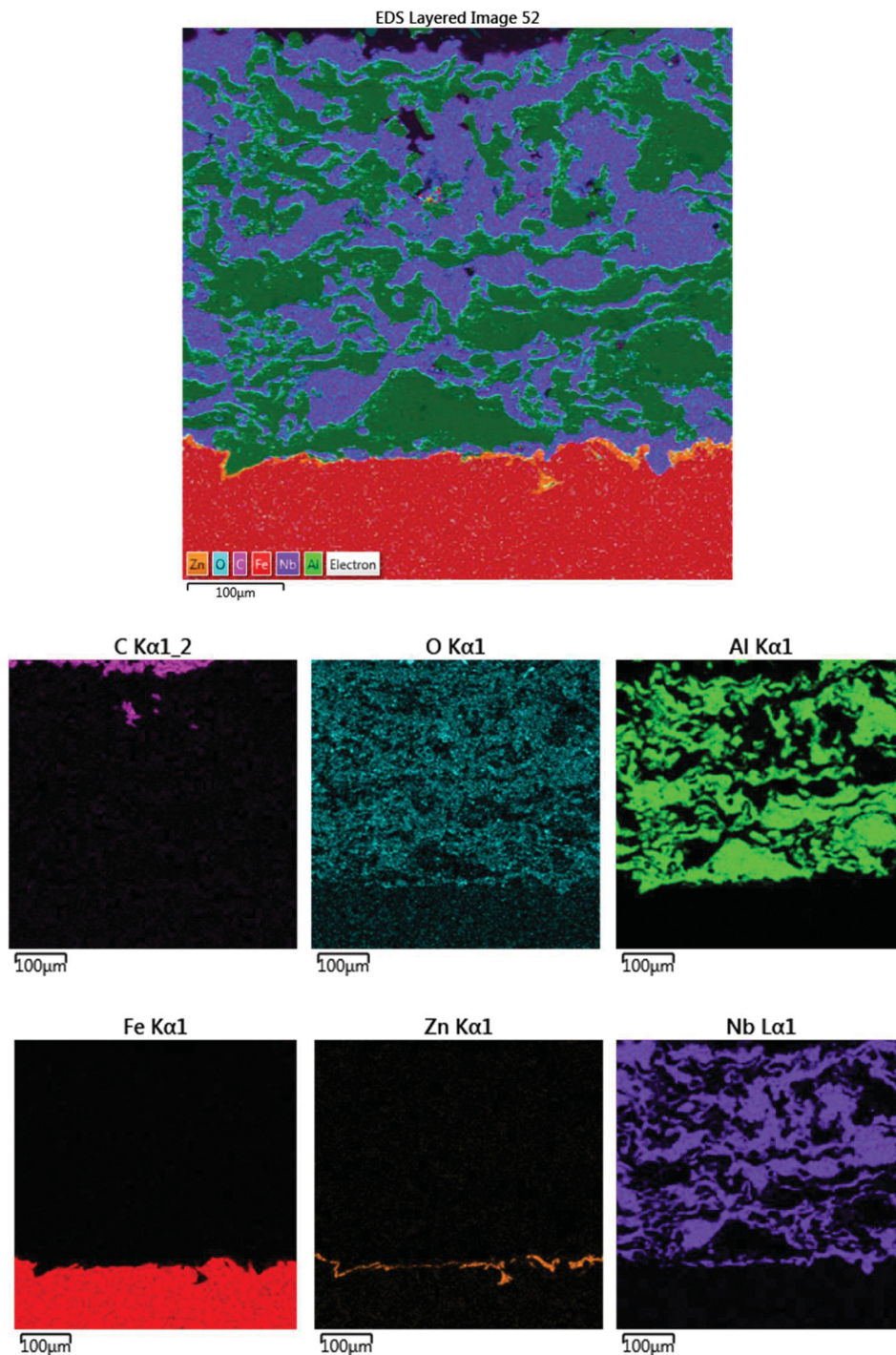
Na imagem da amostra 6N4A-2530, é possível observar os materiais propostos para esta pesquisa, sendo o pentóxido de nióbio no tom mais claro e o alumínio no tom mais escuro, como indicado. Além dos materiais, nota-se os vazios, que são comuns no processo de aspersão, sendo estes, quantificados para teor de porosidade.

No trabalho apresentado por Regis (2011), o revestimento com compósito de Nb_2O_5 e Alumínio foi analisado por mapeamento químico e apresentou a proporção de alumínio (63,38%), nióbio (36,29%) e o elemento ferro, com uma quantidade pequena de 0,33%. O revestimento feito por processo de aspersão térmica chama a pó, usado a uma distância de aplicação de 100mm e pré-aquecimento de 150°C foi avaliado também por Difratorômetro de Raios X (DRX) e observou por este método de análise não se detectou ligas.

4.1.1 Análise Metalografica via EDS

Nos 4 tipos de revestimentos realizados foram avaliados via EDS para constatar os elementos presentes. Todas as amostras passaram pelo mesmo processo metalográfico para análise de EDS e foram constatadas nas imagens tipo mapeamento que estavam de acordo com elementos propostos nesta pesquisa, visualizado na Figura 35. O Ferro (Fe) resultante foi a parte do substrato avaliado, junto com os elementos do revestimento: o Alumínio (Al), o Oxigênio (O) e Nióbio (Nb) que constam no Pentóxido de Nióbio (Nb_2O_5). O oxigênio também apareceu de forma mais espalhada sobre o revestimento devido a oxidação. Apesar da amostra 6N4A-15SA não ter sofrido o pós-aquecimento, a oxidação deve-se ao processo de aspersão térmica, conforme Mariano (2007) menciona, e também, a reação ao ar ambiente dos elementos após polimento metalográfico.

FIGURA 35 – MAPEAMENTO QUIMICO POR EDS (ESPECTROSCOPIA DE RAIOS X) DA AMOSTRA 6N4A-15SA



FONTE: O Autor (2022)

O Carbono(C) encontrado é oriundo da resina acrílica utilizada para embutimento no processo de metalografia. Também, foram detectados outros elementos nas outras imagens, como Magnésio (Mg), Prata (Ag) e Zinco (Zn) resultantes da contaminação presente no equipamento de Aspersão Térmica por causa de realizações anteriores de outros revestimentos.

4.1.2 Medição da Porosidade

As quantificações realizadas foram obtidas os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 10.

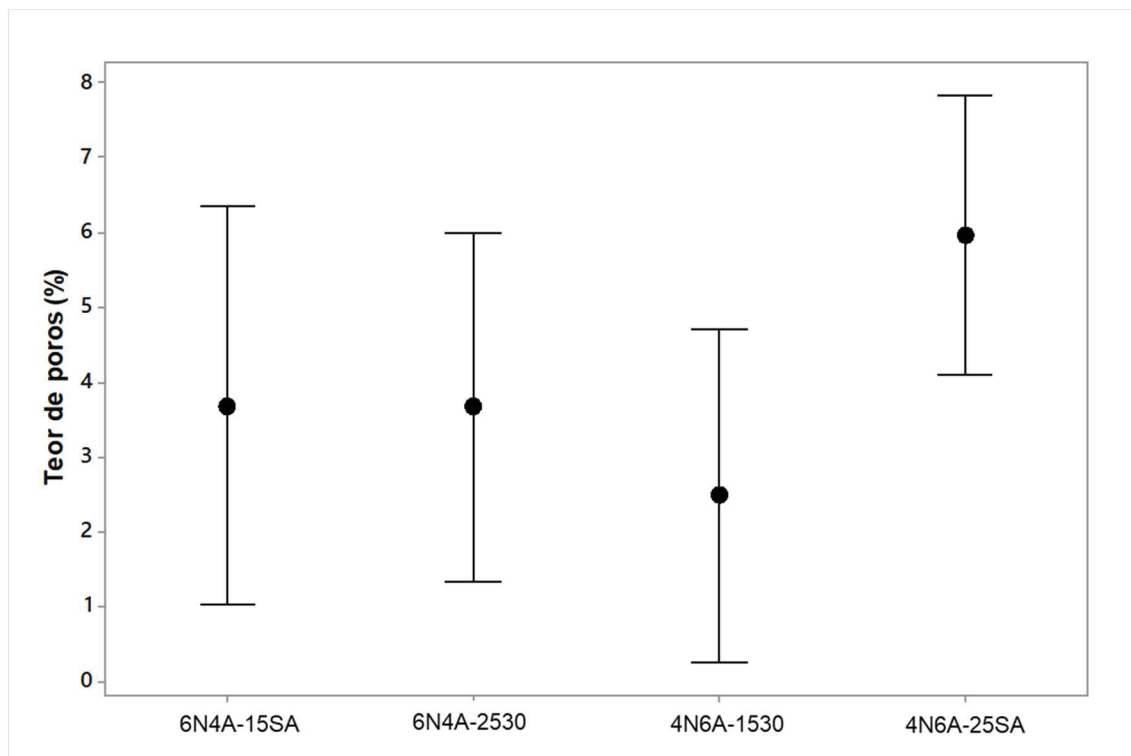
TABELA 10 - VALORES MÉDIOS DE TEOR DE POROS DAS AMOSTRAS REALIZADAS POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ

Nome da amostra	Proporções de mistura	Distância	Pós-aquecimento	Teor de poros (%)
6N4A-15SA	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	150 mm	Sem aquecimento	3,7 ± 2,54
6N4A-2530	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	250 mm	300°C	3,67 ± 2,22
4N6A-1530	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	150 mm	300°C	2,49 ± 2,12
4N6A-25SA	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	250 mm	Sem aquecimento	5,96 ± 1,78

FONTE: O Autor (2021)

Os resultados da TABELA 10 demonstram uma porcentagem aproximada do encontrado por Regis (2011), onde o valor foi de $2,00 \pm 1,00\%$ de teor de poros/óxidos na área que foi avaliada. Apesar disso, os valores se encontraram bons para o processo de aspersão utilizado, pois Paredes (2012) menciona taxa entre 5% a 15% para chama a pó. Também, os dados da tabela são apresentados no Gráfico 1, sendo representados os valores de médias por: ●, e os valores de intervalo de desvio padrão encontrados nas extensões de comprimento, onde os intervalos possuem 95% de confiança.

GRÁFICO 1 - GRÁFICO DE INTERVALOS DOS RESULTADOS OBTIDOS POR AMOSTRA PARA PORCENTAGEM DE TEOR DE ÓXIDOS



FONTE: O Autor (2022)

A partir dos valores encontrados para a porosidade do revestimento, as análises de parâmetros aplicados ao método Taguchi foram analisadas. Para conhecer em ordem numérica crescente as influências, deve-se observar o ranque da Tabela 11.

TABELA 11 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE OS RESULTADOS DAS QUANTIFICAÇÕES DE POROS

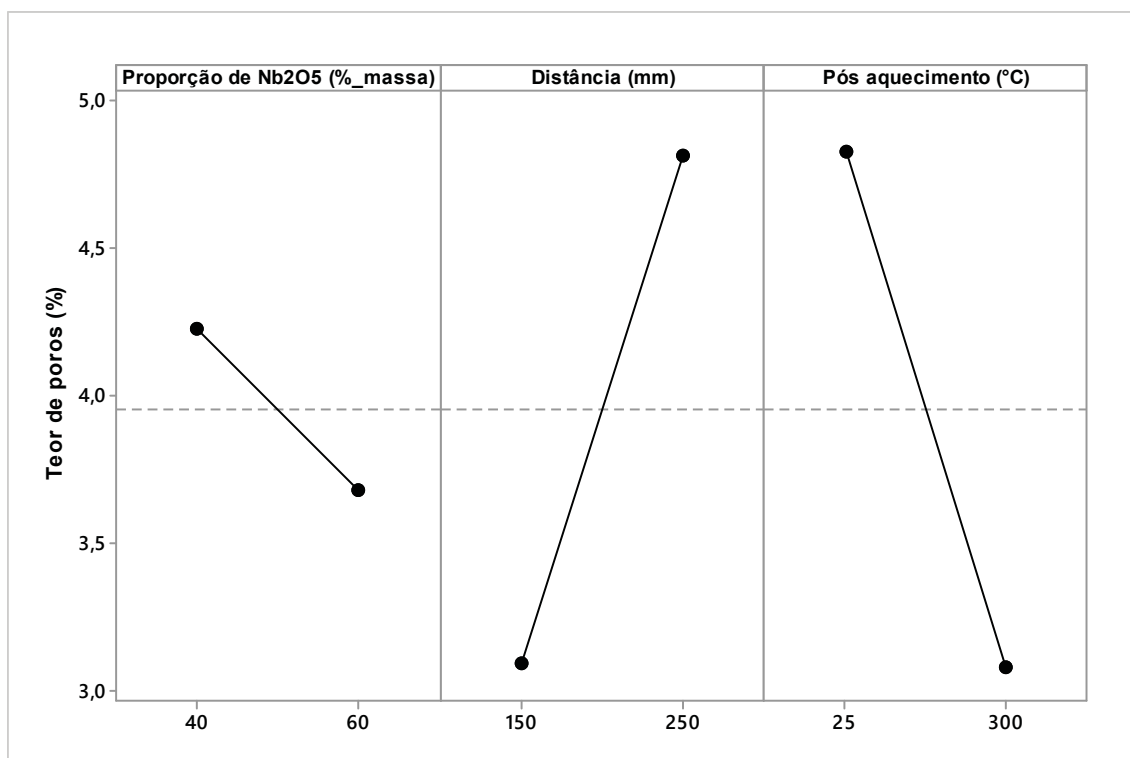
Nível	Proporção de Nb ₂ O ₅ (%_massa)	Distância (mm)	Pós-aquecimento (°C)
	4,225	3,089	4,824
	3,680	4,815	3,080
Delta	0,545	1,726	1,744
Ranque	3	2	1

FONTE: O Autor (2021)

Os valores de Delta apresentados na Tabela acima são oriundos de funções as quais demonstram as diferenças dos parâmetros e níveis que tiveram as mais maiores variações significativas nos resultados. Sendo assim, para o teor de porosidade apresentado, o pós-aquecimento foi o mais relevante para os valores encontrados.

Para os níveis aplicados nos parâmetros propostos, o objetivo de quantificar a porosidade foi saber quais níveis proporcionaram uma quantidade menor. Por isso é apresentado o Gráfico 2 a seguir.

GRÁFICO 2 -ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE OS RESULTADOS DAS QUANTIFICAÇÕES DE POROS



FONTE: O Autor (2021)

Observa-se no Gráfico 2 acima, que para os menores valores no eixo Y apresentados, os níveis de 60% de Nb₂O₅, distância de 150 mm e pós-aquecimento de 300°C foram os parâmetros que favoreceram em uma melhor qualidade do revestimento, pois a menor porosidade nas amostras era considerada o ideal.

Apesar do Nb₂O₅ em maiores proporções melhorar o revestimento, os parâmetros de processos de produção do revestimento, como distância e pós-aquecimento, são os que se destacaram nos resultados.

A distância menor de aplicação do revestimento apresentou uma redução da porosidade devido ao melhor ancoramento e molhabilidade das panquecas e redução de quebra das panquecas devido ao menor tempo de resfriamento durante o percurso entre a pistola e substrato.

No mecanismo de desgaste durante o lixamento para metalografia foi influenciado pelo pós-aquecimento do revestimento, pois sem oxidação oriunda da temperatura de 300°C, provocou um deslocamento no material mais frágil do revestimento, sendo assim, a quebra ou a soltura de panquecas de Pentóxido de Nióbio, que induziu o aumento do teor de poros na quantificação realizada.

A justificativa se deve pela exposição dos materiais a alta temperatura ter gerado uma maior oxidação, principalmente no alumínio, que resultou em uma matriz com menor diferença de dureza entre ambos os materiais, reduzindo assim, um deslocamento preferencial no pentóxido de nióbio durante o processo nas lixas.

Por causa dos lixamentos e polimentos realizados nas amostras, não foi possível quantificar os óxidos presentes. Foi constatado que as imagens capturadas e analisadas na função *Threshold* era inviável obter valores reais para essa determinada especificação.

4.2 AVALIAÇÃO DOS TESTES REALIZADOS

4.2.1 Análise dos testes para alta temperatura

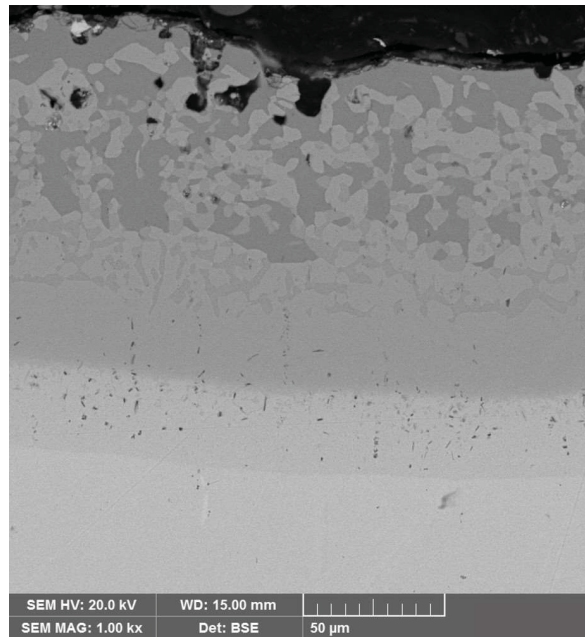
As amostras 6N4A-15SA e 6N4A-2530 quando retiradas do forno após o ensaio de alta temperatura foram verificadas que ambas tiveram o deslocamento do revestimento no substrato, constatando então, a fragilidade referente a temperatura de ensaio proposta neste trabalho.

Já as amostras 4N6A-1530 e 4N6A-25SA, que continham uma proporção de 60% de massa de alumínio na composição da mistura, quando retiradas do forno, obtiveram seus revestimentos ainda em boas condições, portanto, não ocorrendo deslocamento. Porém, quando realizados os testes de gravidade para apurar as aderências das duas amostras, ambas resultaram deslocamento no revestimento, deste modo, evidenciando a redução expressiva da aderência entre o revestimento e o substrato.

Em seu trabalho, Cardozo (2015) observou revestimentos de NbAl a uma temperatura de 850°C por 6 horas e constatou que os revestimentos continuaram com boas condições.

