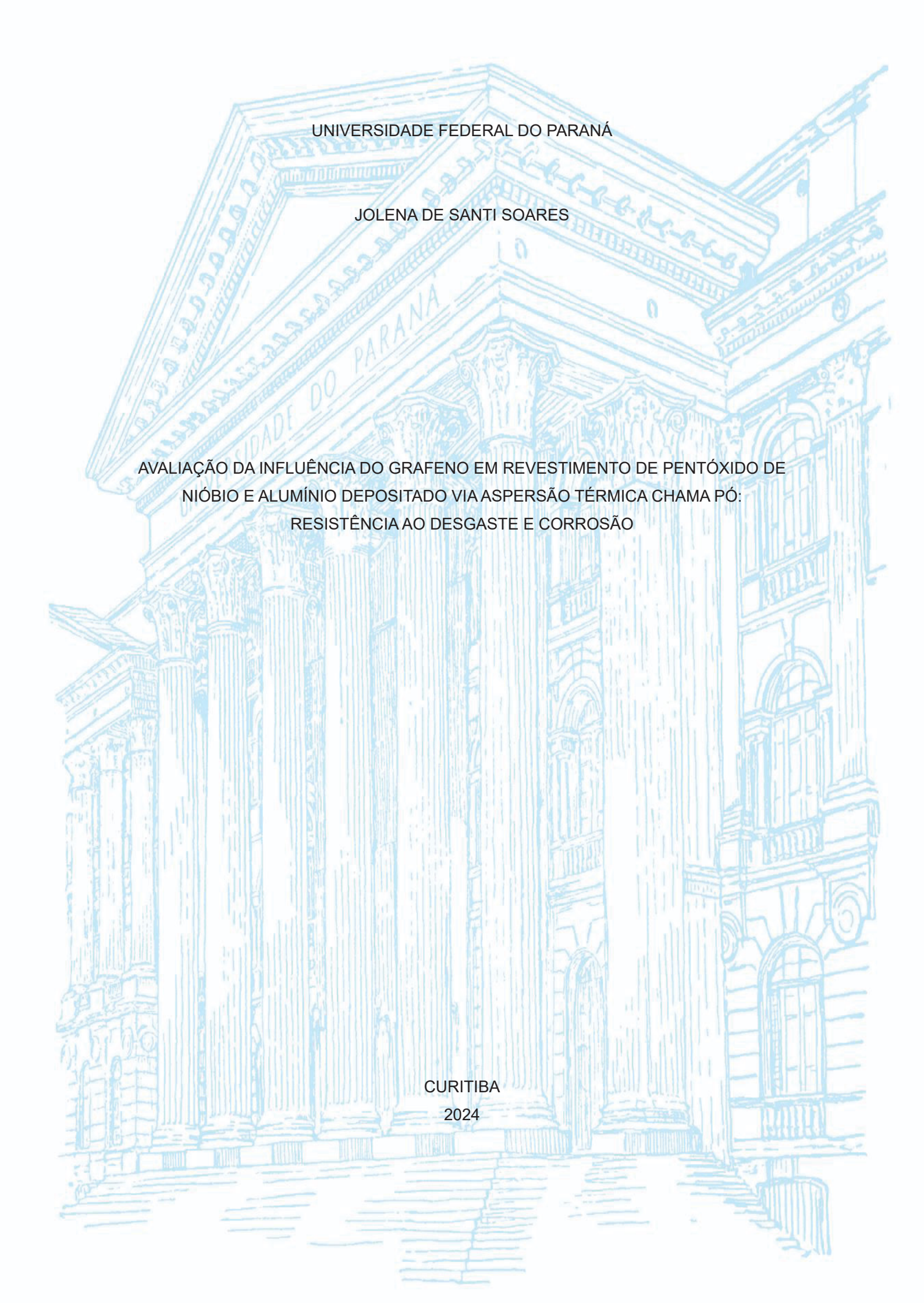




UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

JOLENA DE SANTI SOARES

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO GRAFENO EM REVESTIMENTO DE PENTÓXIDO DE
NIÓBIO E ALUMÍNIO DEPOSITADO VIA ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA PÓ:
RESISTÊNCIA AO DESGASTE E CORROSÃO

CURITIBA

2024

JOLENA DE SANTI SOARES

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO GRAFENO EM REVESTIMENTO DE PENTÓXIDO DE
NIÓBIO, ALUMÍNIO DEPOSITADO VIA ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA PÓ:
RESISTÊNCIA AO DESGASTE E CORROSÃO

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

Orientador: Prof. Dr. Ramón Sigifredo Cortés Paredes

CURITIBA 2024

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

Soares, Jolena de Santi

Avaliação da influência do grafeno em revestimento de pentóxido de nióbio, alumínio depositado via aspersão térmica chama pó: resistência ao desgaste e corrosão. / Jolena de Santi Soares. – Curitiba, 2024.

1 recurso on-line : PDF.

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

Orientador: Prof. Dr. Ramón Sigifredo Cortés Paredes

1. Aspersão térmica. 2. Pentóxido de nióbio. 3. Alumínio. 4. Revestimentos. 5. Alumínio. I. Universidade Federal do Paraná. II. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Paredes, Ramón Sigifredo Cortés. IV. Título.

Bibliotecária: Roseny Rivelini Morciani CRB-9/1585



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 **JOLENA DE SANTI SOARES** intitulada: **AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO GRAFENO EM REVESTIMENTO DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO E ALUMÍNIO DEPOSITADO VIA ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA PÓ: RESISTÊNCIA AO DESGASTE E CORROSÃO**, sob orientação do Prof. Dr. RAMON SIGIFREDO CORTES PAREDES, 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, 02 de Maio de 2024.

Assinatura Eletrônica

27/06/2024 11:16:06.0

RAMON SIGIFREDO CORTES PAREDES

Presidente da Banca Examinadora

Assinatura Eletrônica

05/05/2024 13:34:20.0

THAIS HELENA SYDENSTRICKER FLORES-SAHAGUN

Avaliador Interno (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ)

Assinatura Eletrônica

06/05/2024 10:58:15.0

JOSE MAURILIO DA SILVA

Avaliador Externo (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ)

Assinatura Eletrônica

27/06/2024 13:08:43.0

CESAR EDIL DA COSTA

Avaliador Externo (UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA)

Centro Politécnico - CURITIBA - Paraná - Brasil

CEP 81531980 - Tel: 41 3361-3701 - E-mail: pgmec@ufpr.br

Documento assinado eletronicamente de acordo com o disposto na legislação federal Decreto 8539 de 08 de outubro de 2015.

Gerado e autenticado pelo SIGA-UFPR, com a seguinte identificação única: 363145

Para autenticar este documento/assinatura, acesse <https://siga.ufpr.br/siga/visitante/autenticacaoassinaturas.jsp> e insira o código 363145

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer primeiramente a Deus por me guiar e por colocar pessoas tão especiais e importantes em meu caminho.

A minha família, meu pai João Almir Soares e minha mãe Helena de Santi Soares, que foram e são o pilar para que eu pudesse chegar até aqui, que não me deixaram abalar com os empecilhos que surgiram durante esta caminhada, que me deram toda educação e inspiração para concluir mais uma etapa, vocês são meu exemplo de vida!

Ao meu esposo Jefferson Czulniak que me aguentou durante esta caminhada, sempre me apoiando e incentivando em minha carreira. Sempre cuidando da nossa pequena enquanto dedicava horas e mais horas nos laboratórios da UFPR.

A minha filha linda, Selena de Santi Soares Czulniak, que, com paciência, esperava a mamãe terminar de escrever a interminável dissertação, para poder brincar. Que ficava vendo a mamãe escrever e queria ajudar, filha tudo isso foi por você!

Ao meu orientador, professor Dr. Ramón Sigfredo Cortés Paredes, que acreditou no meu potencial e me orientou com toda a paciência e dedicação, me mostrando o caminho para o sucesso.

Ao meu amigo e compadre Rullian Pinheiro que me incentivou a entrar no programa de mestrado, me mostrou o caminho e me auxiliou em todas etapas deste projeto, desde a escolha do tema até as análises finais, gratidão eterna!

Aos colegas que fiz durante a realização deste sonho, Larissa Santos, Hugo Crema, Edson e a minha amiga de profissão, profa. Beatriz Fernandes de Castro, todos vocês fizeram parte deste sonho!

Ao professor José Maurílio da Silva que aceitou fazer parte deste projeto e contribuiu com seu vasto conhecimento, sem você não teria dado certo!

A Flávia do CME – Centro de Microscopia Eletrônica, agradeço as tardes que passamos analisando MEV e EDS e pelo carinho com minhas análises.

Ao PGMEC e sua coordenação pela organização do programa de mestrado que foram primordiais para que fosse possível desenvolver esse trabalho.

RESUMO

A busca por componentes mais resistentes ao desgaste e a corrosão cresce cada vez mais no meio industrial, e com isso os revestimentos vêm aumentando a vida útil de equipamentos e reduzindo custos de manutenção. Existem várias técnicas de revestimento e a que está se destacando atualmente é o processo de Aspersão térmica, por ser versátil e permitir deposição de revestimentos nos mais diversos tipos de substrato. O objetivo deste trabalho é avaliar a influência da adição de grafeno em misturas de Pentóxido de Nióbio (Nb_2O_5) e Alumínio (Al), depositado em aço inoxidável austenítico, aspergidos via aspersão térmica chama pó (*Flame Powder Spray - FSp*), a partir da utilização da metodologia de Taguchi e procedimentos para a caracterização dos revestimentos processados por técnicas de caracterização de superfície, ensaios de corrosão e ensaios de resistência ao desgaste. Será avaliada as propriedades dos revestimentos com adição de grafeno. Os resultados mostram que a adição de grafeno teve boa interação com as misturas de Nb_2O_5 e Al com a formação de intermetálicos nos revestimentos. A espessura e a aderência do revestimento não sofreram influência da adição do grafeno, tendo os mesmos resultados dos revestimentos sem grafeno. O maior impacto da adição do grafeno se deu na dureza do revestimento, aumento a dureza do material em 300%. Por fim a qualidade do revestimento frente a corrosão não sofreu influências perceptíveis ao revestimento, ficando com o potencial de proteção de pites de -700mV (Milivolt).

Palavras-chave: Aspersão térmica chama pó. Pentóxido de nióbio. Alumínio. Revestimento. Grafeno

ABSTRACT

The search for components that are more resistant to wear and corrosion is increasingly growing in the industrial environment, and as a result, coatings are increasing the useful life of equipment and reducing maintenance costs. There are several coating techniques and the one currently standing out is the thermal spraying process, as it is versatile and allows the deposition of coatings on the most diverse types of substrate. The objective of this work is to evaluate the influence of the addition of graphene in mixtures of Nb₂O₅ and Al, deposited on austenitic stainless steel, sprayed via thermal aspersion flame powder (Flame Powder Spray - FSp), using the Taguchi methodology and procedures for the characterization of processed coatings by surface characterization techniques, corrosion tests and wear resistance tests. The properties of coatings with the addition of graphene will be evaluated. The results show that the addition of graphene had good interaction with the mixtures of Nb₂O₅ and Al, showing signs of intermetallic formation in the coatings. The thickness and adhesion of the coating were not influenced by the addition of graphene, resulting in results similar to coatings without graphene. The biggest impact of adding graphene was on the hardness of the coating, increasing the material's hardness by 300%. Finally, the quality of the coating against corrosion did not suffer any noticeable influences on the coating, leaving it with a pit protection potential of -700mV.

Keywords: Thermal spraying. High velocity thermal spray. Niobium pentoxide. Aluminum. Coating.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 PRODUÇÃO MUNDIAL DE AÇO INOX (Milhões t)	1
FIGURA 2 ESQUEMA DE UM BICO DE PISTOLA NA PRODUÇÃO DE UM REVESTIMENTO VIA ASPERSÃO TÉRMICA.....	7
FIGURA 3 FORMAÇÃO DE UM REVESTIMENTO POR ASPERSÃO TÉRMICA	8
FIGURA 4 CLASSIFICAÇÃO DOS PROCESSOS DE ASPERSÃO	9
FIGURA 5 PISTOLA A COMBUSTÃO DO PROCESSO FSp	11
FIGURA 6 BICO DA PISTOLA PARA PROCESSO CHAMA PÓ	11
FIGURA 7 SISTEMA DA LINHA MÉDIA PARA AVALIAÇÃO DA RUGOSIDADE DA SUPERFÍCIE	14
FIGURA 8 ESQUEMA DE PARTÍCULAS ASPERGIDAS FAZENDO ANALOGIA COM A TENSÃO SUPERFICIAL DE FLUÍDOS	15
FIGURA 9 FORMAÇÃO DE UM REVESTIMENTO UTILIZANDO O PROCESSO CHAMA ARAME. a) FUSÃO DO ARAME E FORMAÇÃO DE PARTÍCULAS TRANSFERIDAS POR AR COMPRIMIDO. b) MICROESTRUTURA E CORTE TRANSVERSAL DO REVESTIMENTO. c) ARAME NO BICO DA PISTOLA EXPOSTO A CHAMA OXIACETILÊNICA.	16
FIGURA 10 FORMAÇÃO DE UM REVESTIMENTO UTILIZANDO O PROCESSO POR ARCO ELÉTRICO COM ARAME. a) FUSÃO DO ARAME NO ARCO VOLTAICO E FORMAÇÃO DE PARTÍCULAS TRANSFERIDAS POR AR COMPRIMIDO. b) MICROESTRUTURA E CORTE TRANSVERSAL DO REVESTIMENTO. c) VISTA DO REVESTIMENTO NA SUPERFÍCIE DO REVESTIMENTO	17
FIGURA 11 FORMAÇÃO DE UM REVESTIMENTO UTILIZANDO O PROCESSO A CHAMA DE ALTA VELOCIDADE – HVOF COM ALIMENTAÇÃO DE PÓS.....	18
FIGURA 12 ESQUEMA DE PARTÍCULAS ASPERGIDAS DE DIFERENTES ÂNGULOS DE ASPERSÃO	21
FIGURA 13 ARRANJO BÁSICO DE UM ENSAIO DE TRAÇÃO	23
FIGURA 14 FONTES DE OXIDAÇÃO NO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA POR ARCO ELÉTRICO	24

FIGURA 15 FORMAÇÃO DOS ÓXIDOS NO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA POR ARCO ELÉTRICO	25
FIGURA 16 PARTÍCULA NO MOMENTO DE CONTATO COM O SUBSTRATO	25
FIGURA 17 17ÓXIDOS E VAZIOS FORMADOS NO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA POR ARCO EÉTRICO.....	26
FIGURA 18 DIAGRAMA DE POURBAX PARA O SISTEMA NB-H ₂ O A 25°C .	30
FIGURA 19 DIAGRAMA DE FASES NB-AL.....	37
FIGURA 20 ESPECTROSCOPIA RAMAN PARA NANOPLAQUETAS DE GRAFENO DE GRAU C.....	40
FIGURA 21 MICROSCOPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA - SIGMA 300 VP	41
FIGURA 22 CORPOS DE PROVA DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316	43
FIGURA 23 CAMARA DE JATEAMENTO CMV – GS 9075.....	43
FIGURA 24 RUGOSÍMETRO PORTÁTIL MITUTOYO SJ210	44
FIGURA 25 EQUIPAMENTO DE ASPERSÃO COM ALIMENTADOR DE PÓ SULZER METCO 5MPE (a) E PISTOLA SULZER METCO 6P-II (b).....	45
FIGURA 26 DISPOSIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA DEPOSIÇÃO ..	45
FIGURA 27 A) AQUECIMENTO DOS CORPOS DE PROVA COM TOCHA B) PROCESSO DE DEPOSIÇÃO DO RESVESTIMENTO	47
FIGURA 28 CORPOS DE PROVA APÓS DEPOSIÇÃO DO REVESTIMENTO	47
FIGURA 29 EMBUTIMENTO DOS CORPOS DE PROVA NA PRENSA DE EMBUTIMENTO.....	49
FIGURA 30 CORPOS DE PROVA EMBUTIDOS.....	49
FIGURA 31 ENSAIO DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO	50
FIGURA 32 CARACTERIZAÇÃO VISUAL DA VALIDAÇÃO DO REVESTIMENTO APÓS ENSAIO.....	51
FIGURA 33 DISPOSITIVO UTILIZADO PARA O ENSAIO DE ADERÊNCIA – EMIC DL 2000.....	52
FIGURA 34 MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA TESCAN VEGA 3 LMU.....	53

FIGURA 35 EQUIPAMENTO DE ENSAIO MICRODUREZA VICKERS MITUTOYO 810-127A HM-122	54
FIGURA 36 TÉCNICA ELETROQUÍMICA NAS AMOSTRAS TIPO CHAPA....	55
FIGURA 37 CÉLULA ELETROQUÍMICA DE APERTO A) CÉLULA COM CONEXÕES ENTRE ELETRODOS DE REFERÊNCIA E ELETRODO DE TRABALHO B) CONTROLE DOS PARÂMETROS DA CÉLULA.....	56
FIGURA 38 POTENCIOSTATO DE TECNOLOGIA IVIUM, VERTEX.ONE.EIS. V28 909.....	57
FIGURA 39 a)DRX da mistura de alumínio e pentóxido de nióbio, por 120 minutos b)MEV do aglomerado de partículas, aumento de 1500x.....	58
FIGURA 40 MEV DOS PÓS DE ASPERSÃO a)MISTURA Nb ₂ O ₅ 60%wtAl b) MISTURA Nb ₂ O ₅ 50%wtAl c) MISTURA Al60%wtNb ₂ O ₅	59
FIGURA 41 EDS DA MISTURA Nb ₂ O ₅ 60%wtAl	60
FIGURA 42 MAPEAMENTO QUÍMICO EDS DA MISTURA Nb ₂ O ₅ 60%wtAl ...	60
FIGURA 43 EDS DA MISTURA Nb ₂ O ₅ 50%wtAl	61
FIGURA 44 EDS DA MISTURA Al60%wtNb ₂ O ₅	62
FIGURA 45 PADRÕES PARA AVALIAÇÃO DAS TRINCAS E DESCONTINUIDADES EM CORPOS-DE-PROVA REVESTIDOS E ENSAIADOS POR DOBRAMENTO	67
FIGURA 46 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P1	68
FIGURA 47 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P2	68
FIGURA 48 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P3	69
FIGURA 49 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P4	70
FIGURA 50 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P5	70
FIGURA 51 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P6	71
FIGURA 52 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P7	72

FIGURA 53 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P8	72
FIGURA 54 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P9	73
FIGURA 55 AMOSTRA SENDO SUBMETIDA AO ENSAIO DE ADERENCIA POR DOBRAMENTO – COMPOSIÇÃO Nb_2O_5 50%wtAl	74
FIGURA 56 MODO DE FALHA DE ADERÊNCIA DO REVESTIMENTO	75
FIGURA 57 SECÇÃO TRANSVERSAL DA MORFOLOGIA DO REVESTIMENTO Nb_2O_5 60%wtAl	80
FIGURA 58 SECÇÃO TRANSVERSAL DA MORFOLOGIA DO REVESTIMENTO Nb_2O_5 50%wtAl	82
FIGURA 59 SECÇÃO TRANSVERSAL DA MORFOLOGIA DO REVESTIMENTO Al60%wt Nb_2O_5	83
FIGURA 60 VOLTAMETRIA DO METAL AÇO INOX 316 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.....	87
FIGURA 61 POTENCIODINAMICA ANÓDICA METAL AÇO INOX 316 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M	88
FIGURA 62 VOLTAMETRIA DO AÇO INOX 304 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	89
FIGURA 63 POTENCIODINAMICA ANÓDICA DO AÇO INOX 304 EM 3,5% de KCl OU KCl 0,5M	90
FIGURA 64 VOLTAMETRIA P1 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	92
FIGURA 65 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P1 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	92
FIGURA 66 VOLTAMETRIA DO PARÂMETRO P2 EM 3,5 % DE KCl OU KCl 0,5M.	93
FIGURA 67 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P2 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	94
FIGURA 68 VOLTAMETRIA DO PARÂMETRO P3 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	95
FIGURA 69 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P3 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M	95

FIGURA 70 VOLTAMETRIA DA AMOSTRA P4 EM 3,5 % DE KCl OU KCl 0,5M.	97
FIGURA 71 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P4 EM 3,5 % DE KCl OU KCl 0,5M.	97
FIGURA 72 VOLTAMETRIA P5 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	98
FIGURA 73 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P5 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	99
FIGURA 74 VOLTAMETRIA P6 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	100
FIGURA 75 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P6 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	100
FIGURA 76 Voltametria P7 em 3,5 % de KCl ou KCl 0,5M.	102
FIGURA 77 POTENCIODINÂMICA ANÓDICA P7 EM 3,5 % DE KCl OU KCl 0,5M.	102
FIGURA 78 VOLTAMETRIA P8 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	103
FIGURA 79 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P8 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	104
FIGURA 80 VOLTAMETRIA P9 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	105
FIGURA 81 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P9 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.	105

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 COMPARAÇÃO DAS PROPRIEDADES E CARACTERÍSTICAS OBTIDAS EM CADA TIPO DE PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA	10
TABELA 2 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO NIÓBIO.....	29
TABELA 3 RELAÇÃO DA DUREZA DO NIÓBIO EM RELAÇÃO AO TEOR DE OXIGÊNIO.....	31
TABELA 4 ARRANJOS ORTOGONAIS DE TAGUCHI.....	34
TABELA 5 FATORES EXPERIMENTAIS DO MÉTODO DE TAGUCHI.....	34
TABELA 6 FATORES DE CONTROLE.....	35
TABELA 7 ARRANJO ORTOGONAL L9.....	35
TABELA 8 PARÂMETROS DO PROCESSO DE ASPERSÃO FS.....	36
TABELA 9 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PÓ DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO...	39
TABELA 10 PROPORÇÃO DO PÓ DE ASPERSÃO	41
TABELA 11 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AÇO INOXIDÁVEL AISI 304	42
TABELA 12 PARÂMETROS DE JATEAMENTO ABRASIVO	44
TABELA 13 PARÂMETROS DO PROCESSO DE ASPERSÃO FS.....	46
TABELA 14 PARÂMETROS FIXOS DO PROCESSO	46
TABELA 15 CRITÉRIO DE AVALIAÇÃO DA ESPESSURA DOS REVESTIMENTOS.....	48
TABELA 16 CRITÉRIOS DE AVALIAÇÃO PARA VALIDAÇÃO DO REVESTIMENTO APÓS ENSAIO.....	51
TABELA 17 RUGOSIDADE MÉDIA (Ra) DO SUBSTRATO APÓS LIMPEZA.	63
TABELA 18 ESPESSURA DOS REVESTIMENTOS APÓS DEPOSIÇÃO	66
TABELA 19 RESULTADOS MÉDIOS DA TENSÃO E ESPESSURA DAS AMOTRAS.....	76
TABELA 20 RESULTADO DAS ANÁLISES DE MICRODUREZA PARA CADA FATOR DE CONTROLE	85
TABELA 21 INFLUÊNCIA DOS FATORES DE CONTROLE NOS RESULTADOS DE MICRODUREZA.....	86
TABELA 22 INFLUÊNCIA DOS FATORES DE CONTROLE NOS RESULTADOS DE POTENCIODINÂMICA ANÓDICA.....	106

LISTA DE ABREVIATURAS OU SIGLAS

ABINOX – Associação Brasileira de Aço Inoxidável
ABNT NBR – Associação Brasileira de Normas Técnicas – NORMA BRASILEIRA
ASTM C-633/13 – Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal
AISI – aço inox, composto por ferro, cromo e níquel
AT – Aspersão térmica
CBMM - Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração
CFC – estrutura cúbica de face centrada
DRX – Difractometria de raios-x
EA – Contra eletrodo
EDS – Espectroscopia por energia dispersiva
EP – Potencia de Pite
Epp – Pite recém-formado
ER – Eletrodo de referência
Erep – potencial de repouso
ET – Eletrodo de trabalho
FSp – Aspersão térmica chama pó
FS – Aspersão térmica convencional
G – grafeno puro
pH – potencial hidrogeniônico
PTA – Plasma com arco transferido
HVOF – High Velocity Oxygen Fuel
ISO - Organização Internacional de Normalização
LABATS – Laboratório de Aspersão Térmica e Soldagens Especiais
MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura
NACE 1 Sa3 – Jateamento ao metal branco
Ra – Desvio médio aritmético
Rz – Altura irregularidade
Ry – Altura máxima irregularidade
Spray Coatings
Sa3 – Grau de limpeza 3

LISTA DE SÍMBOLOS

° - Grau

μm – micrômetro

C – Celsius

Al – Alumínio

Ag – prata

Ag/AgCl - prata/cloreto de prata

Ar – Argônio

a.u – unidade arbitrária

Cb – Colômbio

cm – centímetro

cm² – centímetro quadrado

Co – Cobalto

CO₂ – Dióxido de carbono

Cr – Cromo

Fe – Ferro

g/min – grama por minuto

g/cm³ – grama por centímetro cúbico

H₂ – Gás Hidrogênio

H₂O – água

HV - Número Vickers razão = entre a carga (kgf) e a área superficial da impressão (mm²)

K – Potássio

KCl – Cloreto de potássio

kHz - kilohertz

kgf – quilograma força

l/min – litro por minuto

m³/h – Metros cúbicos por hora

m/s – metros por segundo

Mpa – Mega pascal

Mo – Molibdênio

mA – milésimo do ampère

mV – Milivolts

mV/s – milivolts por segundo

mm² – milímetro quadrado

N₂ – Gás Nitrogênio

Nb – Nióbio

Nb₂O₅ – Pentóxido de Nióbio

Ni – Níquel

O₂ – Gás oxigênio

O – Oxigênio

Psi – libras por polegada quadrada

Si – Silício

Ta – tântalo

Ti – Titânio

V – volts

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	1
1.1	JUSTIFICATIVA	3
1.2	OBJETIVOS	4
1.2.1	Objetivo geral.....	5
1.2.2	Objetivos específicos	5
1.3	HIPÓTESE.....	6
2	REVISÃO DE LITERATURA	6
2.1	Aspersão térmica.....	7
2.1.1	Aspersão térmica chama pó – <i>Flame Powder Spray: FSp</i>	10
2.2	PREPARO DO SUBSTRATO	12
2.2.1	Limpeza.....	12
2.2.2	Rugosidade da superfície	13
2.2.3	Pré-aquecimento	14
2.3	CARACTERÍSTICAS E PROPRIEDADES DOS REVESTIMENTOS	15
2.3.1	Porosidade.....	19
2.3.2	Aderência	21
2.3.3	Óxidos	23
2.4	CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS USADOS NOS REVESTIMENTOS.....	27
2.4.1	Alumínio	27
2.4.2	Nióbio e seus óxidos	28
3	MATERIAIS E MÉTODOS	33
3.1	Planejamento experimental.....	33
3.2	Preparação das matérias primas	36
3.2.1	Pó para aspersão.....	36
3.2.2	Substrato	42
3.3	A aspersão	44
3.4	PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA.....	48
3.5	CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS	50
3.5.1	ENSAIO DE ADERÊNCIA – DOBRAMENTO	50
3.5.2	ENSAIO DE ADERÊNCIA - TRAÇÃO.....	51
3.5.3	MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA – MEV	52
3.5.4	ESPECTROSCOPIA DE RAIO X – EDS.....	53

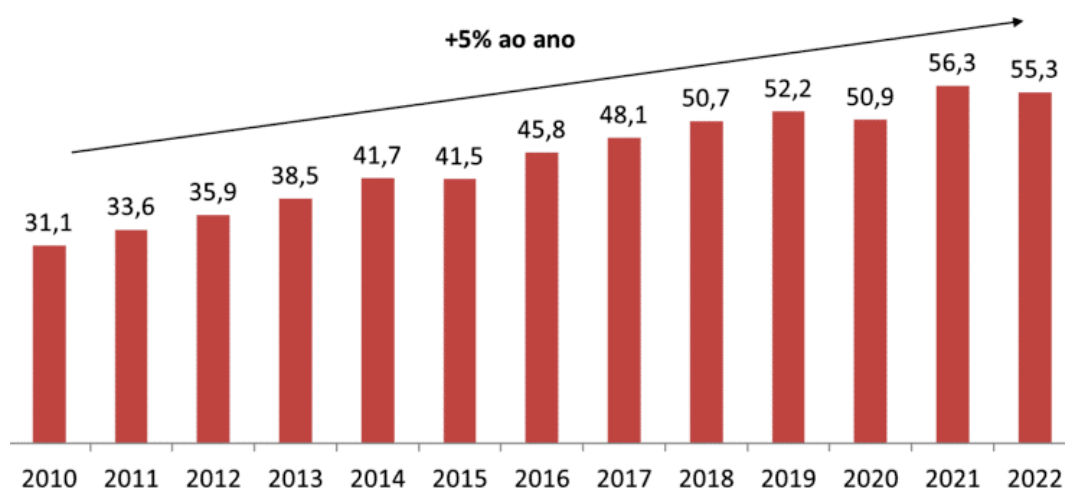
3.5.5	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS	54
3.5.6	ENSAIO ELETROQUÍMICO	55
4	RESULTADOS e discussões	58
4.1	MEV E EDS DAS MISTURAS DE REVESTIMENTO	58
4.1.1	RUGOSIDADE DO SUBSTRATO	62
4.2	ANÁLISES aPÓS DEPOSIÇÃO DO REVESTIMENTO NO SUBSTRATO	64
4.2.1	ESPESSURA DO REVESTIMENTO	64
4.2.2	ENSAIO DE ADERÊNCIA – DOBRAMENTO	67
4.2.3	ENSAIO DE ADERÊNCIA – TRAÇÃO	75
4.2.4	MORFOLOGIA DO REVESTIMENTO	79
4.2.5	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO REVESTIMENTO	84
4.2.6	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS	85
4.2.7	ENSAIO DE POLARIZAÇÃO POTENCIODINÂMICA ANÔDICA	86
5	CONCLUSÃO	107
5.1	RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	109
	REFERÊNCIAS	110
	APÊNDICE 1 – NORMA SIS 055900/67	120
	ANEXO 1 – eds PARÂMETRO p1	121
	ANEXO 1 – eds PARÂMETRO p1	122
	ANEXO 2 – eds PARÂMETRO p2	123
	ANEXO 2 – eds PARÂMETRO p2	124
	ANEXO 3 – eds PARÂMETRO p3	125
	ANEXO 3 – eds PARÂMETRO p3	126
	ANEXO 4 – eds PARÂMETRO p4	127
	ANEXO 4 – eds PARÂMETRO p4	128
	ANEXO 5 – eds PARÂMETRO p5	129
	ANEXO 5 – eds PARÂMETRO p5	130
	ANEXO 6 – eds PARÂMETRO p6	131
	ANEXO 6 – eds PARÂMETRO p6	132
	ANEXO 7 – eds PARÂMETRO p7	133
	ANEXO 7 – eds PARÂMETRO p7	134
	ANEXO 8 – eds PARÂMETRO p8	135
	ANEXO 8 – eds PARÂMETRO p8	136
	ANEXO 9 – eds PARÂMETRO p9	137
	ANEXO 9 – eds PARÂMETRO p9	138

1 INTRODUÇÃO

O aço inoxidável é uma liga a base de Cr (Cromo) e Ni (Níquel) com no mínimo 10,5% em cromo com alguns elementos de liga tais como Mo (Molibdênio), Nb (Nióbio), Ti (Titânio), entre outros. Amplamente utilizada na fabricação de componentes metálicos para diversos setores industriais, de acordo com as aplicações, propriedades e desempenho requerido do componente em serviço (PINEDO, 2021).

Por definição, o aço inoxidável é um grupo de ligas ferrosas resistentes a oxidação, corrosão, resistência mecânica e condutividade elétrica, alta resistência elétrica e boa maleabilidade. Segundo a Associação Brasileira de Aço Inoxidável – ABINOX (2022), a produção mundial de aço inoxidável chegou a cerca de 56,3 milhões de toneladas em 2021, o gráfico, FIGURA 1, mostra que cerca de 350 mil toneladas são consumidas por ano pelo Brasil, sendo 60% deste consumo em aço inoxidável AISI 316, empregada “nos meios de transporte comunicação, na infraestrutura, em equipamentos médicos e na maioria dos produtos manufaturados existentes” (DINIZ, 2016).

FIGURA 1 PRODUÇÃO MUNDIAL DE AÇO INOX (Milhões t)



FONTE: 1 ABINOX (2022)

O aço inoxidável AISI 316, classificado com aço inoxidável austenítico, possui em sua composição química 17% de cromo e 8% de níquel, conferindo elevada resistência a corrosão, boa resistência a altas temperaturas, baixo custo

de manutenção, além de ser 100% reciclável (METALINOX, 2023). E ao contrário do que muitos pensam, os aços inoxidáveis podem sofrer corrosão, o que significa a degradação do material pela ação eletroquímica de sua superfície com o ambiente que o envolve, impactando as propriedades do material, na aparência e na sua assepsia (ABINOX, 2022).

O aço inoxidável é amplamente utilizado em indústria de petróleo e gás e segundo a Associação Brasileira do Aço Inoxidável (ABINOX, 2017 p.1), “Apesar de considerado um produto finito, a produção de petróleo continua em ritmo forte em diversos países, inclusive no Brasil. Da mesma forma ocorre com o gás natural, cuja demanda tem apresentado contínuo crescimento e isso agita o mercado mundial de aço inox, que envia insumos para áreas de produção”.

Os flanges e as válvulas, utilizadas na indústria de petróleo e gás, enfrentam ambientes agressivos e devem garantir a resistência à corrosão e a resistência mecânica. O flange une dois pontos de uma tubulação, sendo necessário evitar o ataque da corrosão por frestas e por *pitting*. Já as válvulas são submetidas a pressões elevadas e a uma enorme quantidade de líquidos, gases e sólidos em suspensão, sendo também a resistência ao desgaste fundamental.

Diante deste contexto, o estudo irá alinhar a tecnologia de aspersão térmica Chama Pó – processo que utiliza o calor gerado pela combustão de uma mistura de gases (oxigênio-acetileno ou oxigênio-propano) para fundir o material de deposição - e um revestimento que confira proteção adequada a superfície do material, este estudo visa avaliar um revestimento de Pentóxido de Nióbio, Alumínio e Grafeno em uma superfície de aço inox AISI 316 frente a corrosão e ao desgaste.

A processo de aspersão térmica é uma tecnologia que deposita partículas pequenas formando revestimentos na superfície do substrato, a fim de conferir ao material uma elevada aderência, uma baixa porosidade e boas propriedades de corrosão e mecânicas. É uma tecnologia que vem ganhando espaço no campo da engenharia e que está em constante desenvolvimento, merecendo destaque o processo de aspersão térmica *Flame Spray*, conhecido como chama pó, mais utilizado atualmente.

Diante da busca por revestimentos que viabilizem o processo e que possam ser aplicados industrialmente, podemos citar o Pentóxido de Nióbio, tendo em vista que o Brasil é detentor de mais de 90% das reservas mundiais exploráveis de nióbio, sendo o maior produtor e maior exportador. Em 2010, o Ministério de Minas e Energia, com o objetivo de agregar valor ao nióbio, recomendou ampliar e disseminar sua utilização no país pelas indústrias siderúrgicas e metalúrgicas, além de fomentar a pesquisa, o desenvolvimento de novos produtos e compostos para o uso nos diversos setores da sociedade.

Nas últimas décadas, o uso de materiais contendo nióbio se destacou devido às suas aplicações essenciais na indústria de alta tecnologia, principalmente nos setores aeroespaciais, com a produção de superligas metálicas e microcapacitores. A utilização estratégica desses materiais contendo nióbio torna-o um elemento crítico e vital para o desenvolvimento da indústria nas próximas décadas.

Ainda, a busca de materiais leves e de alto desempenho para os setores aeroespacial e automotivo, os compostos à base de alumínio surgem como uma classe promissora de materiais para a substituição de ligas metálicas convencionais em muitas aplicações, sendo uma boa alternativa na formação de uma liga com o Pentóxido de Nióbio.

Já o grafeno é o material na atualidade bastante estudado e explorado devido suas propriedades mecânicas, elétricas, ópticas e químicas excepcionais. É o material mais forte já produzido, e começa a ser aplicado em revestimentos anticorrosivos de estruturas metálicas. As propriedades hidrofóbicas e de condutividade do grafeno permite que o revestimento tenha durabilidade igual ou superior aos revestimentos tradicionais, além de poder ser aplicado em menor espessura, devido sua estrutura monoatômica (METALICA, 2020).

1.1 JUSTIFICATIVA

O uso de engenharia de superfície no setor industrial vem desempenhando um papel importante na manutenção da qualidade do produto, dos custos de manutenção e dos requisitos de produção, sendo estes os motores fundamentais para melhorias de engenharia. A aspensão térmica é um importante processo de modificação de superfície que vêm sendo usada para

enfrentar os desafios de produção de aço desde a década de 1970 (RIJEZA, 2022).

Por outro lado, a qualidade dos revestimentos produzidos por alguns processos de aspersão térmica, se mostram um pouco ineficientes quando falamos das características de qualidade, como a porosidade, o teor de óxidos deletérios e a não uniformidade do material revestido, sendo necessário estudos no desenvolvimento dos sistemas de pulverização, a fim de que possam depositar os revestimentos com maior qualidade e maior durabilidade (HARVEY; SHRESTHA; STURGEON, 2005)

Além da qualidade do revestimento, há uma busca de materiais resistentes e de alto desempenho nos setores petrolíferos. Assim, os compostos à base de alumínio surgem como uma classe promissora de materiais para a substituição de ligas metálicas convencionais em muitas aplicações. Outro material promissor é o Pentóxido de nióbio, por apresentar alta resistência corrosiva, sem modificar sua característica de ductilidade e tenacidade do aço, se tornando opção de mistura com o alumínio, trazendo alternativas de redução da corrosão, desgaste e degradação a altas temperaturas, além da possibilidade desta mistura produzir uma liga.

Por fim, o grafeno, que vem ganhando espaço por ser um material bidimensional, considerado um dos mais finos e resistentes do planeta, podendo ser misturado a matérias para melhorar o desempenho e a resistência a corrosão em tubulações petrolíferas.

Desta forma o estudo traz uma importante contribuição ao meio científico, visto que irá estudar o comportamento de misturas de Pentóxido de nióbio, alumínio e grafeno a diferentes variações de deposição da mistura.

1.2 OBJETIVOS

O objetivo deste estudo é avaliar o comportamento da adição de grafeno em misturas de Pentóxido de nióbio e Alumínio em revestimentos depositados sobre aço inoxidável austenítico AISI 316, aspergidos via aspersão térmica chama pó (*Flame Powder Spray – FSp*), a diferentes variações do processo utilizando planejamento experimental.

1.2.1 Objetivo geral

O principal objetivo deste estudo é avaliar o comportamento dos revestimentos de Nb_2O_5 , Al com adição de grafeno em diferentes proporções, para proteção contra corrosão, elevada aderência e dureza, em um substrato de aço inoxidável austenítico AISI 316, utilizando AT (aspersão térmica) pelo processo FSp, através de metodologias planejadas pela metodologia Taguchi e procedimentos de caracterização de revestimentos processados por técnicas mecânicas de superfície, ensaios de corrosão e ensaios de resistência mecânica.

1.2.2 Objetivos específicos

- Estruturar um arranjo experimental aplicando a metodologia Taguchi para a deposição das misturas de Nb_2O_5 , Al com adição de grafeno pelo processo de aspersão térmica Chama Pó.

- Avaliar a morfologia dos pós de revestimento e caracterizar, através de Espectroscopia por energia dispersiva - EDS e Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV, as propriedades dos pós de aspersão antes da mistura – Pentóxido de Nióbio, Alumínio e Grafeno, e das diferentes proporções.

- Avaliar a Microdureza da camada de revestimento obtida, por meio da análise de Microdureza Vickers, realizando a comparação entre a variação de fatores de aspersão.

- Avaliar a adesão dos revestimentos ao substrato a partir da avaliação da coesão interlamelar por meio de ensaios de adesão pela norma *Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings* - ASTM C-633/13 (2017) - por carga de tração e por dobramento.

- Avaliar o potencial de resistência à corrosão do revestimento pelo ensaio de polarização potenciodinâmica anódica.

- Avaliar a microestrutura e morfologia dos revestimentos via EDS e MEV.

1.3 HIPÓTESE

Diante do estudo será possível avaliar a influência da adição de grafeno na obtenção em revestimentos observando sua aderência, porosidade, desgaste e corrosão.

2 REVISÃO DE LITERATURA

O estudo na área de engenharia de superfície está se tornando mais frequentes, devido a necessidade do setor industrial em obter revestimentos com bom desempenho ao desgaste e corrosão. Diante disso, as técnicas e procedimentos de deposição mais eficientes e com resultados expressivos crescem cada vez mais, e um dos tipos de revestimentos estudados são os revestimentos que atuam como uma barreira contra o desgaste e contra a corrosão.

A técnica de aspersão térmica, segundo Tucker (1994), é uma tecnologia de deposição de revestimentos que atua como protetores contra o desgaste e a corrosão e, segundo Gomes (2016), um dos materiais mais eficientes utilizados para o combate a corrosão é o alumínio e, segundo Rodriguez (2003), o alumínio confere à superfície do aço proteção por barreira, impedindo o contato do aço com o meio corrosivo.

O Pentóxido de Nióbio, além de ser o mais leve dos metais refratários, é considerado um metal estratégico por suas propriedades de resistência quando submetido a altas temperaturas e a corrosão (SEER; MORAES, 2013).

Já o grafeno é um nano material aproximadamente 100 (cem) vezes mais forte que o aço e 200 (duzentas) vezes mais condutor que o cobre, muito flexível, podendo ser aplicado e em revestimentos anticorrosivos dados suas propriedades mecânicas, elétricas, ópticas e térmicas. Segundo Bellucci *et.al* (2021 p.4) “tais qualidades podem ser combinadas em um único material, componente ou sistema. Diante disso, as aplicações são promissoras tanto para o aperfeiçoamento de tecnologias existentes quanto para criação de novas tecnologias”.

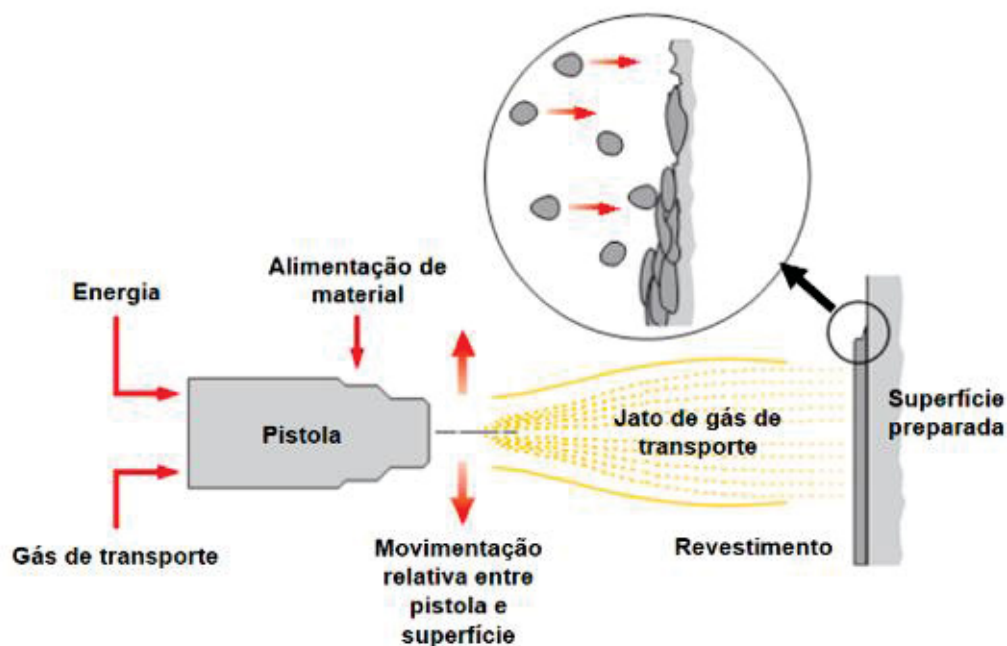
Desta forma, a revisão de literatura consiste no estudo da técnica de aspersão térmica, com foco no processo Chama Pó - FSp, e no estudo dos

materiais Alumínio, Pentóxido de Níbio e Grafeno para produzir um revestimento sobre aço inoxidável AISI 316 e a avaliação quanto sua resistência ao desgaste e a corrosão.

2.1 ASPERSÃO TÉRMICA

Os processos de aspersão térmica, em termos gerais, possuem sempre o material de aporte (material que formará o revestimento), uma fonte de energia térmica (pode ser elétrica, por combustão, *laser*, plasma ou por indução; que gera calor para fundir ou superaquecer o material), o gás de transporte (responsável por direcionar e transportar o material de encontro ao substrato) e o substrato (sobre o qual o revestimento será formado), FIGURA 2 (MOREIRA, 2019).

FIGURA 2 ESQUEMA DE UM BICO DE PISTOLA NA PRODUÇÃO DE UM REVESTIMENTO VIA ASPERSÃO TÉRMICA

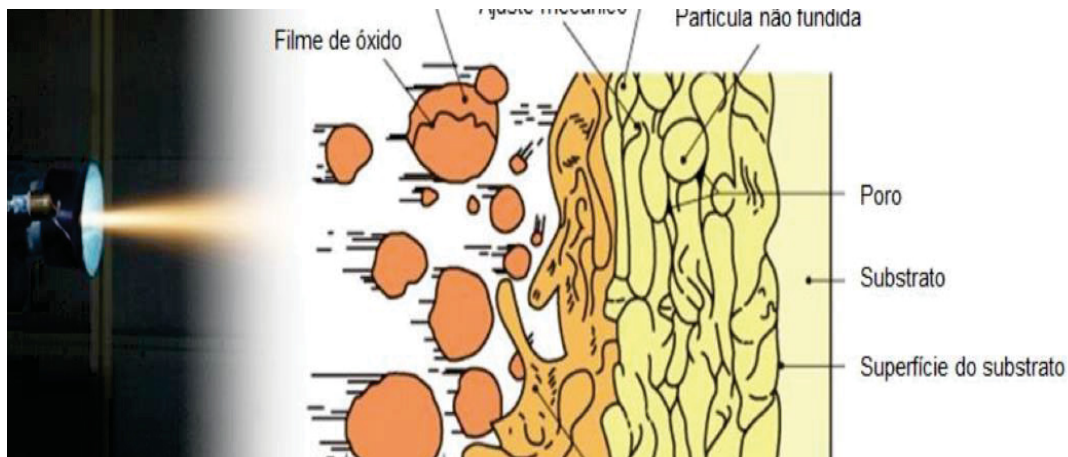


FONTE: OERLIKON (2016)

O processo de aspersão térmica consiste de um grupo de processos por meio dos quais se deposita, usando-se uma pistola de aspersão, sobre uma superfície previamente preparada, camadas de materiais metálicos ou não

metálicos (JUNIOR, 2011), na condição fundida ou semifundida, formando uma camada superficial constituídas por pequenas partículas deformadas na forma de panquecas em direção paralela ao substrato, contendo inclusões de óxidos, partículas não fundidas e porosidade, FIGURA 3, com a intenção de alterar suas características superficiais (AWS, 1985; SOUZA JUNIOR, 2011).

FIGURA 3 FORMAÇÃO DE UM REVESTIMENTO POR ASPERSÃO TÉRMICA



FONTE: SOUZA et al. (2016)

Legenda: Partículas fundidas: Partículas solidificando e/ou resfriando

Ajuste mecânico: Partículas ancorando ao substrato ou sobre outras já depositadas

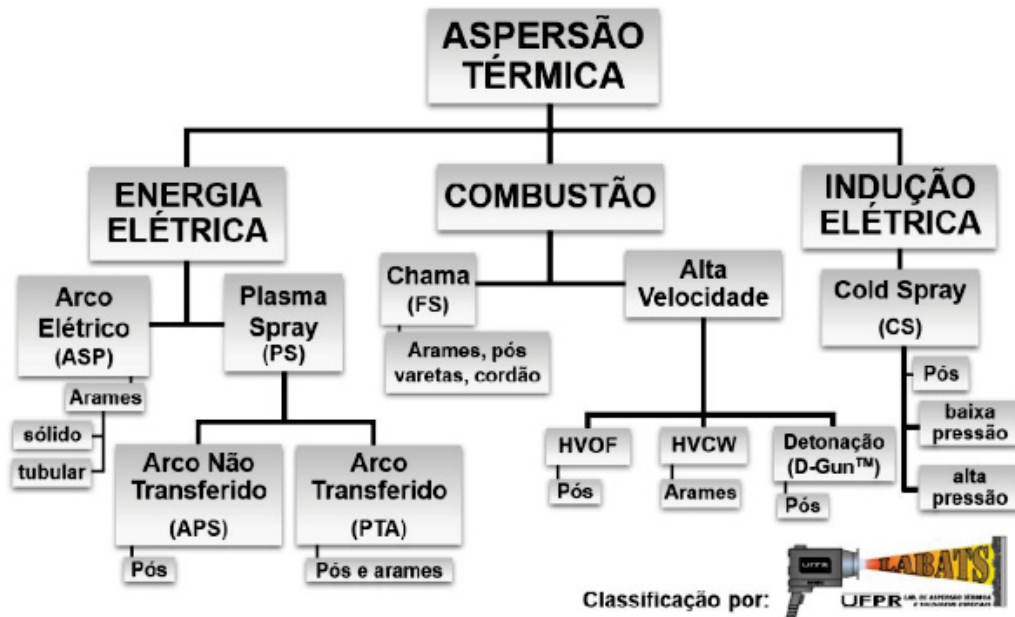
Partícula não fundida: Partícula solidificada na transferência até o substrato

A camada superficial/revestimento é formada pelo impacto sucessivo e interligação entre as panquecas, na FIGURA 3 observa-se as panquecas constituídas de um núcleo de material depositado contornada por um filme de óxido. As partículas durante a transferência entre a pistola e substrato vão sendo resfriadas e são aderidas à rugosidade da superfície, fenômeno que se repete nas camadas já depositadas, formando uma estrutura lamelar. Sendo a rugosidade característica muito importante para garantir o ancoramento das partículas durante o processo de deposição (MARQUES, 2003; GOMES, 2016).

O intuito deste tipo de aplicação é usufruir das vantagens específicas do material depositado sem ser modificada pela composição química do substrato, tornando a superfície protegida contra as condições de serviço, tais como corrosão, incompatibilidades químicas e biológicas, desgaste e erosão, e a promover isolamento térmico e elétrico em alguns casos (SOUZA, 2011).

Segundo Paredes (2012), podemos classificar os processos de aspersão térmica por suas fontes de calor: por combustão, por energia elétrica como fonte de energia e atualmente podemos complementar com o processo de indução elétrica, conforme a FIGURA 4.

FIGURA 4 CLASSIFICAÇÃO DOS PROCESSOS DE ASPERSÃO



FONTE: LABATS – UFPR (2020)

Comparando as propriedades e características obtidas em cada tipo de processo de aspersão térmica, TABELA 1, observa-se melhor desempenho para os processos a plasma e *High Velocity Oxygen Fuel* - HVOF, com baixo teor de óxidos, melhor aderência e coesão para revestimentos obtidos por estes processos, aliando baixo custo em relação aos demais (MOTTA, 2011).

TABELA 1 COMPARAÇÃO DAS PROPRIEDADES E CARACTERÍSTICAS OBTIDAS EM CADA TIPO DE PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA

PROPRIEDADES	VAZÃO DE GASES (m³/h)	TEMP. MÉDIA (°C)	GÁS DE PROTEÇÃO	VELOCIDADE IMPACTO (m/s)	ADERÊNCIA RELATIVA (MPa)	COESÃO	TEOR DE ÓXIDOS (%)
PROCESSO							
Chama pó	11	2200	CO, CO ₂	30 a 150	4 a 20	Baixa	0,4 a 10
Chama arame	71	2200	N ₂ , CO, CO ₂	100 a 250	4 a 20	Média	0,4 a 10
Arco elétrico	71	4000	N ₂ , O ₂	100 a 250	10 a 36	Alta	2,5 a 15
Plasma	4,2	5500	N ₂ , Ar, H ₂ , O ₂	800	15 a 70	Alta	0,5 a 1
HVOF	28 a 57	2700	N ₂ , CO, CO ₂	400 a 1200	>36	Muito alta	0,2 a 5
Cold Spray	300	50	N ₂ , H ₂	500>1500	>20	Muito alta	<1

FONTE: Adaptado de OLIVIO (2016)

Segundo Silva (2016), os processos que fornecem maior velocidade de partículas e menor temperatura de chama/plasma, apenas superaquecendo a partícula, formam menores quantidades de óxidos na camada revestida, como o processo HVOF, ao contrário dos processos que fundem o material (pó ou arame) antes da aspersão.

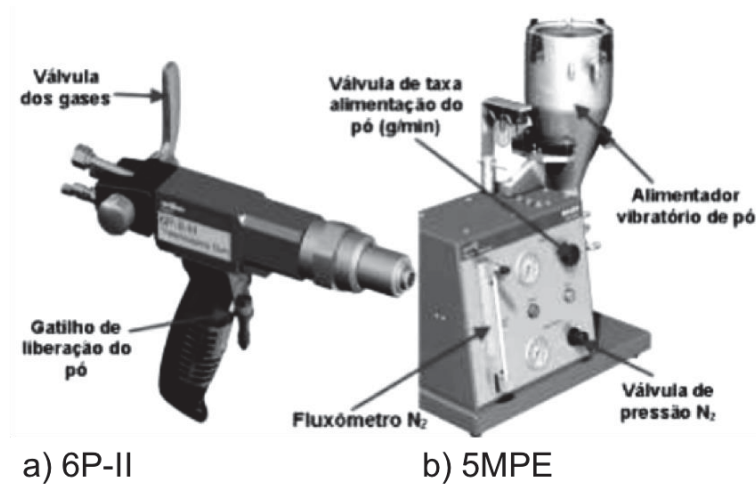
2.1.1 Aspersão térmica chama pó – *Flame Powder Spray: FSp*

Uma das mais simples técnicas de aspersão térmica, a chama convencional – FS com arame surgiu em 1909, também conhecido como processo a chama oxiacetilênica, utiliza a energia gerada pela combustão de uma mistura de gás combustível com oxigênio para fundir o material de deposição, podendo esses materiais metais, ligas metálicas, materiais cerâmicos e até alguns plásticos (PAREDES, 2012).

A AT por chama pó – FSp, FIGURA 5, tem menor resistência adesiva e coesiva e maior porosidade, isto devido a menores velocidades alcançadas

pelas partículas. A taxa de alimentação de deposição pode variar e 50 a 100g/min e com uma taxa de fluxo de gás de transporte entre 3 a 5l/min (PAREDES, 2012).

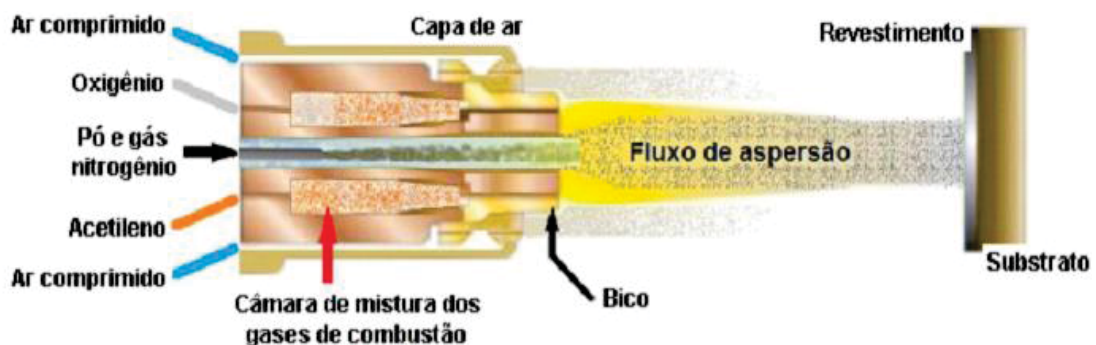
FIGURA 5 PISTOLA A COMBUSTÃO DO PROCESSO FSp



FONTE: Adaptado de OERLIKON METCO (2016): a) 6P-II da Sulzer Metco b) 5MPE
alimentação de pó através do gás de transporte

O pó é alimentado no centro da tocha, FIGURA 6, onde é armazenado em um sistema pressurizado, garantindo a alimentação contínua. O gás combustível, sob pressão, acelera e transporta as partículas pela zona de combustão que se deposita no substrato, promovendo a deformação e a aderência das partículas, resultando numa fina camada de revestimento (SMITHE FAST, 1994; KREYE, 1998).

FIGURA 6 BICO DA PISTOLA PARA PROCESSO CHAMA PÓ



FONTE: Adaptado de OERLIKON METCO, 2016

2.2 PREPARO DO SUBSTRATO

Para garantir a qualidade da adesão do revestimento se faz necessário o preparo da superfície do substrato, etapa fundamental no processo de aspersão térmica, a fim de se atingir níveis ideais de limpeza e rugosidade. Essa preparação tem a finalidade de retirar quaisquer impurezas que possam prejudicar a qualidade da adesão do revestimento, deixando a superfície do substrato ativa, o que permite que as partículas propelidas tenham a máxima potencialização de aderência, pelo principal mecanismo que é a ancoragem mecânica (PAREDES, 2012).

A ativação da superfície segue quatro etapas: limpeza, rugosidade da superfície, camada de ligação e pré-aquecimento.

A etapa da camada de ligação só é necessária em materiais muito duros para ter suas características superficiais alteradas, ou muito mole que qualquer alteração causaria sua deformação (PAREDES, 2012).

2.2.1 Limpeza

A etapa de limpeza tem por objetivo remover qualquer tipo de contaminante da superfície a ser revestida por aspersão térmica, como, por exemplo, ferrugem, crosta de óxido de ferro, graxa, óleos e umidade presente na superfície para que não impeça o contato com o material aspergido com a superfície, garantindo a aderência das partículas depositadas (PAREDES, 2012).

A técnica de jateamento abrasivo é a mais utilizada para a limpeza de superfícies e ao mesmo tempo pode-se obter rugosidade. Essa técnica consiste na propulsão de partículas abrasivas do tipo óxido de alumínio, na direção do substrato, através de ar comprimido (BERNDT E BERNECKI, 2004).

Para a seleção correta do abrasivo para determinado jateamento, deve-se considerar o tipo de substrato, a condição da superfície antes da limpeza, a técnicas de jateamento abrasivo a ser utilizada, os graus de limpeza e de rugosidade desejados com o jateamento e a reutilização ou não do abrasivo. Por isso, a norma da Organização Internacional de Normalização - ISO 8501-1 (1988) especifica graus de preparação de superfície e o mais comumente utilizado na

limpeza de superfície antes da deposição metálica é o grau de limpeza - Sa3 (Limpeza por jateamento abrasivo) (MENEZES, 2007).

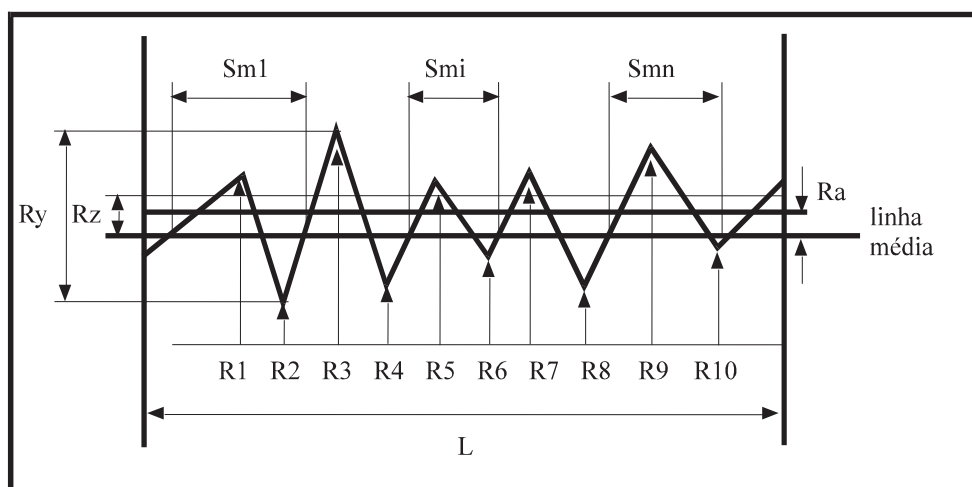
Segundo a NORMA da Petrobras 2568-b/2011, a preparação da superfície para a aplicação de revestimento no processo de aspersão térmica deste estudo, é a norma NACE 1 Sa3, onde as carepas de laminação, a ferrugem e material estranho devem ser totalmente removidas, devendo a superfície apresentar coloração metálica uniforme. Um padrão de superfície corroída e limpa é observada no APÊNDICE 1.

2.2.2 Rugosidade da superfície

Para que ocorra a adesão satisfatória do material aspergido ao substrato, a superfície do substrato deve apresentar uma rugosidade adequada, que em geral é obtida pelo jateamento abrasivo no processo de limpeza da superfície. Pois, segundo Gomes (2016), uma superfície rugosa tem maior área superficial do que uma superfície polida, o que aumenta a área de contato, zona ativa, das partículas com o substrato, criando mais pontos de ancoramento mecânico.

A avaliação da rugosidade das superfícies mais adotada no Brasil é o sistema da linha média, FIGURA 7, através da norma ABNT NBR ISO 4287:2002. As medições tomam como base as medidas verticais, horizontais e proporcionais, sendo o desvio médio aritmético (R_a), a altura das irregularidades de 10 pontos (R_z), altura máxima das irregularidades (R_y). O padrão da norma Petrobras 2568-b/2018 recomenda uma rugosidade da superfície jateada entre $75\mu\text{m}$ a $120\mu\text{m}$ (valor de rugosidade R_y).

FIGURA 7 SISTEMA DA LINHA MÉDIA PARA AVALIAÇÃO DA RUGOSIDADE DA SUPERFÍCIE



FONTE: ABNT NBR ISO 4287:2002

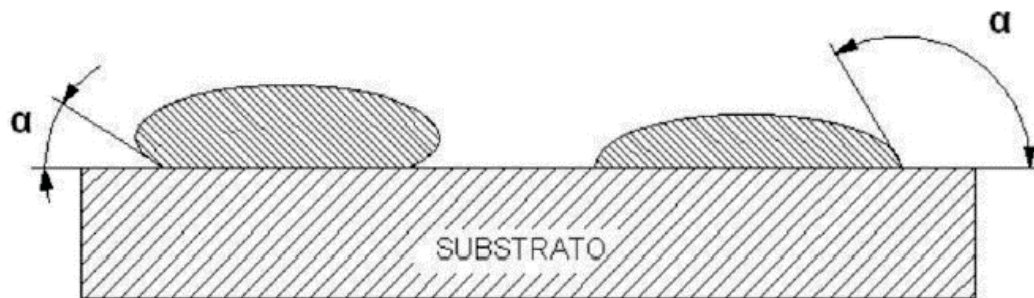
2.2.3 Pré-aquecimento

A etapa final do preparo da superfície do substrato é o pré-aquecimento, que proporciona a queima e a volatilização de graxas, óleos e umidade retidos junto à superfície do metal, que por alguma falha não foram retirados nas etapas anteriores. É utilizado, também, após a limpeza final para reduzir as tensões residuais removendo qualquer umidade residual (PETROBRÁS N2568-b/2011). O pré-aquecimento pode ser feito pela chama redutora da própria pistola AT, por equipamentos independentes ou ainda por indução, sendo recomendado temperatura entre 90 a 150°C. Essa etapa favorece a redução de tensões internas, que por sua vez influenciam na aderência do revestimento, pois quando a superfície está aquecida, ela gera uma dilatação, que quando cessado o pré-aquecimento a contração do substrato irá reforçar o ancoramento mecânico do revestimento (PAREDES, 2012).

Silva e Paredes (2016) sugerem em seus estudos que o pré-aquecimento promova um incremento na área superficial, a chamada permeabilidade da partícula, o que reduziria a ocorrência de formação de partículas fragmentadas e reduziria a quantidade média de óxidos formado devido a esse aumento na área superficial disponível, caso houvesse a fragmentação das panquecas.

Na FIGURA 8 é possível analisarmos que o efeito molhamento também está relacionado com o ângulo de aspersão do revestimento no substrato. Esse efeito é devido o contato das panquecas com a rugosidade do substrato, ou ainda, devido o contato sobre outras panquecas. Sendo assim, nos ângulos maiores que 90° , o contato entre as panquecas na superfície é facilitada garantindo uma melhor molhabilidade, reduzindo assim a porosidade do revestimento. Por outro lado, ângulos menores que 90° dificultam o contato de outras partículas com esta superfície, aumentando assim a porosidade do revestimento (NIKKEL, 2016).

FIGURA 8 ESQUEMA DE PARTÍCULAS ASPERGIDAS FAZENDO ANALOGIA COM A TENSÃO SUPERFICIAL DE FLUÍDOS



FONTE: 2PAREDES (2012)

2.3 CARACTERÍSTICAS E PROPRIEDADES DOS REVESTIMENTOS

Muitas das propriedades do revestimento aspergido estão diretamente relacionadas com a microestrutura da camada formada, como a adesão no substrato e a coesão interna entre as partículas depositadas. Também estão relacionadas com as energias térmicas e cinéticas envolvidas no processo e pela atmosfera do transporte, envolvendo as partículas durante a trajetória até o substrato (GOMES, 2016).

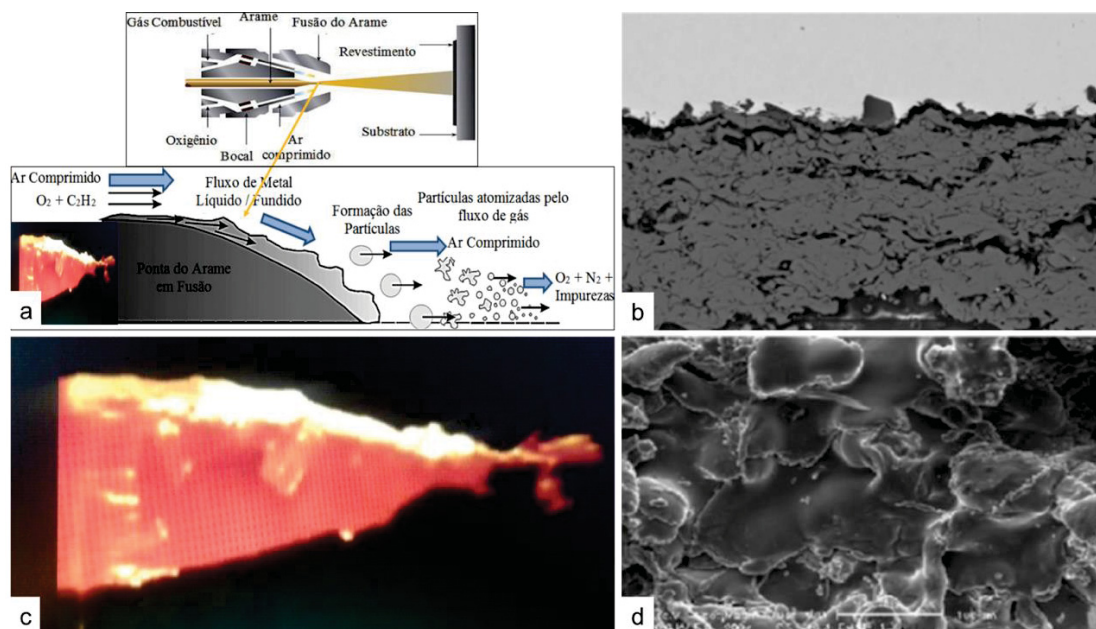
A microestrutura dos revestimentos depende de cada processo, se o material utilizado está na forma de arame e ou pó, assim como a energia térmica (chama ou arco elétrico/plasma), velocidade de transferência do gás de transporte, tipo de gás de transporte (ar, argônio, nitrogênio, propano, etanol e/ou misturas entre eles), no caso de aspergir pós, é importante a granulometria e

forma de produção dos pós, a velocidade que as partículas passam pela fonte de calor, distância da deposição e a temperatura do substrato e/ou o revestimento já sendo depositado (PAREDES *et al*; 2003).

No caso de aspergir arames além da energia térmica no bico da pistola, os arames geralmente atingem temperaturas elevadas até chegar a fundir, assim como a forma que os arames se transformam em partículas quando em contato com a fonte de calor, gerando tamanhos e geometrias diferentes, sendo que sofrem elevadíssimas taxas de resfriamento quando transferidas pelo gás de transporte, como o caso do processo por arco elétrico (PAREDES *et al*; 2003).

Através das FIGURAS 9, 10 e 11 será possível observar algumas das condições de processo e procedimentos quando utilizado arame e pós como material para ser aspergido. Pelos processos a chama convencional, chama HVOF e arco elétrico.

FIGURA 9 FORMAÇÃO DE UM REVESTIMENTO UTILIZANDO O PROCESSO CHAMA ARAME. a) FUSÃO DO ARAME E FORMAÇÃO DE PARÍÍCULAS TRANSFERIDAS POR AR COMPRIMIDO. b) MICROESTRUTURA E CORTE TRANSVERSAL DO REVESTIMENTO. c) ARAME NO BICO DA PISTOLA EXPOSTO A CHAMA OXIACETILÊNICA.

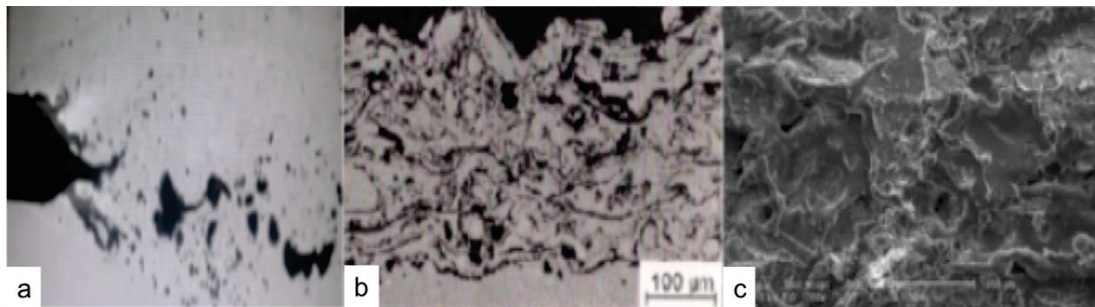


FONTE: Adaptado de PAREDES *et.al*, 2003

Ao observar a FIGURA 9a e FIGURA 9c, onde mostra o arame em contato com a chama, o arame aquece a elevada temperatura ora fundindo ou somente desgarrando partículas do arame pelo ar comprimido que está a

elevada pressão e velocidade, gerando partículas de geometrias e tamanhos diferentes, o que é observado nas microestruturas da FIGURA 9b e FIGURA 9d. A figura 9b, observa-se partículas deformadas, com regiões de porosidade, filmes finos de óxidos nos contornos das partículas deformadas. Na figura 9d, na parte superior do revestimento as partículas na forma de panquecas de diferente tamanho e morfologia ancoradas uma sobre outras, constituindo o revestimento (PAREDES *et al*; 2003).

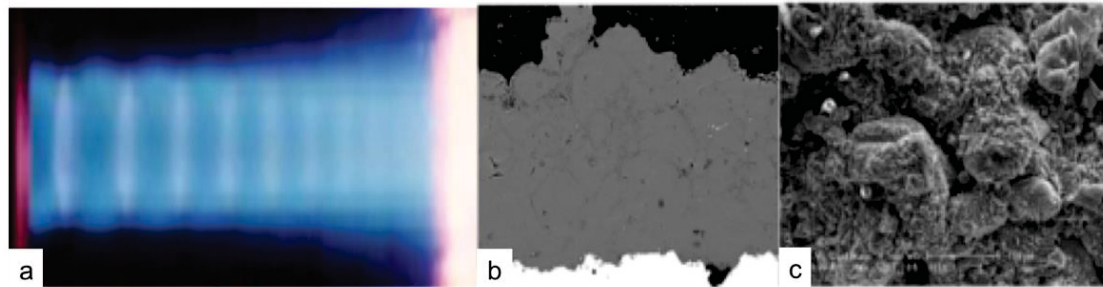
FIGURA 10 FORMAÇÃO DE UM REVESTIMENTO UTILIZANDO O PROCESSO POR ARCO ELÉTRICO COM ARAMA. a) FUSÃO DO ARAME NO ARCO VOLTAICO E FORMAÇÃO DE PARTÍCULAS TRANSFERIDAS POR AR COMPRIMIDO. b) MICROESTRUTURA E CORTE TRANSVERSAL DO REVESTIMENTO. c) VISTA DO REVESTIMENTO NA SUPERFÍCIE DO REVESTIMENTO



FONTE: Adaptado de PAREDES et.al, 2003

Na FIGURA 10a mostra o momento que o arame funde no curto-circuito (um arame + e outro no -) no mesmo instante o ar comprimido, também em contato com a energia térmica liberado do curto-circuito, dissocia em oxigênio e nitrogênio, os quais transferem o material fundido resfriando-o e produzindo reações principalmente com o oxigênio até atingir o substrato. Estas reações foram estudadas por Rodrigues (2003) estabelecendo as regiões nas quais se produzem as reações de oxidação. Na mesma FIGURA 10a observasse a forma que no arco voltaico formam-se muitas partículas pequenas micrométricas de diferente tamanho e geometria, e dessa forma atingem o substrato formando o revestimento que se observa na FIGURA 10b com formação de partículas deformadas, porosidades e grande quantidade de filmes de óxidos nos contornos das partículas deformadas e ancoradas entre si. Na FIGURA 10c, observa-se uma vista da parte superior do revestimento com partículas deformadas, salpicos com seus contornos oxidados (PAREDES *et al*; 2023).

FIGURA 11 FORMAÇÃO DE UM REVESTIMENTO UTILIZANDO O PROCESSO A CHAMA DE ALTA VELOCIDADE – HVOF COM ALIMENTAÇÃO DE PÓS



FONTE: Adaptado de PAREDES *et.al* (2003)

Neste processo as partículas na forma de pós micrométricos são transferidas através da chama, FIGURA 11a, a qual forma-se a elevada pressão e fluxo dos gases de combustão (nitrogênio, propano, propileno, etanol, misturados com oxigênio), na região de transferência é que as partículas são aquecidas com elevada energia cinética e absorvem Calor que transferem ao substrato no momento do impacto. A FIGURA 11b mostra a microestrutura de um corte transversal do revestimento com as partículas levemente deformadas, quase sem oxidação e pequenos poros. A FIGURA 11c mostra uma vista da parte superior do revestimento confirmando que os pós deformam levemente com pequenos interstícios entre as partículas maiores e pós fragmentados no momento do impacto preenchendo os espaços das partículas maiores. Esses revestimentos são os que tem menor porosidade quando comparados aos processos a chama convencionais e por arco elétrico (PAREDES *et al* 2003).

Portanto, não podemos afirmar que temos somente uma estrutura típica dos revestimentos aspergidos, porque na prática, dependendo do processo e condições de deposição, estas são constituídas com morfologia muito diferentes, mesmo que as lamelas sejam ancoradas mecanicamente, com inclusões de óxidos e porosidade, principalmente quando esses revestimentos testados contra a corrosão salina obtêm resultados muito diferentes quando comparados aos processos a chama convencional, chama HVOF e arco elétrico.

Na prática, um mesmo jato de partículas resulta em uma ampla faixa de distribuição e velocidades e temperaturas, resultando em partículas totais ou parcialmente líquidas no impacto com o substrato ou com o próprio revestimento.

Um dos motivos para que os parâmetros de aspersão, para a maioria dos métodos de deposição, sejam otimizados de tal forma que a grande maioria das partículas no impacto, as partículas sólidas irão ancorar, formando ligações mecânicas principalmente com o resto do revestimento.

Com relação à espessura do revestimento para cada tipo de aplicação vai depender de parâmetros como desempenho, custo e ciclo de vida, devendo ser uma espessura mínima tal que possibilite o desempenho necessário, e a espessura máxima tal que não inviabilize a aplicação, devido ao alto custo (N-2568/B, 2011).

2.3.1 Porosidade

A porosidade é uma das propriedades do revestimento por aspersão térmica e consiste tanto em cavidades isoladas, como em cavidades interconectadas capazes de permitir que líquidos e até gases penetrem até o substrato, tal fato constitui um grave problema, pois a penetração de espécies agressivas acelera o processo de degradação do revestimento e afeta diretamente as propriedades físicas como condutividade elétrica e térmica, diminui a coesão das camadas e sua aderência ao substrato. Ainda, como os revestimentos obtidos por aspersão térmica são formados por superposição de partículas achatadas, eles apresentam alto grau de porosidade (MENEZES, 2007; SCHIEFLER, 2004).

A porosidade e sua quantidade nos revestimentos aspergidos termicamente dependem do material e das condições de aspersão de cada processo, como temperatura da chama ou arco elétrico, gás de transporte, velocidade das partículas, distância da pistola e substrato e qualidade do substrato a ser aspergido. A porosidade que expõem o substrato é conhecida como permeabilidade, e é extremamente prejudicial as propriedades do revestimento (PAREDES, 2012).

Ainda, resultados experimentais apontam para dois tipos de porosidade associados aos revestimentos:

- Poros grandes, formados entre lamela/substrato e lamela/lamela, ocorre devido a incompleta cobertura da superfície pelas partículas

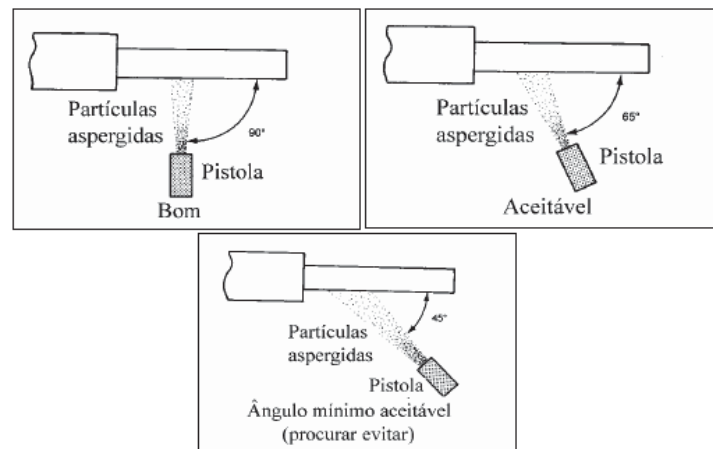
subsequentes que são aspergidas. Isso acontece devido à falta de fusão das partículas no momento do impacto, a falta de energia cinética para conseguir se deformar, a densidade, a tensão superficial, a viscosidade das partículas fundidas e a distribuição granulométricas (PAREDES, 2012).

- Poros pequenos, formados dentro das lamelas, ocorre devido o incompleto contato entre as lamelas com o substrato durante a formação da camada de revestimento (PAREDES, 2012).

A aplicação de selantes sobre a superfície revestida ao término da aspersão térmica para a impregnação ou vedação dos poros é uma maneira de minimizar os efeitos da porosidade, pois a vedação reduz a área exposta retardando e minimizando a corrosão (MENEZES, 2007).

Berndt e Bernecki (2004), indicam que as fontes mais comuns de porosidade são o ângulo de aspersão, FIGURA 12, indicando que quando o ângulo de aspersão se aproxima de 90° a porosidade do revestimento diminui, e também indica as partículas sólidas ou não fundidas como fontes mais comuns de porosidade onde, dependendo da temperatura das partículas, as gotículas que irão de encontro ao substrato podem se encontrar desde o estado líquido, escoando facilmente fechando a maior parte dos vazios, até o estado sólido, aderindo superficialmente na rugosidade do depósito dificultando o contato entre as partículas anteriores, gerando vazios/porosidades no revestimento.

FIGURA 12 ESQUEMA DE PARTÍCULAS ASPERGIDAS DE DIFERENTES ÂNGULOS DE ASPERSÃO



FONTE: BERNDT E BERNECKI (2004).

Na maioria das vezes a porosidade causa diminuição da aderência entre o revestimento e o substrato e diminuição da resistência a corrosão. Mas existem casos em que a porosidade é desejada, por exemplo, em revestimentos usados como barreira térmica, geralmente são compostos por óxidos cerâmicos, onde a inclusão de 8 a 15% de porosidade aumenta ainda mais suas capacidades isolantes. A porosidade também pode ser muito útil em próteses de implantes médicos, onde 4% de poros são incluídos com o objetivo de permitir que a matéria do osso cresça entre o revestimento e com isso o processo de cicatrização seja alterado. (MENEZES, 2007).

2.3.2 Aderência

A aderência compreende a adesão entre as partículas e o substrato e a coesão entre as partículas das várias camadas sobrepostas, ou seja, é a capacidade do revestimento de resistir ao arrancamento quando solicitado em tração e/ou cisalhamento, isto é, a resistência mecânica de um revestimento depende da aderência entre a camada ao substrato e da coesão entre as partículas depositadas. Inicialmente as lamelas do revestimento ancoram-se mecanicamente à rugosidade da superfície do substrato devido a solidificação

das partículas, impondo uma força de contração. Os valores obtidos de aderência são indicativos da otimização dos mecanismos que atuam entre as partículas e/ou substrato. Diante do exposto, a aderência é um requisito fundamental para um bom revestimento, pois de nada adianta um revestimento de boa qualidade, com espessura de camada adequada, livre de porosidade, porém sem ter a aderência no substrato (MARANHO, 2006; PAREDES, 2012).

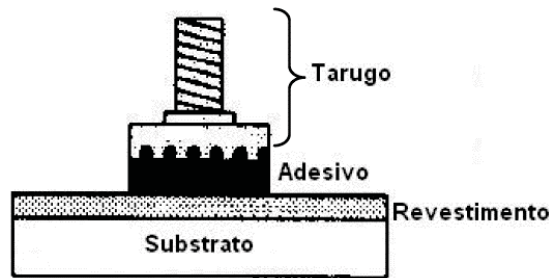
Pode-se afirmar, de forma geral, que as propriedades físicas e o comportamento mecânica de um depósito aspergido dependem da aderência entre as lamelas e o substrato, da resistência coesiva entre as lamelas, do tamanho e morfologia dos poros, da presença de trincas e da microestrutura das lamelas (LIMA, 2001).

Segundo Paredes (2012), a análise da aderência do revestimento é uma combinação de três mecanismos fundamentais, que podem atuar junto ou isoladamente, de acordo com a natureza das forças atuantes:

- Ancoramento mecânico: no momento do impacto das partículas, quando elas são aquecidas e aceleradas contra o substrato, fazem com que se achatem numa forma lenticular, resfriando-se rapidamente e ancorando-se mecanicamente nas irregularidades da superfície.
- Aderência químico-metalúrgico: pode ocorrer devido a micros soldagem, podendo haver fusão localizada e difusão atômica com formação de soluções sólidas, dependendo de o material ser metálico ou cerâmico, e do calor transferido pela partícula ao substrato.
- Interação física: são ligações fracas entre os átomos das lamelas e o substrato, que contribuem com a atração Inter atômica do material, forças de Van der Waals, no qual o componente de ligação entre as moléculas mais importantes pode ser atribuído as interações entre dipolos elétricos.

O ensaio mais utilizado para avaliar a aderência de um revestimento aplicado por aspersão térmica é o de tração "*Pull-off test*". É um método baseado na aplicação de uma força trativa crescente perpendicularmente ao plano da interface revestimento/substrato, até que ocorra a falha, FIGURA 13 (MENEZES, 2007).

FIGURA 13 ARRANJO BÁSICO DE UM ENSAIO DE TRAÇÃO



FONTE: LIMA (2001)

Através do ensaio de aderência por tração, quatro tipos básicos de fraturas podem ocorrer e elas são classificadas em função do local predominante da ruptura (SUCHASKI, 2012):

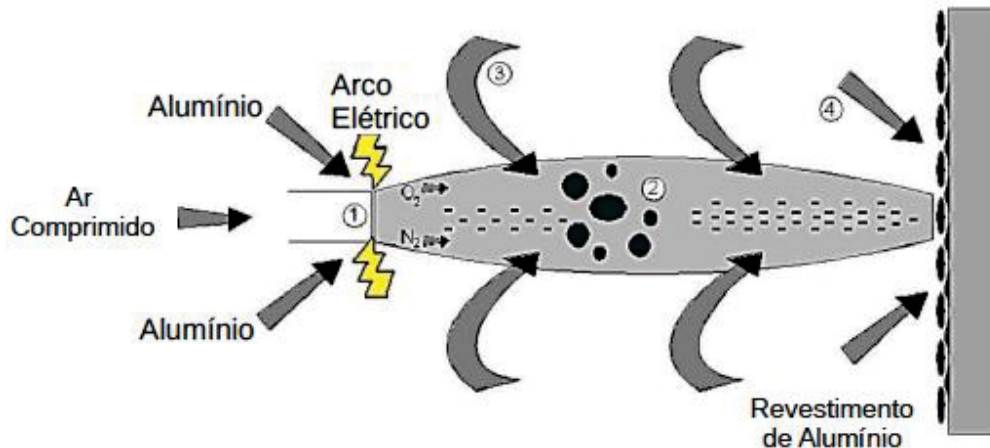
- Adesiva: a ruptura ocorre na interface revestimento/substrato – falha devido à falta de aderência.
- Coesiva: a ruptura ocorre entre as camadas do revestimento – falha devido à falta de coesão.
- Adesiva: a ruptura ocorre em qualquer posição no interior do adesivo ou nas suas interfaces. Neste caso, o teste deve ser desconsiderado, pois somente será possível saber que a aderência do revestimento é superior ao valor obtido.

2.3.3 Óxidos

A formação de óxidos, nos processos de AT, durante o trajeto e após a deposição, afeta a morfologia das lamelas e o contato entre estas. A formação de óxidos está relacionada com a atmosfera pela qual as partículas são transferidas e depositadas, e se estas partículas estão fundidas ou superaquecidas, pois a interação entre as partículas quentes com o ambiente, normalmente ar, faz com que a superfície das partículas seja coberta por filmes de óxidos. Esses filmes de óxidos, chamados de inclusões de óxidos, em revestimentos metálicos são diferenciados por apresentar fases escuras e alongadas, que podem ser observadas na seção transversal do revestimento,

paralelas ao substrato, FIGURA 14 (MOTTA, 2011; PAREDES, 2012; RODRIGUEZ *et al*, 2003).

FIGURA 14 FONTES DE OXIDAÇÃO NO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA POR ARCO ELÉTRICO



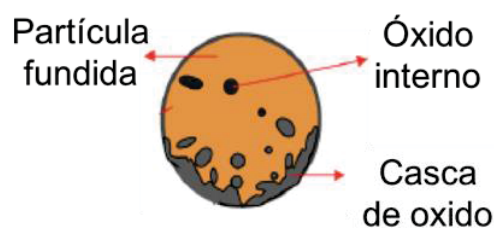
FONTE: RODRIGUEZ, 2003

É possível observar na FIGURA 14 as principais fontes de oxidação em um processo de aspersão térmica por arco elétrico, sendo elas:

1. Fonte de calor (arco elétrico e chama): Ocorre logo na fonte de calor, “onde o metal fundido atinge temperaturas altíssimas, muitas vezes superiores à temperatura de vaporização, facilitando a oxidação pelo contato com o gás de arraste” (DESHPANDE; SAMPATH; ZHANG, 2006).
2. Gás de transporte (ar comprimido): Ocorre a reação entre a partícula e o oxigênio ou elementos oxidantes presentes nos gases expelidos pela pistola (RODRIGUEZ *et al*, 2003).
3. Ar do meio ambiente: Ocorre a reação entre a partícula e o ar do meio ambiente que envolve a zona de transferência das partículas devido ao fluxo turbulento dos gases (RODRIGUEZ *et al*, 2003).
4. Partículas/camadas ancoradas ao substrato: as partículas e/ou as camadas já ancoradas ao substrato ficam expostas ao ar do meio ambiente após o deslocamento da pistola.

Deshpande, Sampath e Zhang (2006), em seus experimentos de deposição da liga Ni(5%)Al em substrato de aço inoxidável pelo processo Arco Elétrico, observou que, quando a partícula está em “voo” até o substrato, a oxidação pode aparecer de duas formas diferentes, os óxidos que envolvem a partícula como uma casca e os óxidos que são internos a esta, FIGURA 15.

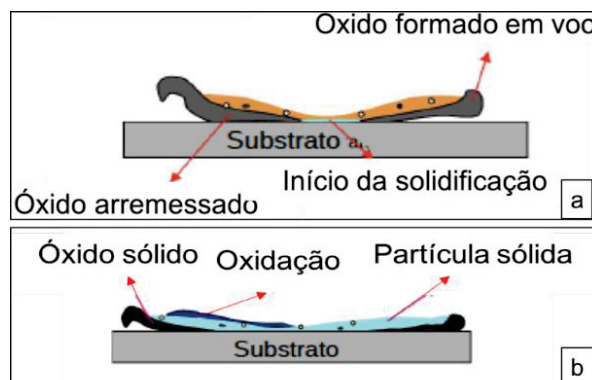
FIGURA 15 FORMAÇÃO DOS ÓXIDOS NO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA POR ARCO ELÉTRICO



FONTE: Adaptado de DESHPANDE, SAMPATH e ZHANG, 2006.

Logo após o impacto da partícula no substrato, há o arremesso da película de óxido que envolvia a partícula em voo, e em função do gradiente de temperatura entre o substrato e a partícula, ou seja, elevada taxa de resfriamento, há o resfriamento da camada de óxido e da partícula que está em contato com o substrato, FIGURA 16a. Ocorre também o resfriamento devido o jato de ar de arraste, resfriando a partícula e a sua superfície ocorrendo a formação de uma camada de óxido, FIGURA 16b (DESHPANDE; SAMPATH; ZHANG, 2006).

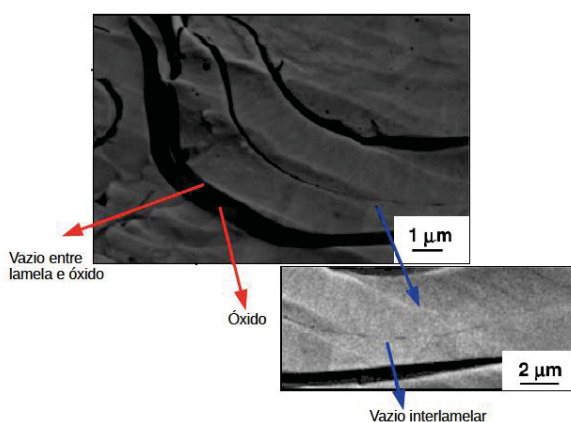
FIGURA 16 PARTÍCULA NO MOMENTO DE CONTATO COM O SUBSTRATO



FONTE: Adaptado de DESHPANDE, SAMPATH e ZHANG, 2006.