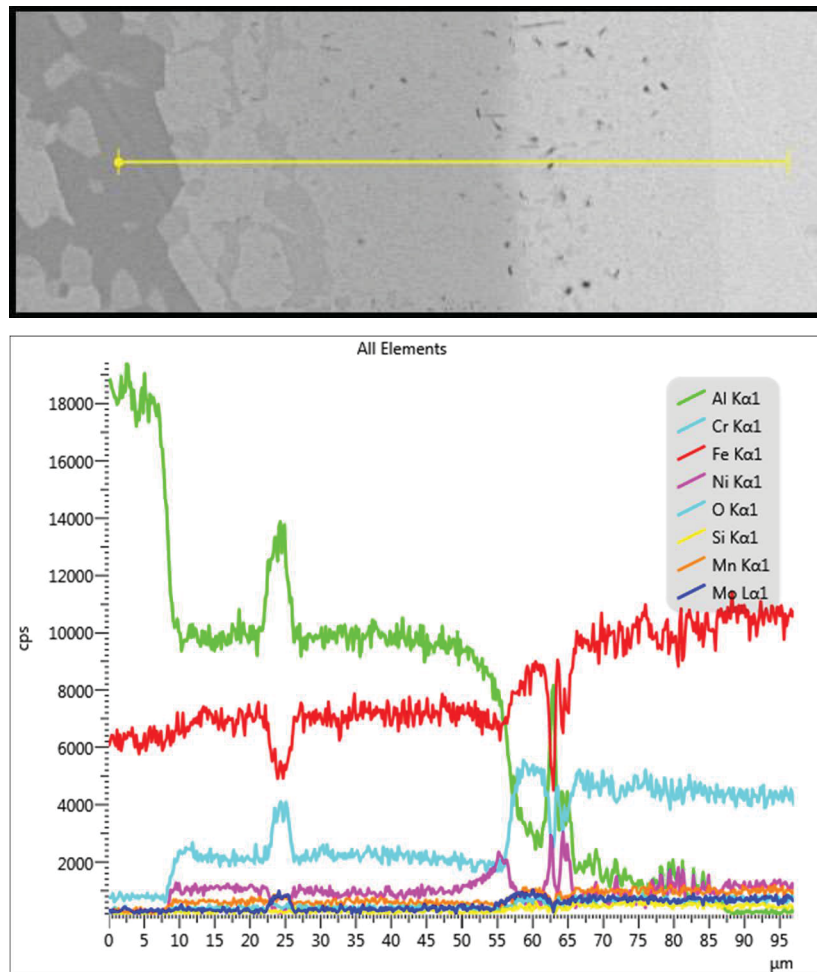
Ao analisar a 6N4A-15SA pelo MEV, observou-se diferença microestrutural na região entre o revestimento e o substrato, como mostrado na Figura 36 a seguir.

FIGURA 36 - IMAGEM DA AREA DE INTERESSE DA AMOSTRA 6N4A-15SA APÓS O DESPLACAMENTO DO REVESTIMENO POR ALTA TEMPERATURA



FONTE: O autor (2022)

Para quantificar os elementos presentes na área de interesse, o uso do EDS na função *Linescan* teve por objetivo comparar a estimativa de progressão dos elementos envolvidos em uma distância definida para entender como a difusão dos materiais ocorreram nesta área (Figura 37).

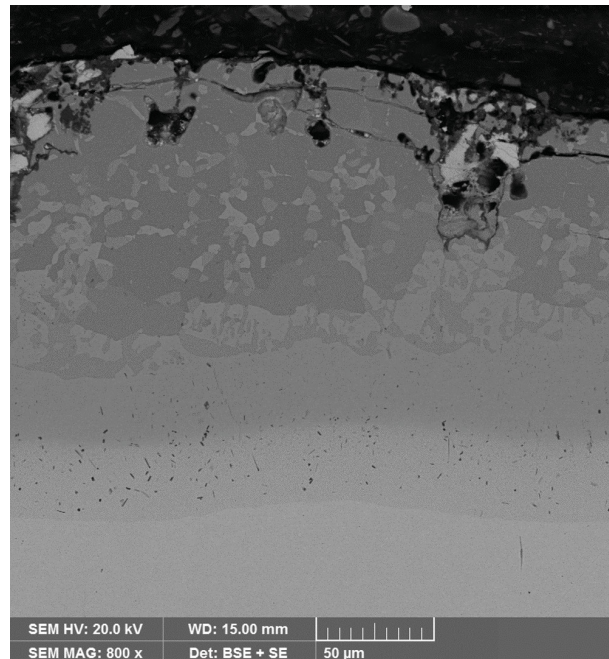
FIGURA 37 - IMAGEM DE EDS *LINESCAN* DA AMOSTRA 6N4A-15SA

FONTE: O Autor (2022)

Na Figura 37 exibe que a 6N4A-15SA não apresentou o Nióbio na composição, sendo assim, considerado o deslocamento de total Nb por análise de EDS na área avaliada. Também, revelou-se a difusão no revestimento do Ferro que pertencia ao substrato, portanto, transformando uma faixa do revestimento e o substrato em intermetálicos, com a composição de Alumínio e Ferro. Conforme exibido, o Alumínio se apresentou em alta quantidade na superfície da amostra, e foi reduzindo sua proporção conforme aumentou a distância da superfície. Ao contrário dele, os elementos de Ferro (Fe) e Cromo (Cr), que estavam coesos em todo o substrato, resultou em variações no corpo devido ao Alumínio presente em uma faixa do substrato.

Na amostra 6N4A-2530 pela imagem de MEV, observou-se também diferença microestrutural na região entre o revestimento e o substrato, como mostrado na Figura 38.

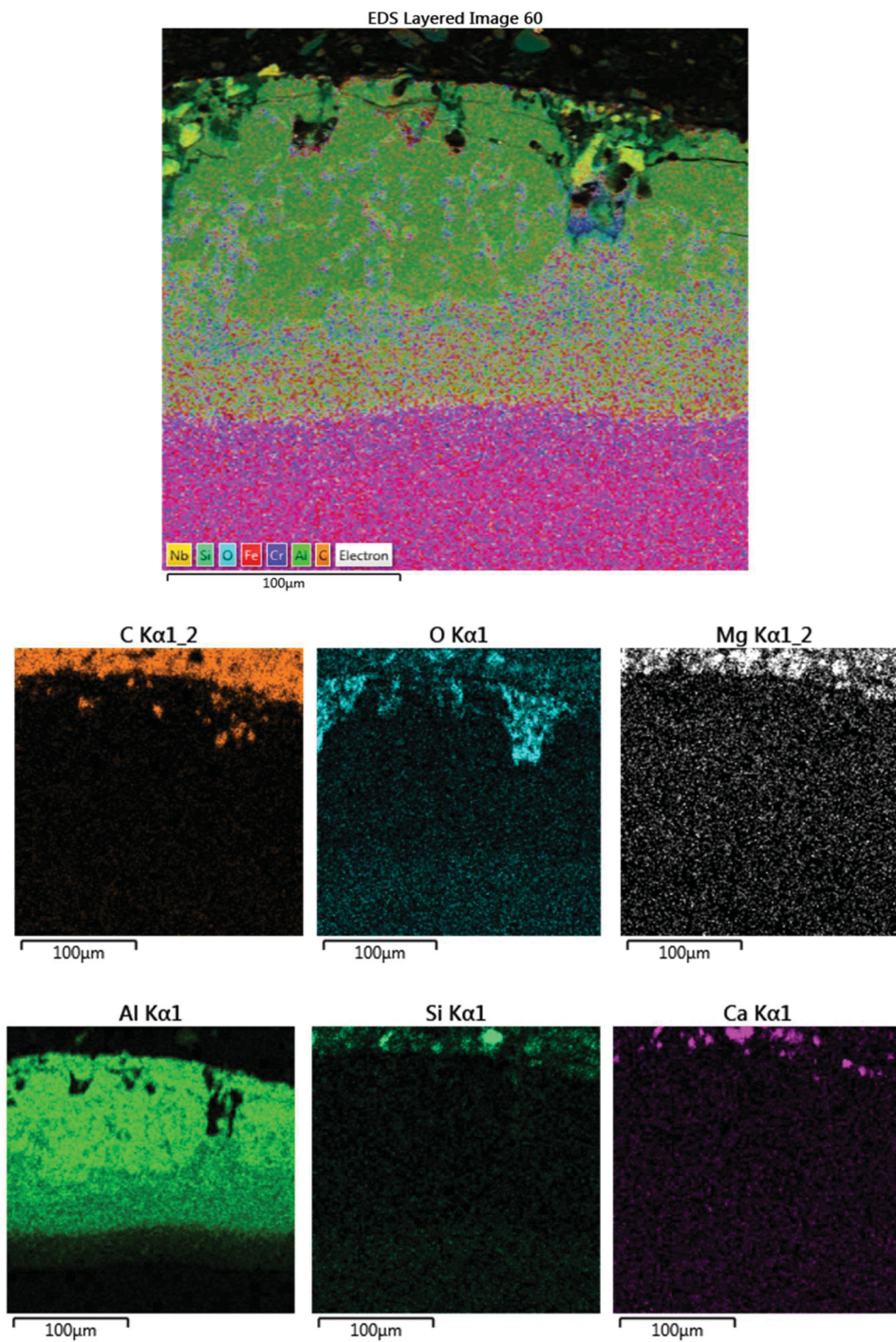
FIGURA 38 - IMAGEM DA AREA DE INTERESSE DA 6N4A-2530 APÓS O DESPLACAMENTO DO REVESTIMENO POR ALTA TEMPERATURA

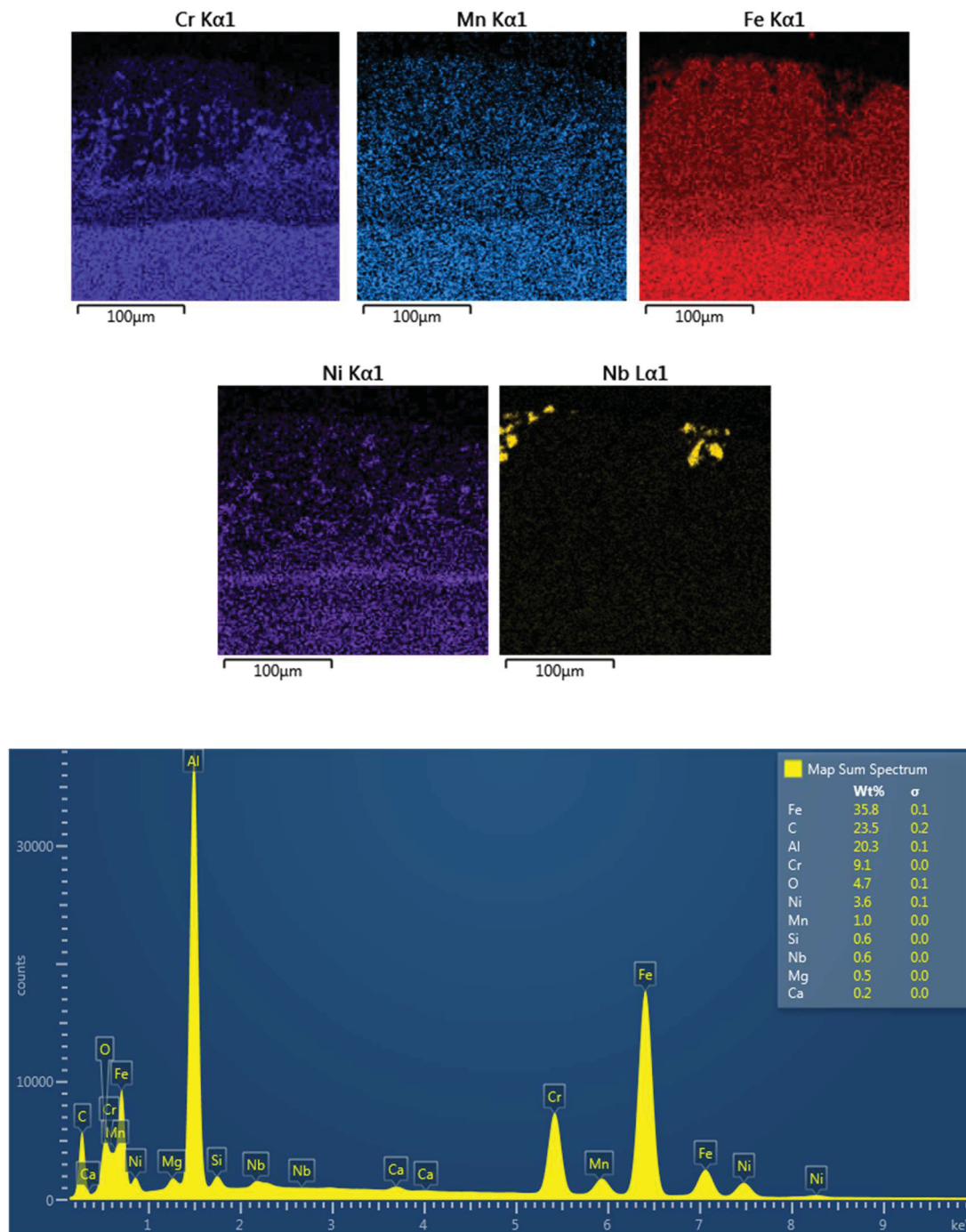


FONTE: O autor (2022)

Para identificar os elementos presentes na área de interesse da 6N4A-2530, o uso do EDS na função mapeamento químico teve por objetivo avaliar um local específico da área modificada pelos elementos químicos para entender como a difusão dos materiais ocorreram nesta área, como demonstrado na Figura 39.

FIGURA 39 - MAPEAMENTO QUÍMICO E PROPORÇÕES DE ELEMENTOS NA ÁREA DA AMOSTRA 6N4A-2530 POR EDS





FONTE: O Autor (2022)

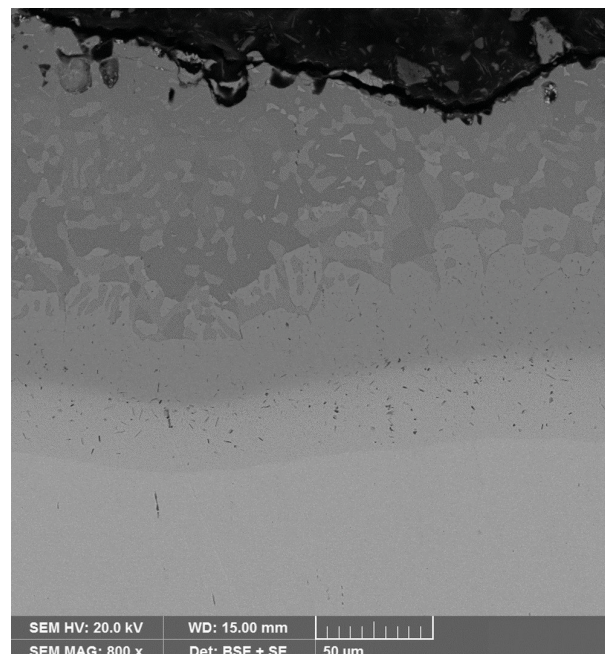
Na Figura 39 apresenta que a 6N4A-2530 houve uma predominância do deslocamento de Nb, mas detectou uma pequena porcentagem de Nióbio na imagem do EDS pertencente do revestimento que possuía Nb_2O_5 . Além disso, ocorreu difusão no revestimento do Ferro que pertencia ao substrato, portanto, transformando uma faixa do revestimento e o substrato em intermetálicos com a composição de Alumínio e Ferro. Conforme exibido, o Alumínio se apresentou

em alta quantidade na superfície da amostra, e foi reduzindo sua proporção conforme aumentou a distância da extremidade. Ao contrário dele, os elementos de Ferro (Fe) e Cromo (Cr), Manganês (Mn), Níquel (Ni) e uma faixa de Silício (Si) que estavam coesos em todo o substrato (documento apresentado no Anexo), resultaram em variações no corpo devido à alta temperatura aplicada e resfriamento ao ar, além do Alumínio também estar presente em uma faixa do substrato.

Nesta amostra, também apresentou outros elementos como Magnésio (Mg), Carbono (C), Cálcio (Ca) e Silício (Si) que são oriundos da resina acrílica utilizada para embutimento no processo de metalografia.

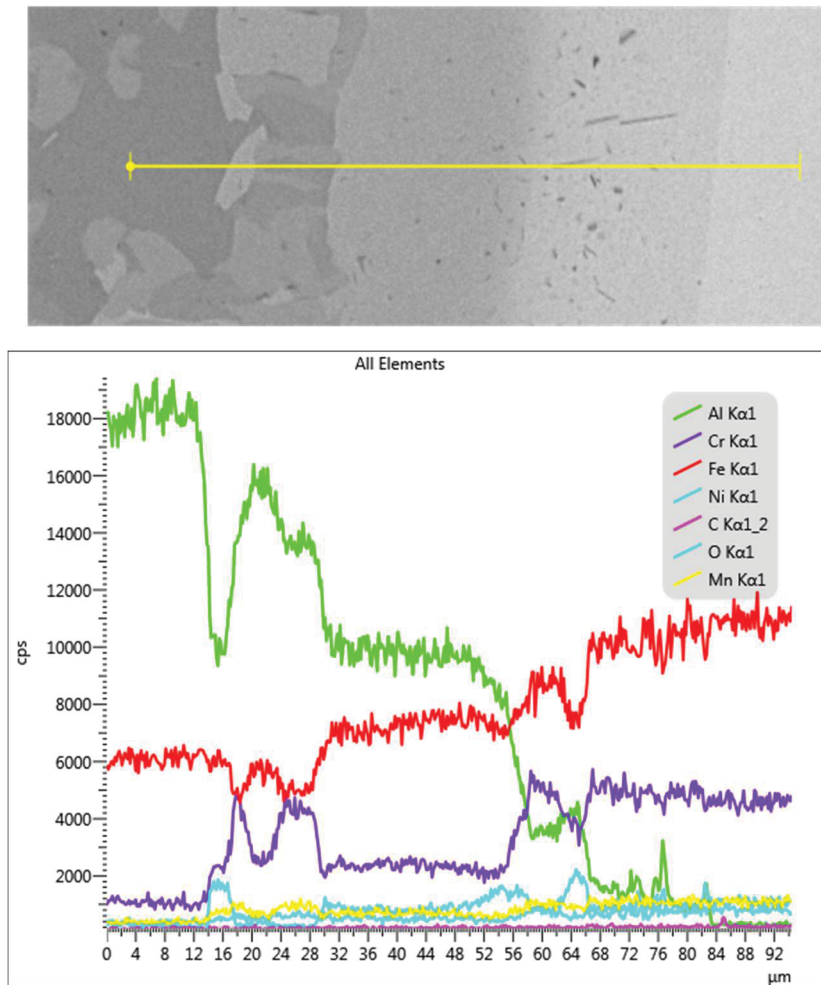
Na amostra 4N6A-1530 pela imagem captada por MEV, foi observado também diferença microestrutural na região entre o revestimento e o substrato, como mostrado na Figura 40, e também, foi utilizado o EDS na função *Linescan*, demonstrado na Figura 41.