Assim que novas lamelas vão sendo depositadas no substrato, umas sobre as outras, vão surgindo vazios entre estas em função da presença das camadas de óxido, FIGURA 17, que devido as suas propriedades mecânicas e químicas, podem impedir a perfeita coesão das camadas, formando vazios em regiões de interface de óxidos e lamela metálica. Esses vazios podem ocorrer também entre as lamelas, em função das altas taxas de resfriamento, mas ocorrem em menor escala se comparada com o caso anterior.

FIGURA 17 17ÓXIDOS E VAZIOS FORMADOS NO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA POR ARCO EÉTRICO



FONTE: Adaptado de DESHPANDE, SAMPATH e ZHANG, 2006.

As inclusões de óxidos aumentam a dureza do revestimento, podendo o tornar frágil, já que os óxidos fraturam facilmente. Se o teor de óxidos for elevado, pode surgir um decréscimo coesivo entre as camadas depositadas, com a diminuição da força adesiva do revestimento. Daí, conclui-se que inclusões de óxidos são prejudiciais à integridade do revestimento, por diminuírem a adesão/coesão e aumentarem a porosidade do revestimento. Em algumas aplicações, um teor controlado de inclusões oxidas no revestimento é desejado pelo aumento na sua resistência ao desgaste e diminuição de sua condutividade térmica (MENEZES, 2007).

Para minimizar a formação de óxidos superficiais e a inclusão de óxidos no revestimento aspergido termicamente é necessário seguir alguns parâmetros (BERNDT e BERNECKI, 2004; MENEZES ,2007):

- Uso de atmosferas protetoras, que consiste na remoção de ambiente reativo através do uso de gases inertes.

- Redução da temperatura médias das partículas atomizadas pelo controle do poder calorífico dos jatos de aspersão.
- Redução da temperatura na interface substrato/revestimento usando jatos de ar ou aumentando a velocidade de aspersão.
- Uso de partículas de pó para a alimentação com tamanho adequado. Partículas grandes têm uma razão área superficial por volume menor, o que minimiza a quantidade total de óxidos.
- O controle da distância entre a pistola e o substrato é de vital importância para a qualidade dos revestimentos. Fatores como oxidação em movimento, perda de energia cinética durante o transporte das partículas e temperatura da partícula no impacto estão relacionados com a distância. Pistolas automatizadas evitam tais problemas.

2.4 CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS USADOS NOS REVESTIMENTOS

Qualquer material que não se decomponha pode ser utilizado como revestimentos no processo de aspersão térmica. Na prática, uma grande quantidade de materiais, incluindo a maioria dos metais e suas ligas, materiais cerâmicos, compósitos, carbonetos e boretos podem ser depositados por AT.

2.4.1 Alumínio

O alumínio possui estrutura cúbica de face centrada (CFC), o que garante uma alta ductilidade até mesmo em temperaturas reduzidas, sendo estável desde temperaturas de - 269°C até acima do ponto de fusão, próximo a 660°C. A resistência mecânica do alumínio aumenta através da deformação plástica a frio e na formação de ligas, porém, ambos os mecanismos reduzem a resistência a corrosão, uma importante propriedade. Ainda, o alumínio e suas ligas são caracterizados por uma densidade relativamente baixa quando comparado com a densidade do aço, alta reflexibilidade, condutividade térmica e elétrica elevada (CALLISTES; RETHWISCH, 2012).

A elevada resistência a corrosão do alumínio comercialmente é devido a ser um metal altamente reativo principalmente com oxigênio, o qual gera um óxido chamado de alumina e que aparece com grande variedade de formas cristalográfica. Quando na presença de água ou umidade pode ocorrer o aparecimento de diferentes formas dos óxidos hidratados ou hidróxidos, dependendo das condições, fato este que o torna um dos materiais mais utilizados para proteção contra a corrosão em diversos meios (RODRIGUEZ, 2003).

Muitas linhas de pesquisas estão direcionadas a minimizar os problemas de corrosão a partir de revestimentos de alumínio, depositados por aspersão térmica, em diferentes condições de deposição, utilização de diferentes ligas, ou composições do material a fim de relacionar o comportamento frente ao processo corrosivo (GOMES, 2016).

Os revestimentos de alumínio depositados por AT são aplicados para a proteção contra a corrosão, pois este confere predominante proteção por barreira à superfície do aço. Pode, também, oferecer proteção catódica em condições em que seu potencial de corrosão seja mais ativo que o aço ou proteção anódica, quando ocorre exposição do substrato de aço (RODRIGUEZ, 2003).

2.4.2 Nióbio e seus óxidos

O nióbio ou colômbio (Cb) pertence ao grupo de metais refratário, geralmente encontrado na natureza associado com o tântalo (Ta), dúctil e facilmente conformável à temperatura ambiente, sendo de aparência similar à do aço inoxidável, com uma massa específica de $8,57\text{g/cm}^3$, com elevado ponto de fusão, 2468°C , elevada resistência a corrosão e capacidades de formar óxidos protetores. As propriedades físicas, TABELA 2, fazem com que o nióbio metálico seja aplicada em diversos campos (QUELHAS, 2007; RANI *et al.*, 2014).

TABELA 2 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO NIÓBIO

PROPRIEDADE	VALOR
Número atômico	41
Massa atômica (g/mol)	92,906
Ponto de fusão (°C)	2468
Ponto de ebulição (°C)	4780
Estrutura cristalina	CCC
Densidade (g/cm ³)	8,57
Condutividade térmica (W/m°C)	53,7
Coefficiente de expansão térmica (10 ⁻⁵ /°C)	0,73
Módulo de elasticidade (GPa)	102

FONTE: HAYNES (2014)

O nióbio é considerado um metal estratégico por suas propriedades de resistência quando submetido a altas temperaturas e a corrosão. Além de ser o mais leve dos metais refratários, sendo utilizado a fim de aumentar a resistência mecânica do aço sem alterar as propriedades do metal, por exemplo, a adição de 200 gramas de nióbio para cada 1000 gramas de aço são suficientes para mudar as propriedades do aço para melhor, tornando o aço mais leve e, portanto, mais eficiente do ponto de vista energético (SEER; MORAES, 2013).

Grill (2007) comenta em seus estudos que o nióbio possui alta resistência à corrosão e alta resistência térmica, devido ao aparecimento de uma camada espessa, passiva e aderente de óxido em volta de sua superfície, e em altas temperaturas o nióbio reage com grande parte dos ametais produzindo compostos que não apresentam estequiometria e elementos intersticiais, sendo assim, resistentes ao ataque de bases fundidas.

As propriedades do nióbio são de grande interesse em diversas aplicações que necessitam de alta resistência à corrosão em diferentes meios, pois forma um revestimento de óxido muito resistente a corrosão, principalmente na presença dos ácidos nítrico, clorídrico e na presença de soluções de ácido fosfórico e ácido sulfúrico com baixa concentração. Porém, em elevadas temperaturas, superiores a 300°C, o nióbio reage com os halogênios, oxigênio,

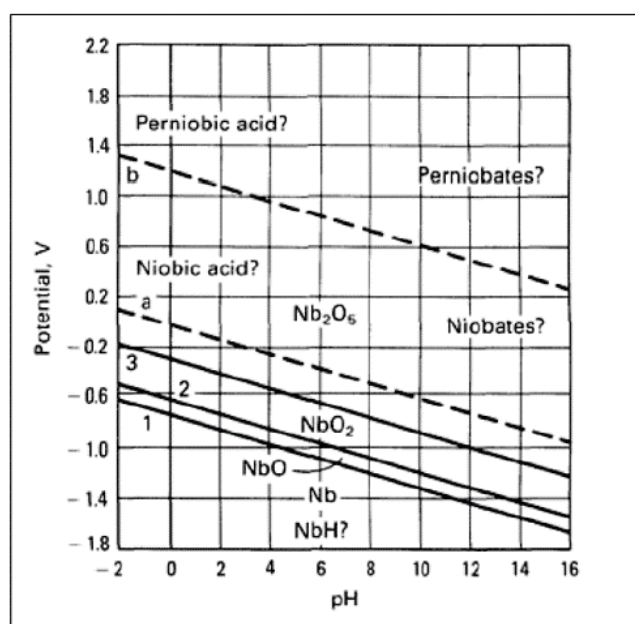
nitrogênio, carbono, hidrogênio e enxofre, fragilizando-se (GRAHAM; SUTHERLIN, 2001; QUELHAS, 2007),

Como outros metais refratários, o nióbio apresenta elevada resistência a corrosão devido a formação espontânea de uma camada passiva e com alta aderência de Nb_2O_5 , sobre sua superfície. A camada/película formada tem baixa dissolução, não porosa e estável, de espessura nanométrica, proporcionando alta resistência à corrosão em diversos meios que contém impurezas oxidantes (TAVARES, 2009; ROBIN, 2004)

No diagrama de *Pourbax*, FIGURA 18, indica o domínio do Nb_2O_5 em toda faixa de potencial hidrogeniônico (pH) e a tendência de passivação, tanto em meios oxidantes quanto em meios redutores. A camada passiva contribui para reduzir a aceleração de hidrogênio monoatômico, o qual pode ser absorvido quando o metal é exposto através de falhas na camada oxidada, sofrendo fragilização devido à precipitação de hidretos (QUELHAS, 2007).

Na região de formação do Pentóxido de nióbio, FIGURA 18, entre as linhas *a* e *b*, o composto é estável termodinamicamente na presença de água e ácidos não complexos, soluções neutras e alcalinas. Entretanto, este óxido é atacado pelo ácido fluorídrico, formando complexos fluorados ou oxifluorados (TAVARES, 2009).

FIGURA 18 DIAGRAMA DE POURBAX PARA O SISTEMA $\text{Nb}-\text{H}_2\text{O}$ A 25°C



FONTE: ASM (2005)

A introdução de oxigênio no nióbio faz com que haja um aumento significativo na força de ligação interatômica de Nb-Nb e Nb-O, resistência à tração e limite de escoamento, modificando as propriedades mecânicas de tração e aumentando a dureza, TABELA 3 (LYAKICHEV, 1984).

TABELA 3 RELAÇÃO DA DUREZA DO NIÓBIO EM RELAÇÃO AO TEOR DE OXIGÊNIO

TEOR DE OXIGÊNIO (% em peso)	0,03	0,16	0,21	0,28	0,32	0,37	0,41	0,46
DUREZA (HV)	87	194	208	248	280	315	330	390

FONTE: LYAKICHEV (1984)

Os óxidos de nióbio podem ser utilizados em diferentes aplicações tecnológicas, como células solares, condensadores eletrolíticos sólidos, dispositivos fotossensíveis e como biomateriais em implantes metálicos, pois possuem diferentes propriedades. Desta forma as propriedades de resistência à corrosão e biocompatibilidade estão diretamente relacionadas à camada protetora de óxido que pode ser formada sobre a superfície do nióbio quando é exposto a ambientes contendo oxigênio (SATO, 2015).

Ainda, segundo Mariano (2008), os revestimentos de nióbio e Pentóxido de nióbio, por aspersão térmica com a influência do pré-aquecimento, resultaram em boas condições de ductilidade, aderência no substrato, testes de corrosão de névoa salina e estabilidade térmica.

2.4.2.1 Pentóxido de nióbio

No sistema oxigênio-nióbio, o Nb₂O₅ é o estado termodinamicamente mais estável, com uma alta complexidade estrutural devido ao polimorfismo característico, cujo grau está relacionado ao método e variáveis da síntese, como a natureza dos precursores, tempo e temperatura de processamento (NICO, 2016). É um dos principais óxidos de nióbio, apresentando resistência a corrosão e ao desgaste (GROBELNY et al., 2016).

O Pentóxido de nióbio é um sólido branco, estável ao ar e insolúvel em água e vem chamando atenção por suas características químicas e físicas únicas, como alta estabilidade química, propriedades que variam em função da

sua rede cristalina e alta resistência à corrosão em meios ácidos e alcalinos (IDRESS *et al.*, 2016; RANI *et al.*, 2014).

O revestimento de Nb₂O₅ é uma boa opção em aplicações que requerem proteção contra corrosão em superfícies metálicas, por apresentarem alta resistência corrosiva, sem modificar características como ductilidade e tenacidade do aço (RODRIGUEZ, 2003).

Por se apresentar quimicamente inertes a agentes corrosivos, o Pentóxido de nióbio é considerado uma excelente opção na redução de custos na proteção de equipamentos industriais e de implantes metálicos por meio de aplicações de revestimentos por meio de métodos de deposição por aspersão térmica (PREMKUMAR, 2018).

2.4.2.2 2.4.2.2. Grafeno

O grafeno foi descoberto em 2004 por pesquisadores da Universidade de Manchester e apresenta uma estrutura única, fornecendo propriedades superiores, como alta condutividade elétrica e térmica, boa transparência, boa resistência mecânica, flexibilidade e enorme área superficial, fazendo com que tenha uma vasta aplicação tecnológica, como a síntese de novos materiais (SUN *et al.*, 2011).

Além das suas propriedades tribológicas, o grafeno também vem sendo utilizado para melhorar a resistência a corrosão dos revestimentos, como é o caso no estudo de Meshram *et al.* (2020), em que foi produzido um revestimento com níquel e fosforo com diferentes concentrações de grafeno. Foi comprovado que com a adição de grafeno as propriedades anticorrosivas foram melhoradas em comparação ao revestimento sem grafeno.

O grafeno puro (G) consiste em uma monocamada de átomos de carbono de hibridização sp², distribuídos em uma estrutura cristalina tipo colmeia com espessura de um átomo. Configurando assim, uma matriz bidimensional de carbono de estrutura hexagonal (WHITBY, 2014).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para avaliar o comportamento da adição do Pentóxido de nióbio, Alumínio e Grafeno como revestimento em aço inoxidável AISI 316, aspergidos via aspersão térmica chama pó - FSp, será necessário seguir as seguintes etapas:

- Planejamento experimental – Metodologia Taguchi.
- Preparação da superfície de aço inoxidável austenítico AISI por jateamento.
- Determinação e Preparação das misturas de Nb_2O_5 , Al e grafeno de acordo com os parâmetros previsto pela Metodologia Taguchi, bem as caracterizações por MEV e EDS.
- Deposição dos revestimentos de Pentóxido de nióbio, alumínio e grafeno sobre o substrato, nas proporções indicadas no presente estudo, pelo processo FSp.
- Caracterização do revestimento – análises de EDS e MEV
- Avaliação do revestimento – Dobramento, Porosidade, Ensaio de aderência por tração e dobramento, Microdureza Vickers e Ensaio de Potenciodinâmica anódico.

3.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Para se justificar o desempenho e o resultado dos parâmetros pré-determinados será proposto um planejamento experimental. Esse planejamento, segundo Calado e Montgomery (2003), é uma técnica que vem sendo utilizada em grande escala. Através desta técnica os pesquisadores determinam as variáveis que exercem maior influência no desempenho de um determinado processo.

A metodologia de definição do planejamento experimental utilizada neste estudo é a de Taguchi, que segundo Hebbale (2017) é uma ferramenta estatística que permite gerar informações sobre a reação de determinado processo, definindo uma menor quantidade de experimentos, reduzindo custo e tempo de experimentação.

Taguchi propõe uma técnica que permite determinar os melhores parâmetros do processo de aspersão térmica, obtendo um revestimento mais adequado em termos de propriedades micro estruturais e mecânicas. Essa técnica é um arranjo ortogonal de S elementos, $L_n(S_m)$, e para a seleção do arranjo mais adequado, TABELA 4, leva-se em consideração o número de fatores e o número de níveis de cada fator.

TABELA 4 ARRANJOS ORTOGONAIS DE TAGUCHI

ARRANJO ORTOGONAL	Nº DE LINHAS	Nº MÁXIMO DE FATORES	Nº MÁXIMO DE FATORES COM ESSES NÍVEIS			
			2	3	4	5
L ₄	4	3	3	-	-	-
L ₈	8	7	7	-	-	-
L ₉	9	4	-	4	-	-
L ₁₂	12	11	11	-	-	-

FONTE: Adaptado de PHADKE, 1989

Sucharski e Pukasiewicz (2015) em seus estudos utilizaram o arranjo L₉ e constataram que a metodologia de Taguchi foi uma ótima ferramenta de análise a resposta dos parâmetros de deposição do processo de aspersão térmica HVOV, obtendo ótimos níveis no parâmetro aplicado, resultando em revestimentos com melhores propriedades.

Para a aplicação da metodologia de Taguchi, as variáveis que afetam as características do projeto são classificadas em três categorias: fatores de controle, parâmetros fixos e a resposta. A distribuição para este estudo foi realizada da seguinte forma, TABELA 5:

TABELA 5 FATORES EXPERIMENTAIS DO MÉTODO DE TAGUCHI

FATOR DE CONTROLE	PARÂMETROS FIXOS	RESPOTA
Pós aquecimento	Número de passes	Tensão de aderência
Pré Aquecimento	Limpeza abrasiva - Sa3	Resistência ao desgaste
Distância de deposição	Pressão de gás de transporte	Porosidade
Composição dos pós		Teor de óxidos

FONTE: O autor (2024)

A partir da definição dos fatores de controle e das respostas, foi escolhido o arranjo ortogonal L₉, sendo possível estudar 4 fatores de controle com 3 níveis de variação para cada um deles, TABELA 6:

TABELA 6 FATORES DE CONTROLE

A Liga (mistura de pós)	B Distância (mm)	C Pré aquecimento °C	D Pós aquecimento °C	Nível
Al40wt%Nb ₂ O ₅ *	150	0	0	1
Al50wt%Nb ₂ O ₅ *	200	100	200	2
Al60wt%Nb ₂ O ₅ *	250	150	250	3

FONTE: O Autor (2023) 2* Todas as misturas de pós tem adição de 2% de Grafeno

Os fatores de controle irão avaliar a influência da composição dos pós, a distância de aspersão e o pré e o pós aquecimento do substrato, no processo de aspersão. Aplicando a arranjo ortogonal L₉, temos os seguintes parâmetros a serem avaliados, TABELA 7:

TABELA 7 ARRANJO ORTOGONAL L9

NÚMERO DE PARÂMETROS	FATOR DE CONTROLE				RESPOSTA
	A	B	C	D	(y _i)
1	1	1	1	1	y ₁
2	1	2	2	2	y ₂
3	1	3	3	3	y ₃
4	2	1	2	3	y ₄
5	2	3	1	2	y ₅
6	2	3	1	2	y ₅
7	3	1	3	2	y ₇
8	3	2	1	3	y ₈
9	3	3	2	1	y ₉

FONTE: LEE; SARAHINTU (2008)

Desta forma, os parâmetros avaliados são, TABELA 8:

TABELA 8 PARÂMETROS DO PROCESSO DE ASPERSÃO FS

PARÂMETRO	FATOR DE CONTROLE			
	A	B	C	D
	Composição	Distância (mm)	Pré aquecimento °C	Pós aquecimento °C
1	Al40wt%Nb ₂ O ₅	150	0	0
2	Al40wt%Nb ₂ O ₅	200	100	200
3	Al40wt%Nb ₂ O ₅	250	150	250
4	Al50wt%Nb ₂ O ₅	150	100	250
5	Al50wt%Nb ₂ O ₅	200	150	0
6	Al50wt%Nb ₂ O ₅	250	0	200
7	Al60wt%Nb ₂ O ₅	150	150	200
8	Al60wt%Nb ₂ O ₅	200	0	250
9	Al60wt%Nb ₂ O ₅	250	100	0

FONTE: O Autor (2023) 3* Todas as misturas de pós tem adição de 2% de Grafeno

Para cada parâmetro apresentado no arranjo ortogonal, serão necessários 9 corpos de prova (amostras) de aço inoxidável austenítico AISI 316, totalizando 84 amostras. Sendo 7 placas e 2 tarugos.

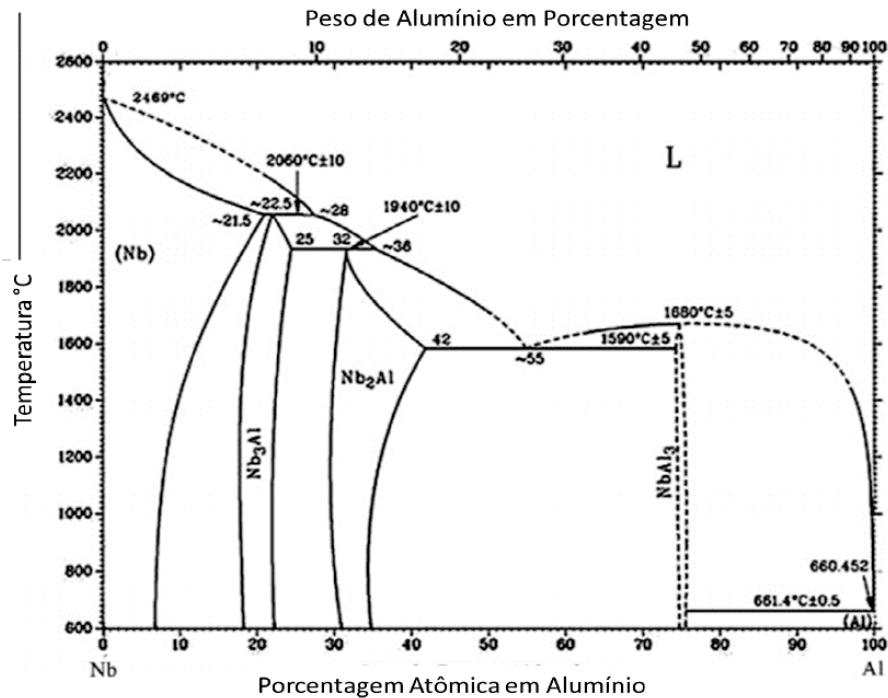
A partir da metodologia de Taguchi e dos objetivos específicos descritos para se atingir o objetivo geral do projeto, foi descrito os materiais, equipamento e procedimentos utilizados para obtenção das amostras e execução dos ensaios.

3.2 PREPARAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS

3.2.1 Pó para aspersão

Os pós de Pentóxido de Nióbio, Alumínio e grafeno, para a aspersão do estudo, foi preparado de acordo com o diagrama de fases binário Nb-Al, FIGURA 19, que traz uma previsão de composições químicas capazes de formarem intermetálicos Nb₃Al e NbAl₃ na solidificação. Pois segundo Menegotto (2015), os intermetálicos apresentam grande potencial na formação de ligas e revestimento de elevada dureza sendo estáveis em alta temperatura.

FIGURA 19 DIAGRAMA DE FASES NB-AL



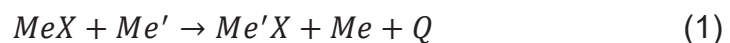
FONTE: Adaptado de ASM HANDBOOK (1992)

De acordo com o diagrama de fases é possível identificar a formação das fases Nb_3Al e Nb_2Al aproximadamente entre $2060^{\circ}C/8,8\%wtAl$ e $1940^{\circ}C/12,5\%wtAl$ respectivamente. A fase $NbAl_3$ é formada entre $1660^{\circ}C/46,5wtAl$ aproximadamente.

Graf e D'Oliveira (2006) em seus estudos, verificaram que os revestimentos com 20 e 40% Al apresentaram fases intermetálicas de especial interesse em aplicações envolvendo desgaste/corrosão a altas temperaturas, como os intermetálicos Nb_3Al e $NbAl_3$, quando depositados pelo processo de Plasma com arco transferido (PTA).

Ainda, Menegotto (2015) depositou, pelo processo PTA, uma mistura de $Nb40\%wtAl$ em aço inoxidável SAE 316, e confirmou, através de EDS, a formação de dendritas de $NbAl_3$ e uma região interdendrítica com intermetálicos $NbAl_3$ em conjunto com o Nb_2Al .

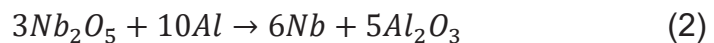
A formação de ligas também pode ocorrer por redução aluminotérmica, que em geral acontece por redução de um óxido metálico para um metal, EQUAÇÃO 1 (MENDES, 2005):



Onde:

- MeX é o composto a ser reduzido (óxido metálico)
- Me' é o agente redutor
- Me é o metal desejado
- Q é o calor da reação

Ou seja, para a mistura proposta no presente estudo, a reação resultaria na liga Al-Nb, EQUAÇÃO 2:



Diante do exposto, a proporção de Nb_2O_5 e Al escolhida foi de Al40%wt Nb_2O_5 , Nb_2O_5 60%wtAl, Nb_2O_5 50%wtAl, para obtermos uma boa faixa de estudo, e em todas as proporções foram acrescentadas de 2% de grafeno.

O grafeno é um dos mais fortes materiais já produzidos e vem ganhando força em aplicações no revestimento anticorrosivo de estruturas metálicas. É composto de átomos de carbono arranjados em hexágonos fortemente ligados com apenas um átomo de espessura. Três milhões de folhas de grafeno em cima uns dos outros seria um milímetro de espessura (METÁLICA, 2024).

O pó de alumínio é proveniente do estoque Laboratório de Aspersão Térmica e Soldagens Especiais (LABATS) da Universidade Federal do Paraná. O pó de Pentóxido de Níbio proveniente de doação pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM),

Segundo a CBMM o Pentóxido de Níbio disponibilizado tem os seguintes elementos químicos em sua composição, TABELA 9.

TABELA 9 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PÓ DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO

ELEMENTO QUÍMICO	COMPOSIÇÃO
Nb ₂ O ₅ – Pentóxido de Nióbio	99,8%
Ta – Tântalo	1047ppm
Fe – Ferro	4,3ppm
Si – Silício	<30ppm
Al - Alumínio	<3
Cr – Cromo	<1
Mn – Manganês	<1
Co - Cobalto	<1
Cu - Cobre	<1

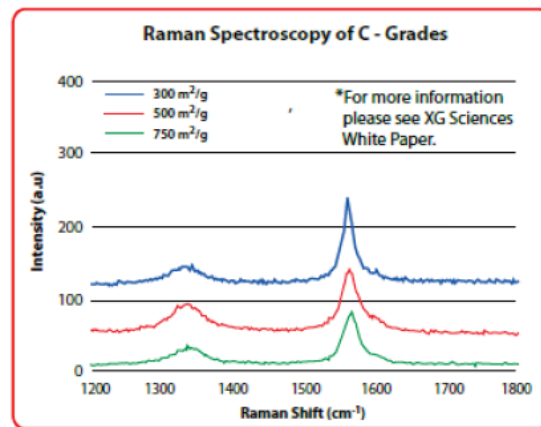
FONTE: Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração – CBMM (2022)

O grafeno utilizado foi adquirido na forma de Nanoplacas de grafeno xGnP® - Grau C-750 - xGnP® da marca Sigma Aldrich. Estas Nanoplacas de grafeno são nano partículas exclusivas que consistem em pequenas pilhas de folhas de grafeno em formato de plaqueta. As partículas de grau C estão disponíveis em diferentes graus, designados por sua área superficial aproximada (SIGMA ALDRICH, 2024).

As partículas de grau C normalmente consistem em agregados de plaquetas submicrométricas que têm um diâmetro de partícula inferior a 2 micron e uma espessura de partícula típica de alguns nanômetros, dependendo da área de superfície. Partículas de grau C podem ser encontradas com áreas superficiais médias de 300, 500 e 750m²/g (SIGMA ALDRICH, 2024).

A partir da análise de espectroscopia Raman fornecida pelo fabricante, para Nanoplacas de grafeno xGnP® - Grau C-750 - xGnP®, encontramos as partículas de Nanoplaquetas de grafeno de grau C a partir do perfil apresentado no espectro da FIGURA 20, destacado em verde, sendo possível identificar uma banda, aproximadamente a 1350cm⁻¹ com intensidade de aproximadamente 30a.u (*arbitrary units*).

FIGURA 20 ESPECTROSCOPIA RAMAN PARA NANOPLAQUETAS DE GRAFENO DE GRAU C.



FONTE: SIGMAALDRICH (2024)

Os pós de alumínio e o de Pentóxido de Nióbio foram submetidos ao peneiramento para obter uma faixa de valores de grãos os quais o processo de chama 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 para separação necessária.

Depois da mistura os pós seguiram para moagem rápida no moinho de bolas, da marca Retsch E-max. Cada mistura do estudo foi colada no moinho de bolas juntamente com 12 esferas de aço cromo de diâmetro de 8mm, a uma rotação de 380rpm, por cerca de 20 minutos à temperatura de 22°C, aumento assim a homogeneidade da mistura e os aglomerados entre as partículas.

Após o moinho de bolas as misturas de pós foram separados em porções, utilizando a Balança Analítica Eletrônica BG 2000 Gehaka, a fim de se obter a proporção indicada no estudo, TABELA 10. Assim as misturas foram colocados no misturador em formato de Y por uma hora e rotação de 12rpm, com o objetivo de uma maior homogeneização da mistura.

TABELA 10 PROPORÇÃO DO PÓ DE ASPERSÃO

Pó para aspersão (Mistura)	Alumínio %	Pentóxido de Nióbio %	Grafeno %
Nb ₂ O ₅ 60wt%Al	40%	60%	2%
Nb ₂ O ₅ 50wt%Al	50%	50%	2%
Al60wt%Nb ₂ O ₅	60%	40%	2%

FONTE: O Autor (2024).

3.2.1.1 Composição química das misturas de revestimento

As misturas previamente preparadas foram submetidas a análise da composição química através da técnica de EDS, que funciona em conjunto com o MEV, onde é possível determinar as composições químicas dos microconstituintes presentes na amostra. A análise foi realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura de uma indústria da região de Curitiba, modelo Sigma 300 VP, FIGURA 21.

FIGURA 21 MICROSCOPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA - SIGMA 300 VP



FONTE: UFSM (2024)

3.2.2 Substrato

O substrato utilizado neste estudo foram chapas de aço inoxidável austenítico AISI 316, pois, segundo CARBÓ (2008), os aços inoxidáveis austeníticos têm excelente resistência a corrosão, excelente ductilidade comparados aos ferríticos e excelente soldabilidade. Ainda, apresentam baixa condutividade térmica e são utilizados em temperatura ambiente, altas temperaturas (até 1150°C) e em baixíssimas temperaturas. Possuem baixa condutividade térmica e a sua dilatação é maior comparada aos aços carbonos e outros tipos de aços inoxidáveis.

Porém os aços inoxidáveis também estão sujeitos a corrosão, podendo ser manifestadas por duas formas principais (ABINOX, 2024):

- Corrosão geral: ocorre em toda a superfície do metal à velocidade uniforme
- Corrosão localizada: ocorre somente em uma área restrita

Foram utilizadas chapas de aço inoxidável AISI 316 como substrato, FIGURA 22A, com espessura de 1,5mm, cortadas igualmente em 63 corpos de prova de dimensões 75,0x50mm, para os ensaios de metalografia (EDS e MEV), dobramento, micro dureza Vickers e Potenciodinâmica. Além das placas de aço inoxidável foram utilizados 21 tarugos com 25,4mm de diâmetro e 35mm de comprimento, com furo roscado M12x1,75 com 20mm de profundidade para acoplamento no dispositivo do ensaio de tração, FIGURA 22B.

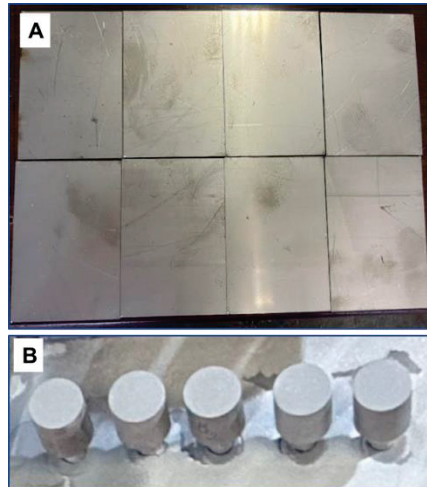
A composição química do aço inoxidável 316, utilizado nesta pesquisa, TABELA 11:

TABELA 11 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AÇO INOXIDÁVEL AISI 316

TIPO	%C (MÁX)	% Cr	%Ni	%Mn (MÁX)	%Si (MÁX)	OUTROS
316	0,15	18	8	2,0	1,0	2 – 3%Mo

FONTE: PADILHA (1994)

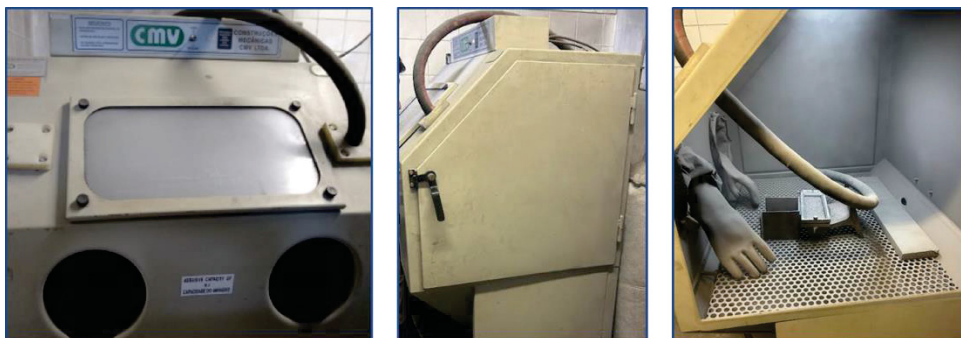
FIGURA 22 CORPOS DE PROVA DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316



FONTE: O Autor (2024)

A limpeza dos corpos de prova foi realizada através do processo de jateamento abrasivo por sucção, a fim de se obter uma limpeza Sa3 e rugosidade entre 2,5 a 13 μ m - norma PETROBRÁS 2568/18 – para que o revestimento tenha adesão adequada na superfície do substrato. A limpeza ocorreu na câmara de jateamento CMV, modelo GS 9075, do laboratório da UFPR – LABATS, FIGURA 23, com os seguintes parâmetros de processo, TABELA 12:

FIGURA 23 CAMARA DE JATEAMENTO CMV – GS 9075



FONTE: O Autor (2024)

Para o processo de limpeza por jateamento abrasivo foi utilizado o abrasivo de óxido de alumínio marrom, com granulometria de 20 Mesh e o de 36 Mesh, com movimentos da pistola de jateamento na vertical e na horizontal com 4 passes, com pressão e distância de jateamento de 45Psi e 150mm respectivamente.

TABELA 12 PARÂMETROS DE JATEAMENTO ABRASIVO

TIPO DE ABRASIVO	GRANULOMETRIA (mesh)	PRESSÃO DE JATEAMENTO (Psi)	DISTÂNCIA DE JATEAMENTO (mm)	NÚMERO DE PASSES
Óxido de alumínio	20	45	150	4

FONTE: 3O Autor (2024)

Após limpeza mediu-se a rugosidade da superfície dos corpos de prova com o rugosímetro portátil Mitutoyo, modelo SJ201, FIGURA 24.

FIGURA 24 RUGOSÍMETRO PORTÁTIL MITUTOYO SJ2010

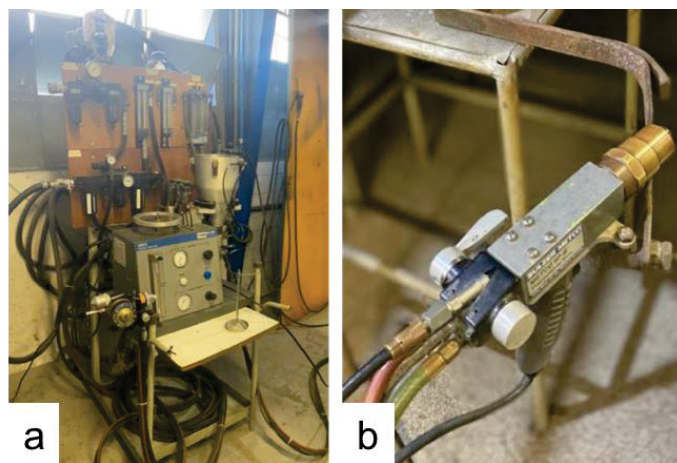


FONTE: MITUTOYO, 2016

3.3 AASPERSÃO

A AT por chama pó foi realizada no laboratório de Aspersão Térmica e Soldagens Especiais da Universidade Federal do Paraná. O equipamento utilizado foi o *Flame Spray*, com uma pistola Sulzer Metco modelo 6P-II e uma alimentador de pó Sulzer Metco modelo 5MPE, FIGURA 25.

FIGURA 25 EQUIPAMENTO DE ASPERSÃO COM ALIMENTADOR DE PÓ SULZER METCO 5MPE (a) E PISTOLA SULZER METCO 6P-II (b)



FONTE: O AUTOR (2024)

Os corpos de prova foram dispostos lado a lado, e a deposição foi realizada por batelada. Cada batelada utilizou-se 7 plaquinhas e 2 tarugos de aço inoxidável AISI 316 previamente preparados. Ao todo, foram realizadas 9 bateladas, de acordo com os parâmetros indicados por Taguchi, FIGURA 26.

FIGURA 26 DISPOSIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA DEPOSIÇÃO



FONTE: O AUTOR (2024)

Os fatores de controle foram ajustados de acordo com a metodologia de Taguchi, TABELA 13, e os pós de revestimento foram aquecidos à 100°C por 10 minutos, em um forno elétrico, para retirar a possível umidade dos pós.

TABELA 13 PARÂMETROS DO PROCESSO DE ASPERSÃO FS

PARÂMETRO	FATOR DE CONTROLE			
	A	B	C	D
	Composição	Distância (mm)	Pré aquecimento °C	Pós aquecimento °C
P1	Al40wt%Nb ₂ O ₅	150	0	0
P2	Al40wt%Nb ₂ O ₅	200	100	200
P3	Al40wt%Nb ₂ O ₅	250	150	250
P4	Al50wt%Nb ₂ O ₅	150	100	250
P5	Al50wt%Nb ₂ O ₅	200	150	0
P6	Al50wt%Nb ₂ O ₅	250	0	200
P7	Al60wt%Nb ₂ O ₅	150	150	200
P8	Al60wt%Nb ₂ O ₅	200	0	250
99	Al60wt%Nb ₂ O ₅	250	100	0

FONTE: O Autor (2024). * Todas as misturas de pós tem adição de 2% de Grafeno

O processo de aspersão teve uma taxa de alimentação fixa de 6,33g/min e os demais parâmetros, todos fixos, do processo foram ajustados da seguinte forma, TABELA 14:

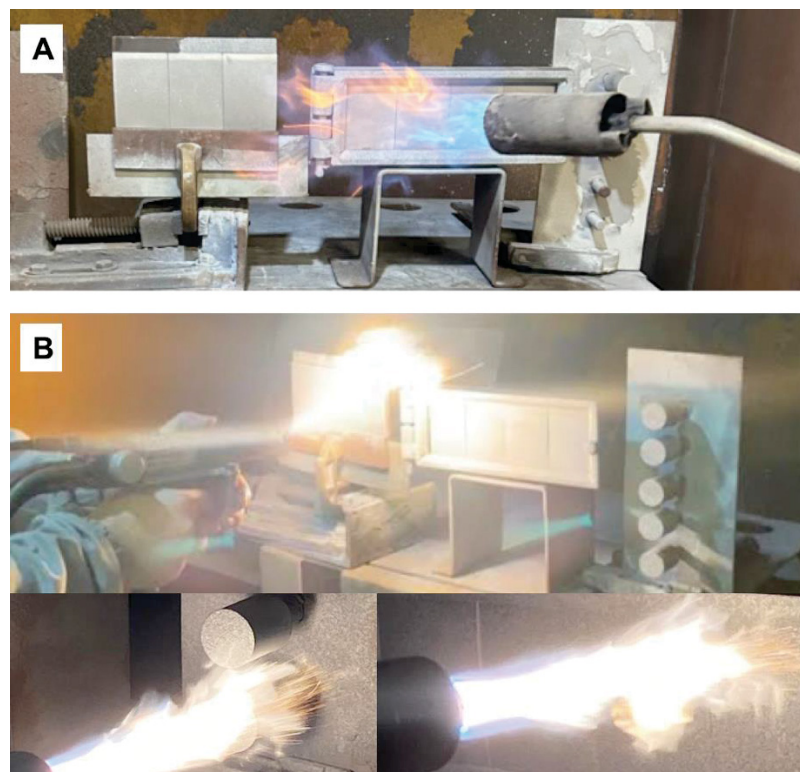
TABELA 14 PARÂMETROS FIXOS DO PROCESSO

	Oxigênio	Acetileno	Nitrogênio
Pressão (psi)	30	17	50
Fluxo	40%	40%	20 SCFM

FONTE: O Autor (2024).

O pré-aquecimento e os pós aquecimento foram realizados de acordo com a necessidade do parâmetro, através de uma tocha, FIGURA 27A, e então procedeu-se a deposição do revestimento, FIGURA 27B

FIGURA 27 A) AQUECIMENTO DOS CORPOS DE PROVA COM TOCHA B)
PROCESSO DE DEPOSIÇÃO DO RESVESTIMENTO



FONTE: O Autor (2024).

Após o processo de aspersão e resfriamento, os corpos de prova, FIGURA 28, foram submetidos a medição da espessura da camada de revestimento, com o equipamento de medição de espessura da ASKO modelo AK 157.

FIGURA 28 CORPOS DE PROVA APÓS DEPOSIÇÃO DO REVESTIMENTO



FONTE: O Autor (2024).

A espessura do revestimento deve seguir a norma Petrobrás N2568B (2018, p. 20), “o critério de avaliação da espessura deve ser baseado na média

das espessuras pontuais medidas para cada corpo de prova. Em cada linha imaginária de medição devem ser medidos cinco pontos a cada 80mm”. Para os aços inoxidáveis, foi seguido os seguintes critérios, TABELA 15.

TABELA 15 CRITÉRIO DE AVALIAÇÃO DA ESPESSURA DOS REVESTIMENTOS

CRITÉRIO	ESPESSURA DO MATERIAL ASPERGIDO – AÇO INOXIDÁVEL	
		(μm)
Reprovado		< 225
Aprovado		225 – 400
Sujeito ao teste da faca		400 - 500
Reprovado		> 500

FONTE: Adaptado de PETROBRÁS N2568B, 2011

3.4 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Após o processo de aspersão térmica foram analisadas as características dos revestimentos através de ensaios de metalografia. Para realizar essas análises primeiro foi necessário preparar as amostras conforme o guia/norma padrão ASTM E3 para a preparação de amostras metalográficas.

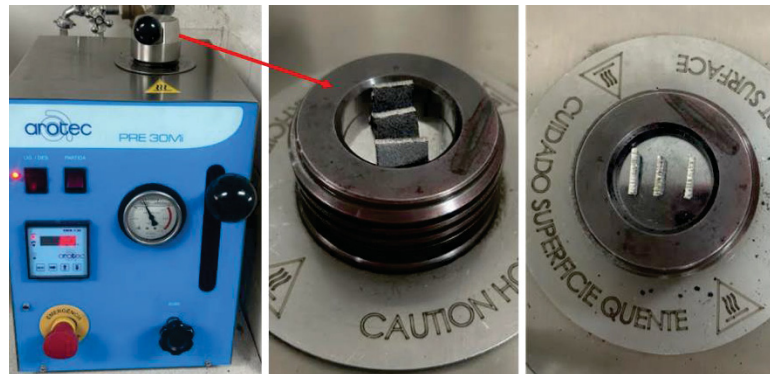
Essa norma descreve os métodos de amostragem e preparação do corpo de prova, com o objetivo de caracterizar e avaliar os componentes e a estrutura dos metais e suas ligas através de análises de: Microscópio Eletrônico de Varredura, Microdureza Vickers e Espectroscopia de raios X.

A amostragem do corpo de prova foi realizada na seção transversal, que segundo a norma NBR 13284 (ABNT, 1995) revelam informações como: variações na estrutura do material do centro à superfície; distinção de impurezas não metálicas; profundidade de corrosão; tamanho de grãos; etc, onde as dimensões das amostras ideais para análise é entre 12mm e 15mm nas laterais, e 15mm a 20mm de altura. Desta forma, os cortes nas amostras foram de, aproximadamente, 12mm de largura e 15mm de altura, por meio de uma serra manual, pois a máquina CutOff Arotec 80 não estava em funcionamento.

Após o corte dos corpos de prova, foi realizado o embutimento das amostras a fim de facilitar o manuseio e evitar que as amostras com arestas rasquem a lixa, bem como o abaulamento das mesmas durante o processo. Esse

processo ocorreu a quente para adesão da amostra e foi realizado na Prensa de Embutimento PRE-30Mi, juntamente com uma resina acrílica, que irá resultar na cura devido à alta temperatura e pressão, FIGURA 29.

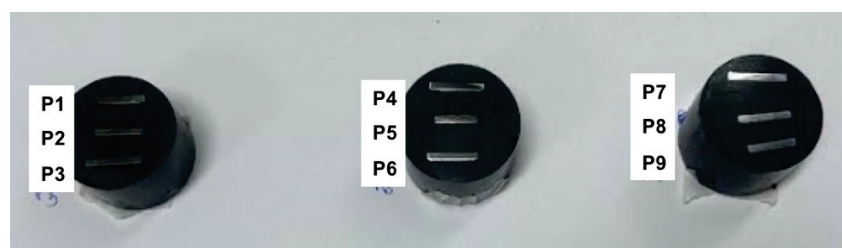
FIGURA 29 EMBUTIMENTO DOS CORPOS DE PROVA NA PRENSA DE EMBUTIMENTO



FONTE: O Autor (2024)

Por fim, as amostras foram lixadas sucessivamente com lixas d'água de granulometria cada vez menores, a fim de deixar as amostras com um grau de perfeição elevado no acabamento. O lixamento foi realizado na Politriz Lixadeira Metalográfica da marca Fortel, Modelo PLF. As lixas d'água seguiram a ordem de granulometria: 120, 220, 400, 600 e 1200. Após o lixamento as amostras seguiram para os panos de polimento com pasta de diamante de 3 μ m e 1 μ m para acabamento final, FIGURA 30.

FIGURA 30 CORPOS DE PROVA EMBUTIDOS



FONTE: O Autor (2024)

3.5 CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS

3.5.1 ENSAIO DE ADERÊNCIA – DOBRAMENTO

A resistência mecânica de um revestimento depositado por aspersão térmica depende da aderência entre a camada deste revestimento 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, 2002).

Um dos ensaios para avaliação da aderência do revestimento é o ensaio de dobramento, que foi realizado conforme norma PETROBRAS 2568-b/2011, em um mandril de 13mm de diâmetro, FIGURA 31A, e os dobramentos de 180° das chapas revestidas, FIGURA 31B,31C,31D,31E,31F,31G.

FIGURA 31 ENSAIO DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO



FONTE: O Autor (2024)

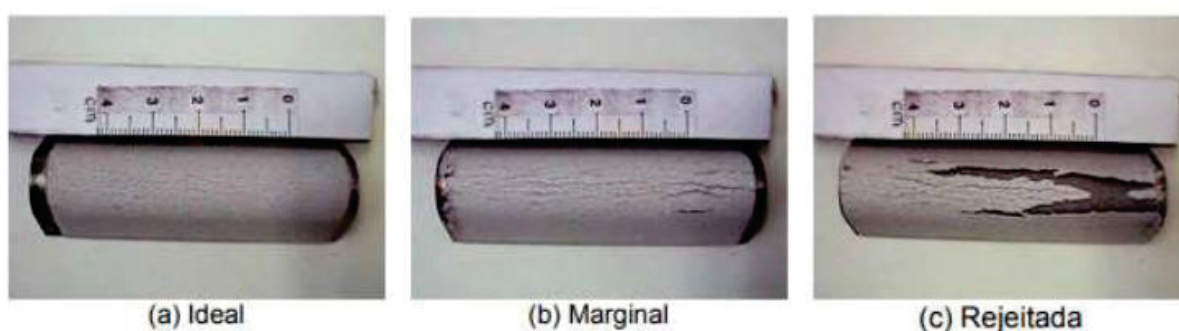
Foram utilizadas 3 chapas revestida para cada parâmetro, totalizando 27 chapinhas. A análise foi qualitativa, portanto, os critérios para a avaliação do revestimento após ensaio de dobramento seguiram a Norma Petrobras 2568b, TABELA 16 e FIGURA 32:

TABELA 16 CRITÉRIOS DE AVALIAÇÃO PARA VALIDAÇÃO DO REVESTIMENTO APÓS ENSAIO

CONDIÇÃO	APARÊNCIA DA SUPERFÍCIE
Ideal	Sem micro trincas ou micro trincas superficiais
Marginal	Contém micro trincas, sem desgarramento ou deslocamento da camada
Rejeitada	Contém trincas e fendas com desgarramento e deslocamento da camada

FONTE: Adaptado de PETROBRÁS N-2568b, 2011

FIGURA 32 CARACTERIZAÇÃO VISUAL DA VALIDAÇÃO DO REVESTIMENTO APÓS ENSAIO



FONTE: PETROBRÁS N-2568b, 2011

3.5.2 ENSAIO DE ADERÊNCIA - 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 por tração, ensaio este que obedece a norma ASTM C-633/13, 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.

A avaliação foi feita a partir da tensão necessária para o rompimento das amostras coladas e do local onde ocorre a separação das mesmas, através de uma máquina universal de ensaio modelo EMIC DL 2000, com capacidade de 20kN, FIGURA 33.

FIGURA 33 DISPOSITIVO UTILIZADO PARA O ENSAIO DE ADERÊNCIA – EMIC DL 2000



FONTE: O Autor (2024)

3.5.3 MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA – MEV

O Microscópio Eletrônico de varredura foi utilizado para caracterização do revestimento após o embutimento dos corpos de prova, conforme descrito anteriormente. O equipamento utilizado foi o VEGA3 TESCAN da Universidade Federal do Paraná, FIGURA 34, “com resolução de 3nm permite magnificações de até 300kX. Imagens com pressão controlada entre 3 a 500Pa. Análise dos aspectos tridimensionais por estereoscopia de elétrons secundários processadas pelo programa Mex da Alicona. Sistema de análise química tipo

EDS (Oxford) com software AZ Tech (Advanced) com detetor tipo SDD de 80 mm² (CME, 2024).

FIGURA 34 MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA TESCAN VEGA 3 LMU



FONTE: CME, 2024

A análise através do Microscópio Eletrônico de Varredura permite uma visualização mais detalhada da superfície do corpo de prova, possibilitando um aumento muito maior que os obtidos através da utilização da Microscopia Óptica, o que garante uma melhor caracterização das regiões de Poros e Óxidos, bem como a presença deste dentro de uma fase metálica.

3.5.4 ESPECTROSCOPIA DE RAIOS X – EDS

A caracterização dos revestimentos por análise da composição química foi realizada por mapeamento dos revestimentos através das imagens do ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura, na amostra embutida da seção transversal do revestimento e substrato, onde foi realizado o mapeamento por pontos localizados na fase intermetálica do revestimento e dos óxidos formados. Também, foi realizado o mapeamento químico da superfície das amostras, a fim de identificar a composição química na superfície das amostras aspergidas.

3.5.5 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

O ensaio de dureza Vickers teve por objetivo avaliar o grau de dureza do revestimento através da avaliação da resistência do revestimento em relação a deformação plástica, que foi realizada com a aplicação de uma carga sobre um penetrador piramidal de diamante. O ensaio foi realizado em um microdurômetro Mitutoyo 810-127A HM-122 de uma indústria da região de Curitiba-PR, configurado para a carga de 300g (HV0,3), FIGURA 35.

FIGURA 35 EQUIPAMENTO DE ENSAIO MICRODUREZA VICKERS MITUTOYO 810-127A HM-122



FONTE: 4O Autor (2024)

O ensaio de Microdureza Vickers é realizada a partir de uma impressão – indentações - no revestimento com o auxílio de um penetrador de diamante, na forma de uma pirâmide reta de base quadrada. A carga do ensaio é aplicada ao longo de 10 a 15 segundos, em seguida é feita a medição das diagonais da impressão no material.

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 objetivo durante o ensaio de Microdureza foi realizar 3 (três) indentações na secção transversal do revestimento, com distâncias de 150 μ m entre as penetrações, num período de 10 segundos cada.

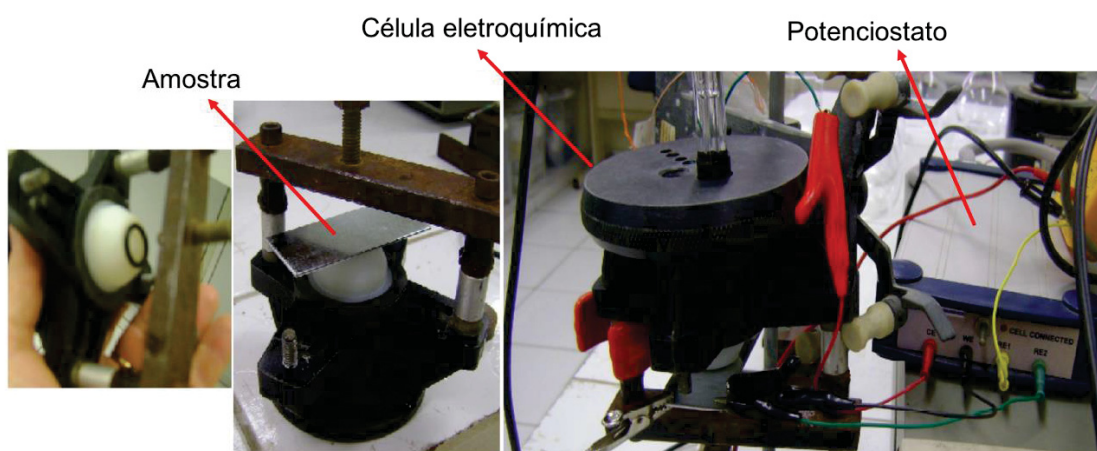
3.5.6 ENSAIO ELETROQUÍMICO

O ensaio eletroquímico é uma ferramenta importante para avaliar o comportamento dos materiais frente à corrosão em diferentes meios.

Para realizar o ensaio eletroquímico os corpos de prova revestidos foram cortados em forma de retângulo com 5cm de diâmetro por 7cm de comprimento e, manualmente limpas com acetona e álcool etílico, em seguida foram secos com algodão.

A área metálica de estudo foi de 1,5cm² e para trabalhar com as amostras usou-se uma célula eletroquímica de aperto, FIGURA 36, onde mostra em detalhe, como foram feitas as conexões entre os eletrodos da célula com o equipamento “potenciostato”.

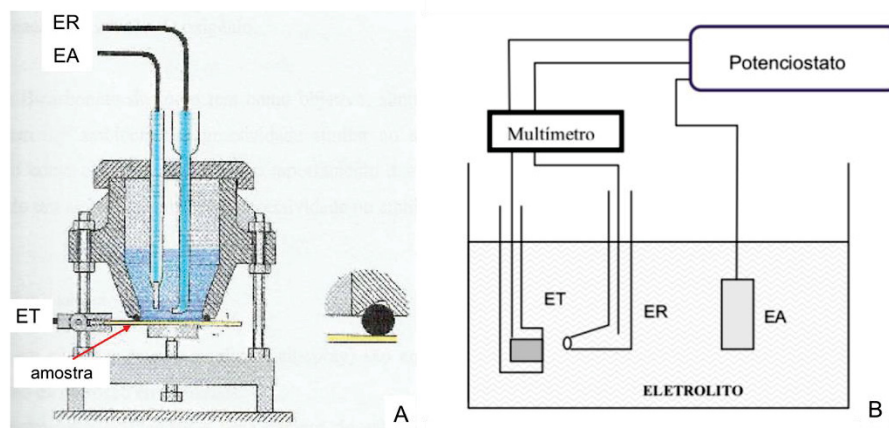
FIGURA 36 TÉCNICA ELETROQUÍMICA NAS AMOSTRAS TIPO CHAPA



FONTE: O Autor (2024)

A FIGURA 37 mostra a célula usada nos ensaios eletroquímicos, além de mostrar as conexões entre o eletrodo de referência (K/KCl saturado) e o eletrodo de trabalho (chapas revestidas) juntamente com um multímetro, FIGURA 37B, para obter o potencial de repouso da amostra previamente ao início das medições eletroquímicas. Na FIGURA 37B, o processo consiste basicamente em monitorar a evolução (ou regressão) espontânea do potencial de repouso (E_{rep}) das amostras em relação ao eletrodo de referência em função do tempo (E_{rep} vs tempo), com auxílio do multímetro. A leitura se inicia no instante que a amostra é mergulhada na solução e usa como tempo de estabilização das leituras os valores de potenciais após, pelo menos 3 minutos de exposição da amostra no meio corrosivo. Durante este período foi monitorado o potencial de repouso (E_{rep}) em relação ao eletrodo de referência de potássio/cloreto de potássio saturado.

FIGURA 37 CÉLULA ELETROQUÍMICA DE APERTO A) CÉLULA COM CONEXÕES ENTRE ELETRODOS DE REFERÊNCIA E ELETRODO DE TRABALHO B) CONTROLE DOS PARÂMETROS DA CÉLULA



FONTE: O Autor (2024)

A FIGURA 37A é composta de 3 eletrodos. Além dos dois eletrodos, eletrodo de trabalho (ET) e eletrodo de referência (ER) é necessário à introdução do contra eletrodo (EA), que é um eletrodo de platina para possibilitar a circulação de corrente entre o ET e o EA. O potencial é medido entre o ET e o ER devido ao fluxo de corrente entre o ET e o EA. Para obtenção do potencial, quando circula uma corrente em uma célula eletroquímica é necessário que a

corrente atravessa a solução ou eletrólito, por isso, a solução deve ter alta condutividade. Isto é satisfeito trabalhando com uma solução condutiva como é o caso do cloreto de potássio (água do mar sintética). Também é sabido que a corrente circulante no eletrodo de referência é desprezível, devido à construção desse eletrodo e do potenciostato. Com isso fica assegurado a circulação de uma corrente suficiente para alimentar as reações existentes no eletrodo de trabalho, assim como alimentar as reações subsidiárias no eletrodo de trabalho, tais como, carregar a capacitância da dupla camada e alimentar os processos faradaicos posteriores.

O potenciostato, FIGURA 38, utilizado no ensaio eletroquímico trabalhou em uma corrente de 100mA, uma tensão de saída de 21V e largura de banda de 250kHz.

FIGURA 38 POTENCIOSTATO DE TECNOLOGIA IVIUM, VERTEX.ONE.EIS. V28

909



FONTE: IVIUM (2024)

O ensaio foi feito 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 5mV/s e em uma solução de 3,5% KCl. Também foi usado a norma ASTM G61-86 para obtenção do Epp.

O ensaio eletroquímico consiste, inicialmente, no procedimento de polarização (sentido anódico) e quando a densidade de corrente (após um aumento brusco), atinge um determinado valor, faz-se a reversão da direção da varredura de potencial no sentido contrário ou sentido catódico. Caso haja formação de pites, com a evolução a valores de potenciais mais catódicos a curva descendente cruza com a curva ascendente (obtida durante a varredura de potencial na direção anódica). O potencial de proteção dos pites recém-

formados durante a varredura anódica, corresponde ao potencial em que a curva descendente (varredura catódica) cruza com a curva ascendente (varredura anódica).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

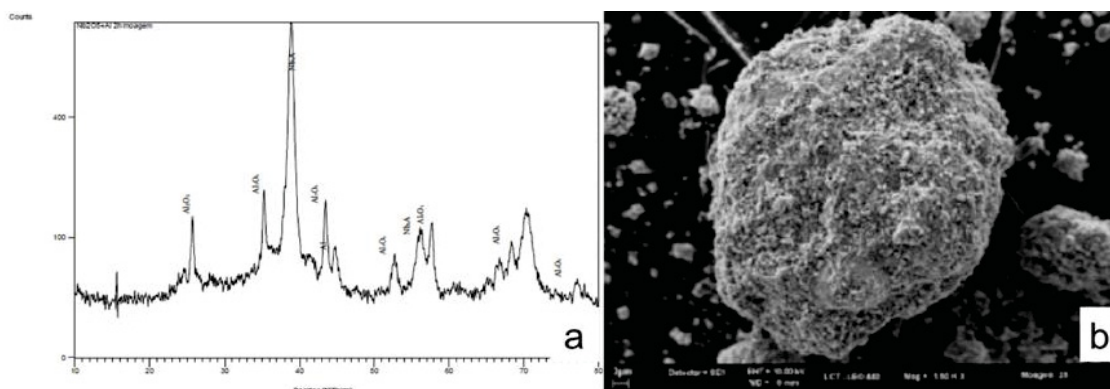
4.1 MEV E EDS DAS MISTURAS DE REVESTIMENTO

Após o preparado das misturas do revestimento, os pós foram submetidos a análise da composição química dos microconstituintes presentes na amostra, conforme descrito na metodologia da pesquisa.

A análise teve por objetivo identificar se houve a redução aluminotérmica de Pentóxido de Nióbio (intermetálicos), pois os intermetálicos apresentam grande potencial na formação de ligas e revestimento de elevada dureza sendo estáveis em alta temperatura (MENEGOTTO, 2015).

Nos estudos apresentados por Simões *et.al* (2006), é possível identificar, a partir da análise de Difratomia de raios-x - DRX, o aparecimento de picos de Al_2O_3 , Al residual e do composto intermetálico Nb_3Al , FIGURA 39a, resultante da reação entre Al residual e o Nb oriundo da reação de redução aluminotérmica após moagem de Alumínio e Pentóxido de nióbio por 120 minutos. E a partir da análise de MEV é possível notar a formação de aglomerados das partículas de alumínio e nióbio (FIGURA 39b).

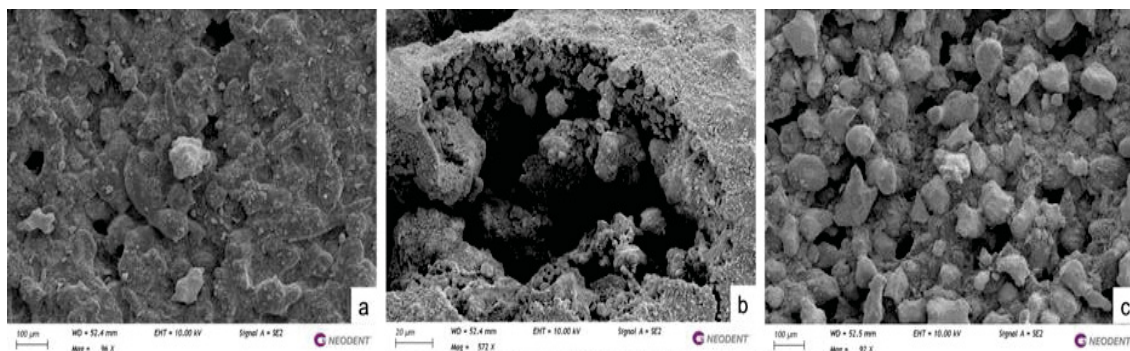
FIGURA 39 a)DRX da mistura de alumínio e pentóxido de nióbio, por 120 minutos
b)MEV do aglomerado de partículas, aumento de 1500x



FONTE: SIMÕES *et al* (2006)

Comparando com os estudos realizados por Simões et al (2006) e as análises de MEV das misturas do presente trabalho, é possível observar a morfologia das misturas (FIGURA 40), sendo possível observar indícios de interação mecânica e química entre o alumínio o Pentóxido de nióbio e o grafeno.

FIGURA 40 MEV DOS PÓS DE ASPERSÃO a) MISTURA Nb_2O_5 60%wtAl b) MISTURA Nb_2O_5 50%wtAl c) MISTURA Al60%wt Nb_2O_5



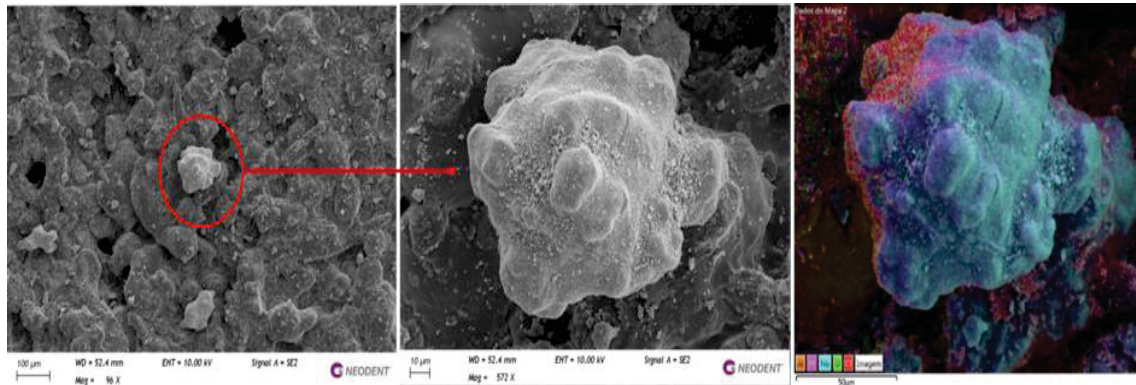
FONTE: O Autor (20204)

Na mistura Nb_2O_5 60%wtAl, FIGURA 39a, podemos observar a formação de esferas de nióbio encrustadas em alumínio não reagido e de alumina. Na mistura Nb_2O_5 50%wtAl é possível notar com maior nitidez a formação de aglomerados dos componentes da mistura, assim como na mistura Al60%wt Nb_2O_5 , FIGURA 39c.

Mesmo ficando evidenciado pelas análises de MEV que o Alumínio tem boa interação com o Pentóxido de nióbio e o grafeno, o mapeamento químico por EDS foi realizado nas misturas Nb_2O_5 60%wtAl, Nb_2O_5 50%wtAl e Al60%wt Nb_2O_5 , ambas com 2% de grafeno, a fim de comprovação dos componentes presentes nas misturas.

A FIGURA 41 mostra o ponto escolhido, a partir da FIGURA 40a, para o mapeamento químico da mistura Nb_2O_5 60%wtAl. O ponto escolhido se deu ao fato de ser um ponto mais claro no aglomerado da imagem.

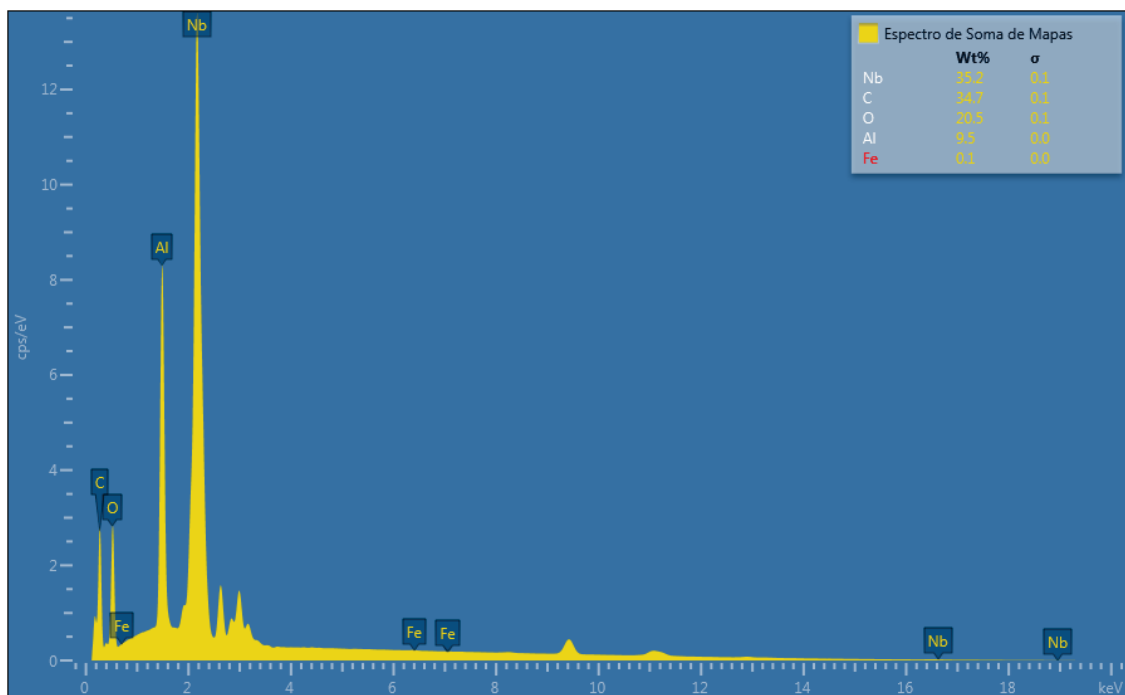
FIGURA 41 EDS DA MISTURA Nb₂O₅60%wtAl



FONTE: 50 Autor (2024)

No mapeamento químico, FIGURA 42, é possível identificarmos todos os componentes da mistura Nb₂O₅60%wtAl. O ponto escolhido apresenta maior porcentagem de nióbio com 35,2%, seguido do carbono, com 34,7% proveniente do grafeno, oxigênio, com 20,5%, provenientes dos óxidos presentes no Pentóxido de nióbio e devido a passivação do alumínio durante o processo de moagem e homogeneização da mistura, e do alumínio com 9,5%.

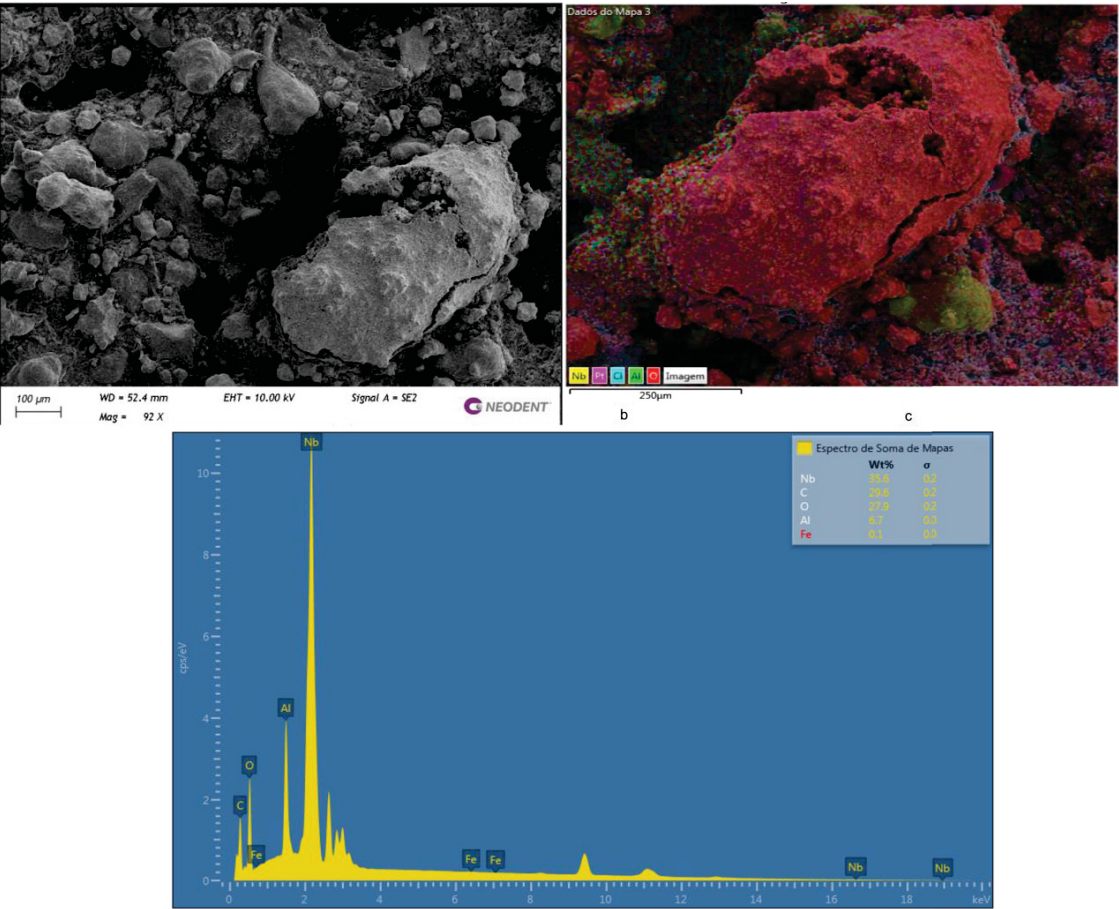
FIGURA 42 MAPEAMENTO QUÍMICO EDS DA MISTURA Nb₂O₅60%wtAl



FONTE: O Autor (2024)

A FIGURA 43 mostra o ponto escolhido para o mapeamento químico da mistura Nb₂O₅50%wtAl, assim como o mapeamento químico da região. É possível observar, através do mapeamento a predominância de Nióbio, seguido do carbono, oxigênio e alumínio, já elucidados anteriormente.

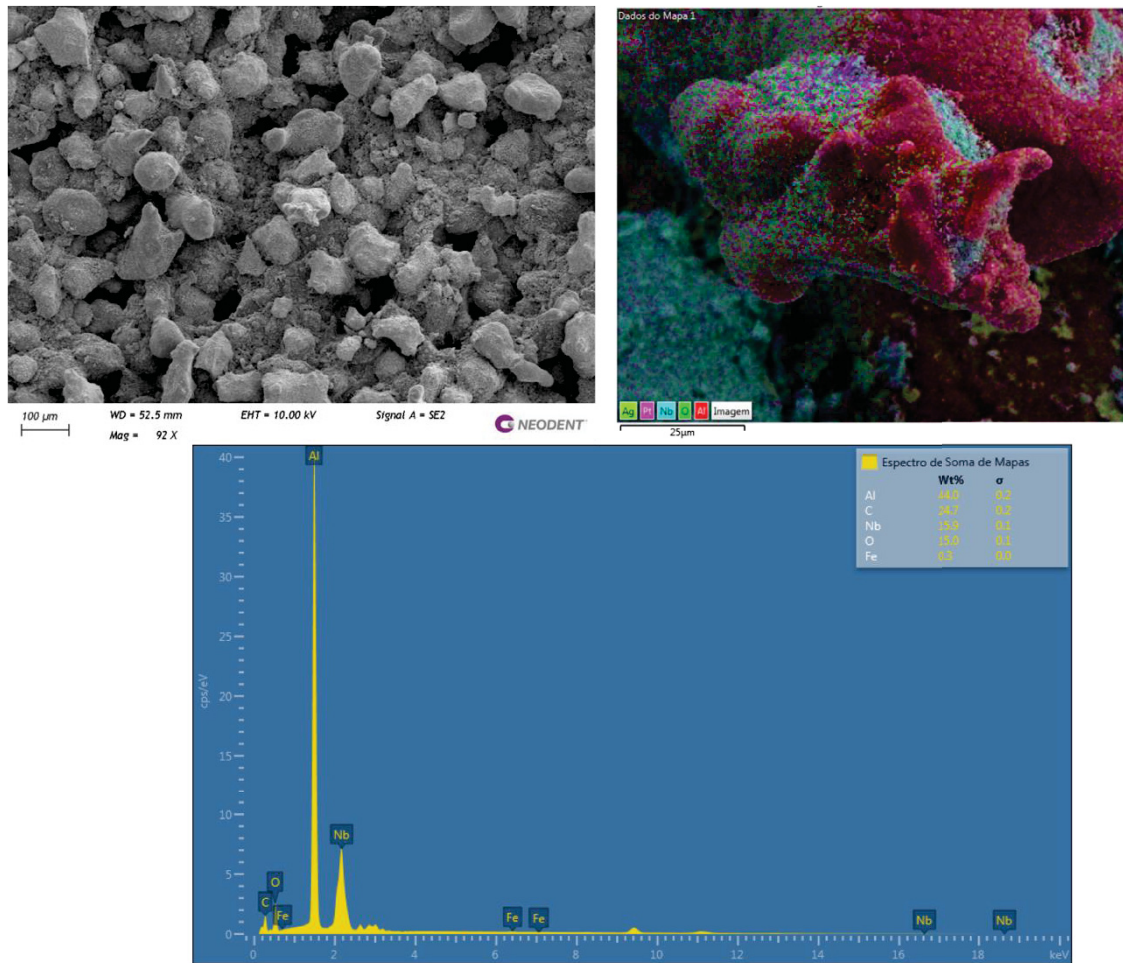
FIGURA 43 EDS DA MISTURA Nb₂O₅50%wtAl



FONTE: O Autor (2024)

A FIGURA 44 mostra o ponto escolhido para o mapeamento químico da mistura Al60%wtNb₂O₅, assim como o mapeamento químico da região. É possível observar, através do mapeamento a predominância de alumínio, seguido do carbono, nióbio e oxigênio, já elucidados anteriormente.

FIGURA 44 EDS DA MISTURA Al60%wtNb₂O₅



FONTE: O Autor (2024)

Através do mapeamento químico por EDS foi possível identificar que todos os componentes da mistura estavam presentes nas amostras. Sendo que, a porcentagem de cada um depende do ponto escolhido para o mapeamento químico.

4.1.1 RUGOSIDADE DO SUBSTRATO

A fim de se garantir a aderência do revestimento ao substrato, a superfície do substrato passou pelo processo de limpeza, já descritos na metodologia deste trabalho. Esta limpeza foi acompanhada pelo controle da rugosidade, que segundo Lima e Trevisan (2001), a faixa ideal é entre 2,5 e 13 µm de desvio médio aritmético (Ra), e pela norma Petrobras 2568-b/2018 uma

rugosidade da superfície jateada é entre 75µm a 120µm (valor de rugosidade Ry), porém não foi possível obter os valores de Ry, devido o equipamento estar danificado.

A TABELA 17 apresenta os valores obtidos para a rugosidade – Ra dos corpos de prova (substrato).

TABELA 17 RUGOSIDADE MÉDIA (Ra) DO SUBSTRATO APÓS LIMPEZA

PARÂMETRO P1		PARÂMETRO P2		PARÂMETRO P3	
AMOSTRA	Ra (µm)	AMOSTRA	Ra (µm)	AMOSTRA	Ra (µm)
A1	7,38	A8	5,58	A15	5,94
A2	6,37	A9	5,94	A16	5,99
A3	5,9	A10	6,56	A17	5,59
A4	6,05	A11	6,33	A18	5,79
A5	6,76	A12	5,9	A19	5,78
A6	6,26	A13	6,18	A20	5,55
A7	5,52	A14	5,84	A21	5,99
TA1	5,25	TA3	7,79	TA5	6,18
TA2	5,6	TA4	5,89	TA6	5,6
PARÂMETRO P4		PARÂMETRO P5		PARÂMETRO P6	
AMOSTRA	Ra (µm)	AMOSTRA	Ra (µm)	AMOSTRA	Ra (µm)
A1	5,74	A8	4,69	A15	5,35
A2	7,1	A9	4,54	A16	5,2
A3	5,66	A10	4,92	A17	5,03
A4	5,29	A11	4,94	A18	6,02
A5	4,13	A12	5,3	A19	6,09
A6	5,17	A13	4,88	A20	5,43
A7	4,41	A14	6,06	A21	5,62
TA1	5,58	TA3	4,97	TA5	5,9
TA2	5,06	TA4	5,09	TA6	5,43
PARÂMETRO P7		PARÂMETRO P8		PARÂMETRO P9	
AMOSTRA	Ra (µm)	AMOSTRA	Ra (µm)	AMOSTRA	Ra (µm)
A1	5,74	A8	4,7	A15	6,29
A2	7,1	A9	5,38	A16	5,36
A3	5,66	A10	5,58	A17	5,58
A4	5,29	A11	5,13	A18	5,47
A5	4,13	A12	5,35	A19	5,02
A6	5,17	A13	5,5	A20	5,07
A7	4,41	A14	5,91	A21	5,32
TA1	5,58	TA3	5,34	TA5	5,69
TA2	5,06	TA4	5,95	TA6	5,56

FONTE: 60 AUTOR, 2024

A rugosidade média (Ra) apresentada na TABELA 17 mostra valores dentro das recomendações citadas por Lima e Trevisam (2001) que menciona uma faixa de rugosidade média (Ra) entre 2,5 a 13 μ m.

As amostras A1, A2, A3, Ax..., são referentes as plaquinhas de aço inox e as amostras TA1, TA2, TAx..., são referentes aos tarugos de aço inox.

4.2 ANÁLISES APÓS DEPOSIÇÃO DO REVESTIMENTO NO SUBSTRATO

Após a deposição das misturas (revestimentos) no substrato de aço inox AISI 316, pelo processo de aspersão térmica FS, os substratos foram submetidos os seguintes ensaios:

- Espessura do revestimento
- Ensaio de aderência por dobramento
- Ensaio de aderência por tração
- Ensaio de MEV e EDS
- Ensaio de Microdureza Vickers
- Ensaio de polarização potenciodinâmica anônica

O ensaio de riscamento e o ensaio de DRX previsto no início do trabalho não foi realizado devido o equipamento disponível na UFPR não estar em funcionamento.

A partir dos ensaios realizados foi possível avaliar os resultados da deposição do revestimento e avaliar a influência do grafeno na mistura de Pentóxido de nióbio e alumínio.

4.2.1 ESPESSURA DO REVESTIMENTO

Após a deposição do revestimento no substrato foi avaliado a espessura do revestimento depositado. O ensaio foi realizado após cada deposição, ou seja, após cada batelada de deposição, conforme mencionado na metodologia.

O critério de avaliação, segundo a Norma N-2568b, prevê que valores de espessura acima de 500 μ m devem ser reprovados, o que é evidenciado na 4ª batelada de deposição, o parâmetro P4, TABELA 18.

Diante a reprovação dos corpos de prova do parâmetro P4, os parâmetros de processo foram conferidos e chegou-se à conclusão de que a elevada espessura provavelmente se deu devido a proporção de alumínio utilizado. No parâmetro P4 foi utilizado 50% de Al, já os parâmetros P1, P2 e P3, teve 40% de alumínio.

Devido a elevada espessura para o parâmetro P4, foi reduzido o número de passes na deposição de 4 passes para 2 passes nos demais parâmetros, P5, P6, P7, P8 e P9, obtendo-se valores de espessura entre 225 à 400 μ m, conforme Norma N-2568b, TABELA 18

Por mais que as amostras do parâmetro P4 foram reprovadas pela Norma N-2568b, as análises dos demais ensaios foram realizados a fim de se observar seus resultados.

TABELA 18 ESPESSURA DOS REVESTIMENTOS APÓS DEPOSIÇÃO

PARÂMETRO P1		PARÂMETRO P2		PARÂMETRO P3	
AMOSTRA	ESPESSURA (µm)	AMOSTRA	ESPESSURA (µm)	AMOSTRA	ESPESSURA (µm)
A1	248	A8	278	A15	274
A2	238	A9	293	A16	281
A3	231	A10	238	A17	288
A4	236	A11	294	A18	219
A5	229	A12	299	A19	266
A6	226	A13	229	A20	267
A7	230	A14	275	A21	258
TA1	233	TA3	282	TA5	257
TA2	234	TA4	232	TA6	266
PARÂMETRO P4		PARÂMETRO P5		PARÂMETRO P6	
AMOSTRA	ESPESSURA (µm)	AMOSTRA	ESPESSURA (µm)	AMOSTRA	ESPESSURA (µm)
A1	575	A8	361	A15	375
A2	521	A9	339	A16	366
A3	487	A10	390	A17	373
A4	495	A11	361	A18	380
A5	573	A12	401	A19	371
A6	600	A13	414	A20	332
A7	564	A14	395	A21	350
TA1	591	TA3	378	TA5	417
TA2	556	TA4	411	TA6	405
PARÂMETRO P7		PARÂMETRO P8		PARÂMETRO P9	
AMOSTRA	ESPESSURA (µm)	AMOSTRA	ESPESSURA (µm)	AMOSTRA	ESPESSURA (µm)
A1	313	A8	265	A15	224
A2	311	A9	260	A16	236
A3	317	A10	279	A17	221
A4	334	A11	278	A18	240
A5	337	A12	271	A19	238
A6	325	A13	265	A20	228
A7	315	A14	257	A21	229
TA1	349	TA3	245	TA5	245
TA2	337	TA4	232	TA6	235

FONTE: O Autor (2024)

4.2.2 ENSAIO DE ADERÊNCIA – DOBRAMENTO

Segundo a Norma N-2568b, o ensaio de aderência por dobramento é realizado em função da dobra do corpo de prova até 180 graus. “Após o ensaio o revestimento do corpo de prova não poderá ter indícios de trincamento grosseiros ou deslocamento”, FIGURA 45. De forma geral, a camada é considerada reprovada quando pode se remover a camada pela incisão de uma lâmina de faca ou canivete junto a trinca existente após o ensaio” (N-2568b, 2011).

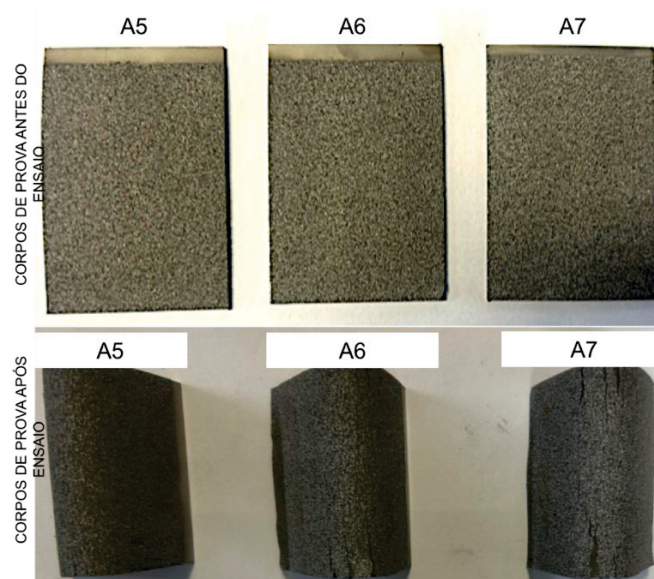
FIGURA 45 PADRÕES PARA AVALIAÇÃO DAS TRINCAS E DESCONTINUIDADES EM CORPOS-DE-PROVA REVESTIDOS E ENSAIADOS POR DOBRAMENTO



FONTE: 7PETROBRÁS N-2568b, 2011

Para o parâmetro P1 foram analisada as amostras A5, A6 e A7, FIGURA 46, do revestimento Nb_2O_5 60%wtAl + 2% de grafeno, a uma distância de aspersão de 150mm sem pré-aquecimento e sem pós aquecimento. Podemos observar que as amostras tiveram como resultado uma condição do marginal para a condição rejeitada, pois na amostra A7 contém micro trincas e houve um leve deslocamento da camada.

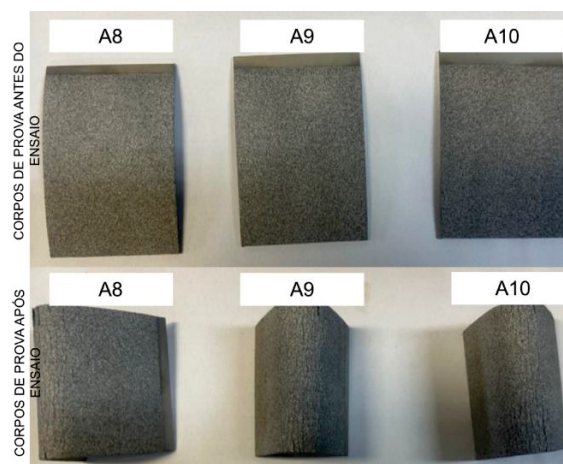
FIGURA 46 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P1



FONTE: O Autor (2024)

Para o parâmetro P2 foram analisada as amostras A8, A9 e A10, FIGURA 47, do revestimento $\text{Nb}_2\text{O}_5 60\% \text{wtAl} + 2\%$ de grafeno, a uma distância de aspersão de 200mm, com pré-aquecimento de 100°C e pós aquecimento de 200°C. Podemos observar que as amostras tiveram como resultado uma condição marginal, pois contém micro trincas, mas não há deslocamento da camada.

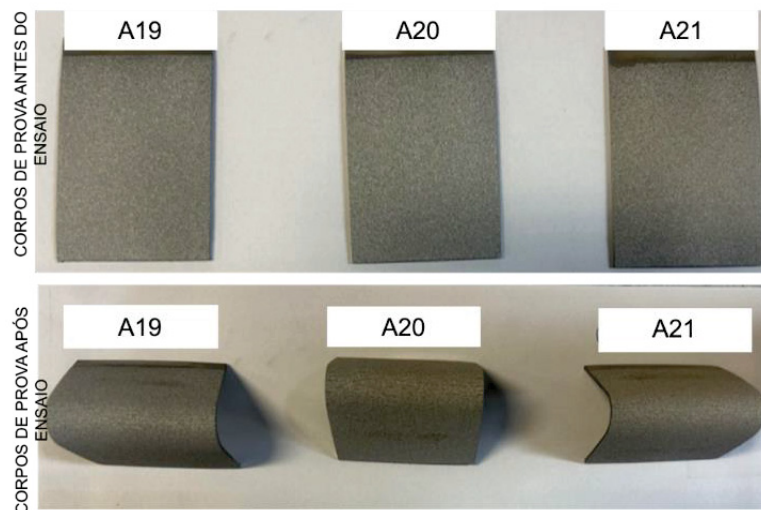
FIGURA 47 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P2



FONTE: O Autor (2024)

Para o parâmetro P3 foram analisada as amostras A19, A20 e A21, FIGURA 48, do revestimento Nb_2O_5 60%wtAl + 2% de grafeno, a uma distância de aspersão de 250mm, com pré-aquecimento de 150°C e pós aquecimento de 250°C. Podemos observar que as amostras tiveram como resultado uma condição ideal, pois não houve micro trincas ou micro trincas superficiais.

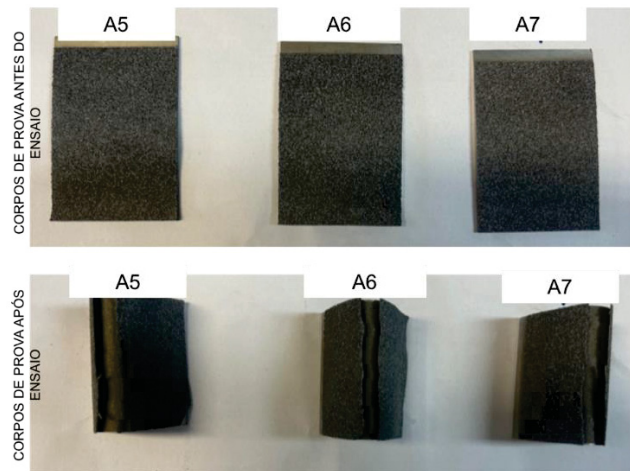
FIGURA 48 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P3



FONTE: O Autor (2024)

Para o parâmetro P4 foram analisada as amostras A5, A6 e A7, FIGURA 49, do revestimento Nb_2O_5 50%wtAl + 2% de grafeno, a uma distância de aspersão de 150mm, com pré-aquecimento de 100°C e pós aquecimento de 250°C. Podemos observar que as amostras tiveram como resultado uma condição rejeitada, pois contem trincas e fendas com desgarramento e deslocamento da camada.