FIGURA 40 - IMAGEM DA AREA DE INTERESSE DA AMOSTRA 4N6A-1530APÓS O DESPLACAMENTO DO REVESTIMENO POR TESTE DE GRAVIDADE



FONTE: O Autor (2022)

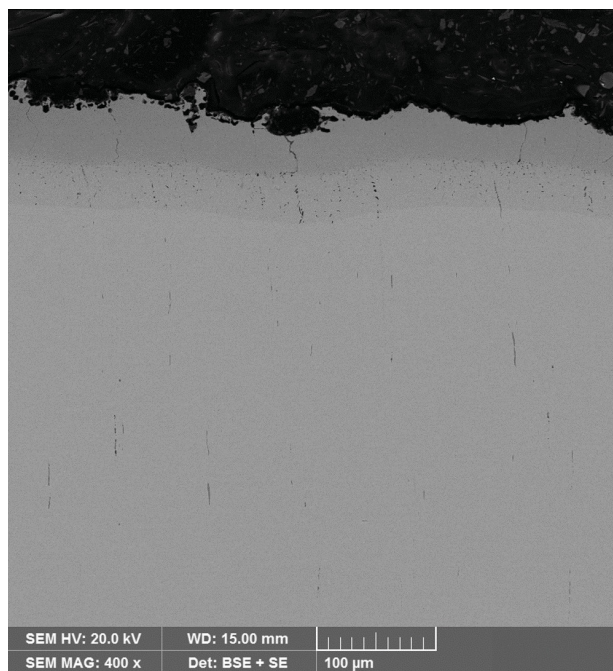
FIGURA 41 - IMAGEM DE EDS LINESCAN DA 4N6A-1530



FONTE: O Autor (2022)

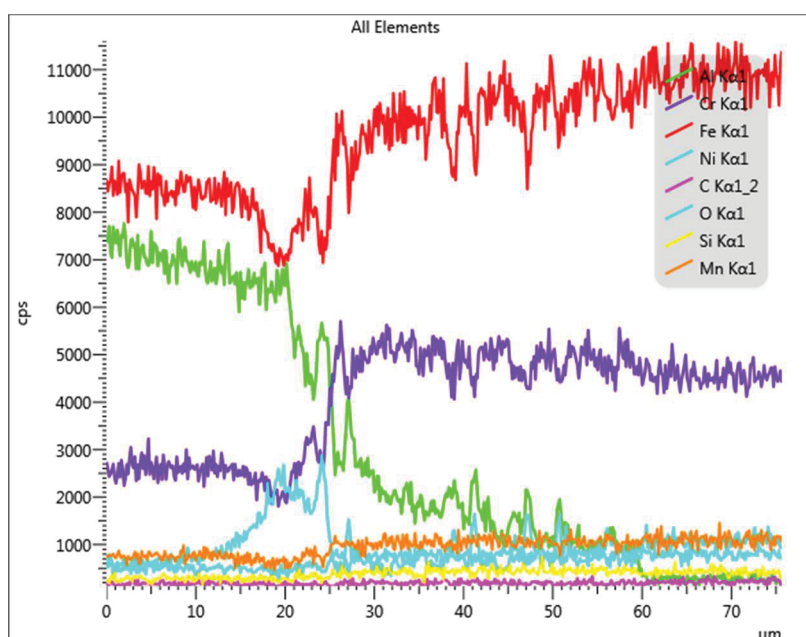
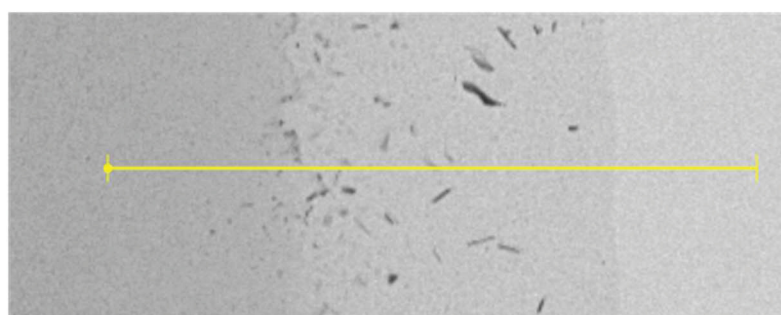
Conforme na Figura 41 acima da 4N6A-1530, o deslocamento do Nb e os comportamentos do Alumínio, Ferro e Cromo na área análise de EDS foram analisados e demonstraram semelhança aos resultados da 6N4A-15SA. Já a amostra 4N6A-25SA pela imagem de MEV, foi observado também diferença microestrutural na região entre o revestimento e o substrato, como mostrado na Figura 42 a seguir. Também, utilizou-se o EDS na função *Linescan* (Figura 43) para quantificar os elementos presentes na área de interesse e foi verificado o deslocamento do nióbio.

FIGURA 42 - IMAGEM DA AREA DE INTERESSE DA AMOSTRA 4N6A-25SA APÓS O DESPLACAMENTO DO REVESTIMENTO POR TESTE DE GRAVIDADE



FONTE: O Autor (2022)

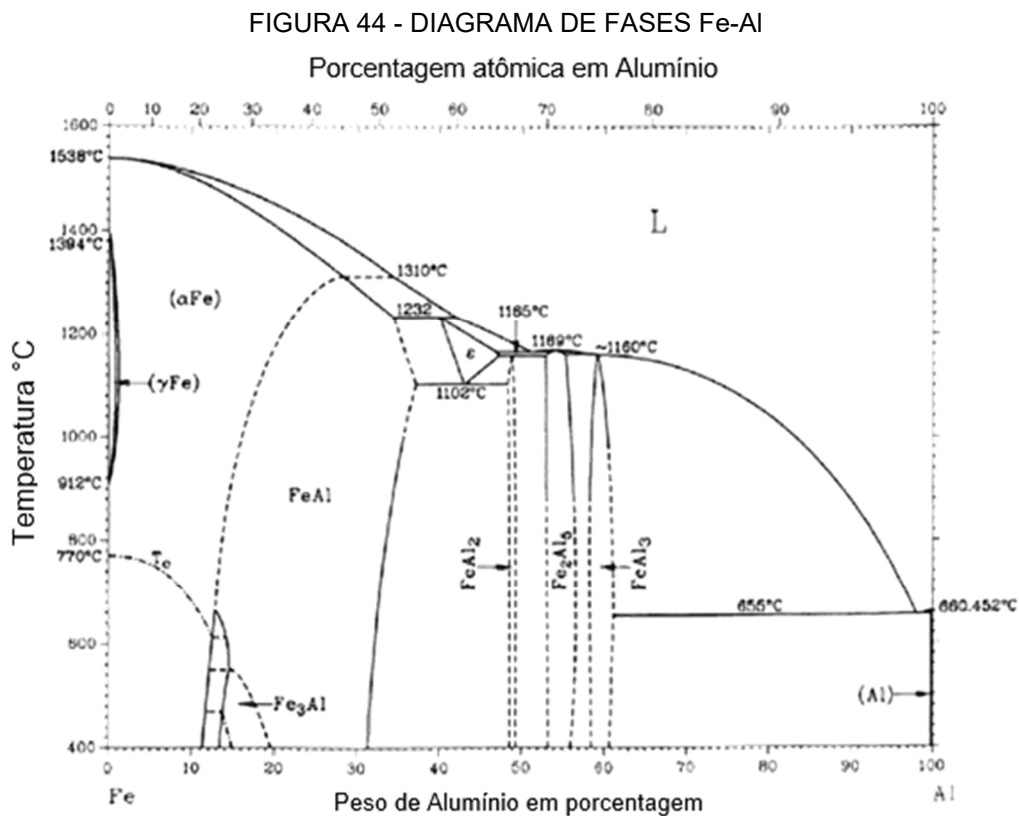
FIGURA 43 - IMAGEM DE EDS *LINESCAN* DA AMOSTRA 4N6A-25SA



FONTE: O Autor (2022)

A amostra 4N6A-25SA ocorreu difusão no substrato do Alumínio que pertencia ao revestimento, portanto, transformando uma faixa do revestimento e o substrato em intermetálicos, com a composição de Alumínio, Ferro e Cromo. Segundo a figura 43, o Alumínio do revestimento se apresentou em alta quantidade próximo a superfície, e foi reduzindo sua proporção conforme foi aumentando a distância da extremidade. Inclusive, os elementos do substrato, Ferro (Fe) e Cromo (Cr), resultaram em variações no substrato devido ao Alumínio presente em uma parte do substrato.

Portanto, as amostras aplicadas a alta temperatura resultaram em microestruturas com intermetálicos das mais variadas composições, como foi possível concluir nas imagens de EDS. Além dessa possibilidade, a solubilização de alumínio e cromo podem ter ocorrido em uma faixa no local presente das amostras apontadas. Por isso, foi apurado através do diagrama de fases, conforme a Figura 44 a seguir.

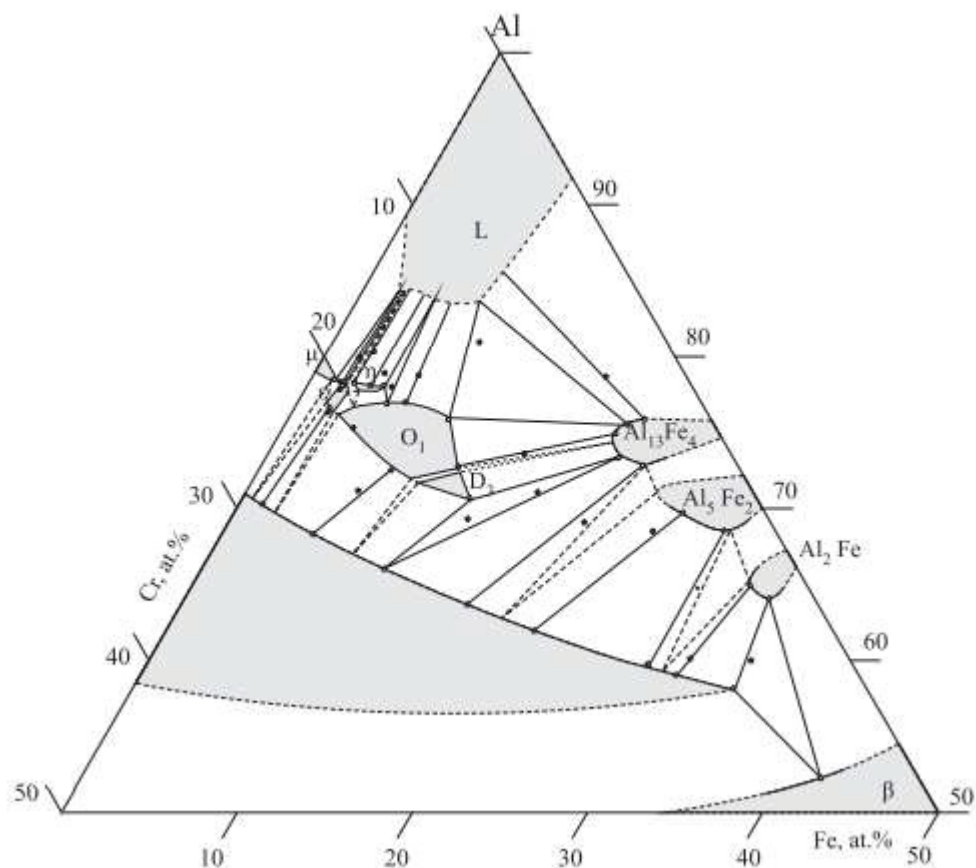


FONTE: Adaptado de ASM Handbook (1992)

A Figura do diagrama de fases Fe-Al confirma que pode ter ocorrido os intermetálicos a temperatura de 1000°C aplicada no ensaio de alta temperatura, pois alguns intermetálicos se iniciam a partir de 400°C.

Apesar de um sistema mais complexo, o sistema ternário, que inclui o Cromo (Cr) na análise de intermetálicos, apresenta-se capacidade de ter ocorrido na temperatura mencionada, conforme o diagrama Fe-Al-Cr abaixo, e especificações do trabalho de Pavlyuchkov et. al. 2014, onde no diagrama as composições da liga são marcadas por pontos pretos, as composições de fase são marcadas por áreas cinzas, as linhas provisórias são mostradas por linhas tracejadas e L é o líquido.

FIGURA 45 - SEÇÃO ISOTÉRMICA PARCIAL DE Al-Cr-Fe A 1000 °C



FONTE: Pavlyuchkov et. al. (2014)

Seções isotérmicas parciais do diagrama de fases Al-Cr-Fe foram construído na faixa de composição de 50-100 em % Al e a faixa de temperatura

de 700°C a 1160°C. As fases isoestruturais de alta temperatura Al-Cr e fase- γ_1 -Al-Fe formam uma região contínua de soluções sólidas, enquanto a solução sólida baseada na fase- γ_2 - Al-Cr se estende até 35,2% em Fe. Os binários $Al_{13}Fe_4$ e Al_5Fe_2 se dissolvem até 6,5 % em Cr, e Al_2Fe até 4,1% em Cr. A fase η - Al-Cr se dissolve até 5% em Fe, o que resulta em uma diminuição da concentração acentuada de Al e aumento das temperaturas de fusão. Quanto mais cedo for relatado a existência uma fase D3 decagonal ternária e três fases periódicas complexas O1, H e ϵ , facilitará para serem confirmadas e especificadas suas composições em diferentes temperaturas (PAVLYUCHKOV et. al. 2014).

Concluiu-se que um dos motivos dos deslocamentos foram as forças internas nos substratos devido a alta temperatura, que gerou a predominância da solda do Pentóxido de Nióbio por ser um material frágil. Portanto, o motivo das amostras 4N6A-1530 e 4N6A-25SA ainda possuírem ainda boas condições após a retirada do forno foi uma maior porcentagem do alumínio na mistura dos pós para o revestimento.

4.2.2 Ensaio de tração

Após os jateamentos dos contracorpos, a rugosidade média (R_a) foi de $8,14 \pm 1,18 \mu m$. Durante o processo de aspensão, devido as diferenças de velocidades de aplicações nos movimentos para os passes durante a aspensão térmica, as amostras 6N4A-2530 e 4N6A-1530 foram usinadas para redução da espessura dos revestimentos que passaram de $400 \mu m$. Como essas duas passariam por pós-aquecimento de 300°C, conforme proposto no Método Taguchi, foi decidido realizar primeiramente a usinagem e em seguida o pós-aquecimento para diminuir as possíveis tensões oriundas do processo de redução de espessura. Após a usinagem das amostras 6N4A-2530 e 4N6A-1530, todos os revestimentos ficaram com espessuras entre 325 e $405 \mu m$, sendo condizente com a faixa aceitável na norma Petrobras 2568/18 para ensaio de aderência.

Após os testes feitos, os valores de tensões obtidos são mostrados na Tabela 12.

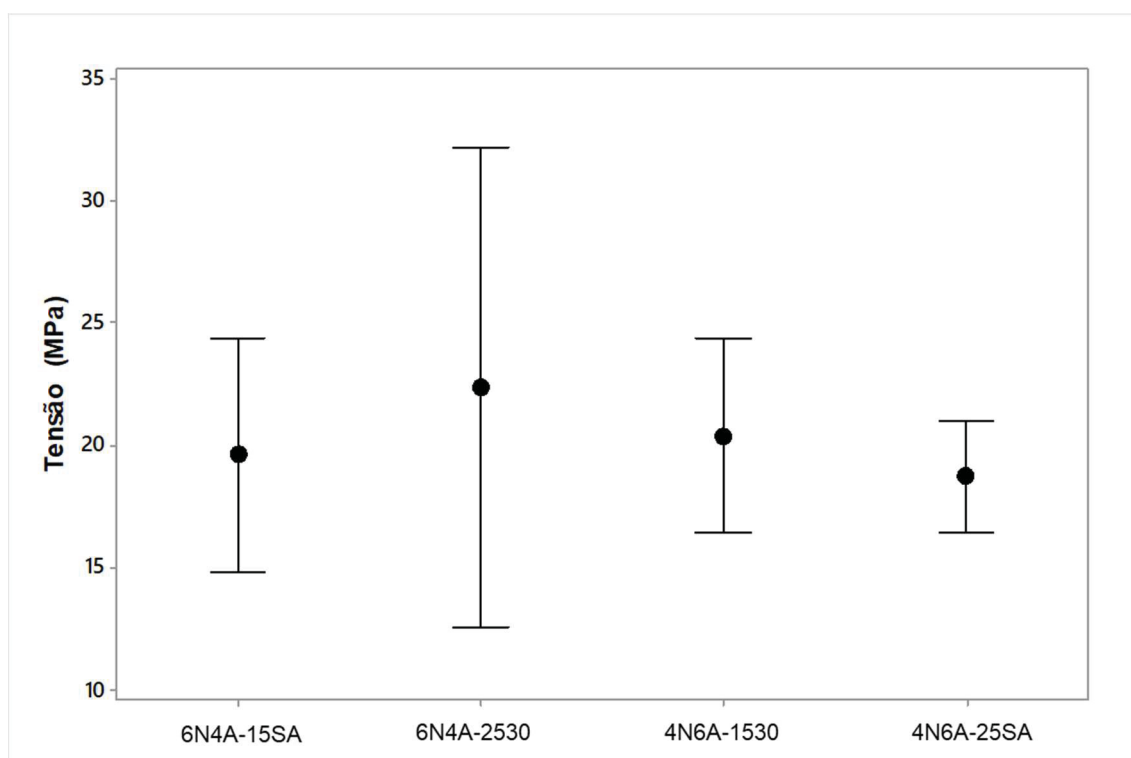
TABELA 12 -VALORES MÉDIOS DAS TENSÕES DO ENSAIO DE TRAÇÃO

Nome da amostra	Proporções de mistura	Distância	Pós-aquecimento	Tensão de ruptura (Mpa)
6N4A-15SA	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	150 mm	Sem aquecimento	19,62±3,01
6N4A-2530	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	250 mm	300°C	22,37±6,38
4N6A-1530	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	150 mm	300°C	20,37±2,50
4N6A-25SA	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	250 mm	Sem aquecimento	18,72±1,45

FONTE: O Autor (2021)

Os dados apresentados na Tabela 12 são exibidos no Gráfico 3 a seguir.

GRÁFICO 3 - GRÁFICO DE INTERVALOS DAS TENSÕES OBTIDAS NO ENSAIO DE TRAÇÃO



FONTE: O autor (2022)

Os resultados obtidos quando comparados com a pesquisa de Fals et. al (2019), que realizou o teste de aderência conforme norma C633/13, para

revestimentos de pentóxido de nióbio com uma ligada de ligação de NiAl depositados por chama a pó, as avaliações tiveram por objetivo comparar aderência para espessuras de 250µm, 350 µm e 550µm. Como resultado, o estudo averiguou que quanto maior a espessura, menor a tensão de ruptura devido a uma maior tendência a ruptura coesiva, pois para o revestimento de 550 µm a resposta foi de 13,73 MPa de adesão, que foi comparado com 15,27MPa de 350 µm e 16,12MPa para 250µm, com a justificativa do aumento de espessura favorecer a orientação entre panquecas pelos poros e microtrincas pré-existentes. Sendo assim, é possível concluir que os valores obtidos pelo ensaio de tração foram superiores quando comparados a pesquisa de Fals et. al (2019).

A partir dos valores encontrados para tensões de ruptura, as análises de parâmetros aplicados ao método Taguchi foram analisadas. Para apurar as influências dos fatores utilizados no Método Taguchi, a Tabela 13 mostra as ordens dos parâmetros que tiveram como consequência a performance das amostras.

TABELA 13 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE AS TENSÕES DE RUPTURA RESULTANTES DO ENSAIO DE TRAÇÃO

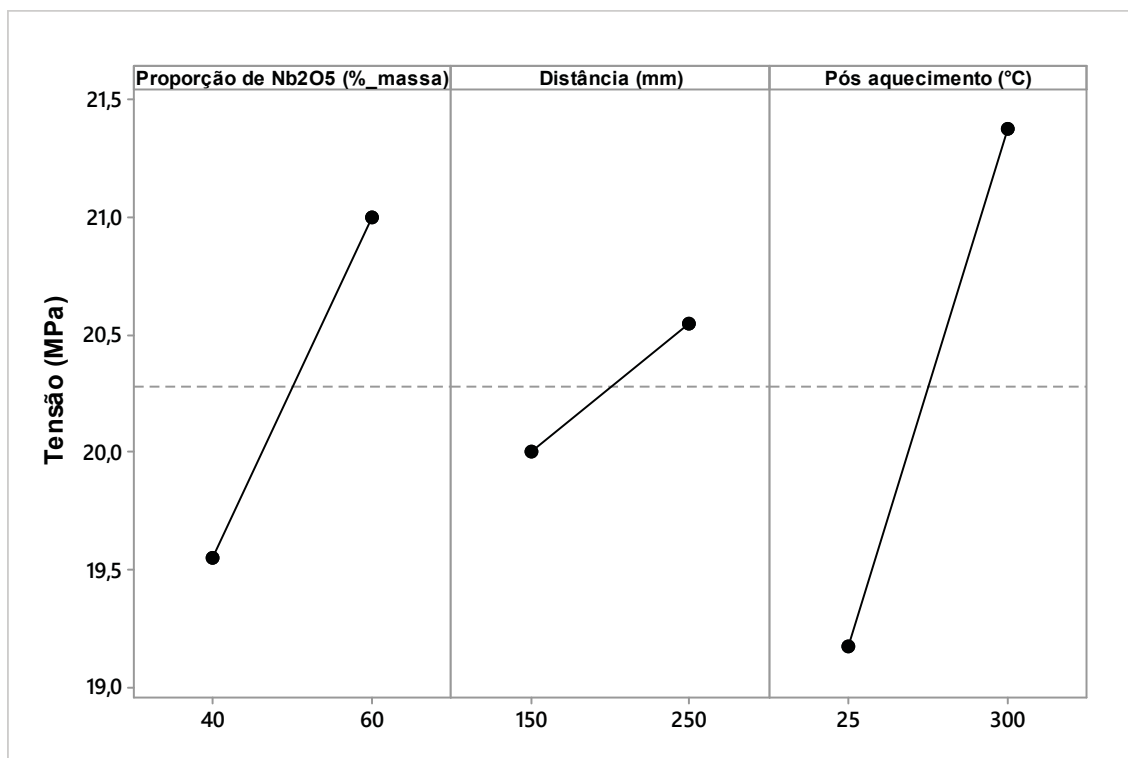
Nível	Proporção de Nb ₂ O ₅ (%_massa)	Distância (mm)	Pós-aquecimento (°C)
	19,55	20,00	19,18
	21,00	20,55	21,38
Delta	1,45	0,55	2,20
Ranque	2	3	1

FONTE: O Autor (2022)

Dos parâmetros utilizados, observa-se que o pós-aquecimento foi o que apareceu com o número 1 no ranque, portanto, foi o que mais influenciou nos resultados.

Para verificar quais níveis favoreceram em um melhor desempenho no ensaio por riscamento, é exibido o Gráfico 4.

GRÁFICO 4- ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE OS RESULTADOS DO ENSAIO DE ADERÊNCIA



FONTE: O autor (2022)

Observa-se no Gráfico 4 acima, que para os maiores valores no eixo Y apresentados, os níveis de 60% de Nb₂O₅, distância de 250 mm e pós-aquecimento de 300°C são os parâmetros que favoreceram em uma melhor performance nos testes, pois quanto maior a tensão ruptura nas amostras era considerado melhor. Quando foi referido o pós-aquecimento de 300°C possuir uma maior adesão, uma das possíveis causas foram as áreas das superfícies usinadas reduzirem as rugosidades das amostras 6N4A-2530 e 4N6A-1530, favorecendo para melhoria da união com a cola adesiva.

Os resultados sobre a diferença de distância entre as amostras foram classificados como não impactantes, devido ao menor ângulo da linha no gráfico, portanto, não influenciando fortemente nos resultados.

As avaliações qualitativas também foram feitas, sendo todas amostras observadas para verificar como ocorreu a ruptura. Na Tabela 14, constata-se que nenhuma ruptura ocorreu 100% entre o contracorpo e o revestimento.

TABELA 14 – ANÁLISE QUALITATIVA DE MODO DE FALHA DAS AMOSTRAS APÓS ENSAIO DE ADERÊNCIA

Nome da amostra	Proporções de mistura	Distância	Pós-aquecimento	Número da amostra	Modo de falha
A	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	150 mm	Sem aquecimento	A1	>70% adesivo no substrato e ±30%coesivo
				A2	>80% adesivo no substrato
				A3	>60% adesivo no substrato
				A4	>70% adesivo no substrato
B	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	250 mm	300°C	B1	±40% adesivo no substrato e ±60%coesivo
				B2	>90%adesivo no substrato
				B3	>70% adesivo no substrato e ±30%coesivo
				B4	>90%adesivo no substrato
C	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	150 mm	300°C	C1	>90%adesivo no substrato
				C2	±60%coesivo e >30%adesivo no contracorpo
				C3	±50% Adesivo no substrato e ±50%Coesivo
				C4	±50% Adesivo no substrato e ±50%Coesivo
D			Sem aquecimento	D1	>80% adesivo no substrato

Al-40wt%Nb₂O₅ 250 mm

D2 >90% adesivo
no substrato

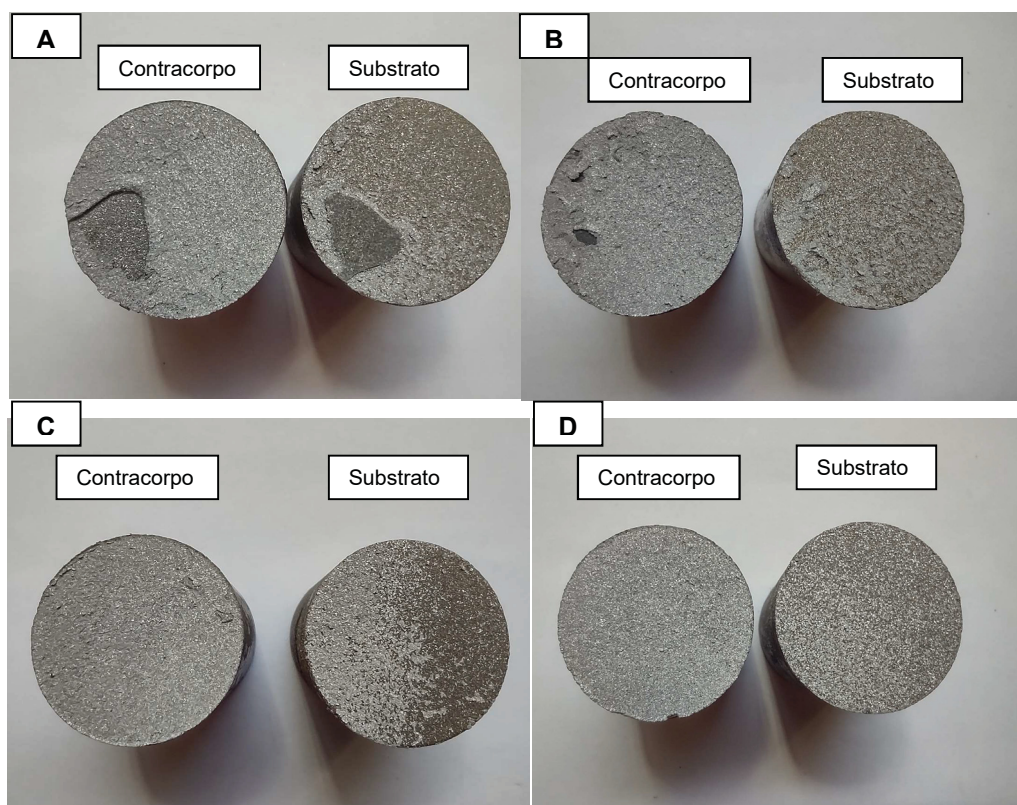
D3 >90% adesivo
no substrato

D4 >80% adesivo
no substrato

FONTE: O Autor (2022)

Os resultados da Tabela 14 demonstram que os testes realizados possuíram resultados predominantemente de adesão entre o revestimento e o substrato, sendo que a rugosidade realizada no substrato sendo um fator importante que contribuiu para os valores de adesão, como apresentado nas imagens Figuras 46. Fals et. al. (2019) menciona em seus resultados qualitativos de adesão nos revestimentos pelo ensaio de tração tiveram rupturas foram predominantes no *bond coat* de NiAl dos revestimentos, que tem como objetivo ser usado como camada de ligação entre substratos metálicos e revestimento cerâmicos.

FIGURAS 46 - IMAGENS DE RUPTURA APÓS TESTE DE ADESÃO- (A)6N4A-15SA3 – (B)6N4A-25303 – (C)4N6A-15304 – (D)AMOSTRA 4N6A-25SA4



FONTE: O Autor (2022)

Portanto, os valores superiores obtidos podem ser oriundos do pré-aquecimento, além da compressão realizada com elásticos de borracha durante a cura na união entre as amostras e contra-corpos com a cola adesiva, que reduziu erros de concentricidade e aumentou a área de contato.

4.2.3 Ensaio de desgaste por riscamento

Os revestimentos para o ensaio de riscamento foram medidos e a faixa de valores foram entre 270 a 430 μm , deste modo, as amostras foram aceitas para o ensaio. Além disso, nenhuma amostra apresentou trincas ou deslocamentos visíveis que compromettesse no comportamento nas áreas avaliadas.

4.2.3.1 Ensaio de desgaste por riscamento constante

As medições realizadas das áreas obtidas nos ensaios de desgastes por riscamento são mostrados na Tabela 15 abaixo.

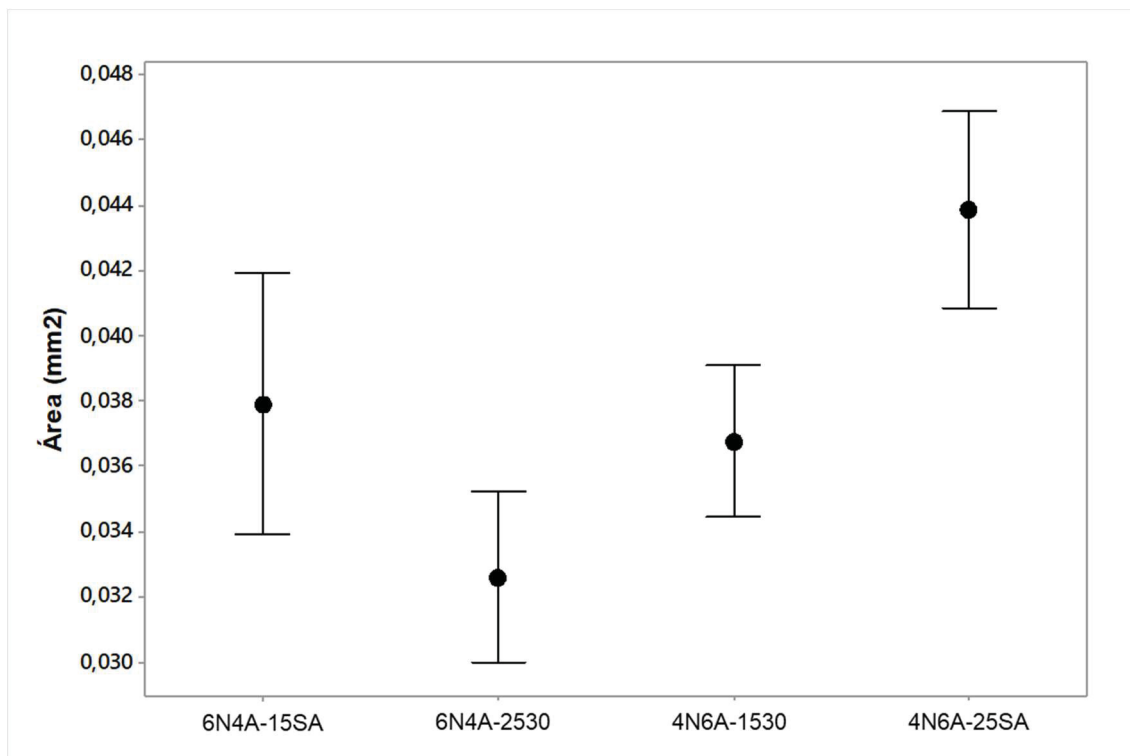
TABELA 15 - VALORES MÉDIOS DAS ÁREAS DE DESGASTE POR RISCAMENTO COM FORÇA DE 50N

Nome da amostra	Proporções de mistura	Distância	Pós-aquecimento	Área de desgaste (mm^2)
6N4A-15SA	Nb_2O_5 -40wt%Al	150 mm	Sem aquecimento	$0,0379 \pm 0,008$
6N4A-2530	Nb_2O_5 -40wt%Al	250 mm	300°C	$0,0326 \pm 0,005$
4N6A-1530	Al-40wt% Nb_2O_5	150 mm	300°C	$0,0367 \pm 0,004$
4N6A-25SA	Al-40wt% Nb_2O_5	250 mm	Sem aquecimento	$0,0438 \pm 0,006$

FONTE: O Autor (2021)

Os dados apresentados na Tabela 15 são exibidos no Gráfico 5 a seguir.

GRÁFICO 5 - GRÁFICO DE INTERVALOS DOS RESULTADOS OBTIDOS POR AMOSTRA PARA ÁREA ORIUNDA DO ENSAIO DE DESGASTE POR RISCAMENTO



FONTE: O autor (2021)

A partir dos apresentados no Gráfico 5, a amostra 6N4A-2530 sucedeu menor perfil resultante do ensaio realizado e foi confirmado que não houveram valores discrepantes nos dados obtidos. Para apurar as influências dos fatores utilizados no Método Taguchi, a Tabela 16 mostra as ordens dos parâmetros que tiveram como consequência a performance das amostras.

TABELA 16 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE AS ÁREAS RESULTANTES DO ENSAIO DE RISCAMENTO

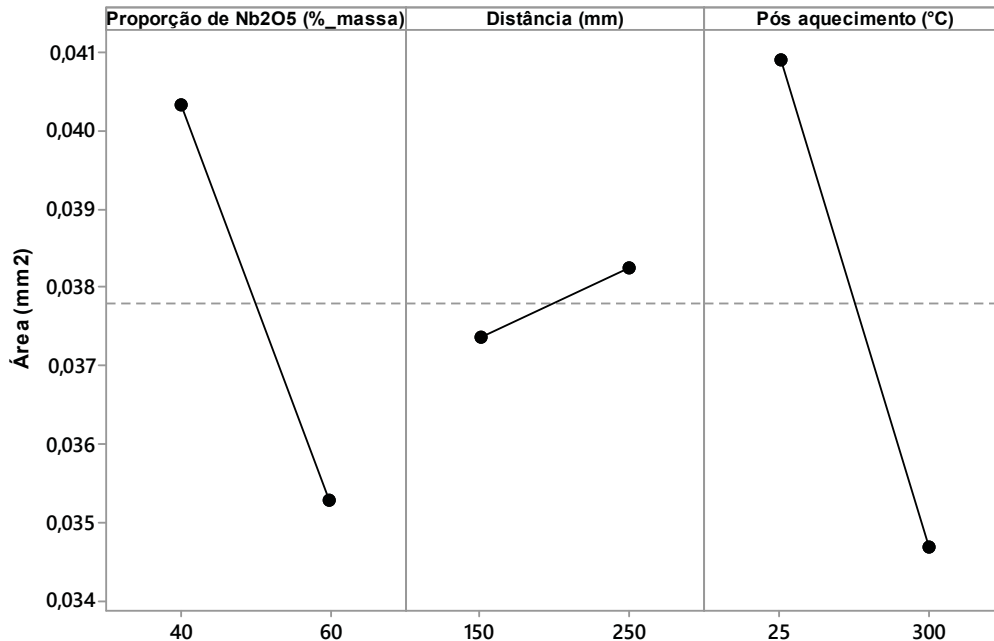
Nível	Proporção de Nb ₂ O ₅ (% massa)	Distância (mm)	Pós-aquecimento (°C)
	0,04033	0,03736	0,04091
	0,03528	0,03825	0,0347
Delta	0,00506	0,00089	0,0062
Ranque	2	3	1

FONTE: O Autor (2021)

Dos parâmetros utilizados, foi possível observar que o pós-aquecimento apareceu com o número 1 no ranque, portanto, o que mais influenciou nos resultados das amostras.

Para verificar quais níveis favoreceram em um melhor desempenho no ensaio por riscamento, é exibido o Gráfico 6.

GRÁFICO 6 - ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE AS ÁREAS RESULTANTES DO ENSAIO DE RISCAMENTO



FONTE: O Autor (2021)

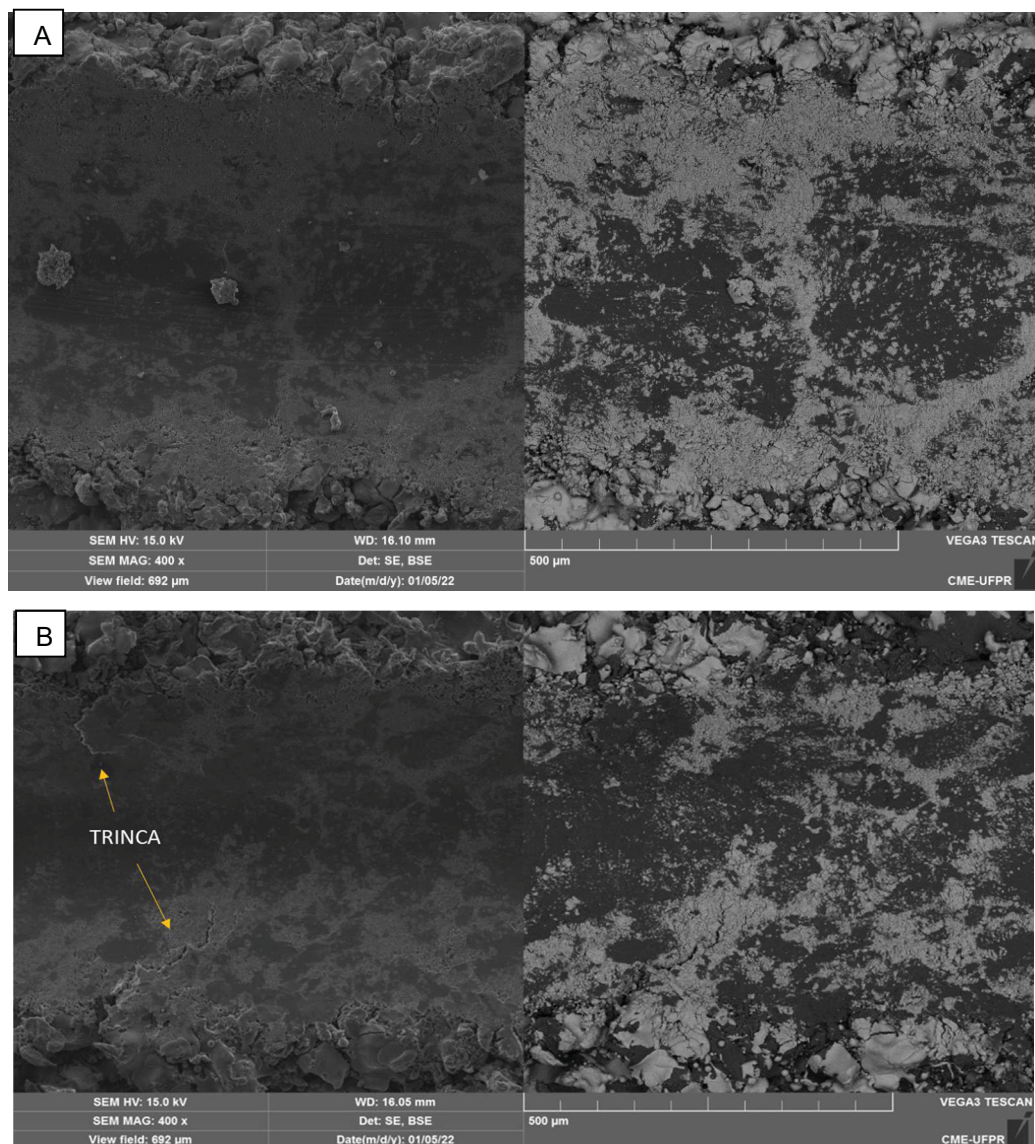
Observa-se no Gráfico 6 acima, que para os menores valores no eixo Y apresentados, os níveis de 60% de Nb₂O₅, distância de 150 mm e pós-aquecimento de 300°C são os parâmetros que favoreceram em uma melhor qualidade do revestimento, sendo considerado menor área resultante como o melhor desempenho. Os resultados sobre a diferença de distância de deposição entre as amostras foram classificados como não impactantes, devido ao menor ângulo da linha no gráfico, portanto, não influenciando fortemente nos resultados.