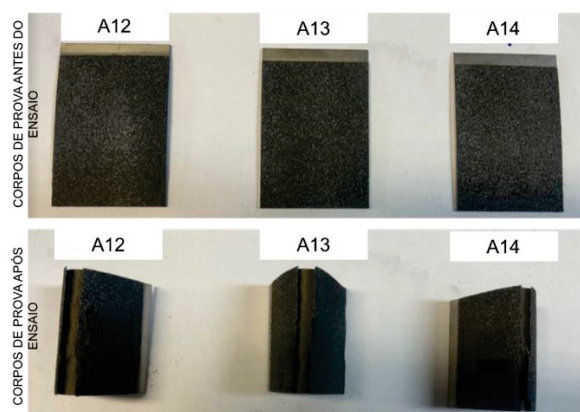
FIGURA 49 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P4



FONTE: 80 Autor (2024)

Para o parâmetro P5 foram analisada as amostras A12, A13 e A14, FIGURA 50, do revestimento Nb_2O_5 50%wtAl + 2% de grafeno, a uma distância de aspersão de 200mm, com pré-aquecimento de 150°C e pós aquecimento de 0°C. Podemos observar que as amostras tiveram como resultado uma condição rejeitada, pois contém trincas e fendas com desgarramento e deslocamento da camada.

FIGURA 50 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P5

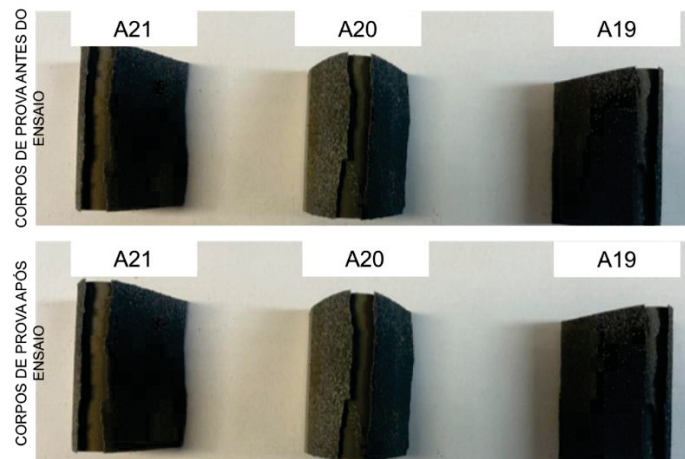


FONTE: O Autor (2024)

Para o parâmetro P6 foram analisada as amostras A21, A20 e A19, FIGURA 51, do revestimento Nb_2O_5 50%wtAl + 2% de grafeno, a uma distância de aspersão de 250mm, com pré-aquecimento de 0°C e pós aquecimento de

200°C. Podemos observar que as amostras tiveram como resultado uma condição rejeitada, pois contém trincas e fendas com desgarramento e deslocamento da camada.

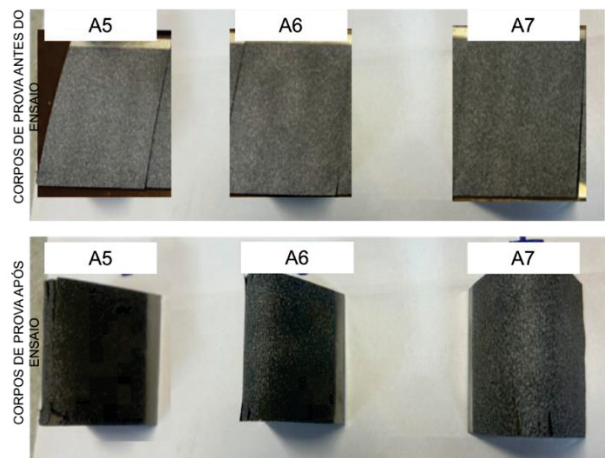
FIGURA 51 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P6



FONTE: O Autor (2024)

Para o parâmetro P7 foram analisada as amostras A5, A6 e A7, FIGURA 52, do revestimento Nb_2O_5 40%wtAl + 2% de grafeno, a uma distância de aspersão de 150mm, com pré-aquecimento de 150°C e pós aquecimento de 200°C. Podemos observar que as amostras tiveram como resultado uma condição marginal para a condição rejeitada, pois em todas as amostras há o deslocamento nas laterais, porém no centro da amostra não houve o deslocamento, podendo ser considerado como uma condição marginal, devido micro trincas nas laterais.

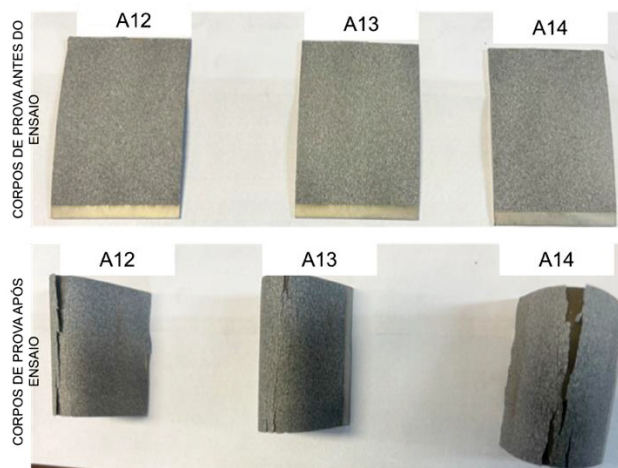
FIGURA 52 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P7



FONTE: O Autor (2024)

Para o parâmetro P8 foram analisada as amostras A12, A13 e A14, FIGURA 53, do revestimento $\text{Nb}_2\text{O}_5 40\% \text{wtAl} + 2\%$ de grafeno, a uma distância de aspersão de 200mm, com pré-aquecimento de 0°C e pós aquecimento de 250°C . Podemos observar que as amostras tiveram como resultado uma condição rejeitada, pois contem trincas e fendas com desgarramento e deslocamento da camada.

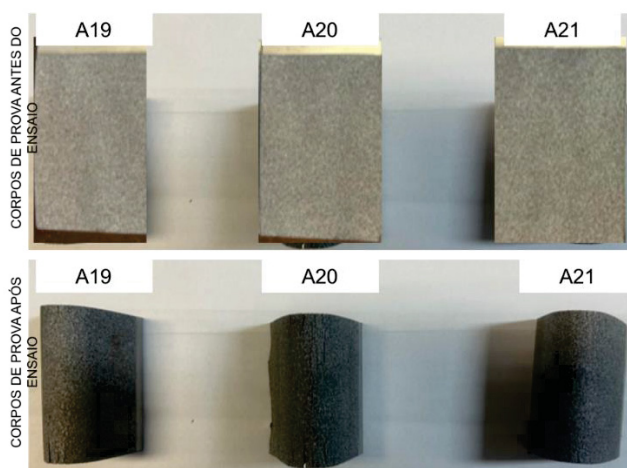
FIGURA 53 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P8



FONTE: O Autor (2024)

Para o parâmetro P9 foram analisada as amostras A12, A13 e A14, FIGURA 54, do revestimento $\text{Nb}_2\text{O}_5 40\% \text{wtAl} + 2\%$ de grafeno, a uma distância de aspersão de 250mm, com pré-aquecimento de 100°C e pós aquecimento de 0°C.

FIGURA 54 AMOSTRAS COM REVESTIMENTO ANTES E APÓS TESTE DE ADERÊNCIA POR DOBRAMENTO – PARÂMETRO P9



FONTE: O Autor (2024)

Podemos observar que as amostras tiveram como resultado uma condição marginal, com exceção da amostra A21 que teve uma condição ideal. As demais amostras obtiveram micro trincas com leve deslocamento nas laterais, podendo até ser atribuído uma condição de rejeição as amostras.

Diante das análises de aderência por dobramento observamos que os parâmetros P1, P2 e P3, com composição de $\text{Nb}_2\text{O}_5 60\% \text{wtAl}$, obtiveram condição ideal, marginal e uma leve rejeição. No parâmetro P1 ocorreram micro trincas nas extremidades das amostras, sendo que na A7 houve o deslocamento da camada, seria necessário um maior número de amostras para se definir a condição exata da aderência do revestimento, mas pelo fato do parâmetro não ter sido submetido ao pré-aquecimento há uma forte indicação de condição rejeitada para o parâmetro P1. Já o parâmetro P2 ocorreram micro trincas sem desgarramento ou deslocamento da camada, sendo uma condição marginal, ficando o parâmetro aprovado e evidenciando a importância do pré-aquecimento do substrato antes da aspersão. Por fim, o parâmetro P3, o único parâmetro que não apresentou micro trincas ou micro trincas superficiais,

obtendo uma condição ideal de aderência, com pré-aquecimento de 150°C, pós aquecimento de 250°C e distância de aspersão de 250mm.

Para os parâmetros P4, P5 e P6, com composição de Nb₂O₅50%wtAl, começaram o deslocamento da camada antes mesmo de atingir o ângulo de 180°, FIGURA 55, evidenciando a rejeição. Provavelmente a espessura elevada dos revestimentos, TABELA 18, influenciou no deslocamento e consequentemente na rejeição, obtendo como resultado fendas com desgarramento e deslocamento da camada. Vale lembrar que o parâmetro P4 sofreu rejeição na avaliação da espessura, ficando acima de 500µm.

FIGURA 55 AMOSTRA SENDO SUBMETIDA AO ENSAIO DE ADERENCIA POR DOBRAMENTO – COMPOSIÇÃO Nb₂O₅50%wtAl



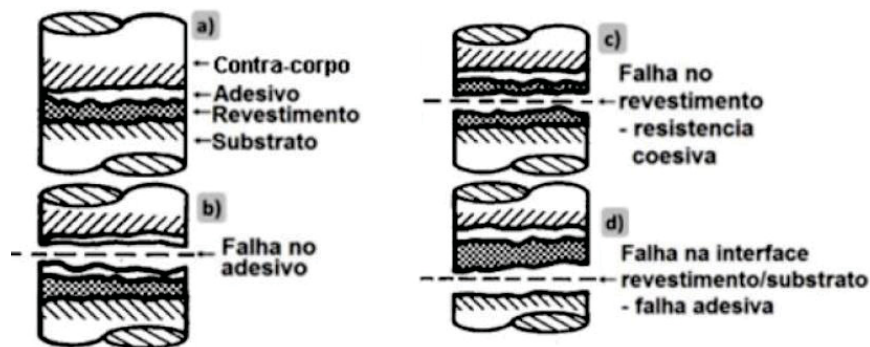
FONTE: O Autor (2024)

Os parâmetros P7, P8 e P9, com composição de Nb₂O₅40%wtAl, com exceção do P8, tiveram uma condição marginal, ficando aprovadas no teste. Podemos dizer que o resultado foi influenciado pelo pré-aquecimento do substrato, pois nos parâmetros P7 e P9 houve o pré-aquecimento do substrato, diferente do parâmetro P8. Segundo Paredes (2012) o pré-aquecimento favorece a redução das tensões internas influenciando na aderência do revestimento, e ainda, pelo fato da superfície estar aquecida, há a geração de uma dilatação, que após ser a aspersão e cessado o pré-aquecimento a contração do substrato reforça mais ainda o ancoramento mecânico.

4.2.3 ENSAIO DE ADERÊNCIA – TRAÇÃO

Através do ensaio de aderência por tração, quatro tipos básicos de fraturas podem ser verificadas e são classificadas em função do local predominante da ruptura, como mencionado na metodologia desta pesquisa. A FIGURA 56 apresenta os quatro tipos básicos de fratura.

FIGURA 56 MODO DE FALHA DE ADERÊNCIA DO REVESTIMENTO



FONTE: AWS, 1985

De acordo com a Norma N-2568b a espessura do revestimento das amostras deve estar entre 225 a 400 μ m.

Com os resultados médios da tensão de ruptura das amostras, TABELA 19, é possível observar que a espessura do revestimento não teve influência na tensão de ruptura, pois o P1 e P4 obtiveram tensão de ruptura de 8,73Mpa, então já se supõem que a espessura do revestimento não tem influência nos resultados da adesão, o que vai contra os estudos realizados por Belém (2019) onde se observou que o revestimento de Nb₂O₅ obteve menor tensão de ruptura para as espessuras mais elevadas.

TABELA 19 RESULTADOS MÉDIOS DA TENSÃO E ESPESSURA DAS AMOTRAS

PARÂMETRO	ESPESSURA REVESTIMENTO	TENSÃO DE RUPTURA
	μm	MPa
P1	233	8,73
P2	257	9,68
P3	261	23,75
P4	573	8,73
P5	394	8,95
P6	411	8,33
P7	343	23,11
P8	239	11,42
P9	240	15,32

FONTE: O Autor (2024)

A maior tensão de ruptura foi obtida nos parâmetros P3 e P7 com composição $\text{Nb}_2\text{O}_5 60\% \text{wtAl}$ e $\text{Nb}_2\text{O}_5 40\% \text{wtAl}$ respectivamente e ambos com pré e pós aquecimento no processo de aspersão. Segundo Belém (2019) uma tensão de ruptura elevada reflete em maior adesão do revestimento ao substrato.

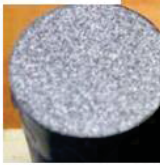
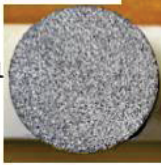
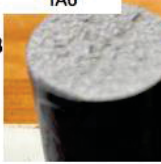
Pela norma ASTM C633 para que o revestimento aspergido termicamente seja aprovado é necessário que o revestimento tenha um desempenho e vida útil esperado.

Após a fratura as amostras foram avaliadas qualitativamente a fim de se identificar a causa da falha, pois nenhum ensaio pode ter ruptura do tipo falha 100% adesiva ou 100% no metal de base, devendo se evitar as falhas coesivas, pois elas indicam a presença de defeitos na formação heterogênea dos revestimentos, onde aparecem vazios entre as lamelas, porosidade e óxidos, além de partículas parcialmente fundidas (PAREDES, 2012).

Para os parâmetros de composição $\text{Nb}_2\text{O}_5 60\% \text{wtAl}$, QUADRO 1, foi possível observar que o parâmetro P3, até então com boa adesão pela tensão de ruptura elevada, foi reprovada por apresentar falha no revestimento com 100% de falha coesiva. Já os parâmetros P1 e P3 obtiveram a maior porcentagem de falha na interface do revestimento/substrato, ou seja, com uma adesão de revestimento satisfatório ao substrato, sendo que o parâmetro P1 obteve o

melhor resultado de falha, com 99% e uma tensão de ruptura média de 8,73MPa, TABELA 19.

QUADRO 1 RESULTADO TESTE DE ADERÊNCIA POR TRAÇÃO - Nb₂O₅60%wtAl

	CONTRA CORPO	SUBSTRATO		CONTRA CORPO	SUBSTRATO	
99% Falha na interface revestimento/substrato	TA1			TA2		95% Falha na interface revestimento/substrato
95% Falha adesiva 5% Falha coesiva			P1			95% Falha adesiva 5% Falha coesiva
95% Falha na interface revestimento/substrato	TA3			TA4		70% Falha na interface revestimento/substrato
95% Falha adesiva 5% Resistência coesiva			P2			70% Falha adesiva 30% Resistência coesiva
70% Falha no revestimento	TA5			TA6		100% Falha no revestimento
70% Resistência coesiva 30% Falha adesiva			P3			Resistência coesiva

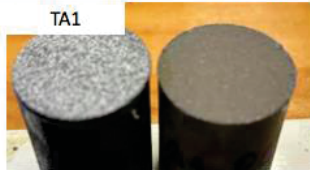
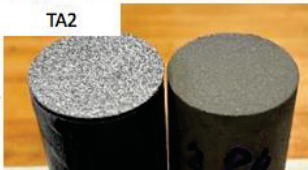
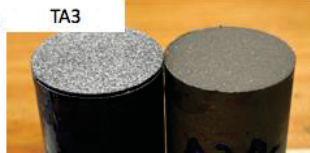
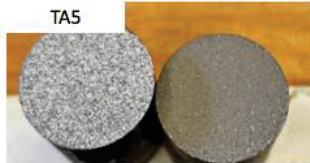
FONTE: O Autor (2024)

Santos (2022) analisou revestimentos com pentóxido de nióbio e alumínio e chegou a conclusão que os revestimentos com 60% de Nb₂O₅, distância de 250mm e pós aquecimento de 300°C foram os parâmetros que tiveram uma melhor performance nos testes de ruptura, com tensão de ruptura de 22,37±6,38 e adesão entre o revestimento e o substrato.

O parâmetro P2 é o processo que mais se aproximou de Santos (2022), com uma distância de aspersão de 200mm, pré-aquecimento de 100°C e pós aquecimento de 200°C, porém com uma tensão de ruptura de 9,68, bem abaixo de Santos.

Para os parâmetros com composição Nb₂O₅50%wtAl, todas as amostras analisadas obtiveram a maior porcentagem de falha na interface do revestimento/substrato, QUADRO 2, ou seja, com uma adesão de revestimento satisfatório ao substrato e com uma tensão média de ruptura de 8,67MPa.

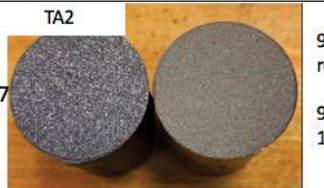
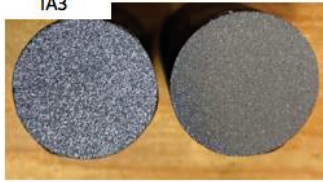
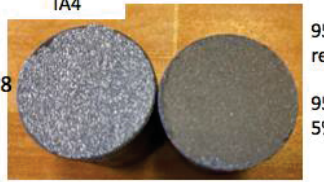
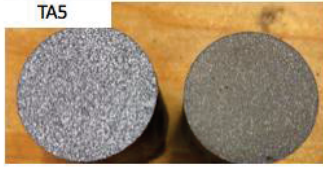
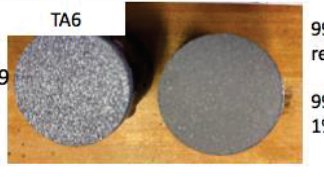
QUADRO 2 RESULTADO TESTE DE ADERÊNCIA POR TRAÇÃO - Nb₂O₅50%wtAl

CONTRA CORPO		SUBSTRATO	CONTRA CORPO		SUBSTRATO	
99% Falha na interface revestimento/substrato	TA1		P4	TA2		99% Falha na interface revestimento/substrato
99% Falha adesiva 1% Falha coesiva						99% Falha adesiva 1% Falha coesiva
99% Falha na interface revestimento/substrato	TA3		P5	TA4		95% Falha na interface revestimento/substrato
99% Falha adesiva 5% Falha coesiva						95% Falha adesiva 5% Falha coesiva
95% Falha na interface revestimento/substrato	TA5		P6	TA6		90% Falha na interface revestimento/substrato
95% Falha adesiva 5% Falha coesiva						90% Falha adesiva 10% Falha coesiva

FONTE: O Autor (2024)

Para os parâmetros com composição Nb₂O₅40%wtAl, todas as amostras analisadas obtiveram a maior porcentagem de falha na interface do revestimento/substrato, QUADRO 3, ou seja, com uma adesão de revestimento satisfatório ao substrato, porém a amostra A7 obteve uma tensão de ruptura de 23,11MPa, o dobro das demais amostras. Este resultado pode ser reflexo do pré-aquecimento e pós aquecimento realizados no processo de aspersão da amostra A7, pois as demais amostras, A8 e A9 não foram submetidos aos dois procedimentos, conforme apresentado na seção 3 desta pesquisa. Santos (2022) obteve uma tensão média de ruptura, para revestimento Nb₂O₅40%wtAl, de 20,37MPa, valor próximo com o obtido nesta pesquisa.

QUADRO 3 RESULTADO TESTE DE ADERÊNCIA POR TRAÇÃO – Al60%wtNb2O5

CONTRA CORPO		SUBSTRATO	CONTRA CORPO		SUBSTRATO
99% Falha na interface revestimento/substrato			99% Falha na interface revestimento/substrato		
99% Falha adesiva			99% Falha adesiva		
1% Falha coesiva			1% Falha coesiva		
97% Falha na interface revestimento/substrato			95% Falha na interface revestimento/substrato		
97% Falha adesiva			95% Falha adesiva		
3% Falha coesiva			5% Falha coesiva		
97% Falha na interface revestimento/substrato			99% Falha na interface revestimento/substrato		
97% Falha adesiva			99% Falha adesiva		
3% Falha coesiva			1% Falha coesiva		

FONTE: O Autor (2024)

Os resultados indicam que as adições de grafeno nas composições do revestimento provavelmente não alteraram na aderência do revestimento ao substrato, uma vez que os valores para a tensão de ruptura ficaram próximo aos valores de Santos (2022), além de Silva (2018) ter avaliado o comportamento da adição de grafeno em nanocompósitos, indicando que a adição de grafeno não interferiu na resistência a aderência do substrato.

4.2.4 MORFOLOGIA DO REVESTIMENTO

Assim como em outros materiais de engenharia, muitas das propriedades dos revestimentos dependem de sua microestrutura. Então para o entendimento das propriedades dos revestimentos é necessário interpretar sua morfologia (PAREDES, 2002).

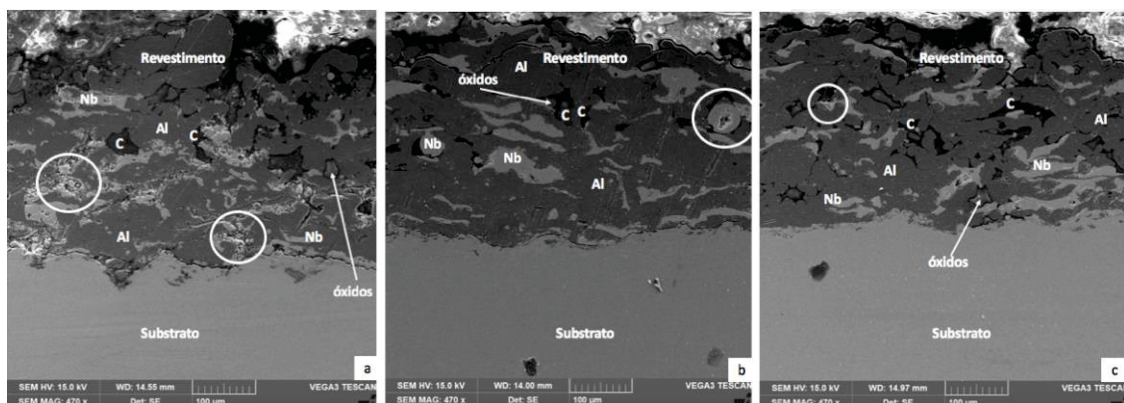
Para se observar estas microestruturais típicas das camadas de revestimento depositadas no processo de aspersão, foram realizadas análises de MEV para os 9 (nove) parâmetros desta pesquisa. Para cada parâmetro foram capturadas imagens da seção transversal da morfologia do revestimento.

Para os parâmetros P1, P2 e P3 com composição Nb₂O₅60%wtAl + 2% Grafeno, através das imagens de MEV, FIGURA 57, é possível identificar que os

parâmetros P2, e P3, FIGURAS 57b e 57c respectivamente, obtiveram uma morfologia mais uniforme que o parâmetro P1, FIGURA 57a. Ambos parâmetros apresentaram ausência de partículas esféricas, o que supostamente se deve a parâmetros bem definidos e bem aplicados no processo de aspersão, o que gerou energia suficiente para a formação das lamelas.

No parâmetro P1, FIGURA 57a, é possível observar que o revestimento não aderiu de forma satisfatória ao revestimento, apresentando regiões de vazios entre revestimento e substrato, este fato explica os resultados de aderência realizados anteriormente para P1. Já P3, FIGURA 57b, foi o parâmetro com melhor aderência ao substrato indo de acordo com os resultados de aderência por dobramento.

FIGURA 57 SECÇÃO TRANSVERSAL DA MORFOLOGIA DO REVESTIMENTO
 $Nb_2O_5 60\%wtAl$



FONTE: O Autor (2024)

Possivelmente a aderência ao substrato teve a influência dos fatores envolvidos no processo de aspersão. Para o parâmetro P1 não houve pré-aquecimento e pós aquecimento no processo. Paredes (2012) comenta que o pré-aquecimento favorece a redução das tensões internas influenciando na aderência do revestimento. E pelo fato da superfície estar aquecida, gerando uma dilatação, que após ser realizado a aspersão e cessado o pré-aquecimento a contração do substrato reforçará mais ainda o ancoramento mecânico.

A aderência também pode ser influenciada pela rugosidade do substrato pois as lamelas do revestimento ancoram-se mecanicamente à rugosidade da superfície do substrato devido a solidificação das partículas, impondo uma força

de contração. Porém, a rugosidade de P1, P2 e P3 ficaram dentro das especificações.

Possível formação de intermetálico foi identificado em todos os parâmetros analisados, FIGURA 57 (identificados pelo circulo na imagem), indo de encontro aos estudos de Graf e D'Oliveira (2006) que identificaram que os revestimentos com 20 e 40% de alumínio apresentaram intermetálicos de especial interesse, como os intermetálicos Nb_3Al e $NbAl_3$. Menegotto (2015) obteve em suas pesquisas a formação de dendritas de $NbAl_3$ e uma região interdendríticas com intermetálicos $NbAl_3$ em conjunto com o Nb_2Al .

Para os parâmetros P4, P5 e P6 com composição Nb_2O_5 50%wtAl + 2% Grafeno, através das análises obtidas por MEV, FIGURA 58, é possível identificar que os parâmetros P5 e P6 obtiveram uma morfologia mais uniforme que o parâmetro P4, além de apresentaram ausência de partículas esféricas, o que supostamente se deve a parâmetros bem definidos e bem aplicados no processo de aspersão, o que gerou energia suficiente para a formação das lamelas, diferente do P4 que apresentou algumas partículas esféricas. Supostamente, a morfologia uniforme se dá devido a distância da pistola de aspersão, pois no parâmetro P1, analisado anteriormente, a distância de aspersão foi de 150mm, da mesma forma que o P4.

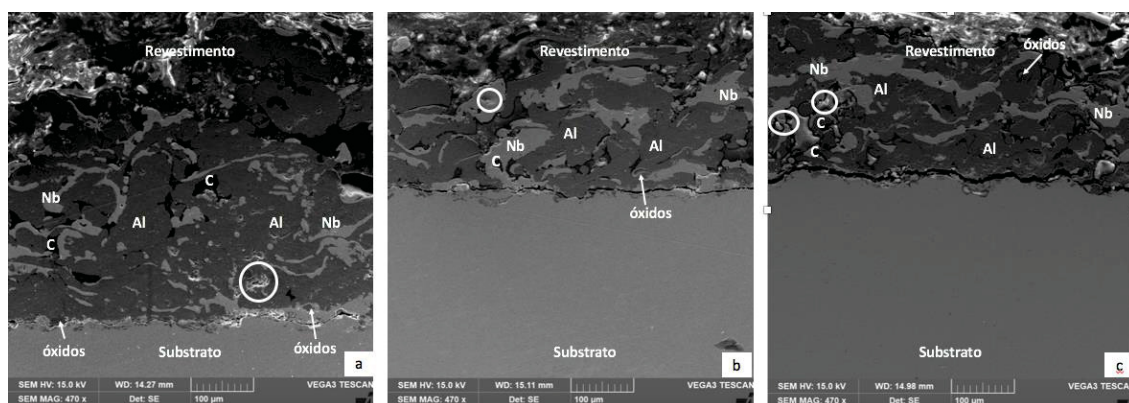
Analisando a aderência do revestimento com substrato, FIGURA 58, foi possível observar a melhor aderência em P4, FIGURA 41a, onde a região de vazios entre substrato e revestimento foi consideravelmente menor que em P5 e P6, FIGURA 58b e 58c respectivamente. O parâmetro P4 teve pré-aquecimento de 100°C e pós aquecimento de 250°C, P5 teve apenas pré-aquecimento de 150°C e P6 sem pré e pós aquecimento, P6 não teve pré e pós aquecimento.

Provavelmente os fatores de pré-aquecimento e pós-aquecimento contribuíram para a melhor aderência do revestimento. “A partícula sem pré-aquecimento não produz o efeito molhamento homogêneo e ainda apresenta muitos salpicos que reduz a aderência” (PAREDES, 2012). Ainda, podemos dizer que o pós-aquecimento teve contribuição significativa na aderência, pois P5, FIGURA 58b, provavelmente teve sua aderência reduzida devido o não pós-aquecimento.

P6 evidencia a redução drástica de aderência entre o substrato e o revestimento, FIGURA 58c, devido aos fatores de pré e pós aquecimento estarem ausentes.

Possível formação de intermetálico foi identificado em todos os parâmetros analisados, FIGURA 58 (identificados pelo círculo na imagem), indo de encontro aos estudos de Graf e D'Oliveira (2006) e Menegotto (2015) já mencionados na análise anterior.

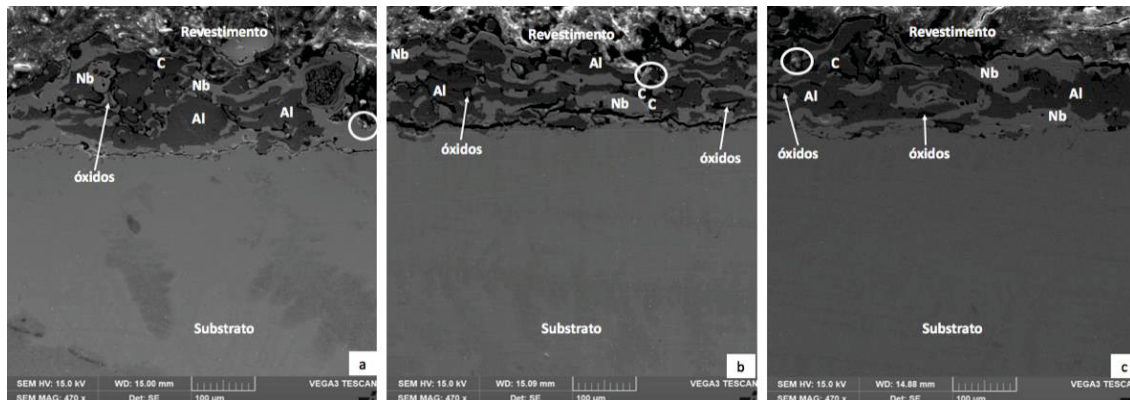
*FIGURA 58 SECÇÃO TRANSVERSAL DA MORFOLOGIA DO REVESTIMENTO
Nb₂O₅50%wtAl*



FONTE: O Autor (2024)

Para os parâmetros P7, P8 e P9 com composição Nb₂O₅40%wtAl + 2% Grafeno, através das análises obtidas por MEV, FIGURA 59, é possível identificar que os parâmetros P8, FIGURA 59b e P9, FIGURA 59c, obtiveram uma morfologia mais uniforme que o parâmetro P7, FIGURA 59a, além de apresentaram ausência de partículas esféricas, o que supostamente se deve a parâmetros bem definidos e bem aplicados no processo de aspersão, o que gerou energia suficiente para a formação das lamelas, diferente do P7 que apresentou algumas partículas esféricas. Supostamente, a morfologia uniforme se dá devido a distância da pistola de aspersão, pois no parâmetro P1 e P4, analisados anteriormente, a distância de aspersão foi de 150mm, da mesma forma que o P7.

FIGURA 59 SECÇÃO TRANSVERSAL DA MORFOLOGIA DO REVESTIMENTO
Al60%wtNb₂O₅



FONTE: O Autor (2024)

Analisando a aderência do revestimento com substrato, FIGURA 59, foi possível observar a melhor aderência em P9, FIGURA 59c, onde a região de vazios entre substrato e revestimento foi consideravelmente menor que em P7 e P8, FIGURA 59a e 59b respectivamente. O parâmetro P9 teve pré-aquecimento de 100°C e ausência de pós aquecimento, P8 teve apenas pós-aquecimento de 250°C e P7 com pré-aquecimento de 150°C e pós aquecimento de 200°C.

Os parâmetros P7 e P9 tiveram pré aquecimento porém não obtiveram a mesma aderência, isso pode estar relacionado a distância de aspersão, pois a partir das análises realizadas até aqui, notamos que a distância de 100mm prejudicou a homogeneidade do revestimento e o revestimento apresentou maior quantidade de salpicos, pode ser que a distância tenha influência sobre a aderência do revestimento ao substrato, uma vez que os melhores resultados foram obtidos em P3 e P9, FIGURA 57c e FIGURA 59c respectivamente, com distância de aspersão de 250mm.

P8 evidencia a redução drástica de aderência entre o substrato e o revestimento, FIGURA 59b, devido aos fatores de pré estar ausente.

Possível formação de intermetálico foi identificado em todos os parâmetros analisados, FIGURA 59 (identificados pelo círculo na imagem), indo de encontro aos estudos de Graf e D'Oliveira (2006) e Menegotto (2015) já mencionados na análise anterior.

No geral os revestimentos apresentam-se sem trincas consideráveis e com concentração de óxidos e porosidade. Nos tons de cinza claro e cinza

escuro, são observadas as panquecas que apresentam geometria alongada paralela à superfície do substrato que foram formadas pelo impacto de partículas fundidas. Nos tons de cinza diferente dos tons claro e escuro, demonstrados pela seta nas FIGURAS 57, 58 e 59, se encontram os filmes de óxidos (interlamelares), e por fim, a porosidade ou microporos são localizados entre as panquecas e filmes de óxidos conforme descrito na literatura (SUCHARSKI, 2012).

A formação dos óxidos é importante para a proteção das partículas metálicas, sendo que os óxidos devem apresentar elevada aderência às partículas e resistência para suportar o impacto das partículas com a superfície (DESHPANDE; SAMPATH; ZHANG, 2006).

4.2.5 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO REVESTIMENTO

O mapeamento da composição química foi realizado para todos os parâmetros desta pesquisa com a finalidade de identificar a composição química na superfície das amostras aspergidas.

Nos anexos 1 ao 9 são apresentados o mapeamento químico dos revestimentos onde é possível notar a presença de Nióbio e do oxigênio provenientes do pentóxido de nióbio (Nb_2O_5), alumínio (Al) e carbono (grafite). O oxigênio também aparece de forma mais espalhada pelos revestimentos, por conta da passivação da superfície polida de alumínio.

Além dos elementos presentes nos revestimentos foram detectados outros elementos nas imagens, como a Prata (Ag) e Silício (Si), Cromo (Cr), Ferro (Fe) e Níquel (Ni), resultantes da composição do substrato de aço inox AISI 316, e possíveis contaminações na preparação dos revestimentos e no processo de aspersão térmica.

A determinação da porcentagem presente de cada elemento, na área analisada, foi realizada através da soma dos espectros da área analisa, conforme demonstrado nos anexos 1 ao 9.

Os resultados obtidos condizem com as análises realizadas de MEV, sendo possível observar que em alguns pontos do mapa EDS, provavelmente

houve a formação de intermetálicos e formação das misturas dos elementos de revestimento.

4.2.6 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

Foram feitas 3 indentações na área transversal de cada parâmetro para fins comparativos entre a Microdureza dos revestimentos. Os valores estão dispostos na TABELA 20.

TABELA 20 RESULTADO DAS ANÁLISES DE MICRODUREZA PARA CADA FATOR DE CONTROLE

FATOR DE CONTROLE					MICRODUREZA
	A	B	C	D	
	Composição	Distância (mm)	Pré aquecimento °C	Pós aquecimento °C	Média HV
P1	Al40wt%Nb ₂ O ₅	150	0	0	172
P2	Al40wt%Nb ₂ O ₅	200	100	200	172
P3	Al40wt%Nb ₂ O ₅	250	150	250	178
P4	Al50wt%Nb ₂ O ₅	150	100	250	177
P5	Al50wt%Nb ₂ O ₅	200	150	0	176
P6	Al50wt%Nb ₂ O ₅	250	0	200	173
P7	Al60wt%Nb ₂ O ₅	150	150	200	177
P8	Al60wt%Nb ₂ O ₅	200	0	250	172
P9	Al60wt%Nb ₂ O ₅	250	100	0	173

FONTE: O Autor (2024)

Santos (2022) em suas pesquisas, encontrou uma dureza em torno de 50HV0,3 em um revestimento com composição de Nb₂O₅-40wt%Al e uma dureza em torno de 42HV0,3 em um revestimento com composição de Al-40wt%Nb₂O₅.

Notamos um aumento de 300% na dureza do revestimento em comparação a Santos (2022). Este aumento teve a influência da adição de 2% de grafeno na composição dos revestimentos, diferente da composição de Santos (2022) que não havia grafeno em sua composição.

As propriedades únicas do grafeno podem ter influenciado no momento da indentação, pois a carga é transferida para o grafeno gerando o aumento da dureza no material, garantindo assim maior resistência a deformação (KANG; PARK; KIM; LEE, 2015). Ainda HE; MA; WANG; YONG et al (2016) mencionam que, a ponte que o grafeno proporciona entre as partículas de Nb₂O₅-Al restringem o movimento relativo das partículas, aumentando a dureza do material.

Para apurar as influências dos fatores utilizados no Método Taguchi, foram calculados os desvios de cada fator de controle, TABELA 21, assim como a ordem dos fatores que tiveram como consequência a performance das amostras.

TABELA 21 INFLUÊNCIA DOS FATORES DE CONTROLE NOS RESULTADOS DE MICRODUREZA

NÍVEL	PROPORÇÃO Nb ₂ O ₅ %MASSA	DISTÂNCIA mm	PRÉ AQUECIMENTO °C	PÓS AQUECIMENTO °C
	174	175,3	172,3	173,7
	175,33	173,3	172,3	174,5
	174	174,6	177	175,7
Desvio	0,54	0,74	2,07	0,89
Ranque	4	3	1	2

FONTE: O Autor (2024)

Dos fatores utilizados na pesquisa podemos observar que o que teve maior influência nos resultados da dureza foi o pré-aquecimento do substrato, ficando em primeiro no ranque.

4.2.7 ENSAIO DE POLARIZAÇÃO POTENCIODINÂMICA ANÔDICA

Primeiramente foi realizado o ensaio de Voltametria e potenciodinâmica anódica envolvendo o metal aço INOX 316 – substrato utilizado na presente pesquisa – imerso em 3,5% de cloreto de potássio seguido do ensaio do aço AISI 304, a fim de caracterização do substrato utilizado no processo.

Após os ensaios de caracterização do metal aço INOX 316 e do aço inox 304, as amostras foram submetidas ao mesmo ensaio.

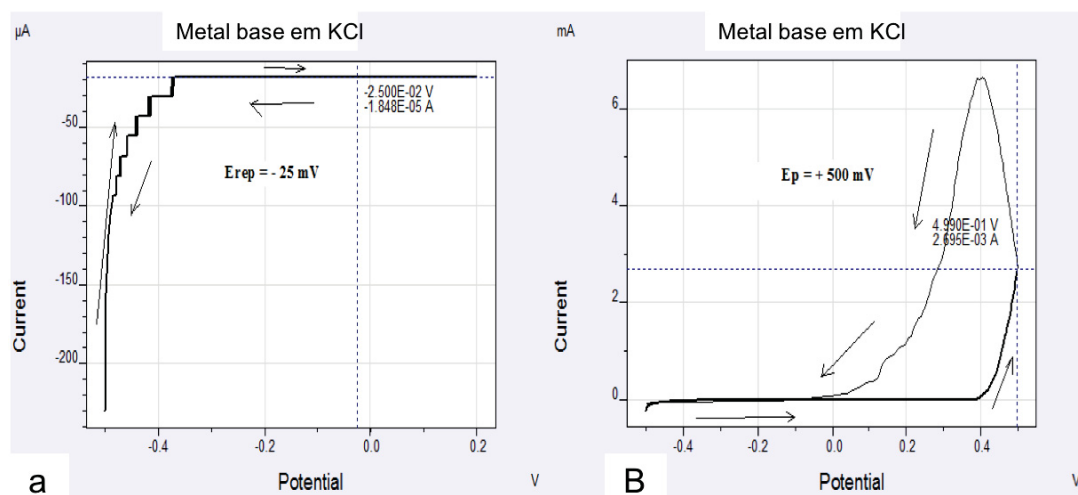
Os resultados obtidos no ensaio de polarização potenciodinâmica anódica foram os seguintes:

4.2.7.1 Voltametria e potenciodinâmica anódica do substrato e aço inox AISI 304

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) do metal aço INOX 316 (substrato utilizado na pesquisa) imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -25mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para metal base imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl) foi realizada com o potencial inicial de -500mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de $+200\text{mV}$ a $+500\text{mV}$, retornando ao potencial final de -500mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s , FIGURA 60.

FIGURA 60 VOLTAMETRIA DO METAL AÇO INOX 316 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M

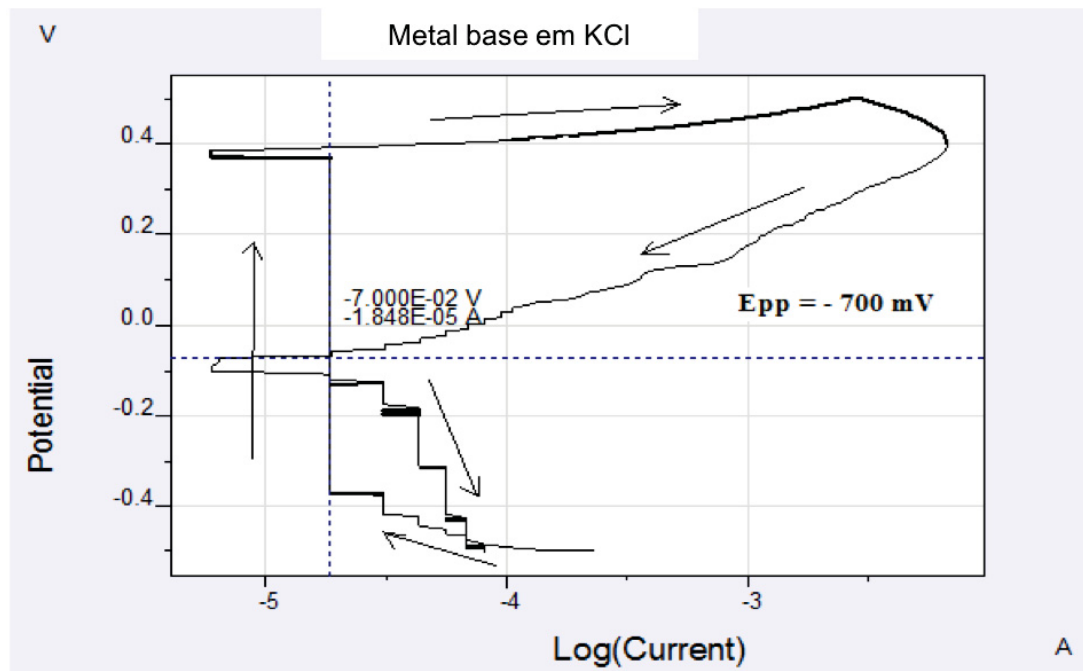


FONTE: O Autor (2024)

Tanto na voltametria quanto na potenciodinâmica anódica é muito importante o comportamento da curva nas proximidades do potencial de vértice.

Para o metal aço INOX 316, pode ser verificado na parte na FIGURA 60, que a curva de retorno se deu por baixo da curva de ida, FIGURA 60a. Na FIGURA 60b a curva de retorno se deu por cima da curva de ida. Quando não há formação de pites, o retorno da curva se dá por baixo da curva de ida, FIGURA 60a. Quando há formação de pites, o retorno da curva se dá por cima da curva de ida, FIGURA 60b. Portanto a FIGURA 60b mostra a formação de pites. Estes pites apareceram em +500mV (E_p). Esses pites podem ser protegidos pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 61.