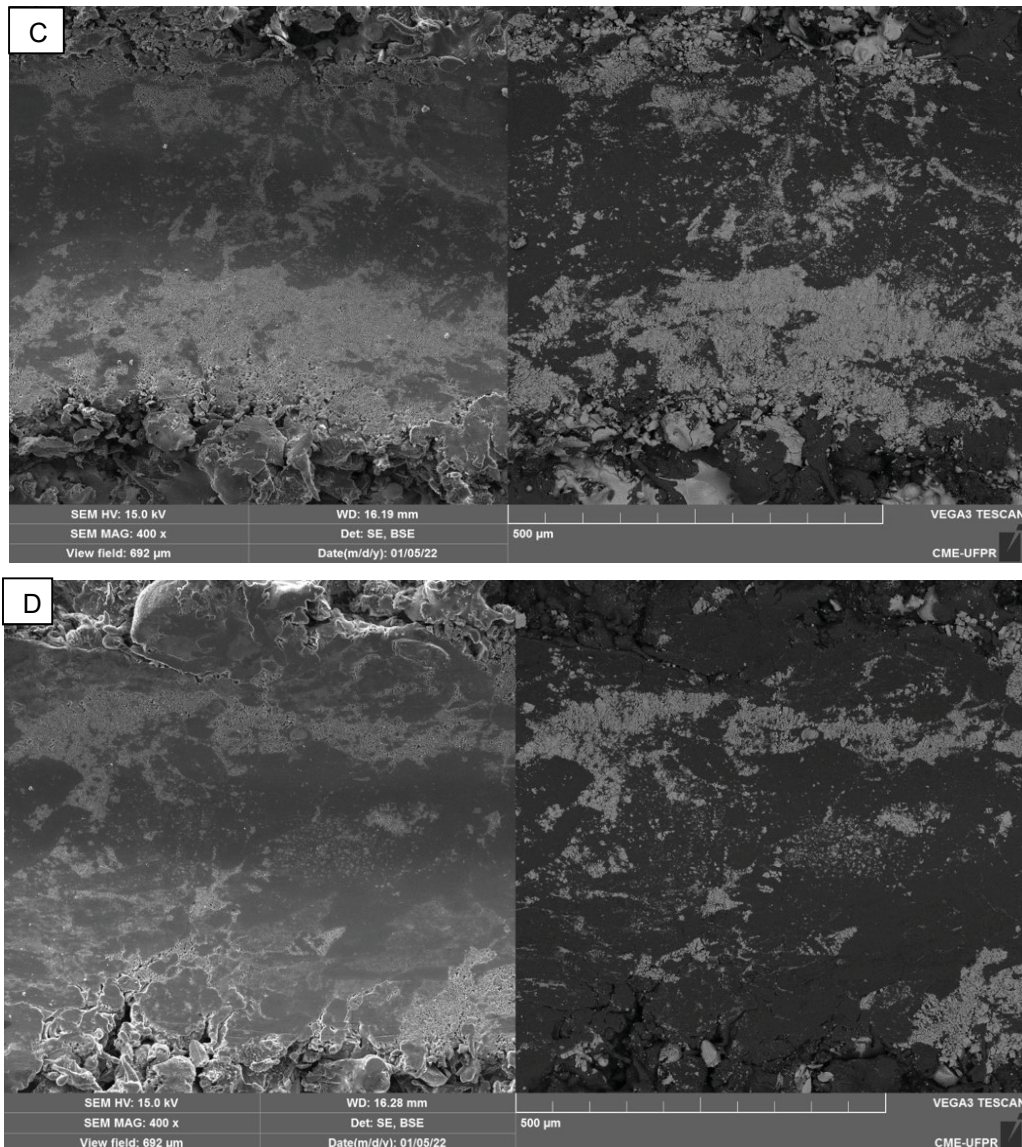
Alioui e Himour (2019) verificaram o revestimento de liga à base de Ni depositado por aspensão térmica em um substrato de Z200C12 que foram tratados termicamente a 500°C com diferentes tempos de recozimento. Os resultados constataram que os revestimentos que passaram pelo período de 2h na temperatura de pós-aquecimento exibiram a maior resistência ao desgaste e um coeficiente de atrito menor quando comparado com todos os

outros revestimentos no ensaio utilizando uma esfera de alumina com uma carga constante.

As amostras também foram submetidas ao MEV, como expostos nas Figura 47, para investigar as pistas que o indentador Vickers causou após as cargas de 50N.

FIGURAS 47 – IMAGENS MEV EM 400x DAS PISTAS RESULTANTES DA FORÇA DE 50N NO ENSAIO DE RISCAMENTO: (A) 6N4A-15SA, (B) 6N4A-2530, (C) 4N6A-1530, (D) AMOSTRA 4N6A-25SA





FONTE: O Autor (2022)

Nas imagens se observa que a amostra 6N4A-2530 estava com trincas após ensaio. Apesar dos menores valores das áreas desgastadas pelo o ensaio, a maior proporção da mistura em pentóxido de nióbio e pós-aquecimento do revestimento diminuiu a ductilidade, influenciando na fragilidade do revestimento durante no mecanismo de desgaste.

O desgaste da camada de revestimento é determinado principalmente pela dureza da camada de revestimento e pelas características do filme de óxido formado na superfície desgastada. Em aplicações em revestimentos de sacrifício, como Al e Zn/Al, o filme de óxido do revestimento no desgaste por deslizamento é deformado e alongado ao longo da direção de deslizamento, o que pode ser atribuído à maior carga normal imposta neste local, causando a

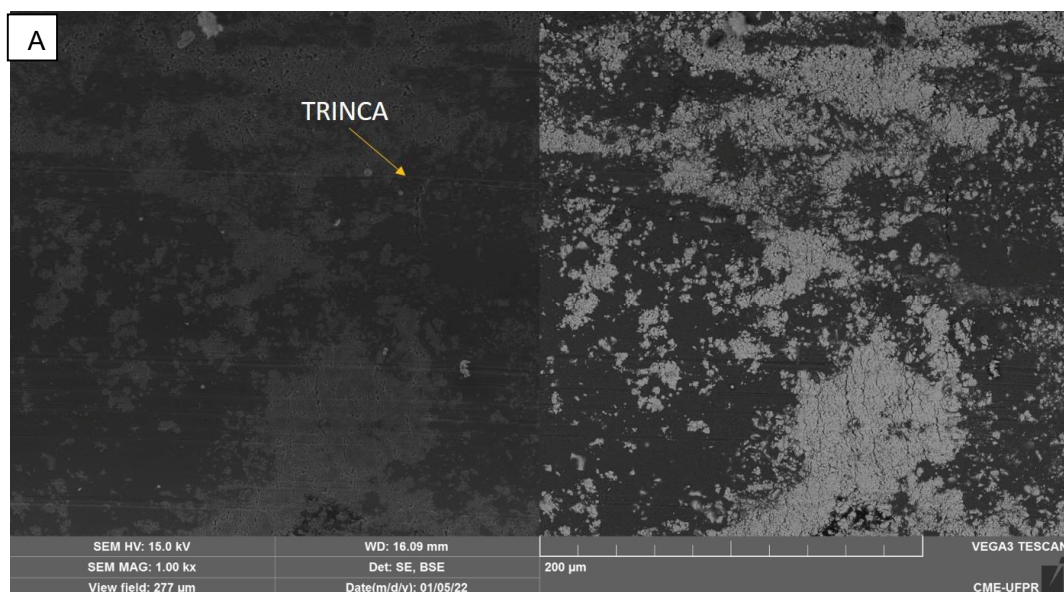
deformação plástica localizada no óxido superficial do revestimento aspergido (CHEN *et. al*, 2016) .

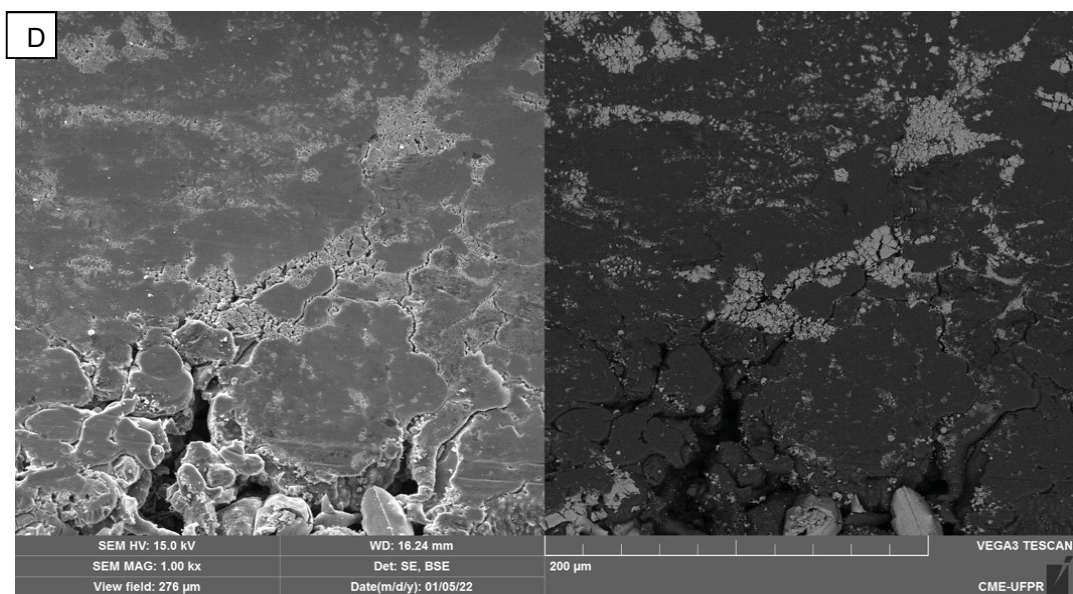
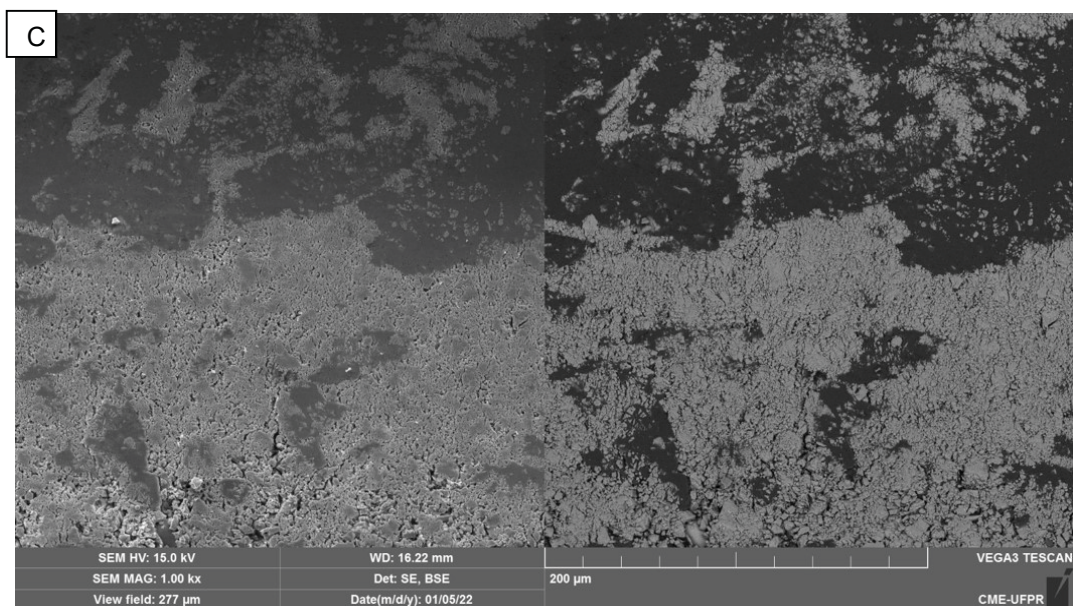
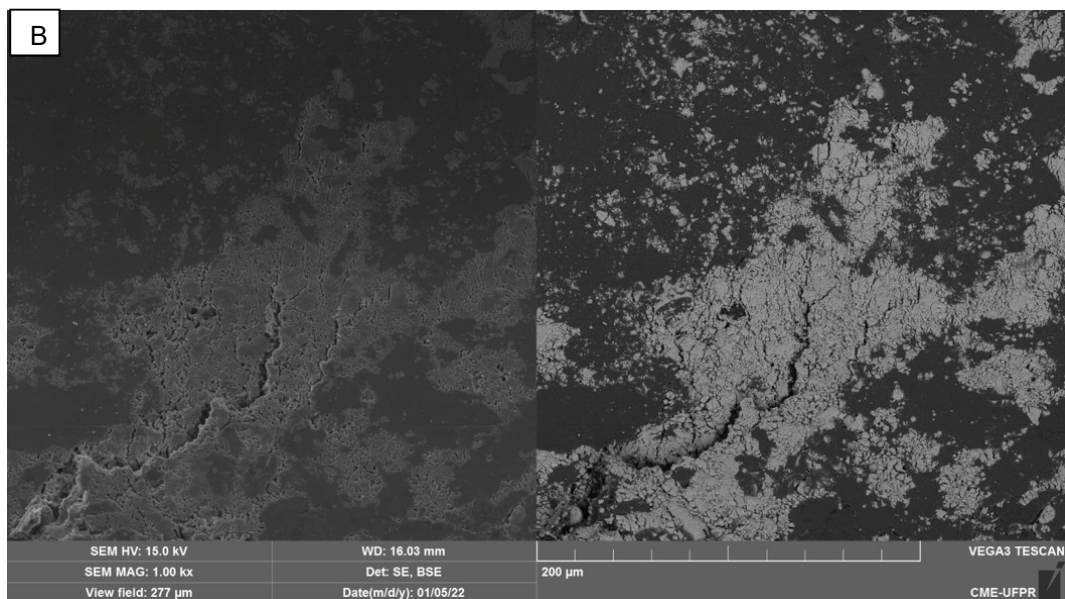
Também os revestimentos cerâmicos por aspensão térmica podem sofrer trincas durante o processo, sendo um dos motivos o substrato metálico ter um coeficiente de dilatação maior que o revestimento quando exposto ao calor oriundo do bico da pistola no FS.

O aparecimento de micro trincas somente são aceitáveis em revestimentos cerâmicos e se localizam perpendicularmente as lamelas depositadas fazendo com que o material aumente sua capacidade de deformação e a resistência a fadiga. São formadas devido a tensões produzidas pela restrição a contração térmica de lamelas vizinhas, durante a solidificação. E isto normalmente não ocorre em materiais metálicos por que eles apresentam a característica de escoar plasticamente acomodando as deformações térmicas (PAREDES,2012).

Para uma melhor análise qualitativa das pistas de desgaste nos revestimentos, foram realizadas as Figuras 48, que possuem uma ampliação maior no MEV.

FIGURAS 48- IMAGENS MEV EM 1000x DAS PISTAS RESULTANTES DA FORÇA DE 50N NO ENSAIO DE RISCAMENTO: (A) 6N4A-15SA, (B) 6N4A-2530, (C) 4N6A-1530, (D) AMOSTRA 4N6A-25SA





FONTE: O Autor (2022)

Foi perceptível nas Figuras 48, que apesar de ser em um tamanho menor, o revestimento da 6N4A-15SA também exibiu trinca. Dessa maneira, foi possível determinar que as amostras que continham uma quantidade maior de Pentóxido de Nióbio tiveram fissuras na pista de desgaste.

4.2.3.2 Ensaio de desgaste por riscamento linear

Os resultados das amostras aplicadas no ensaio linear, com força de 20 a 80 N, são apresentados na Tabela 17 abaixo.

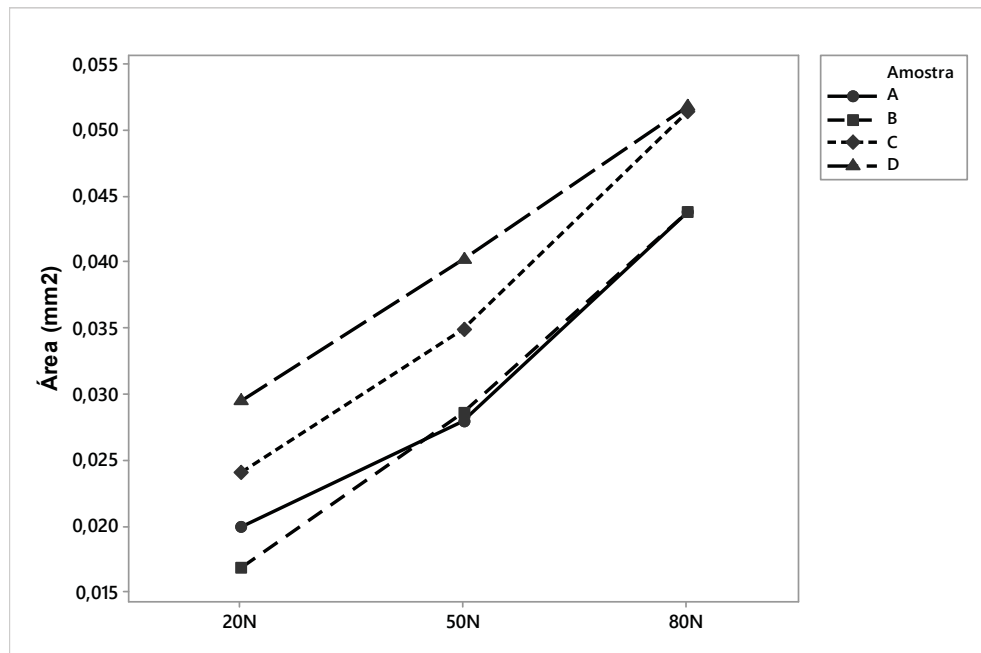
TABELA 17 - VALORES MÉDIOS DAS ÁREAS DE DESGASTE POR RISCAMENTO COM FORÇA LINEAR

Nome da amostra	Proporções de mistura	Distância	Pós-aquecimento	Área de desgaste (mm ²) por faixa de força		
				20 -27,2N	47,6-52,4N	72,8-80N
6N4A-15SA	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	150 mm	Sem aquecimento	0,020±0,0044	,028±0,0040	0,044±0,0099
6N4A-2530	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	250 mm	300°C	0,017±0,0057	,029±0,0107	0,044±0,0093
4N6A-1530	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	150 mm	300°C	0,024±0,0039	,035±0,0141	0,051±0,0056
4N6A-25SA	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	250 mm	Sem aquecimento	0,030±0,0049	,040±0,0063	0,052±0,0067

FONTE: O Autor (2021)

Na Tabela 17, os valores de área de desgastes para as amostras 6N4A-15SA e 6N4A-2530, assim como para as amostras 4N6A-1530 e 4N6A-25SA tiveram valores próximos na faixa de carga de 72,8-80N, deduzindo-se que uma angulação na aplicada durante o comprimento da pista fez um mecanismo diferente de deformação e deslocamento das panquecas presentes no revestimento. A representação dos dados são apresentados na Gráfico 7 a seguir.

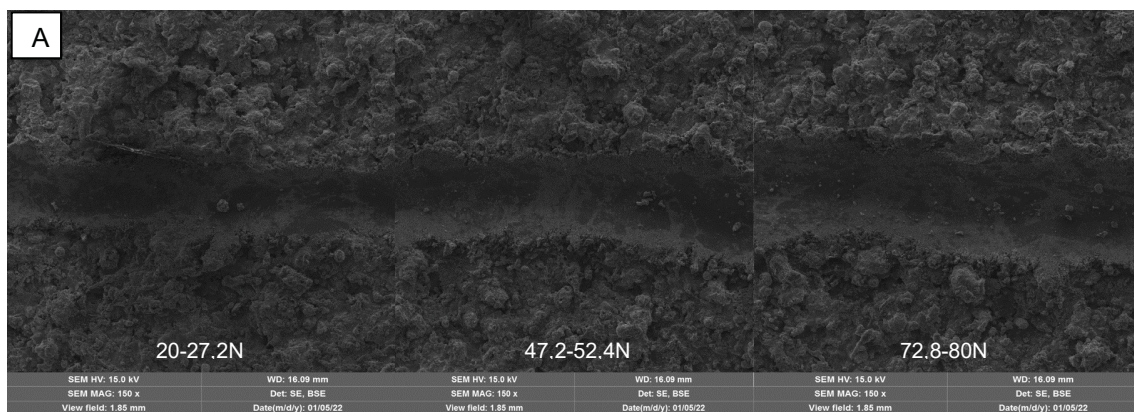
GRÁFICO 7- VALORES DAS ÁREAS RESULTANTES DO ENSAIO DE RISCAMENTO LINEAR

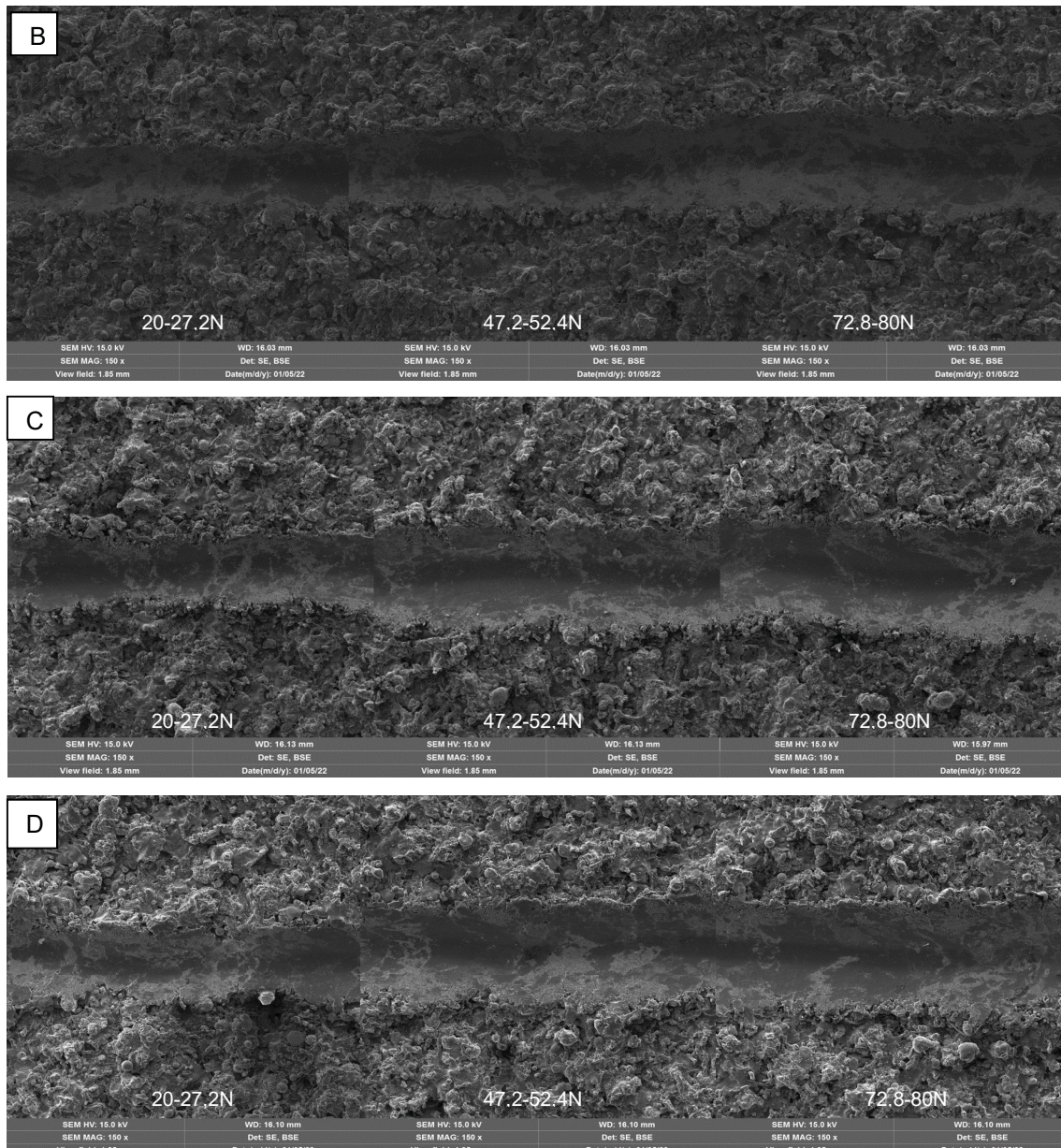


FONTE: O Autor (2021)

As amostras também foram submetidas ao MEV, como expostos nas Figuras 49, para investigar as pistas que o indentador Vickers causaram após as cargas lineares de 20-80N.

FIGURAS 49 - IMAGENS MEV EM 150x DAS PISTAS RESULTANTES DA FORÇA LINEARES NO ENSAIO DE RISCAMENTO: (A) 6N4A-15SA, (B) 6N4A-2530, (C) 4N6A-1530, (D) AMOSTRA 4N6A-25SA





FONTES: O Autor (2022)

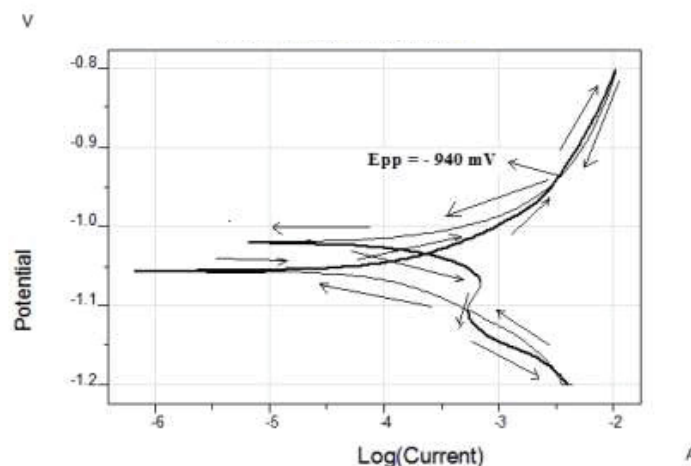
As pistas apresentadas pelo ensaio de desgaste por riscamento linear exibiram características diferentes, conforme exibido na Figuras 49 acima. Portanto foi possível concluir que o volume e áreas das amostras foram diferentes por causa dos parâmetros utilizados para os revestimentos por aspersão térmica. Com os valores das áreas obtidas, entende-se também que as proximidades dos resultados das amostras que continham a mesma proporção de Nb_2O_5 e Al, revelou que as misturas foram os principais fatores de influência.

4.2.4 Ensaio potênciodiâmico anódico

Os revestimentos para o ensaio de corrosão foram medidos e a faixa de valores foram entre 270 a 430 μm , deste modo, as amostras foram aceitas para o ensaio, já que a norma Petrobrás 2568/18 menciona valores superiores a 250 μm para ambientes corrosivos. Além disso, nenhuma amostra apresentou trincas ou deslocamentos visíveis que comprometesse no comportamento nas curvas apresentadas.

Assim, para análise do substrato para parametrização do ensaio, a obtenção da voltametria e/ou da potênciodinâmica anódica para o aço inox austenítico imerso em 3,5 % de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5 M foi realizada com o potencial inicial de -1200 mV, medido pelo voltímetro. Nas análises através dos resultados, os pites podem ser confirmados pela curva potênciodinâmica anódica, e ao plotar E em função de $\log i$, obtém-se a potênciodinâmica anódica para o aço inox austenítico imerso em 3,5 % de KCl ou KCl 0,5 M, conforme mostra o Gráfico 8.

GRÁFICO 8- POTENCIODINAMICA ANÓDICA DO AÇO INOX AUSTENÍTICO EM 3,5 % DE KCL OU KCL 0,5M.



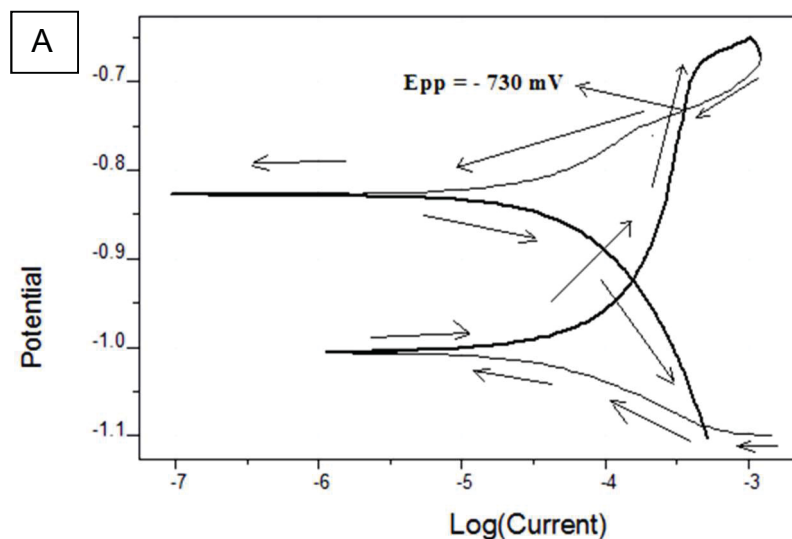
FONTE: O Autor (2021)

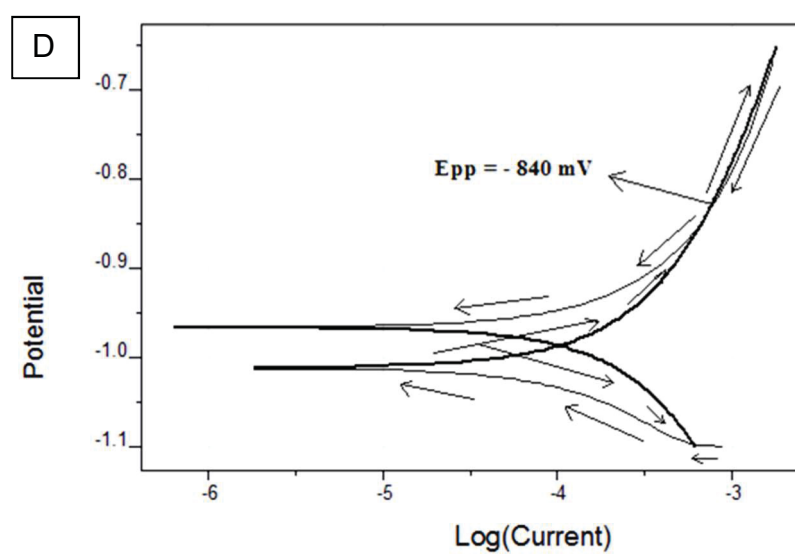
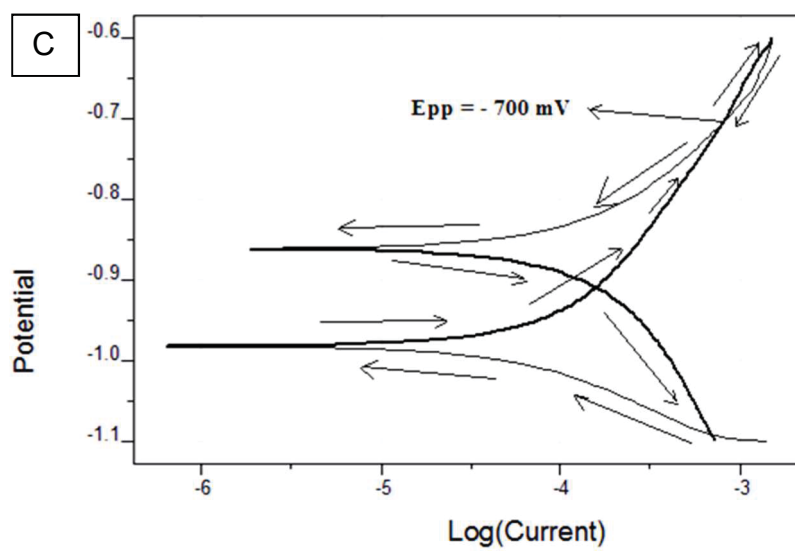
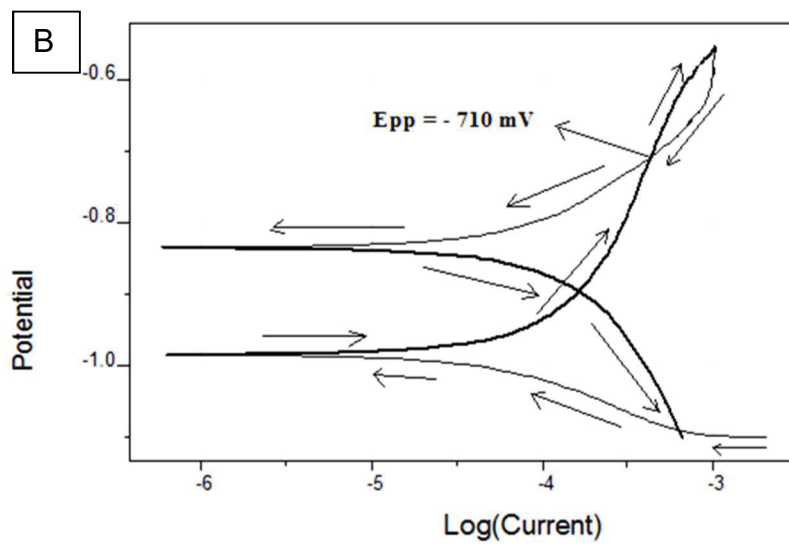
Quando a curva de retorno cruza a curva de ida, como é apresentado no Gráfico 8, tem-se o potencial de proteção do pite recém-formado (E_{pp}). Sendo

assim, o Gráfico 8 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados para o aço inox austenítico estudado está localizado em -940 mV.

Para os revestimentos, foram realizadas a partir da obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para o composto de alumínio-pentóxido de nióbio imerso em 3,5 % de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5 M que foi realizada com o potencial inicial de -1 100 mV e medido pelo voltímetro. Conforme os resultados nos gráficos abaixo, a curva resultante da 6N4A-15SA exibe que o potencial de proteção dos poros passantes recém iniciados encontra-se em -730 mV. Para a amostra 6N4A-2530, o resultado foi de -710 mV, e a 4N6A-1530, o potencial de proteção foi de -700 mV. Também, a amostra 4N6A-25SA, foi medido e encontrado -840 mV.

GRÁFICOS 9 –CURVAS POTENCIODINAMICAS ANÓDICAS DAS AMOSTRAS EM 3,5 % DE KCL OU KCL 0,5M: (A)6N4A-15SA, (B)6N4A-2530, (C)4N6A-1530, (D) 4N6A-25SA





FONTE: O Autor (2021)

Ao observar os resultados dos ensaios, para apurar as influências dos fatores utilizados no Método Taguchi, a Tabela 18 expõe as ordens dos parâmetros que tiveram como consequência a performance das amostras.