FIGURA 61 POTENCIODINAMICA ANÓDICA METAL AÇO INOX 316 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M



FONTE: O Autor (2024)

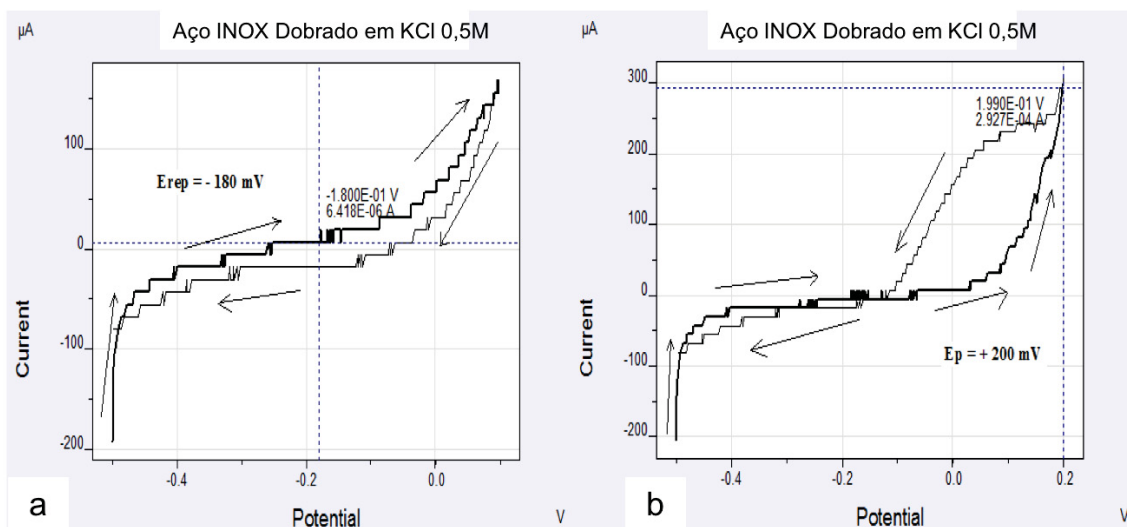
Ao plotar E em função de $\log i$, obtém-se a potenciodinâmica anódica para metal aço INOX 316 imerso em 3,5% de KCl ou KCl 0,5M. Quando a curva de retorno cruza a curva de ida FIGURA 61, tem-se o potencial de proteção do pite recém-formado (E_{pp}). A FIGURA 61 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para metal base, encontra-se em -700mV.

4.2.7.2 Voltametria e potenciodinâmica anódica do aço inox AISI 304

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) do aço inox 304 imerso em 3,5 % de cloreto de potássio foi de -180mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para o aço inox 304 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5M foi realizada com o potencial inicial de -500mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de $+100\text{mV}$ a $+200\text{mV}$, retornando ao potencial final de -500mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s , FIGURA 62.

FIGURA 62 VOLTAMETRIA DO AÇO INOX 304 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.

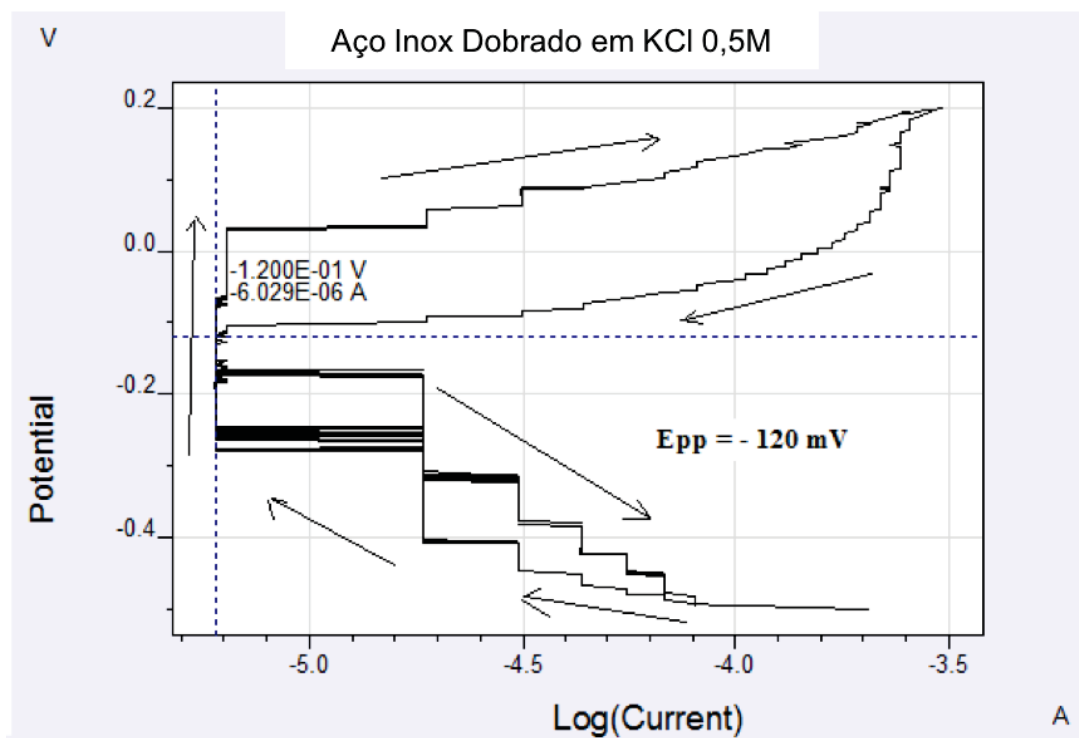


FONTE: 9 O Autor (2024)

Tanto na voltametria quanto na potenciodinâmica anódica é muito importante o comportamento da curva nas proximidades do potencial de vértice. Para o aço inox 304, pode ser verificado na FIGURA 62a, que a curva de retorno se deu por baixo da curva de ida. Na FIGURA 62b, a curva de retorno se deu por cima da curva de ida. Quando não há formação de pites, o retorno da curva se dá por baixo da curva de ida, FIGURA 62a. Quando há formação de pites, o retorno da curva se dá por cima da curva de ida, FIGURA 62b. Portanto a FIGURA 62b mostra a formação de pites. Estes pites apareceram em $+200\text{mV}$

(Ep). Esses pites podem ser confirmados pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 63.

FIGURA 63 POTENCIODINAMICA ANÓDICA DO AÇO INOX 304 EM 3,5% de KCl OU KCl 0,5M



FONTE: O Autor (2024)

Ao plotar E em função de $\log i$, obtém-se a potenciodinâmica anódica para o aço inox 304 imerso em 3,5% de KCl ou KCl 0,5M. Quando a curva de retorno cruza a curva de ida, A FIGURA 63, tem-se o potencial de proteção do pite recém-formado (E_{pp}). A FIGURA 63 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para o aço inox 304, encontra-se em -120mV .

Os resultados de potenciais de corrosão ou potenciais de repouso obtiveram os valores de -25 mV e de -180 mV para o substrato utilizado na pesquisa (metal aço INOX 316) e para o aço inox AISI 304 respectivamente. O valor de potencial de repouso mais positivo para metal base (AISI 304) mostra que o substrato utilizado na pesquisa é mais nobre que o aço inox AISI 304 utilizado na análise.

Os resultados eletroquímicos de potenciodinâmica anódica obtiveram os valores de potenciais de pites de $+500\text{mV}$ para metal aço INOX 316 e de

+200mV para o aço inox AISI 304. O valor de potencial de pite mais positivo para metal aço INOX 316 mostra que o substrato utilizado na pesquisa é mais nobre que o aço inox AISI 304 utilizado na análise.

Os valores de potenciais de proteção de pites foram de -700mV para metal aço inox 316 e de -120mV para o aço inox AISI 304. O valor de potencial de proteção de pites menos nobre para metal aço INOX 316 mostra que os pites formados nesse material são mais difíceis de serem protegidos, após sua formação.

4.2.7.3 Voltametria cíclica e potenciodinâmica anódica e impedância eletroquímica para o revestimento Nb_2O_5 60%wtAl com adição de 2% grafeno

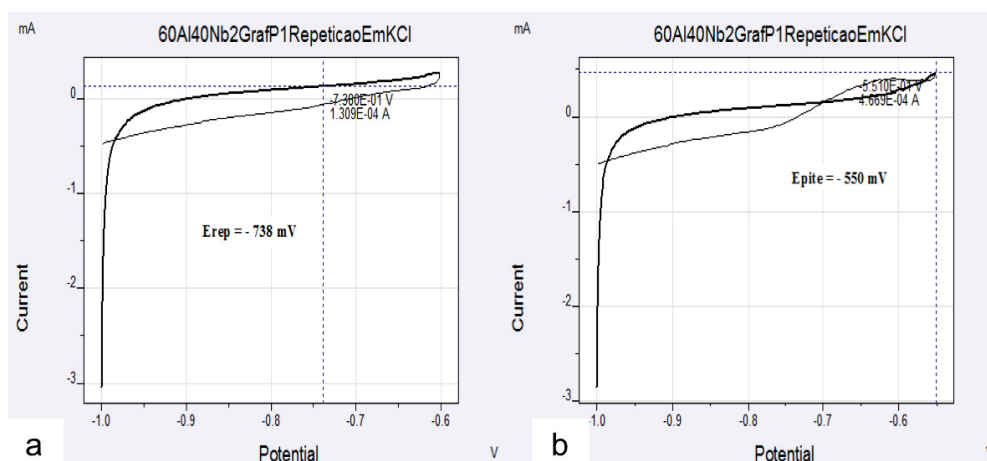
- **AMOSTRA P1**

Para o revestimento com composição Nb_2O_5 60%wtAl com adição de 2% grafeno, foram analisadas 3 amostras, A3, A14 e A18, referentes aos parâmetros P1, P2 e P3 e espessura de 231, 175 e 219 μ m respectivamente e obteve os seguintes resultados.

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) do parâmetro P1 imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -738mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para o parâmetro P1 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5M foi realizada com o potencial inicial de -1000mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de -600mV a -550mV, retornando ao potencial final de -1000mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s, FIGURA 64.

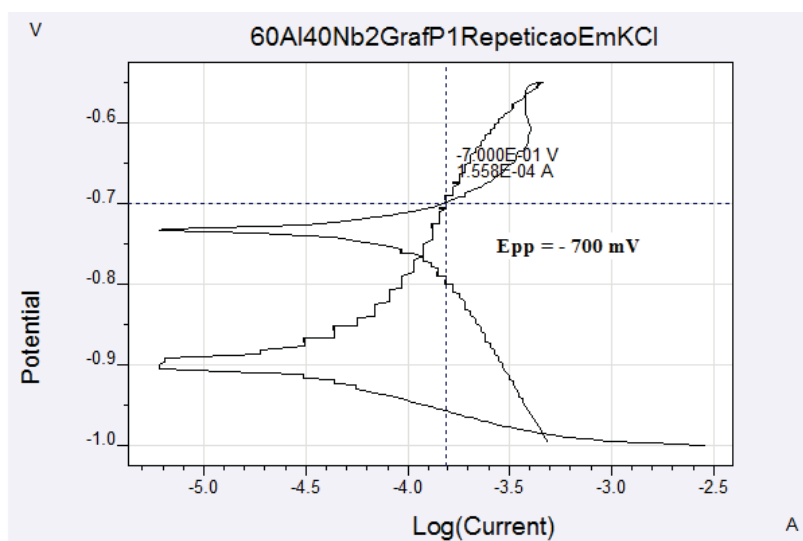
FIGURA 64 VOLTAMETRIA P1 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

Tanto na voltametria quanto na potenciodinâmica anódica é muito importante o comportamento da curva nas proximidades do potencial de vértice. Para P1, pode ser verificado na FIGURA 64a, que a curva de retorno se deu por baixo da curva de ida. Na FIGURA 64b, a curva de retorno se deu por cima da curva de ida. Quando não há formação de pites, o retorno da curva se dá por baixo da curva de ida FIGURA 68a. Quando há formação de pites, o retorno da curva se dá por cima da curva de ida, FIGURA 64b. Portanto a FIGURA 68b mostra a formação de pites. Estes pites apareceram em -550 mV (E_p). Esses pites podem ser protegidos pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 65.

FIGURA 65 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P1 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

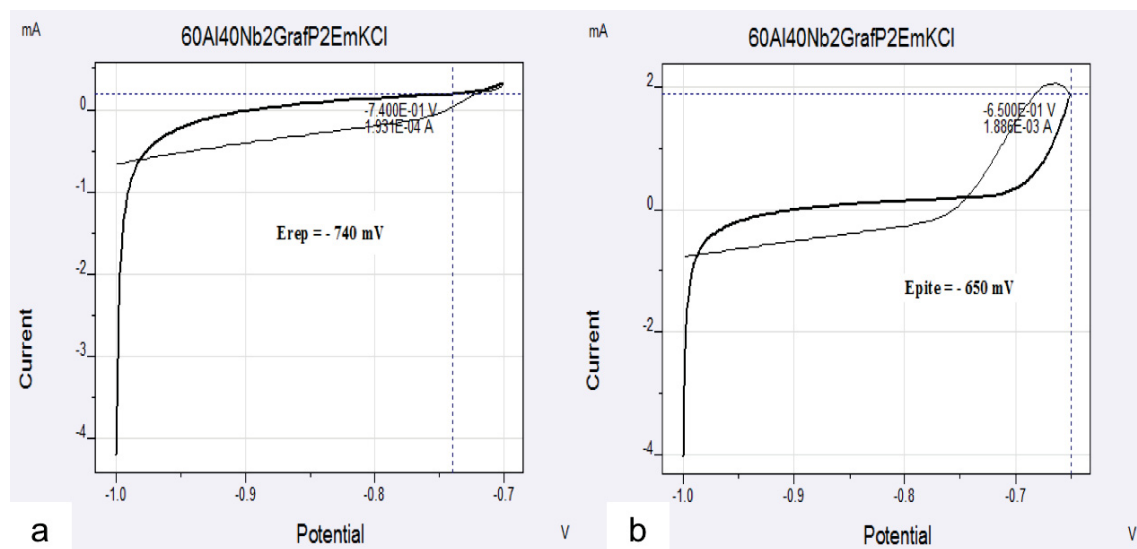
Ao plotar E em função de log i, obtém-se a potenciodinâmica anódica para P1 imerso em 3,5% de KCl ou KCl 0,5M. Quando a curva de retorno cruza a curva de ida, FIGURA 65, tem-se o potencial de proteção do pite recém-formado (Epp). A FIGURA 65 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para o parâmetro P1, encontra-se em -700 mV.

- **AMOSTRA P2**

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) do parâmetro P2 imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -740 mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para P2 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5M foi realizada com o potencial inicial de -1000 mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de -700 mV a -650 mV, retornando ao potencial final de -1000 mV e a velocidade de varredura foi de 5 mV/s, FIGURA 72.

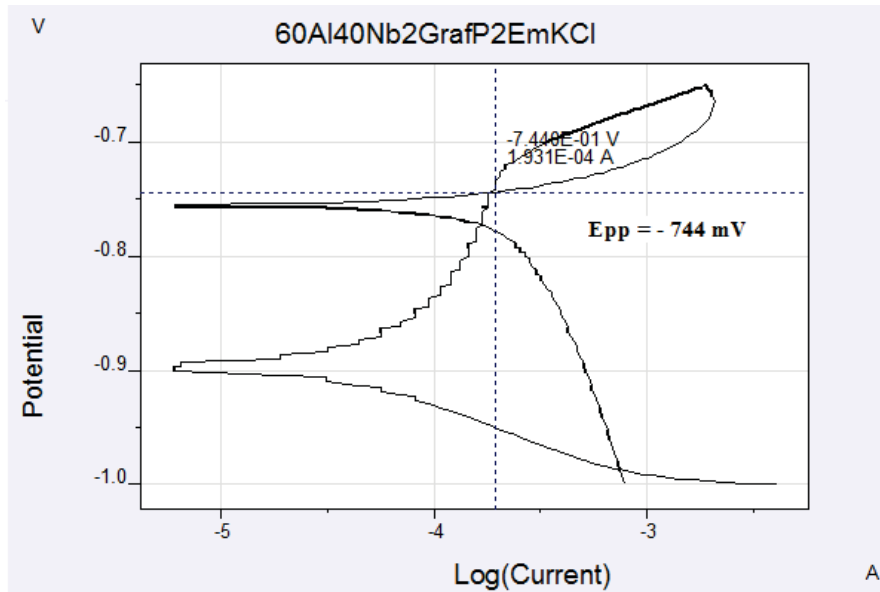
FIGURA 66 VOLTAMETRIA DO PARÂMETRO P2 EM 3,5 % DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

A Figura 66 mostra que os pites apareceram em -650 mV (Ep). Esses pites podem ser confirmados pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 67

FIGURA 67 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P2 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

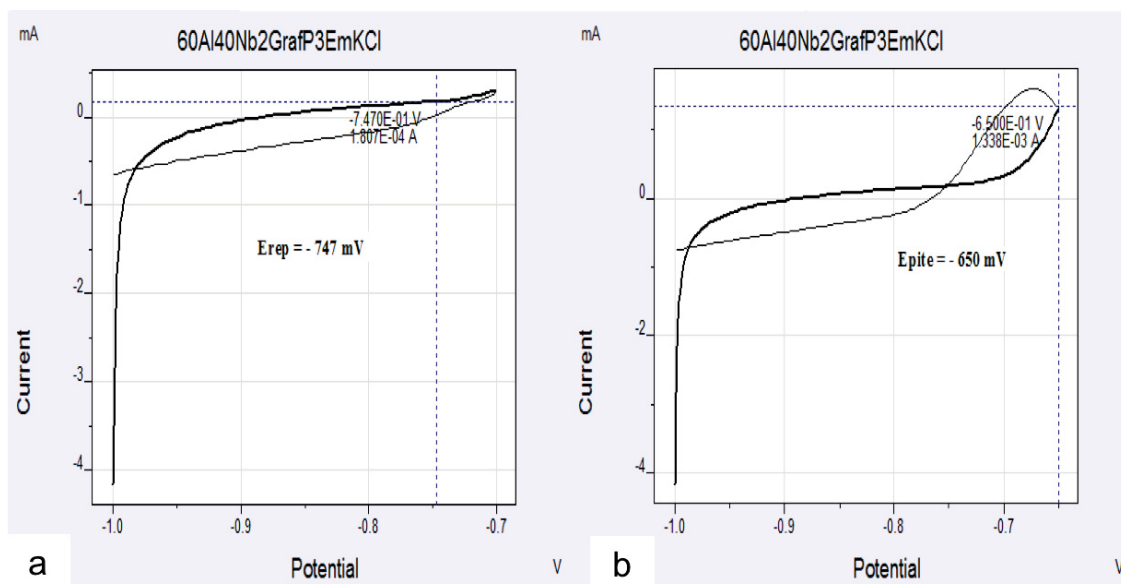
A FIGURA 67 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para P2, encontra-se em -744mV .

- **AMOSTRA P3**

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) do parâmetro P3 imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -747mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para P3 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5M foi realizada com o potencial inicial de -1000mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de -700mV a -650mV , retornando ao potencial final de -1000 mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s , FIGURA 68.

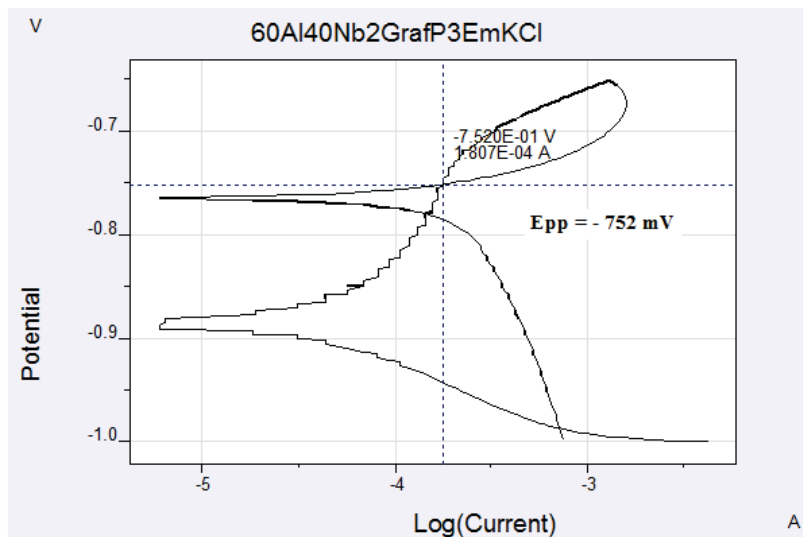
FIGURA 68 VOLTAMETRIA DO PARÂMETRO P3 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

A Figura 68 mostra que os pites apareceram em -650 mV (E_p). Esses pites podem ser confirmados pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 69.

FIGURA 69 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P3 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M



FONTE: O Autor (2024)

A FIGURA 69 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para P3, encontra-se em -752 mV .

Os resultados de potenciais de corrosão ou potenciais de repouso obtiveram valores de -738mV , -740mV e -747mV para os parâmetros P1, P2 e P3 respectivamente. O valor de potencial de repouso mais nobre, está na amostra P1. Isto pode estar relacionado com a maior espessura de revestimento obtido.

Os Valores de potenciais de pites foram de -550mV para P1 e -650mV para os parâmetros P2 e P3. O valor de potencial de pite mais nobre para P1, pode estar relacionado com uma maior espessura de revestimento obtido.

Os Valores de potenciais de proteção de pites foram de -700mV para P1, -744mV para P2 e -752 para P3. O valor de potencial de proteção de pites mais nobre para a amostra P1, pode estar relacionado com uma maior espessura de revestimento. Entre as amostras P2 e P3, verifica-se que, a proteção dos pites é mais fácil de acontecer na amostra P2.

4.2.7.4 *Voltametria cíclica ou potenciodinâmica anódica para o revestimento Nb₂O₅50%wtAl com adição de 2% grafeno*

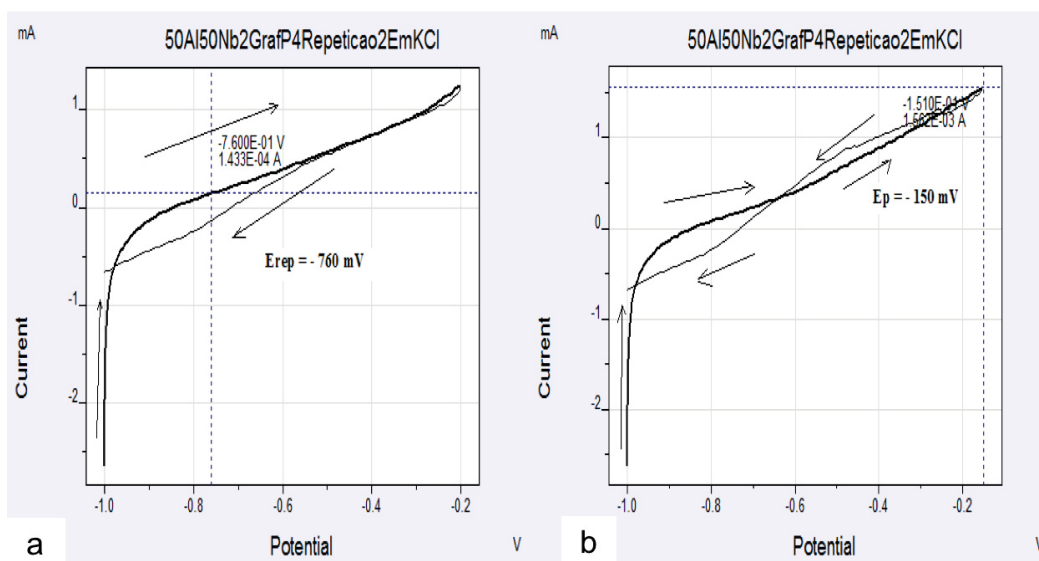
Para o revestimento com composição Nb₂O₅50%wtAl com adição de 2% grafeno, foram analisadas 3 amostras, A3, A10 e A17, referentes aos parâmetros P4, P5 e P6 com espessura de 495, 390 e 373 μm respectivamente e obteve os seguintes resultados.

• AMOSTRA P4

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) do parâmetro P4 imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -760mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para P4 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5M foi realizada com o potencial inicial de -1000mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de -200mV a -150mV , retornando ao potencial final de -1000mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s , FIGURA 70.

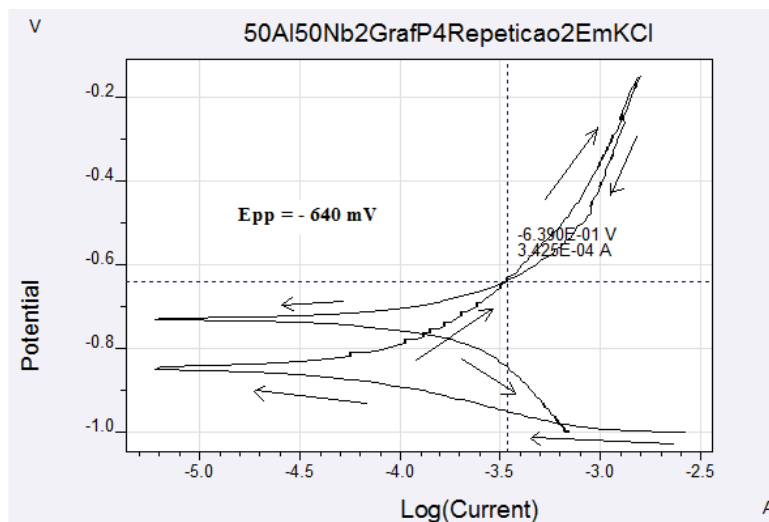
FIGURA 70 VOLTAMETRIA DA AMOSTRA P4 EM 3,5 % DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

A Figura 70 mostra que os pites apareceram em -150 mV (E_p). Esses pites podem ser protegidos pela curva potenciodinâmica anódica FIGURA 71.

FIGURA 71 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P4 EM 3,5 % DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

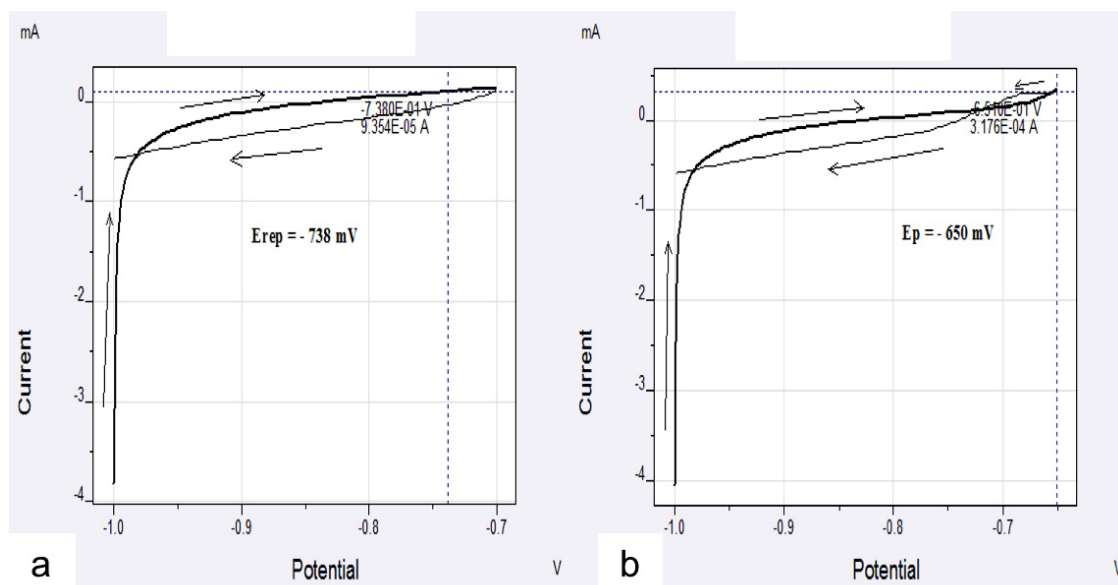
A FIGURA 71 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para P4, encontra-se em -640 mV .

- **AMOSTRA P5**

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) de P5 imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -738mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para P5 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5M foi realizada com o potencial inicial de -1000mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de -700mV a -650mV , retornando ao potencial final de -1000mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s , FIGURA 72.

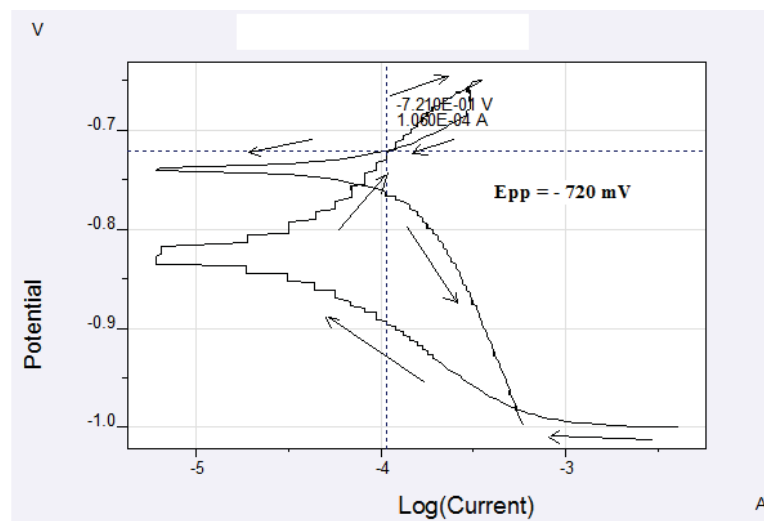
FIGURA 72 VOLTAMETRIA P5 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2022) 1

A Figura 72 mostra que os pites apareceram em -650mV (E_p). Esses pites podem ser confirmados pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 73.

FIGURA 73 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P5 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

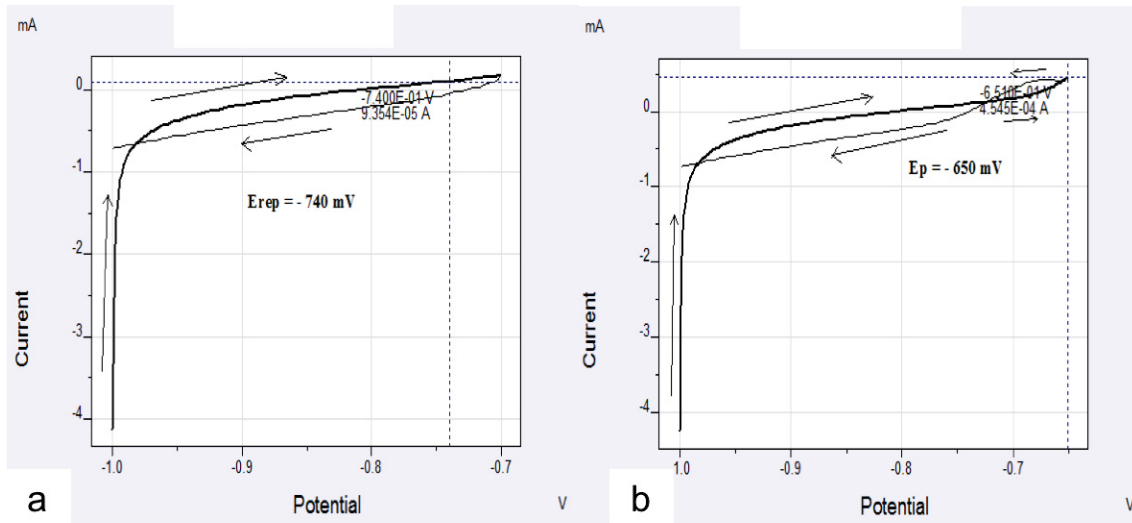
A FIGURA 73 mostra que o potencial de proteção dos pites recém formados, para P5, encontra-se em -720mV .

- **AMOSTRA P6**

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) de P6 imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -740mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para P6 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5M foi realizada com o potencial inicial de -1000mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de -700mV a -650mV , retornando ao potencial final de -1000mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s , FIGURA 74.

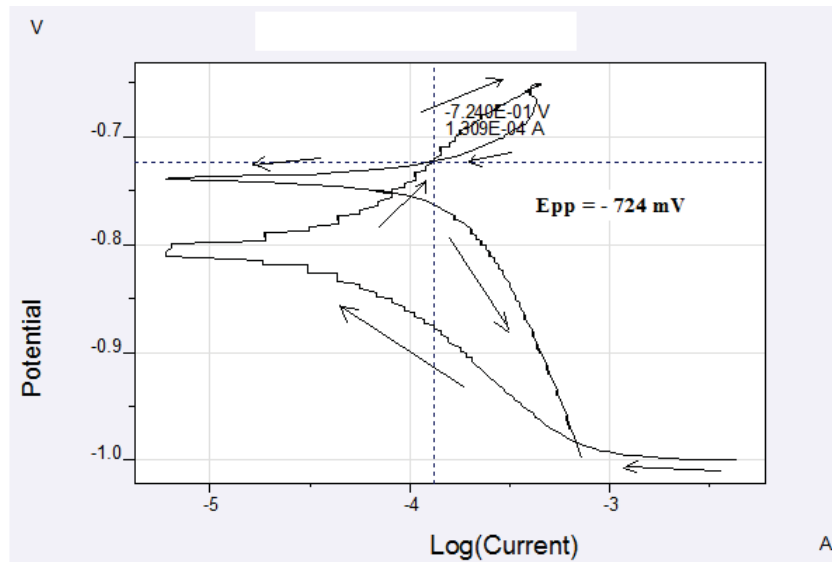
FIGURA 74 VOLTAMETRIA P6 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

A Figura 74 mostra que os pites apareceram em -650 mV (E_p). Esses pites podem ser confirmados pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 75.

FIGURA 75 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P6 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

A FIGURA 75 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para P6, encontra-se em -724 mV .

Os resultados de potenciais de corrosão ou potenciais de repouso obtiveram os valores de -760 mV , -738 mV e -740 mV para os parâmetros P4, P5

e P6 respectivamente. Os valores de potenciais de repouso P5 e P6 são praticamente iguais. P4 apresentou um valor de potencial de repouso menos nobre que os potenciais de repouso de P5 e P6. Isto pode estar relacionado com maior impacto da presença do pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) com grafeno nessa amostra, pois o potencial de repouso do pentóxido de nióbio puro é próximo de -1000mV .

Os resultados eletroquímicos de potenciodinâmica anódica obtiveram valores de potenciais de pites de -150mV para P4 e -650mV para P5 e P6. Os valores de potenciais de pites P5 e P6 são praticamente iguais. O valor de potencial de pite P4 é mais nobre que os potenciais de pites P5 e P6. Isto pode estar relacionado com um melhor desempenho do revestimento existente em P4.

Os Valores de potenciais de proteções de pites foram de -640mV para P4 e próximo de -720mV para P5 e P6. Os valores de potenciais de proteções de pites de P5 e P6 são praticamente iguais. O valor de potencial de proteção de pites P4 é mais nobre do que os potenciais de proteções de pites P5 e P6. Isto pode estar relacionado com um melhor desempenho do revestimento existente em P4.

4.2.7.5 *Voltametria cíclica ou potenciodinâmica anódica e impedância eletroquímica no revestimento $\text{Nb}_2\text{O}_5 40\% \text{wtAl}$ com adição de 2% grafeno*

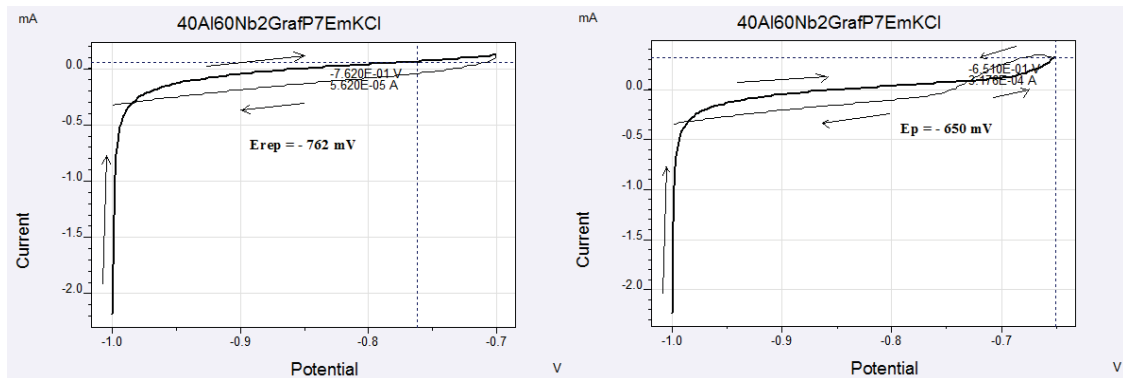
Para o revestimento com composição $\text{Nb}_2\text{O}_5 40\% \text{wtAl}$ com adição de 2% grafeno, foram analisadas 3 amostras, A2, A11 e A16, referentes aos parâmetros P7, P8 e P9 com espessura de 311, 278 e $236\mu\text{m}$ respectivamente e obteve os seguintes resultados.

- **AMOSTRA P7**

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) do parâmetro P7 imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -762mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para P7 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5M foi realizada com o potencial inicial de -1000mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de -700mV a -650mV , retornando ao potencial final de -1000mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s , FIGURA 76.

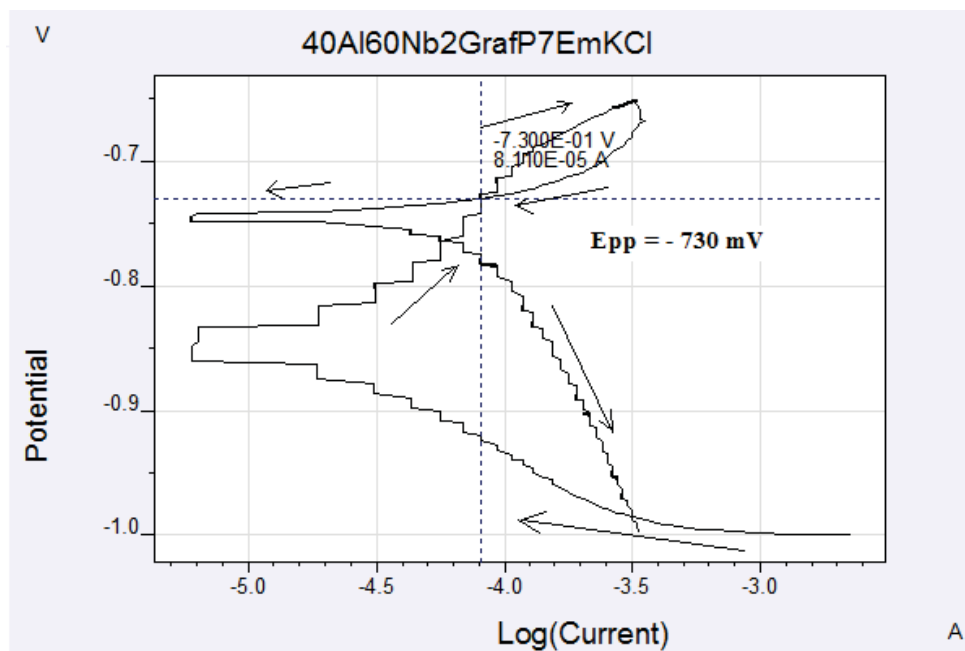
FIGURA 76 Voltametria P7 em 3,5 % de KCl ou KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

A Figura 76 mostra que os pites apareceram em -650mV (E_p). Esses pites podem ser protegidos pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 77.

FIGURA 77 POTENCIODINÂMICA ANÓDICA P7 EM 3,5 % DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

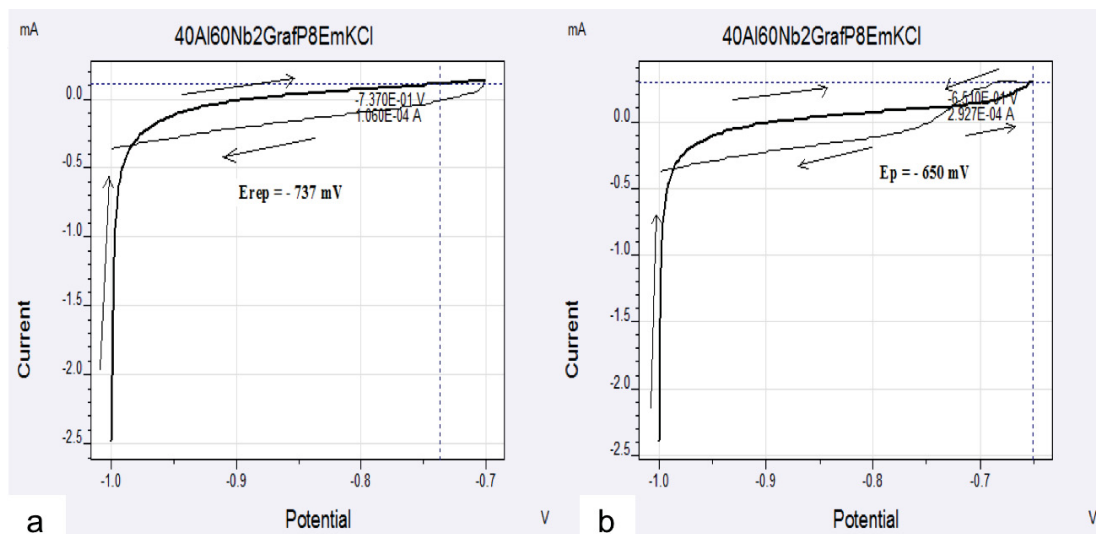
A FIGURA 77 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para P7, encontra-se em -730mV .

- **AMOSTRA P8**

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) do parâmetro P8 imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -737mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para P8 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5M foi realizada com o potencial inicial de -1000mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de -700mV a -650mV , retornando ao potencial final de -1000mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s , FIGURA 78.

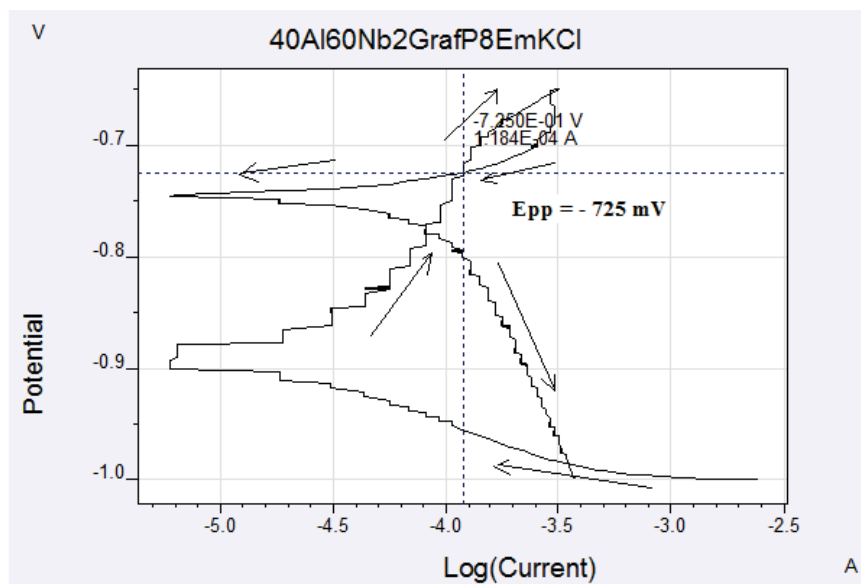
FIGURA 78 VOLTAMETRIA P8 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

A Figura 78 mostra que os pites apareceram em -650mV (E_p). Esses pites podem ser confirmados pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 79.

FIGURA 79 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P8 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

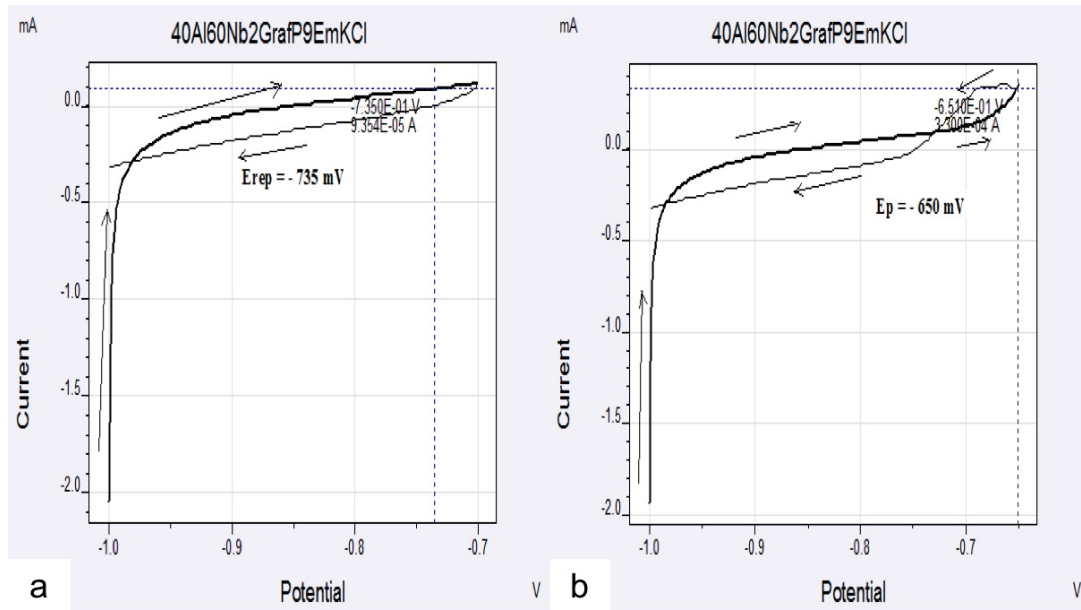
A FIGURA 79 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para amostra P8, encontra-se em -725mV .

- **AMOSTRA P9**

O potencial de repouso (após 3 minutos de estabilização) do parâmetro P9 imerso em 3,5% de cloreto de potássio foi de -735mV em relação ao eletrodo de referência de prata/cloreto de prata saturado (Ag/AgCl saturado).

A obtenção da voltametria e/ou da potenciodinâmica anódica para P9 imerso em 3,5% de cloreto de potássio (KCl), ou KCl 0,5 M foi realizada com o potencial inicial de -1000mV vs Ag/AgCl saturado. O potencial de vértice variou de -700mV a -650mV , retornando ao potencial final de -1000mV e a velocidade de varredura foi de 5mV/s , FIGURA 80.