TABELA 18 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE OS RESULTADOS POTENCIODINAMICO ANÓDICOS

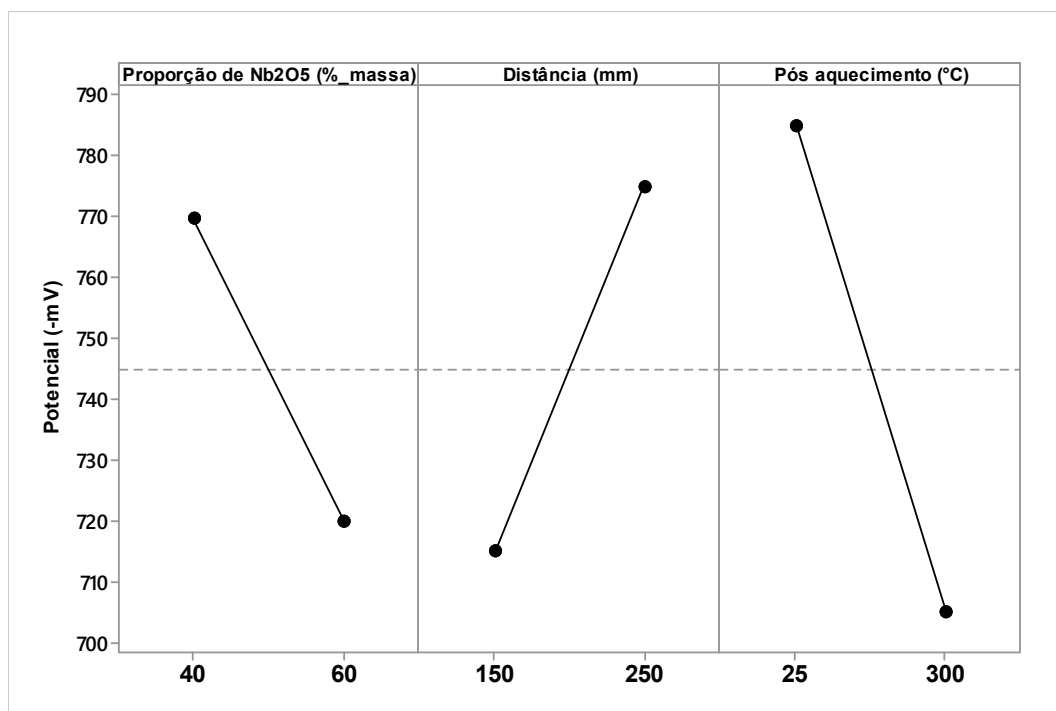
Nível	Proporção de Nb ₂ O ₅ (%_massa)	Distância (mm)	Pós-aquecimento (°C)
	770,0	715,0	785,0
	720,0	775,0	705,0
Delta	50,0	60,0	80,0
Ranque	3	2	1

FONTE: O Autor (2021)

Dos parâmetros utilizados, é possível observar que o pós-aquecimento foi o que apareceu com o número 1 no ranque, portanto, foi o mais influenciou nos resultados das amostras.

Para verificar quais níveis favoreceram em um melhor desempenho no ensaio por riscamento, é exibido no Gráfico 10.

GRÁFICO 10 - ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE OS RESULTADOS POTENCIODINAMICO ANÓDICOS



FONTE: O Autor (2021)

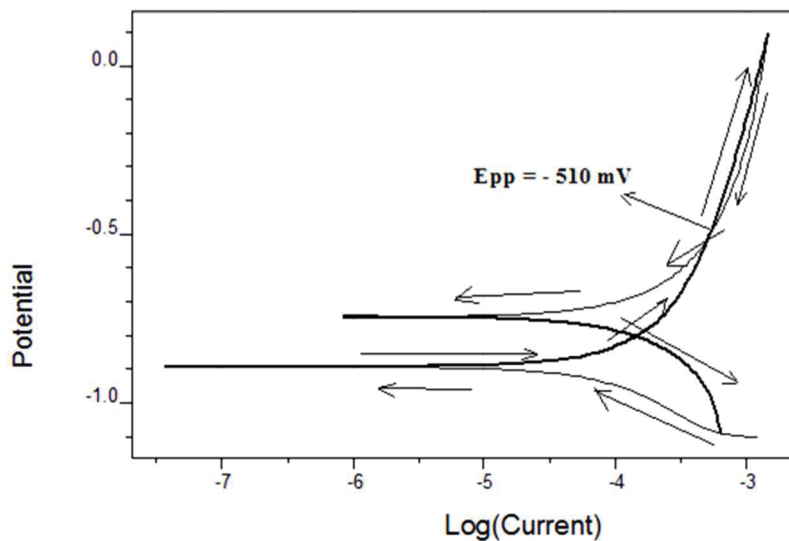
No Gráfico 10, para os menores valores no eixo Y apresentados, os níveis de 60% de Nb_2O_5 , distância de 150 mm e pós-aquecimento de 300°C são os níveis que favoreceram em uma melhor qualidade do revestimento, pois o menor valor dos resultados era considerado o ideal. Sendo as possíveis causas para estes resultados: o aumento do óxido protetivo com o pós-aquecimento e menores orientações para corrosão por causa da menor porosidade devido a redução da distância.

Posteriormente, para analisar a amostra apenas com pentóxido de nióbio, e devido a limitações de processos e a diferença de dilatação entre o revestimento e o substrato, o revestimento obtido foi nos parâmetros de sem pós-aquecimento, com distância de aplicação de 150 mm e espessura obtida de $\pm 100 \mu\text{m}$.

Regis (2011), em sua pesquisa com revestimento por aspersão térmica chama a pó de $\text{Nb}_2\text{O}_5+\text{Al}$, obteve valores para potencial de corrosão ($E_{\text{corr(mV)}}$) para vários solos, sendo os resultados para o revestimento de -772 mV para o solo Castro, -717mV para o solo Curitiba, -757 mV para o solo Dona Francisca e - 773 mV para o solo Quarto Centenário, sendo os dois últimos ficaram próximos do aço usado com substrato sem revestimento no teste. Também, foi constatado que o potencial de corrosão do substrato nos solos foi mais catódico que o revestimento.

Na obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para o Nb_2O_5 aspergido em aço inox austenítico imerso em 3,5 % de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5 M foi realizada com o potencial inicial de - 1 100 mV medido pelo voltímetro, e mostra que o potencial de proteção dos poros passantes recém iniciados encontram-se em - 510 mV, como apresenta o Gráfico 11, portanto, sendo o menor valor encontrado mesmo com a menor espessura dos revestimentos.

GRÁFICO 11 - POTENCIODINÂMICA ANÓDICA DA AMOSTRA PENTÓXIDO DE NIÓBIO EM 3,5 % DE KCL OU KCL 0,5M.



FONTE: O Autor (2021)

Portanto, concluiu-se que o Pentóxido de Nióbio possuiu comportamento melhor quando comparado ao alumínio no ensaio de pontenciodinâmica anódica, como apresentado na Tabela 19. Além disso, outro fator para o melhor resultado desta amostra foi a distância de aplicação, como já mostrado anteriormente nas amostras que continham a mistura de Al + Nb₂O₅.

TABELA 19- VALORES OBTIDOS DO POTENCIAL DE PROTEÇÃO DO PITE RECÉM-FORMADO (E_{pp}) DAS AMOSTRAS REALIZADAS POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ

Nome da amostra	Proporções de mistura	Distância	Pós-aquecimento	E _{pp} (mV)
6N4A-15SA	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	150 mm	Sem aquecimento	-730
6N4A-2530	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	250 mm	300°C	-710
4N6A-1530	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	150 mm	300°C	-700
4N6A-25SA	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	250 mm	Sem aquecimento	-840
	100%Nb ₂ O ₅	150 mm	Sem aquecimento	-510

FONTE: O Autor (2021)

4.2.5 Análise de microdureza

Os valores obtidos de Microdureza Vickers são mostrados na Tabela 20.

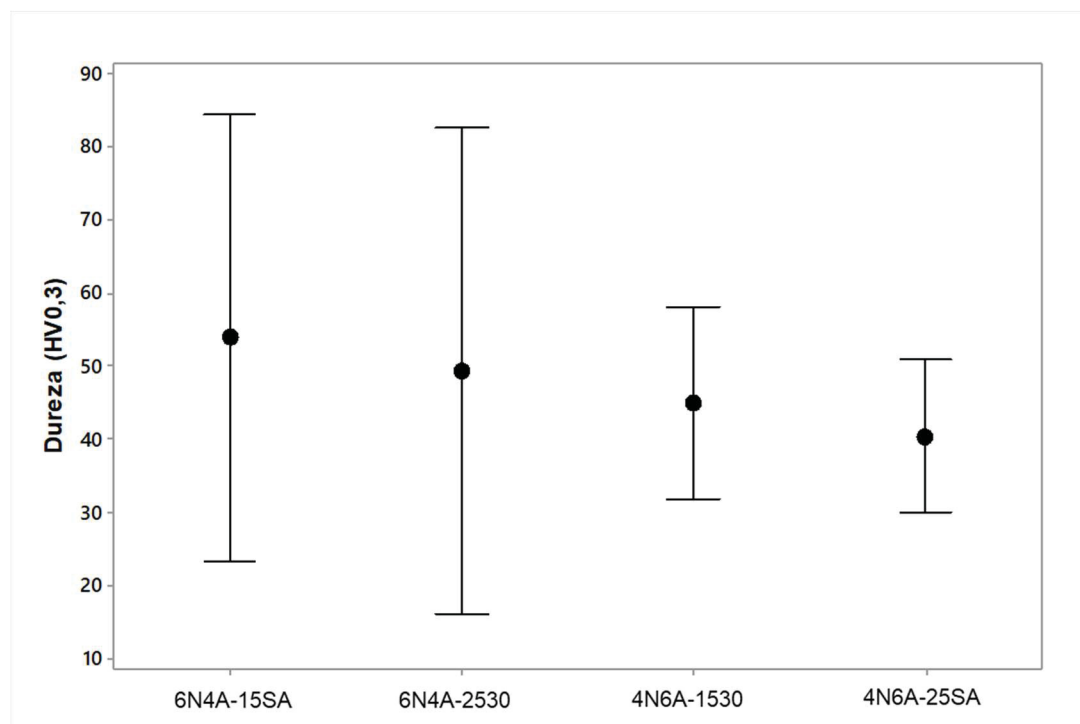
TABELA 20 - VALORES MÉDIOS DE MICRODUREZA VICKERS DAS AMOSTRAS REALIZADAS POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ

Nome da amostra	Proporções de mistura	Distância	Pós-aquecimento	Dureza (HV0,3)
6N4A-15SA	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	150 mm	Sem aquecimento	53,87± 16,60
6N4A-2530	Nb ₂ O ₅ -40wt%Al	250 mm	300°C	49,35 ± 18,14
4N6A-1530	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	150 mm	300°C	45,04 ± 7,18
4N6A-25SA	Al-40wt%Nb ₂ O ₅	250 mm	Sem aquecimento	40,45 ± 5,67

FONTE: O Autor (2021)

Os resultados da Tabela 20 demonstram que a 6N4A-15SA obteve microdureza próxima a 53,61±4,35(HV0,3), encontrado por Regis (2011) no processo de aspensão térmica chama a pós usado em uma distância de aplicação de 100mm e pré-aquecimento de 150°C. Os dados apresentados na Tabela 20 são exibidos no Gráfico 12 a seguir.

GRÁFICO 12 - GRÁFICO DE INTERVALOS DOS RESULTADOS OBTIDOS POR AMOSTRA PARA MICRODUREZA VICKERS



FONTE: O Autor (2021)

Para apurar as influências dos fatores utilizados no Método Taguchi, a Tabela 21 mostra as ordens dos parâmetros que tiveram como consequência a performance das amostras.

TABELA 21 - RANQUE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS SOBRE OS RESULTADOS DE DUREZA DAS AMOSTRAS

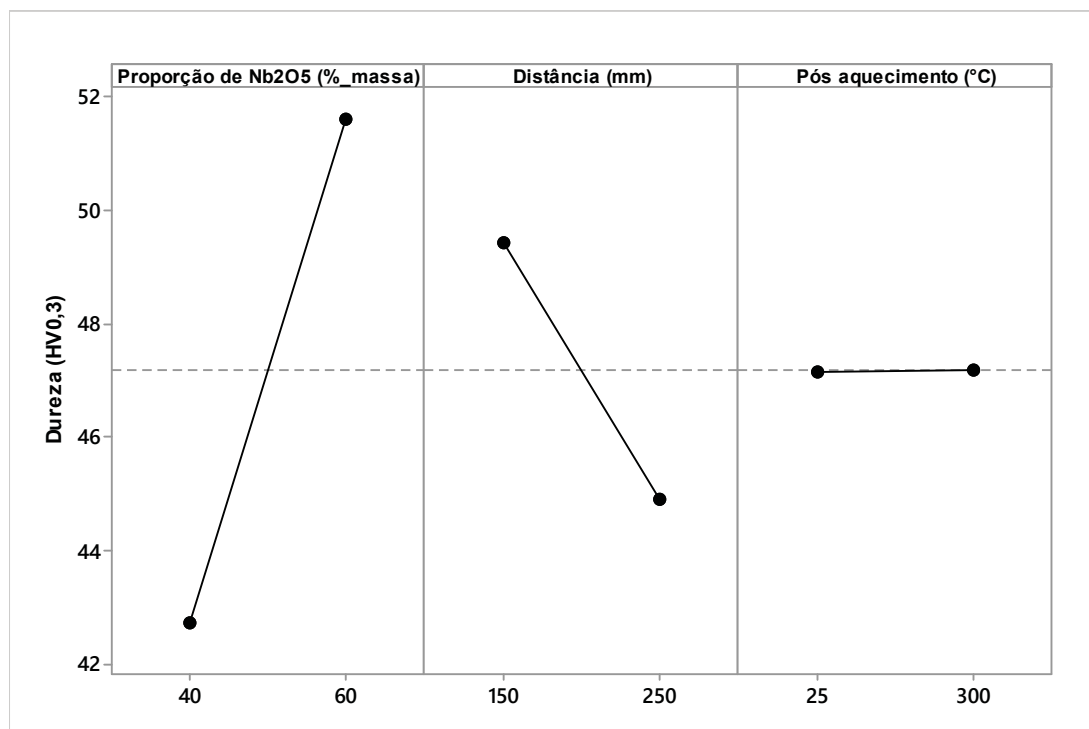
Nível	Proporção de Nb ₂ O ₅ (%_massa)	Distância (mm)	Pós-aquecimento (°C)
	42,74	49,46	47,16
	51,61	44,90	47,19
Delta	8,87	4,56	0,03
Ranque	1	2	3

FONTE: O Autor (2021)

Dos parâmetros utilizados, é possível observar que a proporção de Nb₂O₅ foi o que apareceu com o número 1 no ranque, portanto, foi o mais influenciou nos resultados das amostras.

Para conferir quais níveis favoreceram em um maior valor para Microdureza, é exibido o Gráfico 13.

GRÁFICO 13- ANÁLISE DE INFLUÊNCIAS DOS PARÂMETROS E NÍVEIS SOBRE OS RESULTADOS DE MICRODUREZA VICKERS



FONTE: O Autor (2021)

O Gráfico 13 representa que o pentóxido de nióbio em maior proporção aumentou a dureza do revestimento, sendo assim, deduz-se que a maior quantidade em área de Nb_2O_5 durante a realização da medição de Microdureza, contribuiu para esses valores. A influência da menor distância de aplicação deve-se a maior homogeneidade das panquecas por terem menor tempo de arraste para o material cerâmico e o alumínio, trazendo uma densidade maior no revestimento, sendo considerada na indentação com a carga aplicada.

Os resultados sobre o pós-aquecimento nas amostras foram classificados como não impactantes, devido a linearidade da linha no gráfico ser pequena, portanto, não influenciando fortemente nos resultados.

O pré-aquecimento das amostras a 120°C pode ter influenciado nos resultados. Os pesquisadores Kahraman e Gülenç (2002) avaliaram quatro tipos de pós junto a variação de com e sem pré-aquecimento no substrato para revestimentos por aspersão térmica chama a pó. Nos resultados obtidos, avaliaram que o pré-aquecimento dos substratos levou à diminuição da dureza nas camadas dos revestimentos. A resistência ao desgaste abrasivo dos revestimentos aspersão térmica chama a pó também foi vista como dependente da composição química e características dos materiais de revestimento e condição de processo de aspersão.

5 CONCLUSÕES

A partir dos testes realizados nos revestimentos com o compósito de Nb_2O_5 e Al aplicados por aspersão térmica, variando proporções de elementos, distância e pós-aquecimento, é possível concluir que:

- A mistura de materiais e os parâmetros para o processo de aspersão térmica propostos em um substrato de aço inoxidável austenítico para esta pesquisa obteve revestimentos viáveis, sem a necessidade do uso de camada de ligação, que tem como objetivo ser usado entre substratos metálicos e revestimento cerâmicos.
- Com as análises de microestrutura do revestimento, observou-se que as lamelas de pentóxido de nióbio e alumínio eram heterogêneas e com boa dispersão em todo o revestimento, além de baixos valores de porosidade quantificados.
- Nas avaliações de aderência do ensaio de tração, as amostras pós-aquecidas obtiveram maiores valores de adesão, sendo a justificativa da usinagem superficial no revestimento. Os valores de tensões em todas as amostras foram superiores em comparação a literatura referente ao processo utilizado, por causa das rugosidades realizadas, o pré-aquecimento de 120°C e o mecanismo de união com a cola adesiva durante a cura. Os resultados comprobatórios foram através das análises qualitativas, pois o modo de ruptura foi em grande parte das amostras foi entre o substrato e o revestimento.
- No ensaio de estabilidade térmica com 1000°C , ocorreu deslocamento de todos os revestimentos, e foi visto em todas as amostras que ocorreu a difusão do Alumínio com o Ferro que estavam presentes nos substratos.
- Para os dados apresentados nos resultados do ensaio de polarização potenciodinâmica, a principal influência foi o pós-aquecimento nos parâmetros usados para o Método Taguchi. Além que o pentóxido de nióbio possuiu menor suscetibilidade ao pite quando comparado as amostras com os revestimentos de $\text{Nb}_2\text{O}_5+\text{Al}$.
- Quando analisado os revestimentos por ensaio de desgaste, os revestimentos de $\text{Nb}_2\text{O}_5-40\text{wt}\%\text{Al}$ obtiveram os melhores resultados

quantitativos. Porém, quando analisados de forma qualitativa, foi observado trincas devido o pentóxido de nióbio ser frágil. Portanto, a presença do alumínio pode ter proporcionado uma matriz para o não deslocamento destes revestimentos quando era aplicada as cargas.

- Diante dos dados apresentados através dos ranqueamentos de análise do método Taguchi, conclui-se que a principal influência foi o pré-aquecimento de 300°C, quando apresentados os resultados do teor de porosidade, ensaio de polarização anódica, ensaio de tração e ensaio de desgaste por riscamento.

5.1 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

As recomendações para os trabalhos futuros após a conclusão desta pesquisa são:

- Fazer diferentes proporções do compósito pentóxido de nióbio e alumínio em outros processos de aspersão térmica, como HVOF para comparações de resultados.
- Estudar várias proporções de mistura com o pentóxido de nióbio e alumínio sem o uso de pré-aquecimento para comparação de desempenho no teste de desgaste e estabilidade térmica.
- Avaliar as relações de mistura de pentóxido de nióbio e alumínio em outros testes de corrosões, como câmara de meio salino, para avaliar o comportamento dos revestimentos.

REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMINIO (ABAL). Disponível em: < <http://abal.org.br/>> Acesso em 26 de mar. 2021
- ABRANTES, L. M..Corrosão. **Revista de Ciência Elementar**, v. 2, n. 4, 2014.
- ASM Handbook Volume 18 – **Friction, Lubrication and Wear Technology**. USA: 1992
- ALIOUI, S.; HIMOUR, A.. Effect of heat treatment on friction and wear behavior of Ni-based thermal spray coating deposited on Z200C12 steel. **Materials Research Express**, v. 6, n. 12, p. 126563, 2019.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **Standard reference test method for making potentiostatic and potentiodynamic anodic polarization measurements -Designation G5 -94**. In: Annual Book of ASTM Standards. Philadelphia: 1994 v.03.02
- ASTM C633-13(2017): Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017
- ASTM E384-17: Standard test method for Knoop and Vickers hardness of materials. Estados Unidos: ASTM, 2017.
- ASTM G61-86(2014): Standard Test Method For Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements For Localized Corrosion Susceptibility Of Iron-, Nickel-, Or Cobalt-Based Alloys. West Conshohocken, 2018.
- ASTM G171 03: Standard test method for scratch hardness of materials using a diamond stylus, West Conshohocken, 2004.
- ASTM **E1920**: Standard Guide for Metallographic Preparation of Thermal Spray Coatings. West Conshohocken: 2014
- ASTM E2109-01(2014): Standard test method for determining area percentage porosity of thermal spray coatings. Estados Unidos: ASTM, 2014.
- ASHKENAZI, D.. How aluminum changed the world: A metallurgical revolution through technological and cultural perspectives. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 143, p. 101-113, 2019.
- AMIN, S; PANCHAL, H. A review on thermal spray coating processes. **International Journal of Current Trends in Engineering & Research**, v. 2, n. 4, p. 556 - 563, 2016
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMINIO. Disponível em: < <http://abal.org.br/> > Acesso em 26 de dez. 2020

- BADISCH, E.; VARGA, M.; EDER, S. J. A brief review of abrasive wear modelling using a numerical-experimental approach. In: **Key Engineering Materials**. Trans Tech Publications Ltd, 2019. p. 83-88
- BELÉM, M. J. X. Avaliação do desempenho de revestimentos de Pentóxido de Nióbio aplicados por Aspersão Térmica. Dissertação (Mestrado). Universidade Metodista de Piracicaba (UNIMEP), 2019 p. 135
- BELÉM, M. J. X. et al. Avaliação da resistência ao desgaste erosivo e abrasivo de revestimentos WC 12Co aplicados por aspersão térmica HVOF. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 25, n. 1, 2020.
- BERGER, L.-M.. Application of hardmetals as thermal spray coatings. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 49, p. 350-364, 2015.
- BOBZIN, K. et al. Thermally sprayed coatings for highly stressed sliding bearings. **Wear**, v. 458, p. 203415, 2020.
- BRUZIQUESI, C. GO et al. NIÓBIO: UM ELEMENTO QUÍMICO ESTRATÉGICO PARA O BRASIL. *Química Nova*, v. 42, n. 10, p. 1184-1188, 2019.
- CALADO, V.; MONTGOMERY, D.. **Planejamento de Experimentos usando o Statística**. Editora E-papers, 2003.
- CARDOZO, M. A.. **Revestimento de NbAl, aspergido termicamente, contra corrosão sob tensão em Aço Austenítico**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, 2015 p. 136
- CBMM. COMPANHIA BRASILEIRA DE METALURGIA E MINERAÇÃO. Relatório de Sustentabilidade. 2018. Disponível em: <https://cbmm.com/assets/sustainability-report-2018/pdf/CBMM_RS2018.pdf> Acesso em: 5 mar 2021
- CBMM. COMPANHIA BRASILEIRA DE METALURGIA E MINERAÇÃO. Relatório de Sustentabilidade. 2019. Disponível em: <<https://cbmm.com/assets/sustainability-report-2019/pt/#destaques-de-2019>> Acesso em :1 abr 2021
- CHEN, T.C. et al. Wear behavior of thermally sprayed Zn/15Al, Al and Inconel 625 coatings on carbon steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 303, p. 78-85, 2016.
- CHRISTOULIS, Dimitris K. et al. Effect of substrate temperature and roughness on the solidification of copper plasma sprayed droplets. **Materials Science and Engineering: A**, v. 485, n. 1-2, p. 119-129, 2008.

CHALIAMPALIAS, D. et al. High temperature oxidation and corrosion in marine environments of thermal spray deposited coatings. **Applied Surface Science**, v. 255, n. 5, p. 3104-3111, 2008.

COSTA, F. B. T.. **Formação de liga Al-Cu com constituinte eutético por ASP dissimular in situ, uma análise auxiliada por machine learning**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná – UFPR, Curitiba, 2021.

DAVIS, J. R. (Ed.). Handbook of Thermal Spray Technology. 1. ed. Materials Park, OH: ASM International, 2004

DEVARAJU, A. A critical review on different types of wear of materials. **Int. J. Mech. Eng. Technol**, v. 6, n. 11, p. 77-83, 2015.

DOAN, Bao Q. et al. A Review on Properties and Casting Technologies of Aluminum Alloy in The Machinery Manufacturing. **Journal of Mechanical Engineering Research and Developments**. Vol. 44, No. 8, pp. 204-217, 2021

EFSING, L.; OLSSON, S. Wear testing of high-alloy carbon steel used in mining tools. **KTH Industrial Engineering & Management**, 2013.

FALS, H. C. et al. Phase transformation of Nb₂O₅ during the formation of flame sprayed coatings and its influence on the adhesion strength, abrasive wear and slurry erosive wear. **Wear**, v. 426, p. 277-284, 2019.

FAUCHAIS, P. L.; HEBERLEIN, J. VR; BOULOS, M. I. Industrial applications of thermal spraying technology. In: **Thermal spray fundamentals**. Springer, Boston, MA, 2014. p. 1401-1566.

FENKER, M. et al. Thermal stability, mechanical and corrosion behaviour of niobium-based coatings in the ternary system Nb–O–N. **Thin Solid Films**, v. 519, n. 8, p. 2457-2463, 2011.

ECKERT, J. Niobium and niobium compounds. **High Temperature Materials and Processes**, v. 11, n. 1-4, p. 97-118, 1993

GENTIL, V. Corrosão. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

GRAF, K., **Desenvolvimento de revestimentos Nb/Al por PTA**. Tese (Doutorado). UFPR Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2009.

GOMES, Maria Nalu Verona. **Desenvolvimento do compósito de Fe₃Al-K nanométrico em matriz de alumínio para revestimento depositado por Aspersão Térmica Chama A Pó**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, 2016 p. 299

GUEDES, E. **Desenvolvimento de modelo de previsão de microestrutura de Revestimento de aço inoxidável por aspersão térmica e soldagem**.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, 2021 p.177

GUILLEN, D. P. et al. **SURFACE PREPARATION OF STEEL SUBSTRATES USING GRIT-BLASTING**. Idaho National Laboratory (INL), 2005.

HIDALGO, V. H.; VARELA, F.J.; RICO, E. F.. Erosion wear and mechanical properties of plasma-sprayed nickel-and iron-based coatings subjected to service conditions in boilers. **Tribology International**, v. 30, n. 9, p. 641-649, 1997.

HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials**. 2. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2017

HAYNES, W. M. (Ed.). **CRC Handbook of Chemistry and Physics**. 95. ed. New York: CRC Press, 2014.

ISRAELSSON, N.. **High temperature oxidation and chlorination of FeCrAl alloys**. Chalmers Tekniska Hogskola (Sweden), 2014.

JUNIOR R. F. Nióbio. Agência Nacional de Mineração. Disponível em:< https://sistemas.anm.gov.br/publicacao/mostra_imagem.asp?IDBancoArquivoArquivo=3976 > Acesso em: 20 jan 2021

KACKER, Raghu N.; LAGERGREN, Eric S.; FILLIBEN, James J. Taguchi's orthogonal arrays are classical designs of experiments. **Journal of research of the National Institute of Standards and Technology**, v. 96, n. 5, p. 577, 1991.

KADLÍČEK, T.. **SCRATCH TEST. Micromechanics and microstructural description of materials**, 2014.

KAHRAMAN, N.; GÜLENC, B.. Abrasive wear behaviour of powder flame sprayed coatings on steel substrates. **Materials & design**, v. 23, n. 8, p. 721-725, 2002.

KO, E. I.; WEISSMAN, J. G. Structures of niobium pentoxide and their implications on chemical behavior. **Catalysis Today**, v. 8, n. 1, p. 27-36, 1990.

KUMAR, SN N.; DEVARAJAIAH, R. M.; PRABHU, T. R.. Review on aluminium based functionally graded composites. **Materials Today: Proceedings**, v. 39, p. 1743-1749, 2021.

LIMA, C. R. C.; TREVISAN, R. E.. Ensaio de adesão em revestimentos metal-cerâmicos obtidos por Aspersão Térmica a Plasma. **Ciência & Tecnologia**, v. 13, p. 51-62, 1999.

LIMA, C. C., TREVISAN, R. **Aspersão Térmica: Fundamentos e Aplicações**. São Paulo: Artliber, 2 ed. 2007.

MARIANO, N. A., PIRES, A. D. C., MUROLO, J. P., KURI, S. E. Avaliação da resistência à corrosão em aço inoxidável martensítico do tipo Cr-Ni em meio marinho sintético simulando atividades em águas profundas. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 59, n. 1, p. 135- 139, 2006.

MARIANO, C.. **Obtenção de revestimentos de nióbio depositados por aspersão térmica para proteção à corrosão marinha. 2008.** Tese de Doutorado. Dissertação de Mestrado-UFPR, Curitiba.

MARIANO, C.; PAREDES, R. S. C.; FRARE JÚNIOR, A. F., Desenvolvimento de Revestimentos de Nióbio Resistentes a Elevadas Temperaturas Depositados por Aspersão Térmica. **4º PDPETRO**, Campinas, SP, 2007.

MASSALSKI, T.; SUBRAMANIAN, P. R. **Hf (Hafnium) Binary Alloy Phase Diagrams**. Cleveland: ASM international, 1990.

MARQUES, P. V.. Informação Técnica :Aspersão Térmica. **Infosolda**, 2003.

MENDES, M. S. A. et al. ESTUDO PROSPECTIVO DA APLICAÇÃO TECNOLÓGICA DO NIÓBIO AO SETOR AEROESPACIAL. In: **V ENPI- Encontro Nacional de Propriedade Intelectual**. 2019.

MENEGOTTO, G. F. **Efeito do Si na síntese de ligas e revestimentos a partir da deposição de misturas de Nb/Al**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, 2015

METCO, O. An introduction to thermal spray. 6. ed. Switzerland: Oerlikon Metco, 2016, 24 p

MOTTA, F. P. **Propriedades de revestimentos de nióbio obtidos por aspersão térmica a plasma sobre aço API 5L X65**.2011. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul

NICO, C.; MONTEIRO, T.; GRAÇA, M.I PF. Niobium oxides and niobates physical properties: Review and prospects. **Progress in Materials Science**, v. 80, p. 1-37, 2016.

NIKKEL, W..**Resistência ao desgaste por abrasão com impacto de revestimentos duros de Fe-WC, em substratos de aço austemperado, depositado por aspersão térmica arco elétrico, com e sem tratamento térmico**. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Paraná – UFPR, Curitiba, 2016.

REGIS JUNIOR, O.. **Viabilidade dos revestimentos anticorrosivos com Nb₂O₅/Cu, Nb₂O₅/Ni e Nb₂O₅/Al aplicados por aspersão térmica para estruturas enterradas de linhas de transmissão**. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais - PIPE) – Universidade Federal do Paraná – UFPR, 2011.

PADILHA, H. **Desenvolvimento “in situ” de intermetálicos ni-al em superfícies de aço inoxidável AISI 304 através da aplicação por aspersão térmica de mistura de pós de níquel e alumínio.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná – UFPR, Curitiba, 2011.

PANNONI, D. F. Fundamentos da corrosão. **Pintura industrial**, v. 48, n. 16, p. 32-35, 2007.

PANOSSIAN, Z.. Revestimentos Metálicos para Proteção contra Corrosão. Florianópolis: **ABM**, 2001.

PAREDES, R. S. C. **Estudo de revestimentos de alumínio depositados por três processos de aspersão térmica para a proteção do aço contra a corrosão marinha. Tese (Doutorado).** Florianópolis, Universidade Federal de Santa Catarina, 266 p., 1998.

PAREDES, R. S. C. Aspersão Térmica. Texto Guia da Disciplina de Aspersão Térmica na Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da UFPR (disponível na Biblioteca da UFPR -Centro Politécnico) - **Universidade Federal do Paraná**, 2012.

PAREDES, R. S. C., NIKKEL, W., SUCHARSKI, G. B., COSTA, P. P. B. **Optimization of arc-sprayed iron-based tungsten carbide hard coatings on harvester blades.** Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering, v. 41, n. 5, p. 217, 2019

PAVLYUCHKOV, D. et al. Al–Cr–Fe phase diagram. Isothermal Sections in the region above 50 at% Al. **Calphad**, v. 45, p. 194-203, 2014.

PAWLOWSKI, L.. **The science and engineering of thermal spray coatings.** John Wiley & Sons, 2008.

PETROBRAS NORMA N-2598/Fev 96: **Seleção e Aplicação (por Aspersão Térmica) do Alumínio, Zinco e Suas Ligas Como Revestimento Anticorrosivo.** CONTEC -Comissão de Normas Técnicas, 1996.

PETROBRAS. **N-2568:** Revestimentos metálicos por aspersão térmica - referências - elaboração. Rio de Janeiro, 2018.

POURBAIX, M. **Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solution.** Houston: National Association of Corrosion Engineers, 1974.

REGIS JR, O. **Viabilidade dos revestimentos anticorrosivos com Nb₂O₅/Cu, Nb₂O₅/Ni, e Nb₂O₅/Al aplicados por aspersão térmica para estruturas enterradas de linhas de transmissão.** 2011. Tese de Doutorado. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais)–Universidade Federal do Paraná. Curitiba.

RODRIGUEZ, R. M. H. P. **Formação de óxidos nos revestimentos de alumínio depositados por aspersão térmica**. 134 f. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2003.

RODRIGUEZ, R.M.H.P; DA SILVA, J. M.; PAREDES, R. S. C. Proteção contra a corrosão marinha-comparação de revestimentos de alumínio depositados por aspersão térmica com ar comprimido, argônio e nitrogênio. **In: 2º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo & Gás**. 2003.

SADEGHI, E.; MARKOCSAN, N.; JOSHI, S. **Advances in Corrosion-Resistant Thermal Spray Coatings for Renewable Energy Power Plants. Part I: Effect of Composition and Microstructure**. Journal of Thermal Spray Technology, p. 1-40, 2019.

SALEH, B. et al. 30 Years of functionally graded materials: An overview of manufacturing methods, **Applications and Future Challenges**. Composites Part B: Engineering, p. 108376, 2020.

SCHÄFER, H; GRUEHN, R.; SCHULTE, F. The modifications of niobium pentoxide. **Angewandte Chemie International Edition in English**, v. 5, n. 1, p. 40-52, 1966.

SIITONEN, P.; KONOS, T.; KETTUNEN, P. O. Corrosion properties of stainless steel coatings made by different methods of thermal spraying. **In: 1994 Thermal spray industrial applications: Proceedings**. 1994.

SILVA, C. S. Nióbio. Balanço Mineral Brasileiro.2001 Departamento Nacional de Produção Mineral. Disponível em: <<http://www.dnpm.gov.br/dnpm/paginas/balanco-mineral/arquivos/balanco-mineral-brasileiro-2001-niobio>> Acesso em: 15 fev.2021

SILVA, V. C.; PAREDES, R. S. C.. Efeito do Pré-aquecimento e de Único e Múltiplos Passes no Grau de Porosidade, Oxidação e Microdureza de um Revestimento de Aço Inoxidável Duplex Depositado por Aspersão Térmica Chama Arame. **Soldagem & Inspeção**, v. 21, n. 4, p. 529-541, 2016.

SILVA, V. C..**Análise do revestimento em aço inoxidável duplex AF 2209 depositado via aspersão térmica chama arame com e sem substrato pré-aquecido**. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Paraná – UFPR, Curitiba, 2016.

SILVA, A. **Estudo de revestimento com a liga Stellite 6 no substrato de Alumínio 6351-t6 por aspersão térmica Chama-pó**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, 2017 p. 112

STACHOWIAK, G. BATCHELOR, A. W. **Engineering tribology**. Butterworth-Heinemann, 2013.

SUCHARSKI, Gustavo B. **Deposição de Revestimentos Tipo Barreira Térmica por Aspersão Térmica. 2012.** 165 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2012.

SUCHARSKI, B. G. **Estudo da erosão por cavitação sobre diferentes morfologias de revestimentos de FeMnCrSiB aplicados por aspersão térmica chama FS e HVOF com tratamento de shot peening.** 148 f. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2016

SUCHARSKI, G. B., PUKASIEWICZ, A. G. M., VÁZ, R. F., PAREDES, R. S. C.. Optimization of the deposition parameters of HVOF FeMnCrSi+ Ni+ B thermally sprayed coatings. **Soldagem & Inspeção**, v. 20, n. 2, p. 238-252, 2015.

SYREK-GERSTENKORN, B; PAUL, S; DAVENPORT, A. J. Sacrificial thermally sprayed aluminium coatings for marine environments: A review. **Coatings**, v. 10, n. 3, p. 267, 2020.

SZYMAŃSKI, K. et al. **Thermally sprayed coatings resistant to erosion and corrosion for power plant boilers-A review.** Surface and Coatings Technology, v. 268, p. 153-164, 2015.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA. Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste (LTAD). Boletins Técnicos. Uberlândia em: <http://www.ltad.mecanica.ufu.br/sites/ltad.mecanica.ufu.br/files/anexos/ensaios_de_desgaste_abrasivo.pdf>. Acesso: 6 dez. 2021

UUSITALO, M. A.; VUORISTO, P. M. J.; MÄNTYLÄ, T. A. Elevated temperature erosion–corrosion of thermal sprayed coatings in chlorine containing environments. **Wear**, v. 252, n. 7-8, p. 586-594, 2002.

UDUPA, G.; RAO, S. S.; GANGADHARAN, K. V. Functionally graded composite materials: an overview. **Procedia Materials Science**, v. 5, p. 1291-1299, 2014.

WEI, H. et al. Mechanical wear debris feature, detection, and diagnosis: A review. **Chinese Journal of Aeronautics**, v. 31, n. 5, p. 867-882, 2018.

ANEXO



COMERCIAL PARINOX LTDA
 R. FAGUNDES VARELA, 1632 - CEP: 82520-040 - CURITIBA / PR
 CNPJ: 02.764.053/0001-04 I.E: 90168694-70
 Fone/Fax: (41) 3091-0101 financeiro@parinox.com.br

Certificado de Qualidade Numero: 120.900

Item	Descrição	Qtidade	Un.	Composição Química										Ensaio Físico				
				C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Dureza	Res.Tra.	Lim.Esc.	C.Prova		
01502540	BR.RED.INOX 316 25,40MM	1,00	PC	0,017	0,34	1,46	0,030	0,026	10,66	16,97	2,19				162,00			
Dados Adicionais Corrida: 0809586				Observações: HBW														

Os dados acima certificados foram transcritos dos certificados originais fornecidos pelos fabricantes dos produtos e encontram-se em nossos arquivos.

COMERCIAL PARINOX LTDA