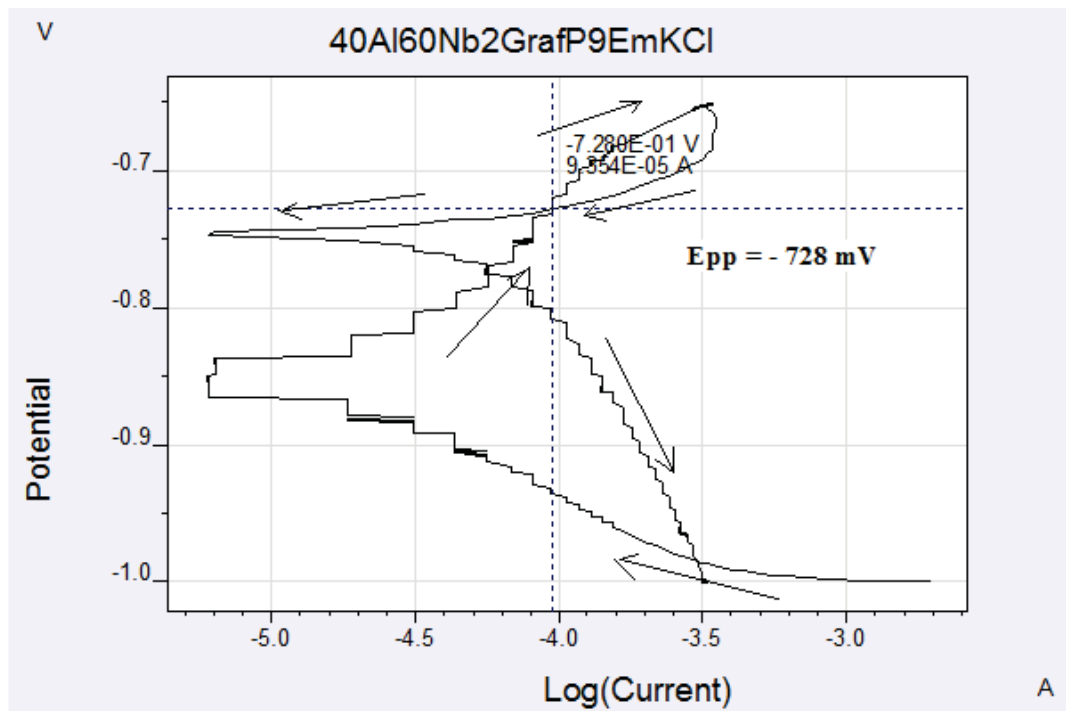
FIGURA 80 VOLTAMETRIA P9 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

A Figura 80 mostra que os pites apareceram em -650mV (E_p). Esses pites podem ser confirmados pela curva potenciodinâmica anódica, FIGURA 81.

FIGURA 81 POTENCIODINAMICA ANÓDICA P9 EM 3,5% DE KCl OU KCl 0,5M.



FONTE: O Autor (2024)

A FIGURA 81 mostra que o potencial de proteção dos pites recém-formados, para P9, encontra-se em -728mV .

Os resultados de potenciais de corrosão ou potenciais de repouso obtiveram os valores de -762mV , -737mV e -735mV para P7, P8 e P9 respectivamente. Os valores de potenciais de repouso P8 e P9 são praticamente iguais. P7 apresentou um valor de potencial de repouso menos nobre que os potenciais de repouso P8 e P9. Isto pode estar relacionado com maior impacto da presença do pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) com grafeno nessa amostra, pois o potencial de repouso do pentóxido de nióbio puro é próximo de -1000mV .

Os resultados eletroquímicos de potenciodinâmica anódica mostram que os valores de potenciais de pites foram de -650mV para as 3 amostras e os valores de potenciais de proteções de pites foram próximos de -730mV para as 3 amostras.

Tabulando os dados obtidos do potencial de corrosão ou potenciais de repouso apuramos as influências dos fatores utilizados no Método Taguchi, a TABELA 22, expõe as ordens dos parâmetros que tiveram como consequência a performance das amostras.

TABELA 22 INFLUÊNCIA DOS FATORES DE CONTROLE NOS RESULTADOS DE POTENCIODINÂMICA ANÓDICA

NÍVEL	PROPORÇÃO	DISTÂNCIA	PRÉ	PÓS
	Nb_2O_5	mm	AQUECIMENTO	AQUECIMENTO
	%massa		$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{C}$
	741,7	753,3	738,3	737
	746	738,3	745	747,3
	744,7	740,7	749	748
Desvio	3,5	6,1	3,9	4,7
Ranque	4	1	3	2

FONTE: O Autor (2024)

Dos parâmetros utilizados, é possível observar que a distância foi o que apareceu com o número 1 no ranque, seguido do pós aquecimento, portanto, a

distância e o pós aquecimento foram os fatores que mais influenciaram nos resultados do potencial de corrosão.

Santos (2022) em seus ensaios de potenciodinâmica anódica em revestimentos de $\text{Nb}_2\text{O}_5 + \text{Al}$, observou que o aumento da quantidade de pentóxido de nióbio na amostra (60% Nb_2O_5), e a menor distância de deposição (150mm), influenciaram positivamente no potencial de proteção de pites recém-formados, obtendo Epp de -700mV em revestimento com composição Nb_2O_5 40%wtAl, distância de 150mm e pós aquecimento de 300°C.

O resultado obtido nesta pesquisa demonstrou que a adição de grafeno não influenciou na qualidade do revestimento, uma vez que o melhor resultado obtido foi igual as pesquisas de Santos (2022).

Ainda, foi constatado que a menor distância associada ao aumento da espessura do revestimento, amostra P4, influencia significativamente nos valores de potenciodinâmica anódica conferindo ao revestimento melhor qualidade frente a corrosão.

5 CONCLUSÃO

A partir dos estudos realizados foi possível avaliar a influência da adição de grafeno em misturas de Nb_2O_5 e Al, depositado em aço inoxidável austenítico, aspergidos via aspersão térmica chama pó (*Flame Powder Spray - FSp*), a partir da utilização da metodologia de Taguchi e procedimentos para a caracterização dos revestimentos processados por técnicas de caracterização de superfície, ensaios de corrosão e ensaios de resistência ao desgaste.

Através das imagens de MEV e EDS foi possível observar que a adição de grafeno teve boa interação com o pentóxido de nióbio e alumínio, o que provavelmente não comprometeu a possível formação de intermetálicos. Foi possível observar indícios de interação mecânica e química entre o alumínio o Pentóxido de nióbio e o grafeno. Ainda, a variação da distância de aspersão mostrou que a formação de lamelas também é influenciada pela distância de deposição do revestimento onde foi observado que a distância de aplicação de 250mm foi a que apresentou maior formação das lamelas.

A espessura do revestimento na superfície do substrato não sofreu influência da adição de 2% grafeno, já que todas as misturas tiveram a mesma adição. A mistura Nb_2O_5 40%wtAl não teve resultados satisfatórios com 4 passes de aplicação de revestimento, provavelmente devido a proporção de 50% alumínio e 50% Pentóxido de nióbio, sendo necessário a redução da quantidade de passes de 4 para 2 passes no momento da deposição do revestimento.

A aderência do revestimento no substrato teve importante influência da temperatura de pré-aquecimento do substrato e do pós-aquecimento do revestimento aplicado. O ensaio de dobramento mostrou que a composição Nb_2O_5 60%wtAl teve os melhores resultados, com a condição ideal do processo o pré-aquecimento de 150°C, pós aquecimento de 250°C e distância de aspersão de 250mm, obtendo um revestimento sem trincas ou micro trincas na superfície do substrato. O ensaio de aderência por tração indicou que a condição ideal do processo de aspersão se dá para uma deposição com pré-aquecimento de 100°C, pós aquecimento de 200°C e distância de aspersão de 200m.

Foi possível avaliar a aderência do revestimento nas imagens de MEV, onde ficou claro o vazio formado entre o substrato e o revestimento nas amostras que não foram submetidas ao pré aquecimento do substrato antes da deposição do revestimento. A distância de deposição do revestimento também pode ter afetado a aderência do substrato, pois entre duas amostras submetidas ao pré aquecimento com distâncias de aspersão diferente tiveram resultados diferentes, para a amostra com distância de 100mm a aderência não foi tão satisfatória, já a amostra com 200m de distância a imagem de MEV mostrou ausência de vazios entre revestimento e substrato.

É possível afirmar que a boa aderência do revestimento no substrato está relacionada ao pré-aquecimento, pois a partícula sem pré aquecimento não produz o efeito molhamento homogêneo e apresenta salpicos que reduzem a aderência; a distância de aspersão pode ter influenciado na aderência, pois a deposição com a distância menor não trouxe resultados satisfatórios para a aderência do revestimento.

As imagens de MEV também mostraram possível formação de intermetálico e aglomerados das misturas, assim como apresentaram todos os elementos presentes no estudo, evidenciados nas imagens de EDS.

O maior impacto da adição do grafeno nas misturas de Pentóxido de nióbio e alumínio foi observado na dureza do revestimento com um aumento de 300% em relação as misturas sem grafeno, sendo a temperatura de pré-aquecimento a que mais influenciou para este resultado.

Por fim, podemos dizer que a adição de 2% de grafeno nas misturas não influenciou na qualidade frente a corrosão, uma vez que os melhores valores obtidos neste estudo foram os mesmos valores obtidos nos estudos de Santos (2022), que avaliou misturas Nb_2O_5 +Al sem adição de grafeno. Mas a análise de potenciostática anódica mostrou a grande influência da espessura do revestimento, notou-se que a espessura acima da especificação ($< 400\mu\text{m}$), associada a menor distância de deposição (150mm) elevou a qualidade frente a corrosão dos revestimentos estudados neste trabalho.

5.1 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

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

- Realizar análise de DRX nos revestimentos afim de se identificar se houve a formação de fases de intermetálicas nas misturas estudadas.
- Estudar a variação de grafeno na mistura Nb_2O_5 60%wtAl para comparação de desempenho no teste de potenciostática anódica.
- Avaliar a adição de grafeno nas misturas de Nb_2O_5 + Al em outros testes de corrosão afim de avaliar o comportamento do grafeno.
- Realizar ensaio de alta temperatura nas misturas do presente estudo, afim de avaliar seu comportamento
- Aplicar o processo de aspersão térmica HVOF nas misturas propostas neste estudo, afim de comparar os resultados.

REFERÊNCIAS

ASM. Handbook - **Friction, Lubrication and Wear Technology**. Volume 18. USA, 1992.

ASM. Handbook - **Thermal Spray Technology**. Volume 5. USA, 2005.

ASTM C633-13, **Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013.

ASTM E384-17, **Standard test method for Knoop and Vickers hardness of materials**. Estados Unidos: ASTM, 2017.

ASTM G5-94. Standard Reference Test Method for Maketing Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements. Estados Unidos, ASTM 1994.

ASTM G61-86. Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization. Estados Unidos, ASTM 1986.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE AÇO INOXIDÁVEL (ABINOX). **Inox na indústria de petróleo e gás**. Informativo nº 23, 2017. Disponível em: < <https://abinox.org.br/wp-content/uploads/2023/03/Art-Tecnico-23-1.pdf>> Acesso em: 06 jan.2024.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE AÇO INOXIDÁVEL (ABINOX). **Produção mundial de aço inox**. 2022. Disponível em: <<https://abinox.org.br/estatisticas/>> Acesso em: 06 jan.2024.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 13284**: preparação de corpos-de-prova para análise metalográficas, 1995.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR ISO 4287:2002**. Especificações geométricas do produto (GPS) – Rugosidade: Método do perfil – Termos, definições e parâmetros da rugosidade, 2002.

AWS - American Welding Society, Inc. **Thermal Spraying. Practice, Theory, and Applications**. 1985.

BELÉM, M. J. X. **Avaliação do desempenho de revestimentos de pentóxido de nióbio aplicados por Aspersão térmica**. 2019. 131f. Dissertação (mestrado em Engenharia de Produção) – Universidade Metodista de Piracicaba, Santa Bárbara d'Oeste, 2019.

BELLUCCI, F.; VASQUEZ, H.; CONTI, J. **Contexto Brasileiro e sua Demanda por Financiamento**. Panorama Tecnológico Grafeno. Rio de Janeiro, 2021.

Disponível em: <https://www.gov.br/mcti/pt-br/acompanhe-o-mcti/noticias/2021/04/finep-e-mcti-publicam-estudo-com-panorama-tecnologico-sobre-grafeno-e-a-demanda-por-financiamento/Grafeno_setorial_2021.pdf/view> Acesso em: 15 jan. 2024.

BERNDT, C. C.; BERNECKI, T., et.al, **Handbook of Thermal Spray Technology**, ASM International, 2004.

BOBZIN, K.; ERNST, F.; RICHARDT, K.; SCHLAEFER, T.; VERPOORT, C.; FLORES, G., **Thermal spraying of cylinder bores with the Plasma Transferred Wire Arc process**. Surface & Coatings Technology, n.202, p.4438–4443. Abril, 2008.

BRITO, V. R. S. S. **Caracterização de Revestimentos Metálicos Aspergidos Termicamente por Arco Elétrico**. 2010. 130f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e Tecnologia dos Materiais). Centro Federal de Educação Profissional, Rio de Janeiro, 2010.

CALADO, V.; MONTGOMERY, D. **Planejamento de Experimentos usando o Estatística**. Editora E-papers, 2003.

CALLISTER, W.; RETHWISCH, D. F. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 8ª Ed. Editora LTC, 2012.

CARBÓ, H. M. **Aços inoxidáveis: aplicações e especificações**. Arcelor Mittal Inox Brasil, 2008.

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 2022.

CME – Centro de Microscopia Eletrônica. Disponível em: <<https://cme.ufpr.br/equipamentos/>> Acesso em 30 fev 2024.

COMELI F. W. **Estudo de revestimento aspergido por HVOF contra o desgaste em hastes de válvulas de turbinas termelétricas**. 2006, 137f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.

Deshpande, S.; Sampath, S.; Zhang, H. **Mechanisms of oxidation and its role in microstructural evolution of metallic thermal spray coatings—Case study for Ni–Al**, Surface & Coatings Technology, v. 200, nº 18-19, p. 5395 – 5406, mai. 2006.

DINIZ, A.; MONNERAT, C.; GUEDES, F. N. J. **Estudo do efeito corrosivo dos aços inox AISI 304 e microligado Hardox 600 em meios salinos e ácido**. Revista Engenharia de Interesse Social, 2016. Disponível em <<https://doi.org/10.35507/25256041/reis.v1i1.1446>> Acesso em: 7 dez. 2023.

GOMES, M. N. V. **Desenvolvimento do compósito de Fe₃Al-k manométrico em matriz de alumínio para revestimento depositado por aspersão térmica chama a pó.** 2016, 297f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2016.

GRAF K.; D'OLIVEIRA A. S. C. M. **Influence of Carbon On Fe/Nb/Al Coatings.** In: **15th Conference of the International Federation on heat treatment and surface engineering.** 15th IFHTSE Conference, Viena. v. CD-Rom. p. 1-10, 2006.

GRAHAM, R. A.; SUTHERLIN, R. C. W. C. **Niobium and Niobium Alloys in Corrosive Applications.** Niobium Science and Technology, pp 337 – 355.TMS, 2001.

GRILL, R. **Niobium for coins. TIC Tantalum: Niobium.** International Study Center- Bulletin, 2007.

GROBELNY, M. *et al.* **Functional Nb₂O₅ film and Nb₂O₅ + CuO, Nb₂O₅ + graphene, Nb₂O₅ + CuO + Graphene composite films to modify the properties of Ti6Al4V titanium alloy.** Thin Solid Films, v. 616, 2016.

KANG, K.; PARK, H.; KIM, J.; LEE, C. **Role of spray processes on microstructural evolution, and physical and mechanical properties of multi-walled carbon nanotube reinforced cu composite coatings.** Applied Surface Science, 356, p. 1039-1051, 2015.

HARVEY, M. D. F.; SHRESTHA, S.; STURGEON, A. **Coatings for Offshore Applications by High Velocity Wire Flame Spraying.** Disponível em: <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/coatings-for-offshore-applications-by-high-velocity-wire-flame-spraying-april-2005> Acesso em: 03 mar. 2022.

HASAN, Mahbub. **High Velocity Oxy-Fuel (HVOF) Thermal Spray Deposition of Functionally Graded Coating.** Faculty of Engineering and Computing, Dublin City University, 2005.

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

HE, P.; MA, G.; WANG, H.; YONG, Q. *et al.* **Microstructure and mechanical properties of a novel plasma- spray TiO₂ coating reinforced by CNTs.** Ceramics International, 42, n. 11, p. 13319-13325, 2016.

HEBBALE, A. M.; SRINATH, M. S. **Taguchi analysis on erosive wear behavior of cobalt based microwave cladding on stainless steel AISI-420.** Measurement: Journal of the International Measurement Confederation, v. 99, p. 98–107, 2017.

IDREES, F. et al. **Template-free synthesis of highly ordered 3D-hollow hierarchical Nb₂O₅ superstructures as an asymmetric supercapacitor by using inorganic electrolyte**. *Electrochimica Acta*, v. 216, 2016.

IVIUM, Technologies. Disponível em: <<https://www.ivium.com>> Acesso em 1 mar 2024.

JUNIOR, J. G. S. **Revestimento a base de nióbio-ferro obtido por aspersão térmica hipersônica sobre aço API 5L X70**. 2011, 93f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011.

KREPSKI, R. P. **Thermal Spray Coating Applications in the Chemical Process Industries**. NACE International, MTI Publication n°42, 1994.

KREYE, H., *et.al.* **Properties and characterization of Thermal Spray Coating**. *Proceedings of the 15th International Thermal Spray Conference, France*, p.629-634, 1998

LABATS – Laboratório de Aspersão térmica. UFPR, 2020

LEE, M. H.; SARAHINTU, M. **Performance Analysis of Dynamic Source Routing Protocol for Ad Hoc Networks Based on Taguchi's Method**. V. 24, *Department of Mathematics*, 2008.

LIMA, C. R. P., **Caracterização de coberturas obtidas por aspersão térmica a plasma**. 200, 143f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.

LIMA, C.C., TREVISAN, R. **Aspersão Térmica Fundamentos e Aplicações**. Artliber Editora: São Paulo, Brasil, 2001.

LYAKISHEV, N. P. **Niobium in steels and alloys: Metallurgical aspects of niobium from mineral deposits to alloy production and applications**. São Paulo, CBMM, 1984.

MARANHO, O. M. **Aspersão térmica de ferro fundido branco multicomponente**. 2006, 188f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

MARIANO, C. **Obtenção de revestimentos de nióbio depositados por aspersão térmica para proteção à corrosão marinha**. 2008, 78f. Dissertação (Mestre em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008.

MARQUES, P.V. **Aspersão Térmica**. Infosolda e Universidade Federal de Minas Gerais, 2003.

MENEGOTTO, G. F. **Efeito do Si na síntese de ligas e revestimentos a partir da deposição de misturas de Nb/Al**. 2015, 153f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015.

MENDES, M. W. D. **Obtenção de pós de Nb a partir da redução aluminotérmica com ignição por plasma**. 2005, 77f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2005.

MENEZES, D. D., **Avaliação da resistência à corrosão de revestimentos de alumínio aplicados pelas técnicas de arco elétrico e chama convencional, em meio cloreto**. 2007, 178 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.

MESHRAM, A. P.; PUNITH KUMAR, M. K.; SRIVASTAVA, C. **Enhancement in the corrosion resistance behaviour of amorphous Ni P coatings by incorporation of graphene**. Diamond and Related Materials, 105, 2020.

METALICA, Construção civil. Disponível em: <<https://metalica.com.br/o-que-e-grafeno-veja-sua-utilizacao-no-revestimento-anti-corrosao-de-estruturas-metalicas-2/>> Acesso em: 20 jan. 2024.

METALINOX, Aços inoxidáveis especiais. Disponível em: <<https://www.metalinoxsp.com.br/aco-aisi-304>> Acesso em: 15 jan. 2024.

MITUTOYO, Sul Americana Ltda. Disponível em: <https://www.mitutoyo.com.br/nossos-produtos/instrumentos-de-medicao/relogios/comparador/digital.html?gad_source=1&gclid=Cj0KCQjwq86wBhDiARIsAJhuphIFW90pkqReFfayeLTlc3GqLB7CkFfEqhqwKZm3qZEwQm0hZlv8604aApS6EALw_wcB> Acesso em 10 fev 2024.

MOREIRA, C. A. J. **Aspersão térmica simultânea de alumínio e cobre sobre liga de alumínio 5052**. 2019, 86f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2019.

MOTTA, F. P. **Propriedades de revestimentos de nióbio obtidos por aspersão térmica a plasma sobre aço API 5L X65**. 2011, 97f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

NICO, C.; MONTEIRO, T.; GRAÇA, M. I. P. F. **Niobium oxides and niobates physical properties: Review and prospects**. Progress in Materials Science, v.80, p. 1-37, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.02.001>.

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**. 2016, 148f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2016.

Norma NACE N°1 / SSPC-SP 5, **White Metal Blast Cleaning**, 2006.

Norma PETROBRAS N-2568/B, **Revestimentos Anticorrosivos Aplicados por Aspersão Térmica**. Rio de Janeiro, 2011.

NOVICKI, N., **Aplicação da aspersão térmica na soldagem em operação de tubulações com pequena espessura remanescente**. Tese de Doutorado, 207. Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, Programa de Pós-Graduação Em Engenharia Mecânica. 2008.

NUNES, Laerce de Paula. **Fundamentos de resistência à corrosão**. 1.ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2007.

OERLIKON METCO. **An Introduction to Thermal Spray**. Caderno informativo do fabricante. n. 6, [s. l.], 2016. Disponível em: <https://www.oerlikon.com/ecomaXL/files/metco/oerlikon_BRO-0005.6_Thermal_Spray_Brochure_EN.pdf&download=1>. Acesso em 01 mar. 2022.

OLIVIO, E. F. T. **Análise do Revestimento de 410nimo Depositado por Aspersão Térmica no Aço Inoxidável Martensítico CA6NM Contra a Erosão por Cavitação**. 98 p. Tese (Doutorado) – (Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica – PGMEC) – Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, 2016.

OKSA, M.; METSÄJOKI, J. **Optimizing NiCr and FeCr HVOF coating structures for high temperature corrosion protection applications**. Journal of Thermal Spray Technology, v. 24, n. 3, p. 436–453, 2014.

Organização Internacional de Normalização - ISO 8501-1. **Preparação de Base Metálicas para Pintura**, 1988.

PADILHA, A. F.; AMBROSIO FILHO, F. **Aços inoxidáveis austeníticos**. São Paulo: Ed. Hemus, 1994.

PHADKE, M.S. **Quality Engineering Using Robust Design**. Prentice Hall, Englewood Cliffs, 1989

PAREDES, R. S. C. **Aspersão térmica**. Departamento de Engenharia Mecânica – Laboratório de Aspersão Térmica e Soldagem Especiais, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2012.

PAREDES, R.S.C., Procopiak, L.A., **Otimização dos reparos de turbina através da pesquisa em novos processos e materiais de soldagem**. Projeto Otimização, Curitiba: LACTEC, 2002, p. 19, Relatório Técnico.

PAREDES, R.S.C., RODRIGUEZ, R.M.H.P.; PAEZ, M.T.P.; VIANNA, G.; CAPRA, A. **Resistência a corrosão matinha de revestimentos de alumínio**. 7º Conferência sobre tecnologia de equipamentos. Florianópolis, 2003.

PAWLOWSKI, L. **Thermal Spraying Techniques**. The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings. 2. ed. Chichester: 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-b: **Revestimentos metálicos por aspersão térmica** - referências elaboração. Rio de Janeiro, 2018.

PINEDO, Carlos Eduardo. **Tratamentos térmicos e superficiais dos aços**. 1.ed. São Paulo: Blucher, 2021.

PREMKUMAR, K. P. et al. **Antibacterial effects, biocompatibility and electrochemical behavior of zinc incorporated niobium oxide coating on 316L SS for biomedical applications**. Applied Surface Science, v. 427, p. 1166–1181, 2018.

QUELHAS, Karen Alves de Souza. **Estudo da Corrosão do Nióbio em Meio Metanólico**. Tese. COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, RJ, 2007.

RANI, R. A. et al. **Thin films and nanostructures of niobium pentoxide: Fundamental properties, synthesis methods and applications**. Journal of Materials Chemistry A, v. 2, n. 38, p. 15683–15703, 2014.

RIJEZA. **Aspersão térmica na siderurgia**. Disponível em: <<https://rijeza.com.br/wp-content/uploads/2020/11/Aspersão-térmica-na-siderurgia-vertical-1.pdf>> Acesso em: 10 abr. 2022.

ROBIN, A. **Comparative study of Nb, Nb-10W, and Nb-16Ta-12W corrosion behavior in sodium hydroxide solutions**. Electrochimica Acta, v. 49, n. 12, p. 1915–1923, 2004.

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.

RODRIGUEZ, R. M. H. P.; **Formação de Óxidos nos Revestimentos de Alumínio Depositados por Aspersão Térmica**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) UFPR - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2003.

SANTOS, L. R. **Avaliação de desgaste e corrosão do revestimento de Pentóxido de Nióbio e Alumínio aplicado por aspersão térmica chama pó**. 127f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal do Paraná: Curitiba, 2022.

SARTWELL, Bruce D; LEGG, Keith O; SCHELL, John Sauer; DULL DENIS, Paul Natishan; FALKOWSKI, Philip Bretz; DEVEREAUX, Jon; EDWARDS,

Craig; PARKER, Donald. **Validation of HVOF WC/Co Thermal Spray Coatings as a Replacement for Hard Chrome Plating on Aircraft Landing Gear**. Naval Research Laboratory: Washington, 2004.

SATO, H. H. Propriedades mecânicas e tribológicas das ligas de Ti-Nb anodizadas para aplicação médica. Dissertação, Universidade Federal do Paraná, 2015.

SCHIEFLER, M.F. **Estudos macroestrutural e eletroquímico de revestimentos metálicos depositados por aspersão térmica**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina: Florianópolis, 2004.

SEER, H. J.; MORAES, L. C. **Niobio. 2013. Companhia de Desenvolvimento de Minas Gerais**. Disponível em: <<http://recursomineralmg.co-demge.com.br/substancias-minerais/niobio/>>. Acesso em: 07 mar 2022.

SIGMA ALDRICH. Disponível em: <https://www.sigmaaldrich.com/specification-sheets/348/175/795534-BULK_____ALDRICH__.pdf> Acesso em: 10 fev 2024.

SILVA, M. N. **Grafeno como nanoaditivo em compósitos para proteção anticorrosiva**. Dissertação (mestrado) – Pontifícia Católica do Rio de Janeiro, departamento de Engenharia Química e de Materiais, 2018.

SILVA, V. C.; PAREDES, R. S. C. **Avaliação da relação Cr eq. / Ni eq. para o revestimento AF2209 depositado por aspersão térmica com e sem pré-aquecimento**. Matéria-Rio de Janeiro, v. 21, p. 470-481, 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”**, Universidade Federal do Paraná, 2016.

SIMÕES, Danielle Goya.; DE LAZZARI, Claudio Parra.; CINTHO, Osvaldo Mitsuyuki.; CAPOCCHI, José Deodoro Trani. **Moagem de alta energia de misturas de pentóxido de nióbio e alumínio em pó. 61º Congresso Anual da ABM**, Rio de Janeiro, 2006. ISSN: 2594-5327, DOI 10.5151/2594-5327-0137.

SMITH, R. W.; FAST, R. D. **The Future of Thermal Spray Technology**. Welding Journal, July, p. 43-50, 1994

SOUZA JUNIOR, J. G. **Revestimento à base de nióbio e nióbio-ferro obtido por aspersão térmica hipersônica sobre aço API 5L X70**. 2011. Dissertação – Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

SOUZA, V. M.; MARQUES, A. S.; HUFF, J. A.; ROCHA, A. S. **AVALIAÇÃO DE FERRAMENTA REVESTIDA ATRAVÉS DO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA HVOF**, p. 91-99. In: *71th ABM Annual Congress*, Rio de Janeiro, 2016. ISSN: 2594-5327, DOI 10.5151/1516-392X-27509

SUCHARSKI, G. B. **Deposição de revestimento tipo barreira térmica por Aspersão Térmica**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2012.

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.

SULZER METCO, Revestimentos e Superfícies. **Processos de Aspersão Térmica: HVOF e APS**. Disponível e: < <https://www.sulzer.com/en/shared/services/high-velocity-oxygen-fuel-spraying-hvof>> 01 abr 2022.

Sun, Y., Wu, Q., Shi, G. **Graphene based new energy materials**. Energy & Environmental Science, 4, 1113- 1132, 2011.

TAVARES, R. C. **Caracterização do Nb2O5 como alternativa na proteção anticorrosiva na indústria do petróleo**. 141 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2009

TAKANO, E. H.; QUEIROZ, D. de; OLIVEIRA, A. S. C. M., **Avaliação dos parâmetros de processamento por PTA nas superfícies processadas**. Soldagem Insp. São Paulo, vol. 13, no. 3, p.210-218, jul/set 2008.

TAKIMI, A. S., **Obtenção de superligas de NiCrAlY nanoestruturadas por moagem de alta energia e sua aplicação por aspersão térmica hipersônica (HVOF)**. Dissertação de mestrado. Porto Alegre: UFRGS, 2004.

THORPE, M. L. **Thermal Spray**. Advanced materials and process, v.143, n.5, p-50-61, 1993.

TUCKER JR., R. C. Thermal Spray Coatings. In: COTELL, C. M.; SPRAGUE, J. .; SMIDT JR., F. . (Eds.). . **ASM HandBook Volume 5 Surface Engineering**. 9. ed. Geauga County: ASM International, 1994. p. 497–509

TUCKER JR., R. C. Introduction to Thermal Spray Technology. **Thermal Spray Technology**. ASM Handbook, v. 5A. [Materials Park]: ASM International, 2013a. p. 1–6.

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_por_deslizamento.pdf> Acesso: 1 mar 2022.

UFSM - UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA. Disponível em: <<https://www.ufsm.br/pro-reitorias/prpgp/multiusuario/2021/12/09/microscopico->

eletronica-de-varredura-modelo-sigma-300-vp-carl-zeiss-inglaterra> Acesso em: 20 fev 2024.

VERDON, C.; KARIMI, A.; MARTIN, J.-L. **A study of high velocity oxy-fuel thermally sprayed tungsten carbide based coatings**. Part 1: Microstructures. Materials Science and Engineering A246, v. 246, p. 11–24, 1998.

WHITBY, R. L. D. **Chemical Control of Graphene Architecture: Tailoring Shape and Properties**. ACS Nano, 8, n. 10, p. 9733-9754, 2014/10/28 2014.

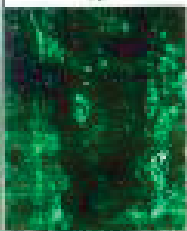
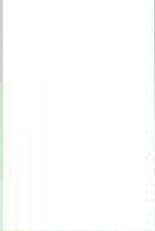
APÊNDICE 1 – NORMA SIS 055900/67

GRAUS DE PREPARAÇÃO JATEAMENTO ABRASIVO

Jateamento ligeiro	Grau Sa1 (NACE 4)
Jateamento comercial	Grau Sa2 (NACE 3)
Jatemanento ao metal quase branco	Grau Sa2 1/2 (NACE 2)
Jateamento ao metal branco	Grau Sa3 (NACE 1)

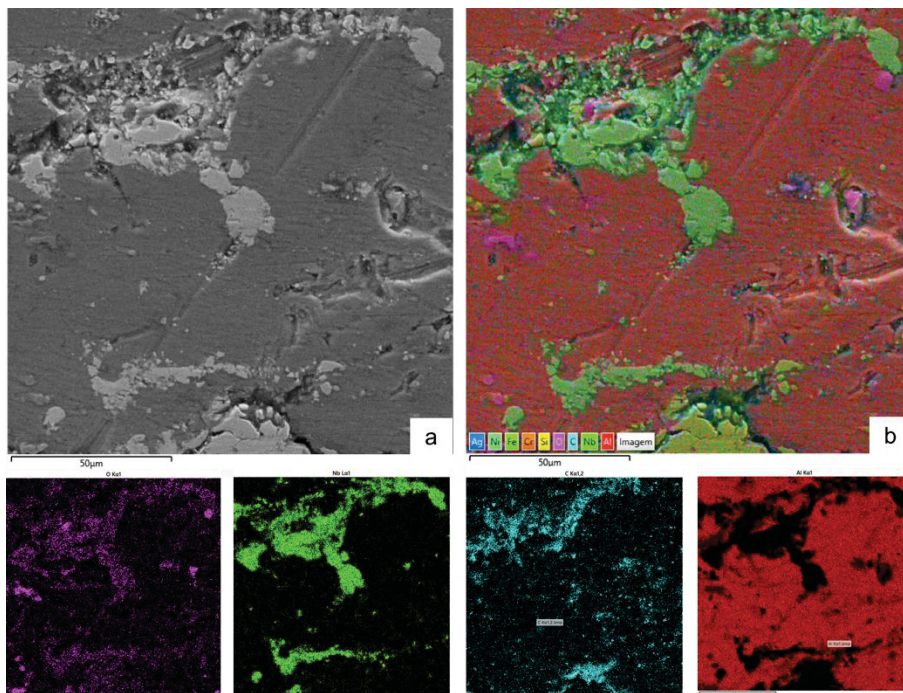
GRAUS DE CORROSÃO

- A:** Substrato de aço sem corrosão, com carepa de laminação ainda intacta
- B:** Substrato de aço com início de corrosão e destacamento de carepa de laminação
- C:** Substrato de aço onde a carepa de laminação foi eliminada pela corrosão ou possa ser removida por raspagem, com pouca formação de cavidades visíveis
- D:** Substrato de aço onde a carepa de laminação foi eliminada pela corrosão e com grande formação de cavidades visíveis

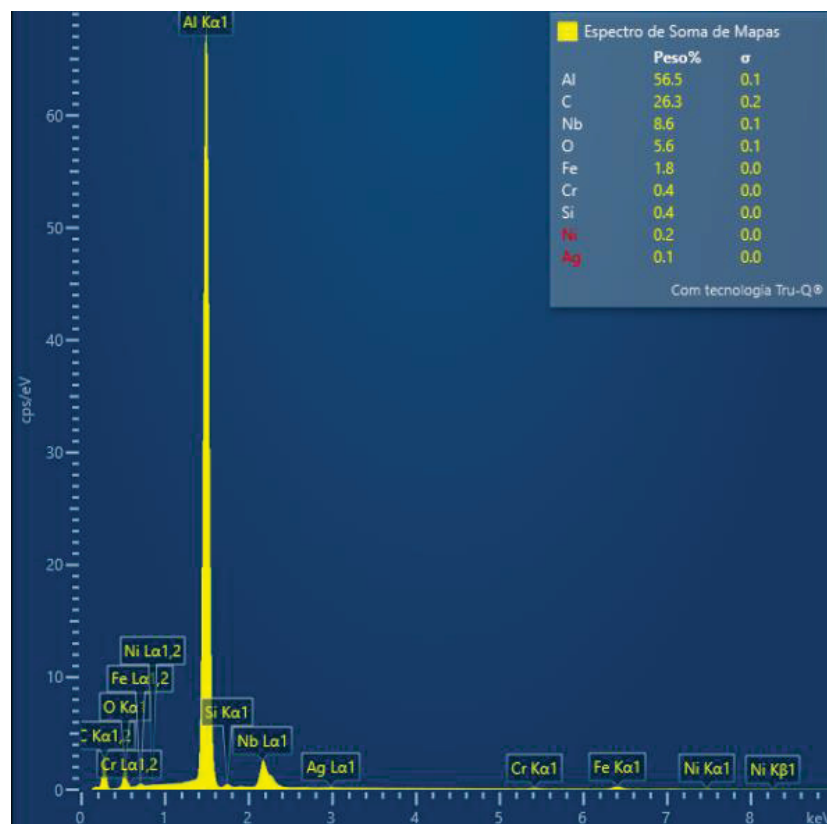
Graus de Corrosão	Graus de Limpeza			
	Sa1	Sa2	Sa2 1/2	Sa3
A				
B				
C				
D				

ANEXO 1 – EDS PARÂMETRO P1

○ Mapeamento EDS – 2000X

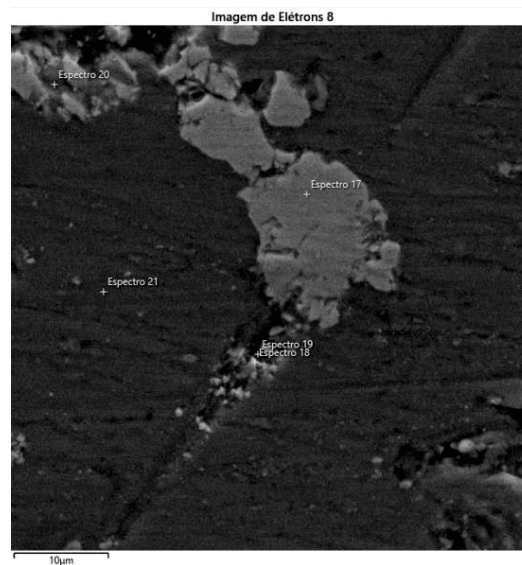


○ Espectros de soma de mapas – 2000K

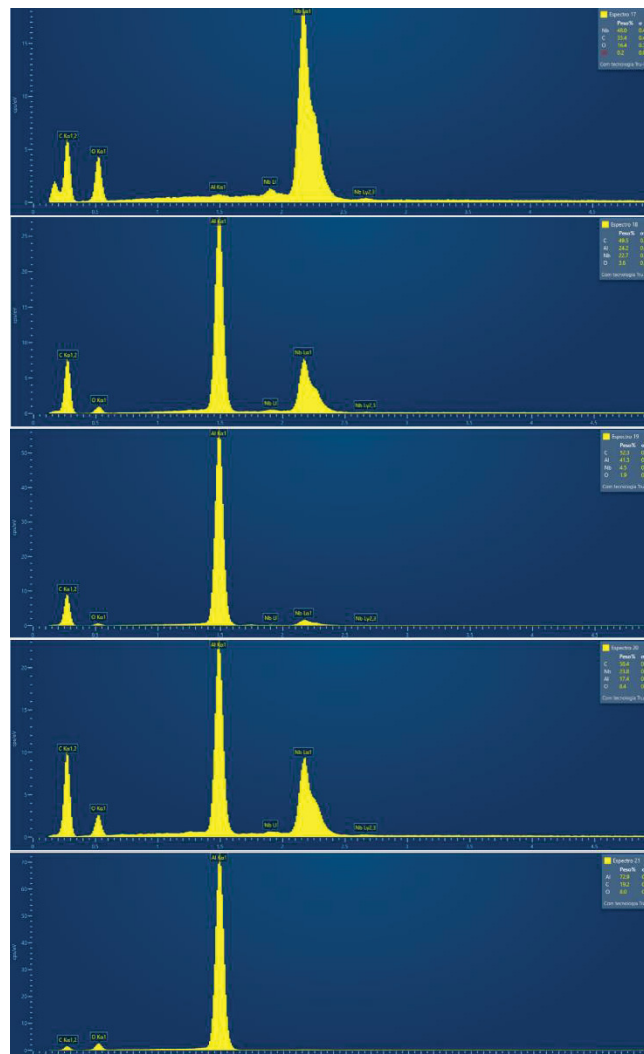


ANEXO 1 – EDS PARÂMETRO P1

- Mapeamento EDS por pontos – 5000X

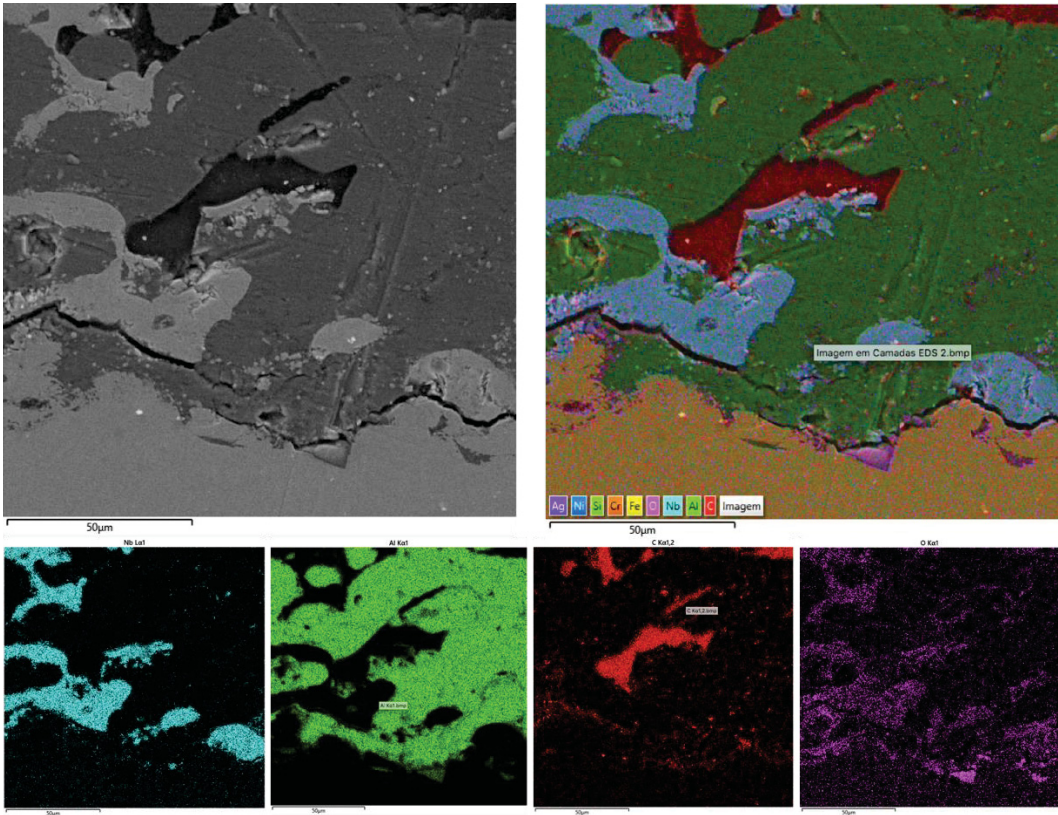


- Espectros mapeamento EDS – 5000X

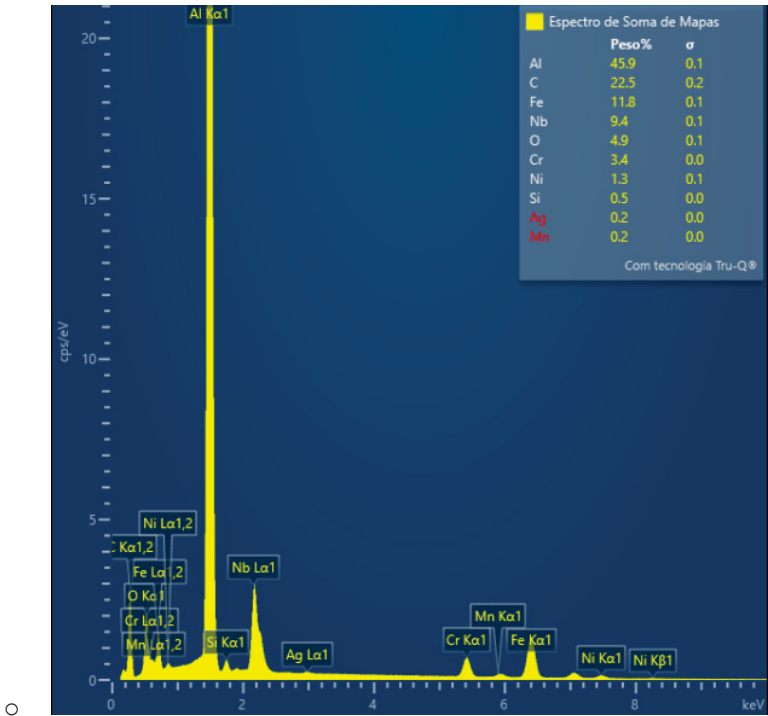


ANEXO 2 – EDS PARÂMETRO P2

Mapeamento EDS – 2000X

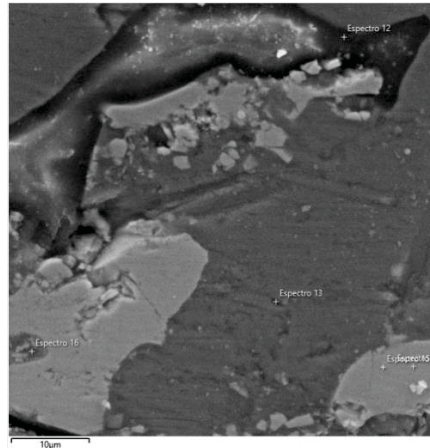


Espectros de soma de mapas – 2000K

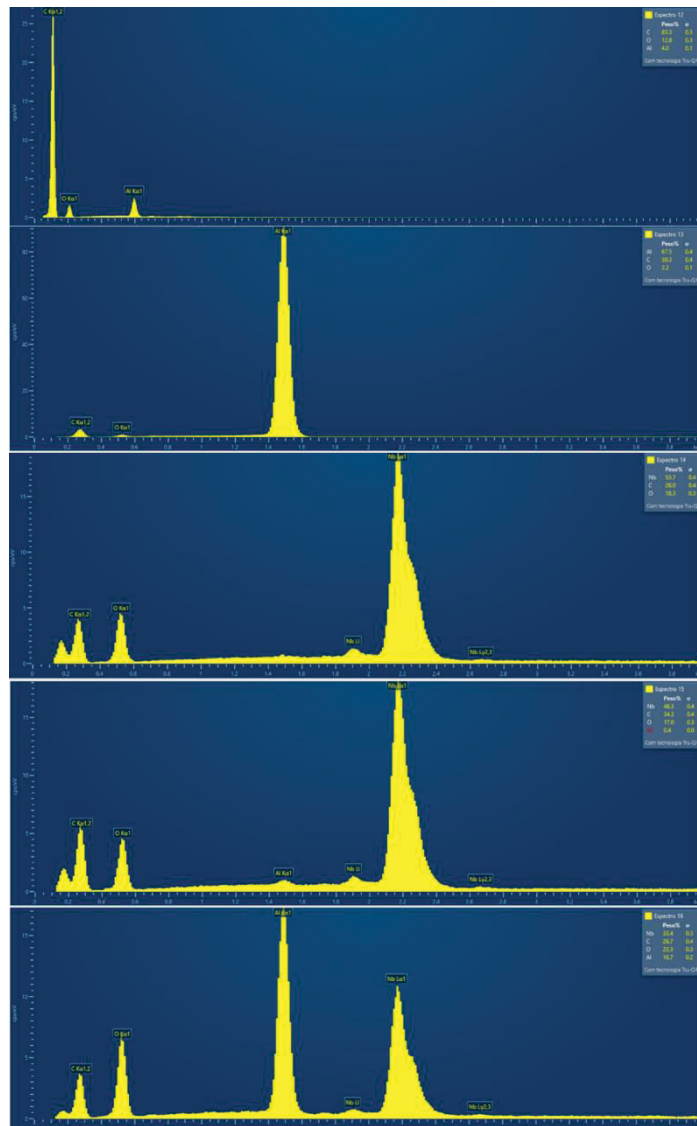


ANEXO 2 – EDS PARÂMETRO P2

- Mapeamento EDS por pontos – 5000K

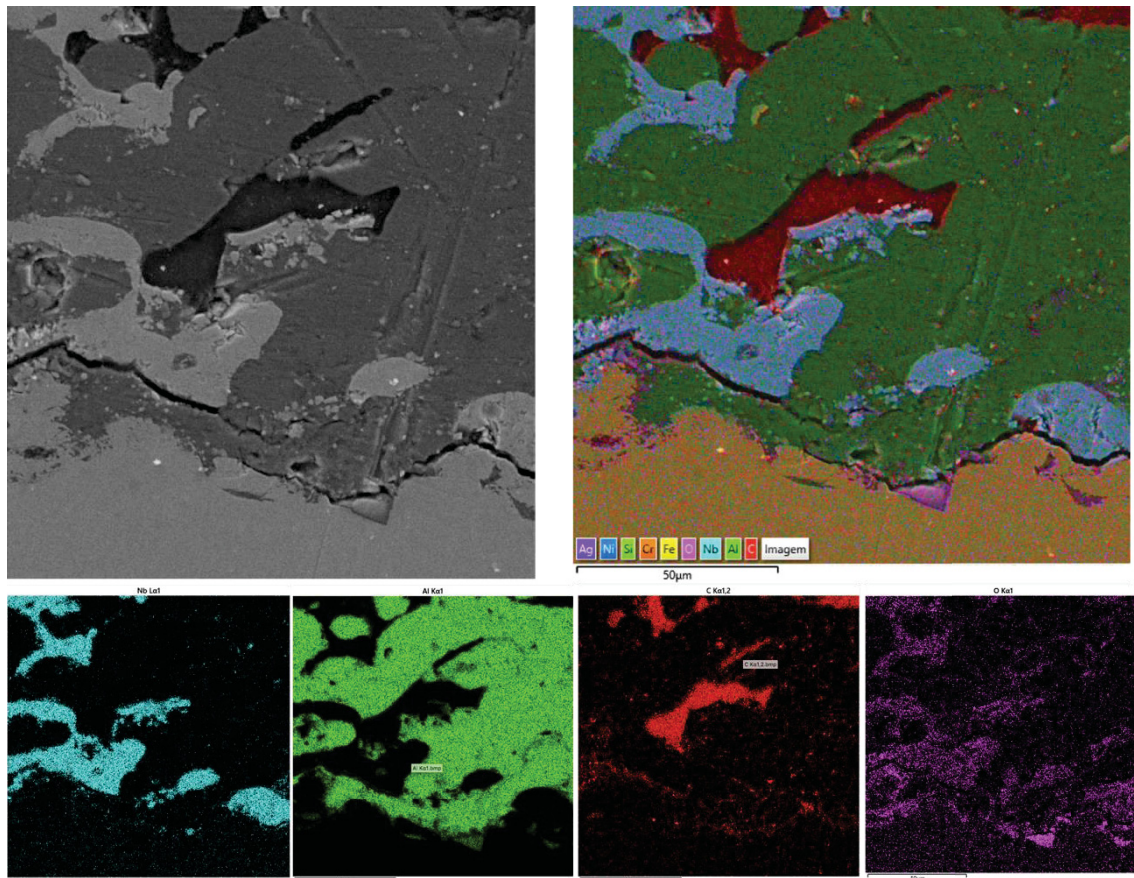


- Espectros mapeamento EDS – 5000X

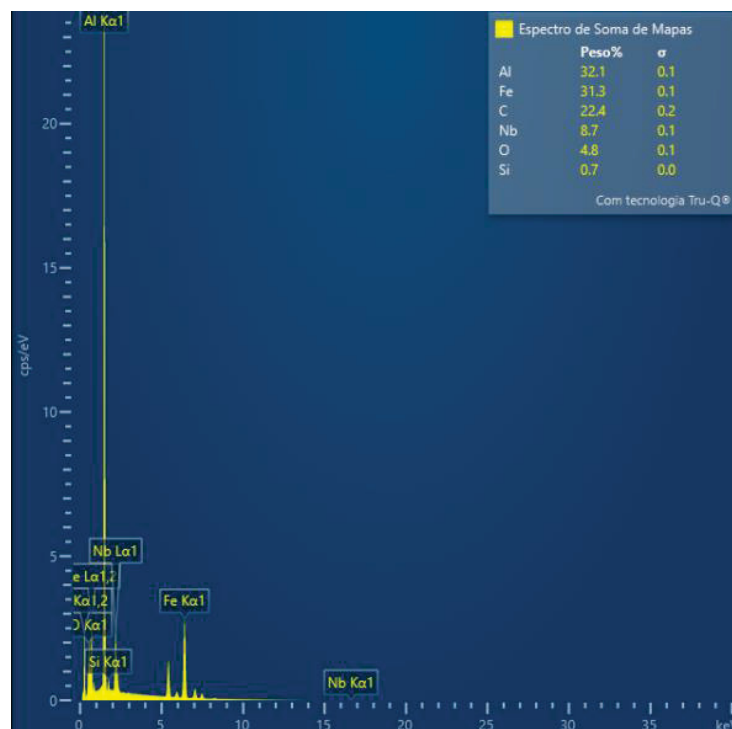


ANEXO 3 – EDS PARÂMETRO P3

○ Mapeamento EDS – 2000X

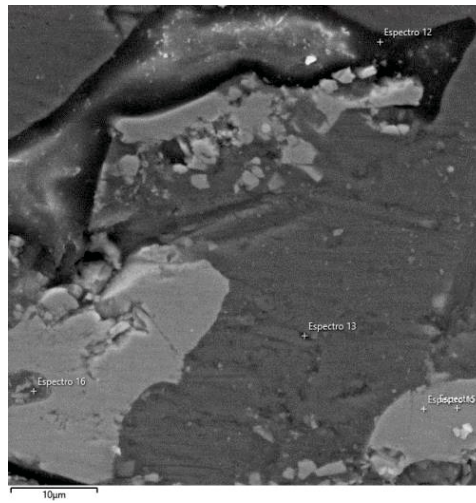


○ Espectros de soma de mapas – 2000K

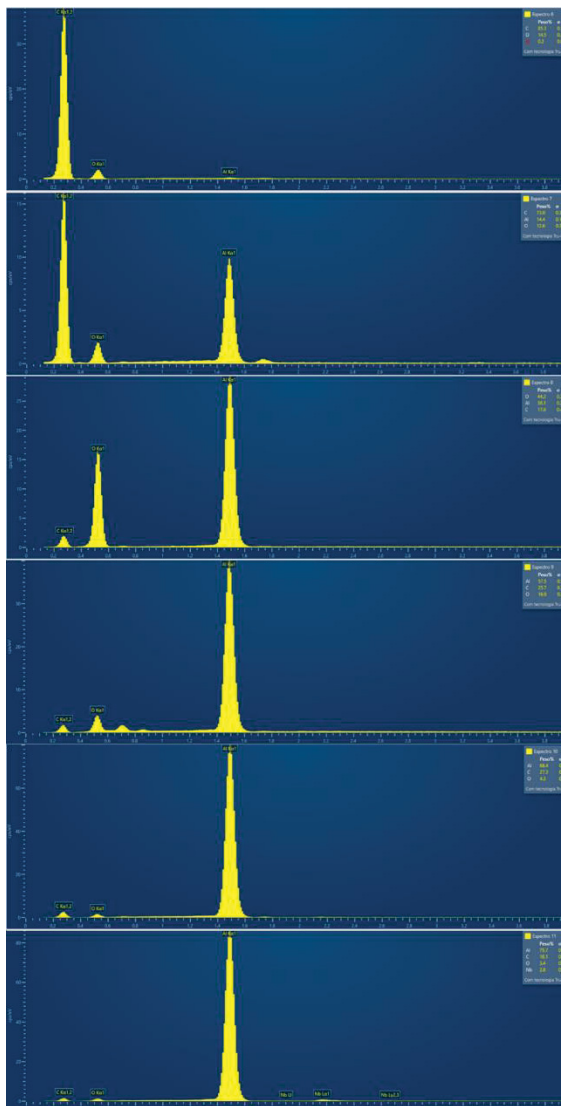


ANEXO 3 – EDS PARÂMETRO P3

- Mapeamento EDS por pontos – 5000K

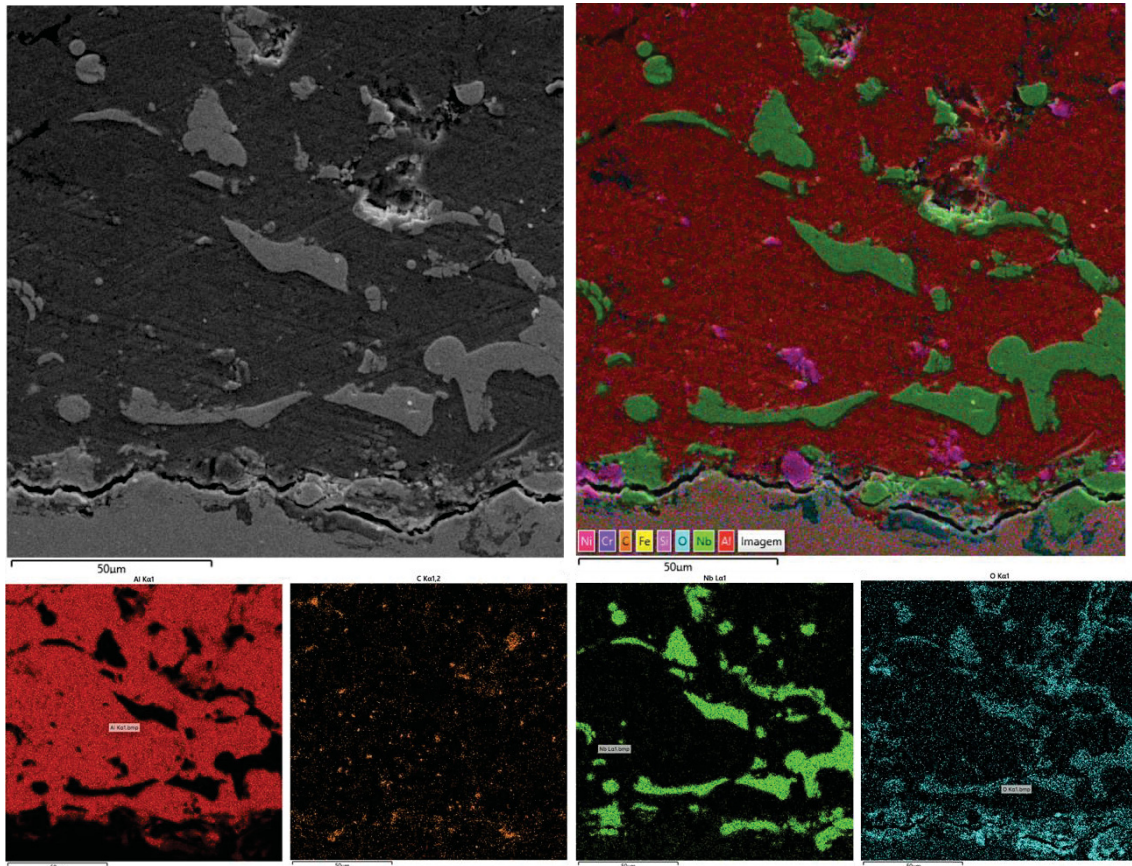


- Espectros mapeamento EDS – 5000X

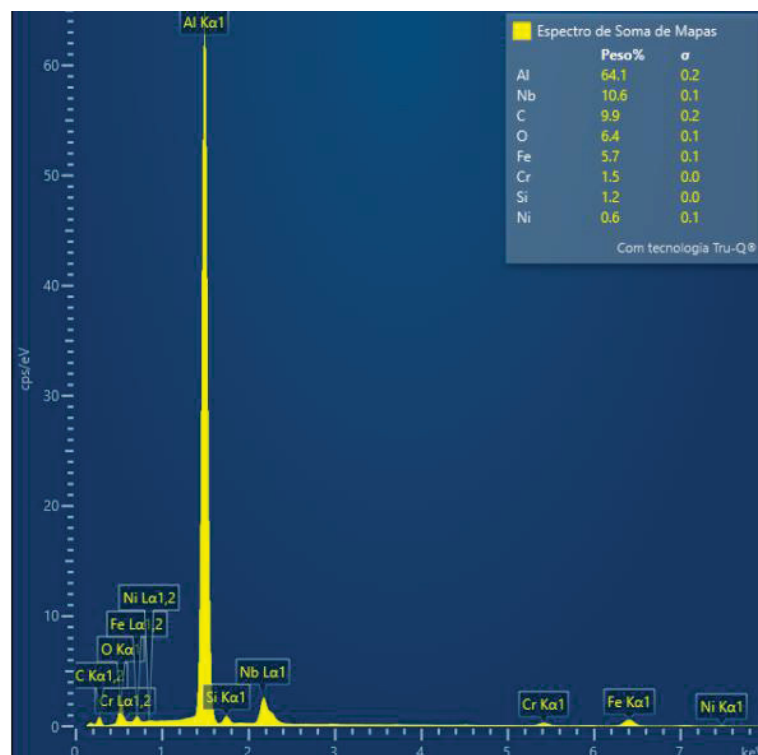


ANEXO 4 – EDS PARÂMETRO P4

○ Espectros mapeamento EDS – 2000X

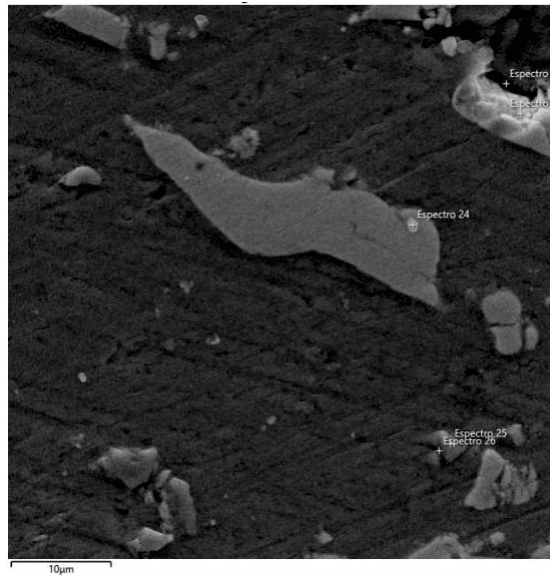


○ Espectros de soma de mapas – 2000K

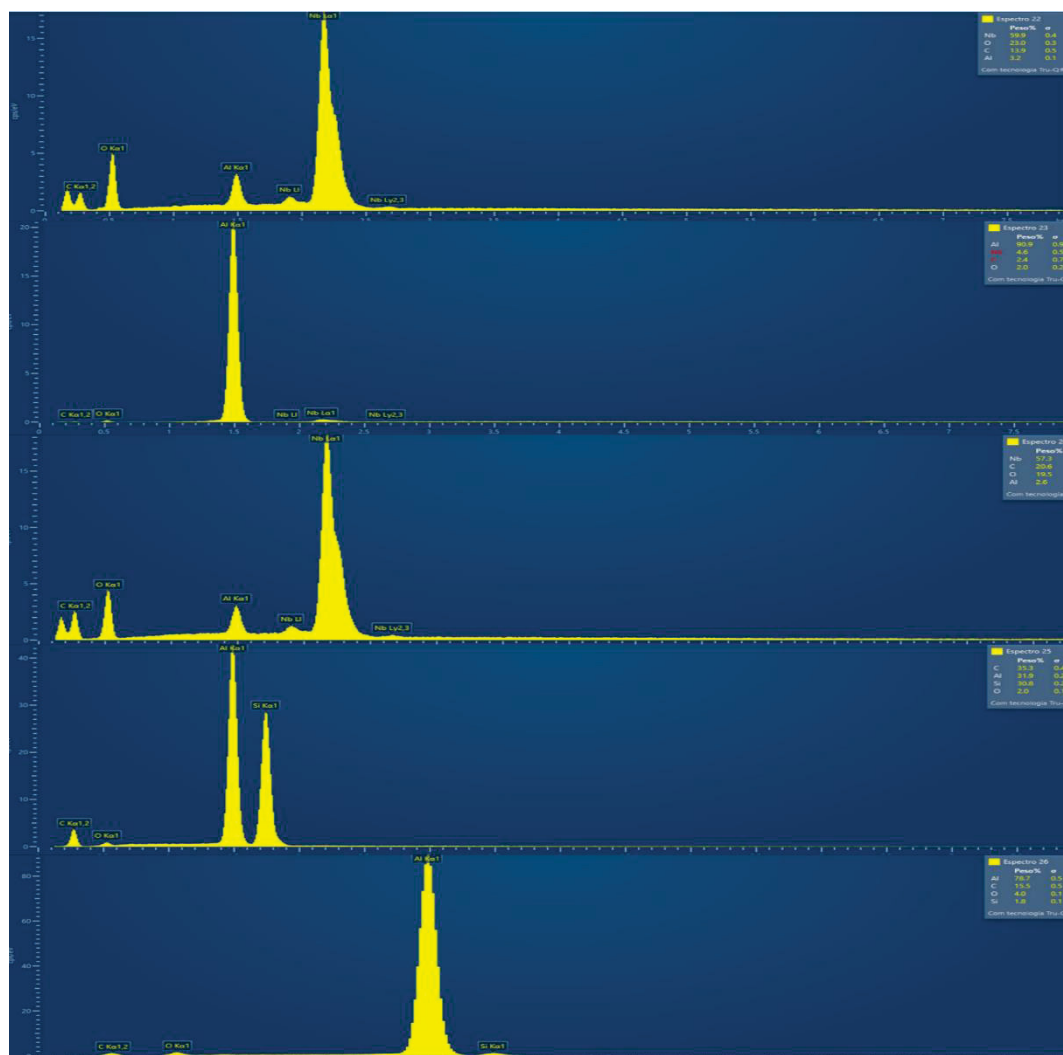


ANEXO 4 – EDS PARÂMETRO P4

- Mapeamento EDS por pontos – 5000K

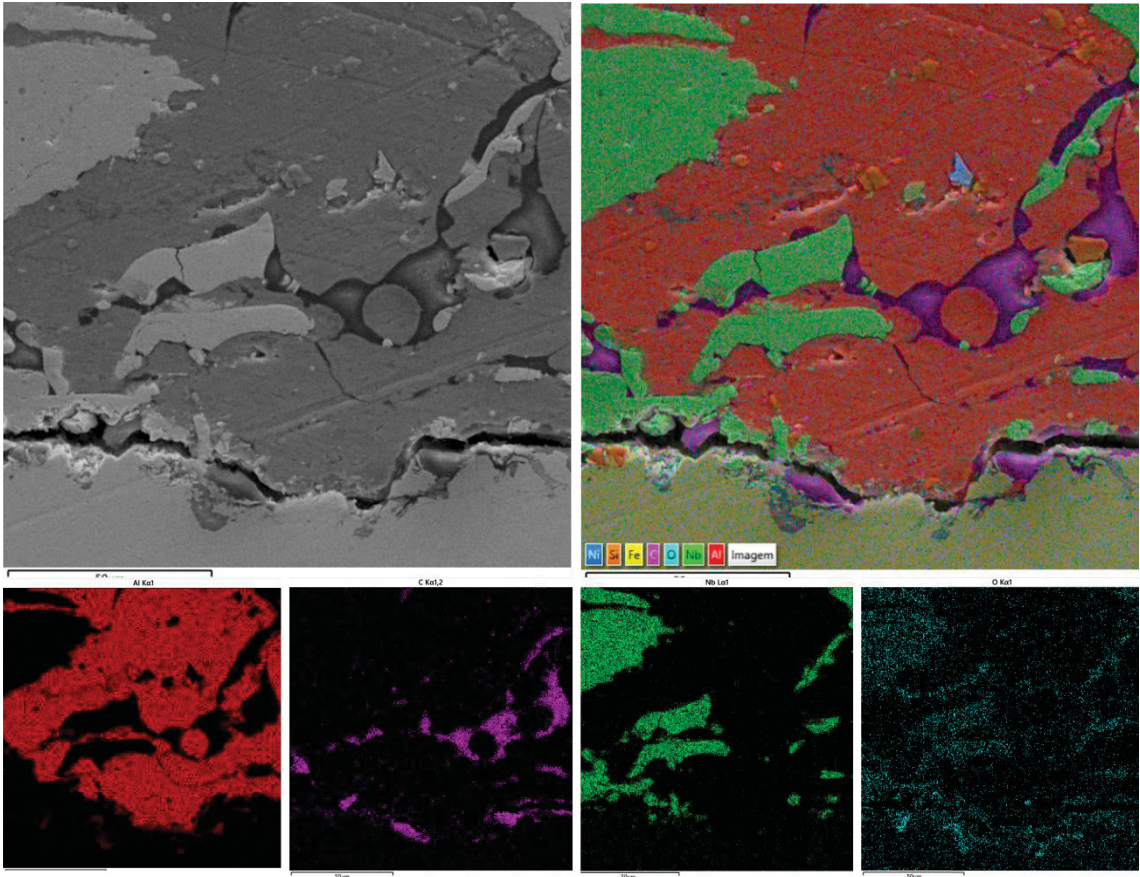


- Espectros mapeamento EDS – 5000X

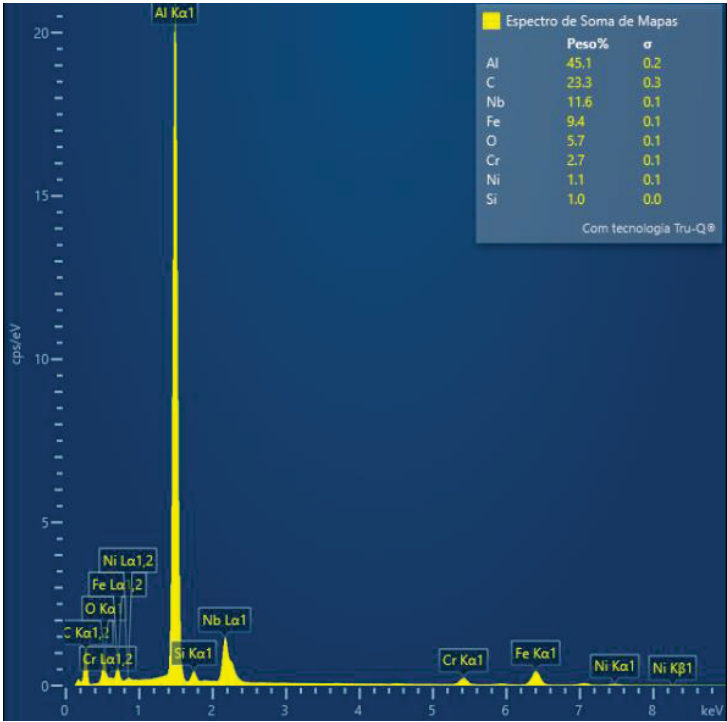


ANEXO 5 – EDS PARÂMETRO P5

Espectros mapeamento EDS – 2000X

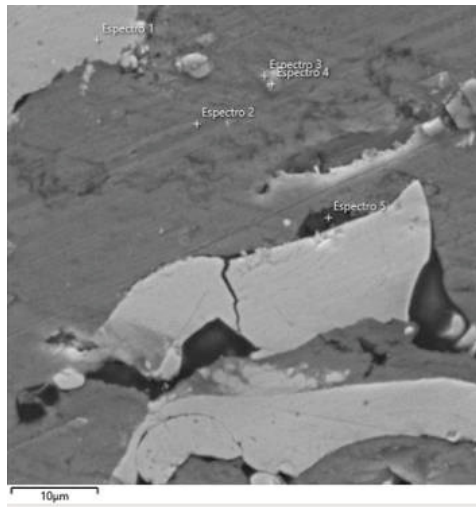


Espectros de soma de mapas – 2000K

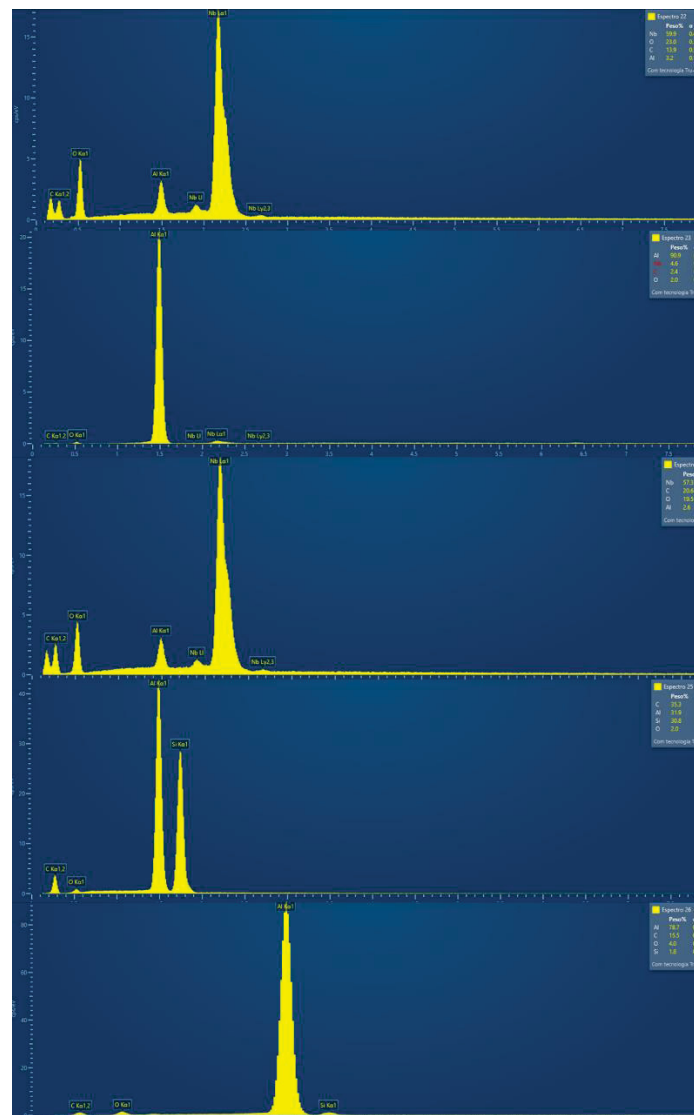


ANEXO 5 – EDS PARÂMETRO P5

- Mapeamento EDS por pontos – 5000K

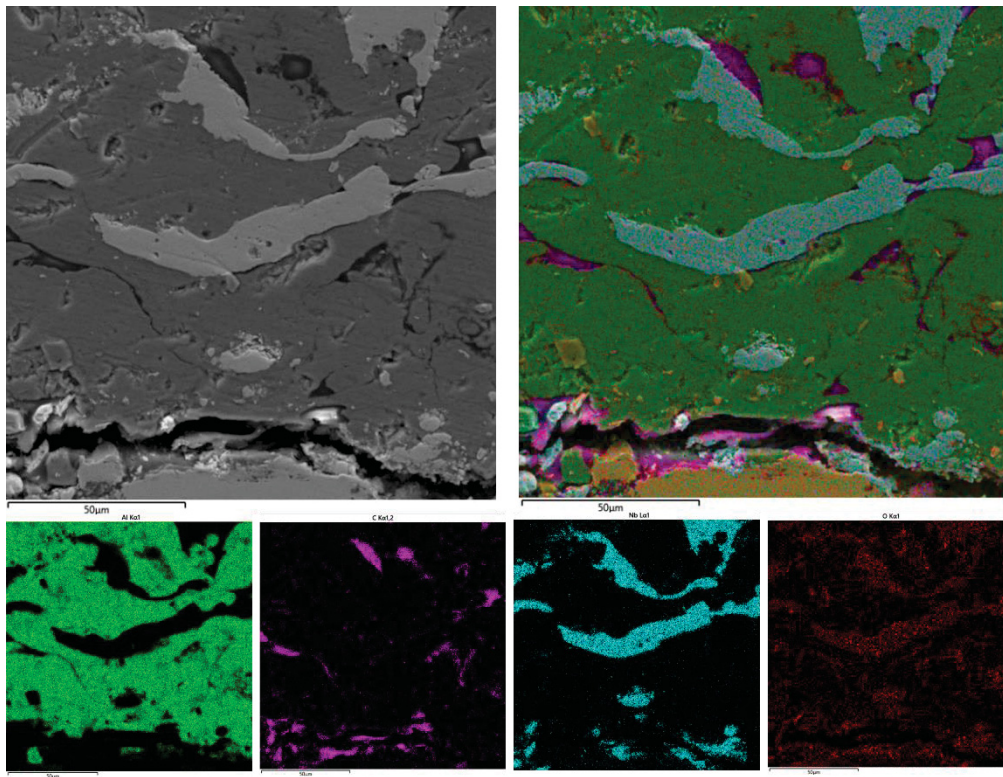


- Espectros mapeamento EDS – 5000X

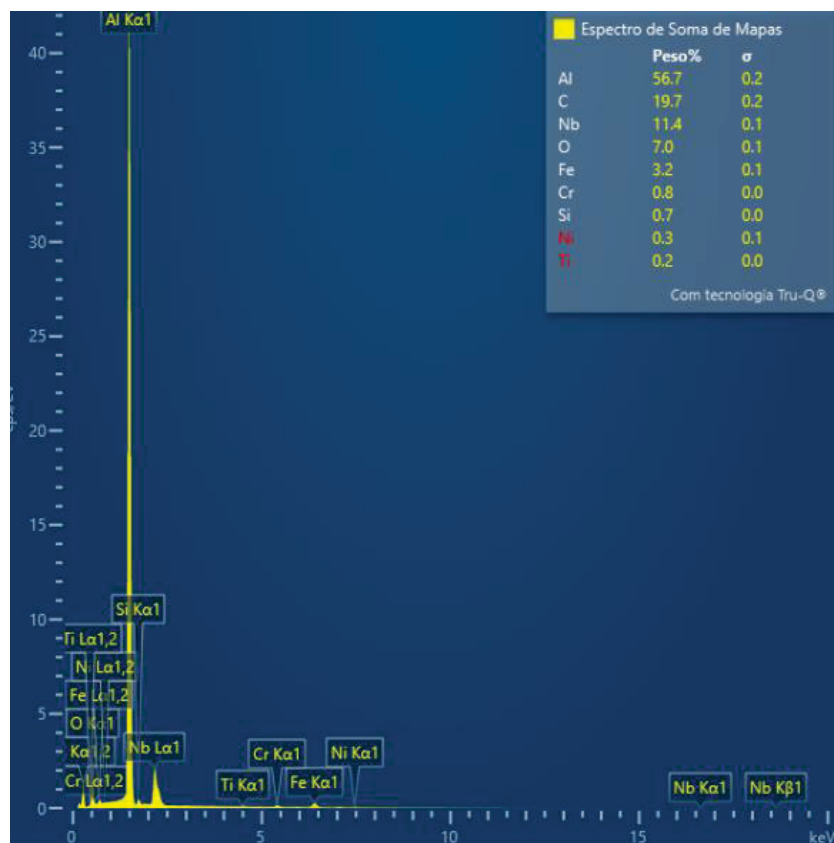


ANEXO 6 – EDS PARÂMETRO P6

○ Espectros mapeamento EDS – 2000X

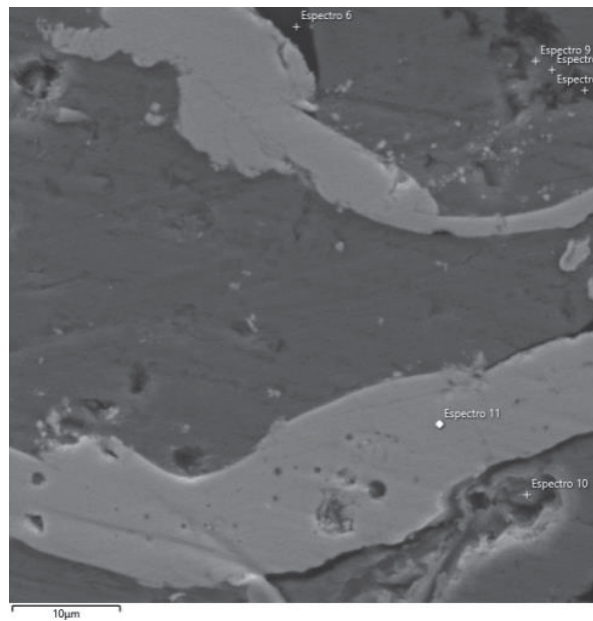


○ Espectros de soma de mapas – 2000K

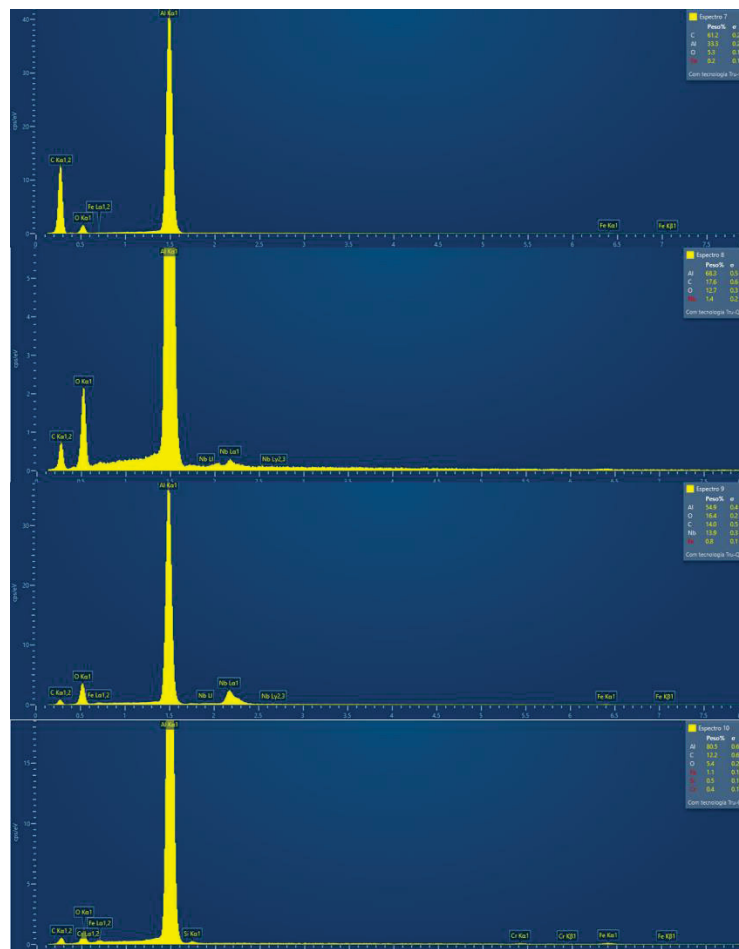


ANEXO 6 – EDS PARÂMETRO P6

- Mapeamento EDS por pontos – 5000K

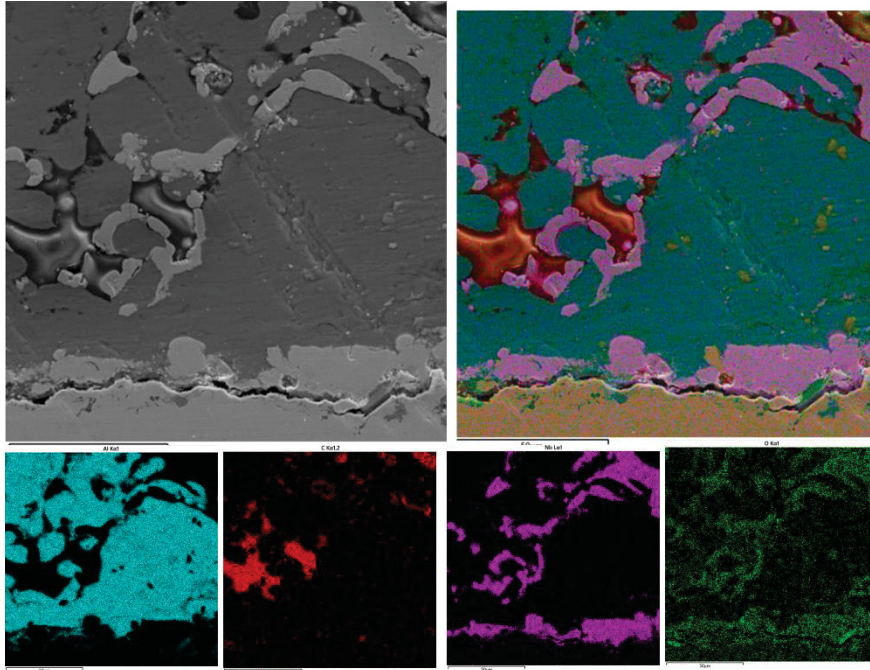


- Espectros mapeamento EDS – 5000X

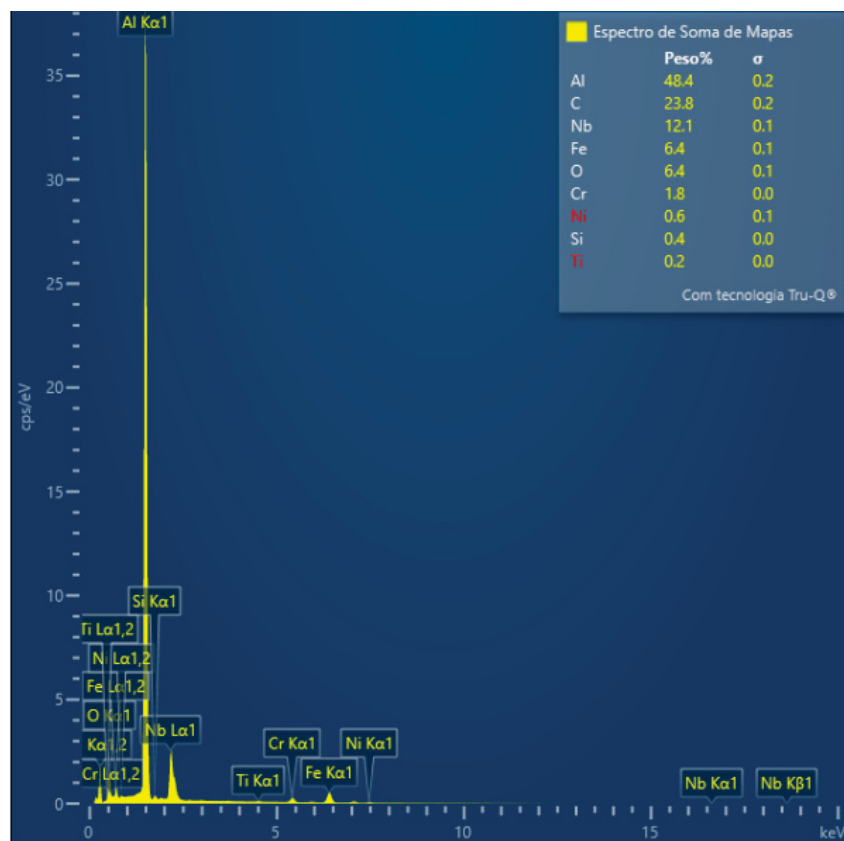


ANEXO 7 – EDS PARÂMETRO P7

○ Espectros mapeamento EDS – 2000X

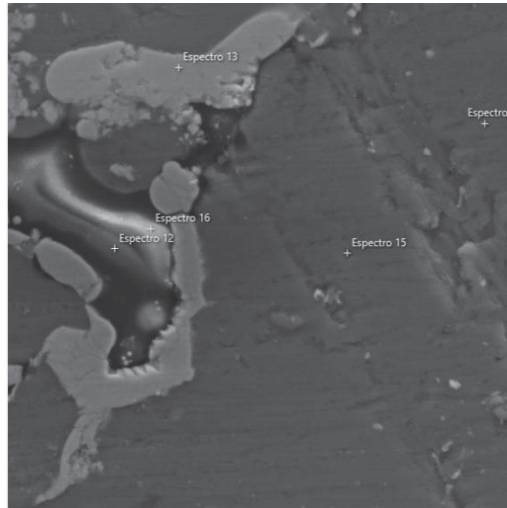


○ Espectros de soma de mapas – 2000K

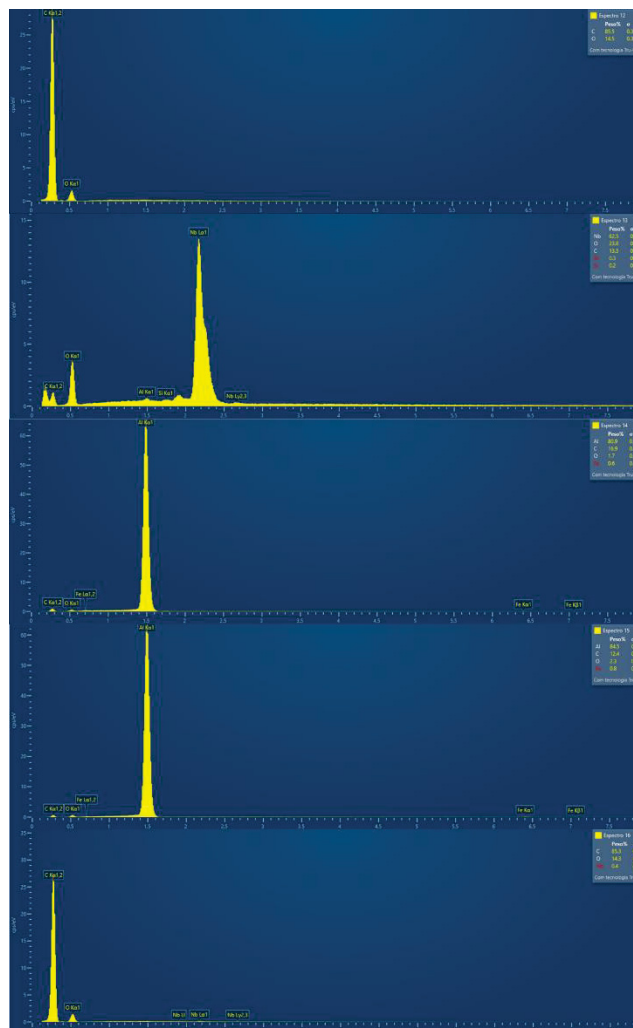


ANEXO 7 – EDS PARÂMETRO P7

- Mapeamento EDS por pontos – 5000K

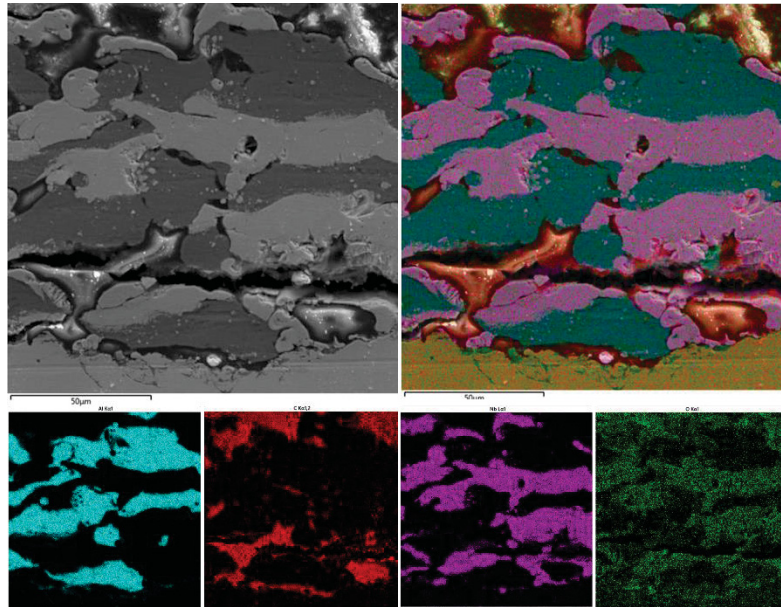


- Espectros mapeamento EDS – 5000X

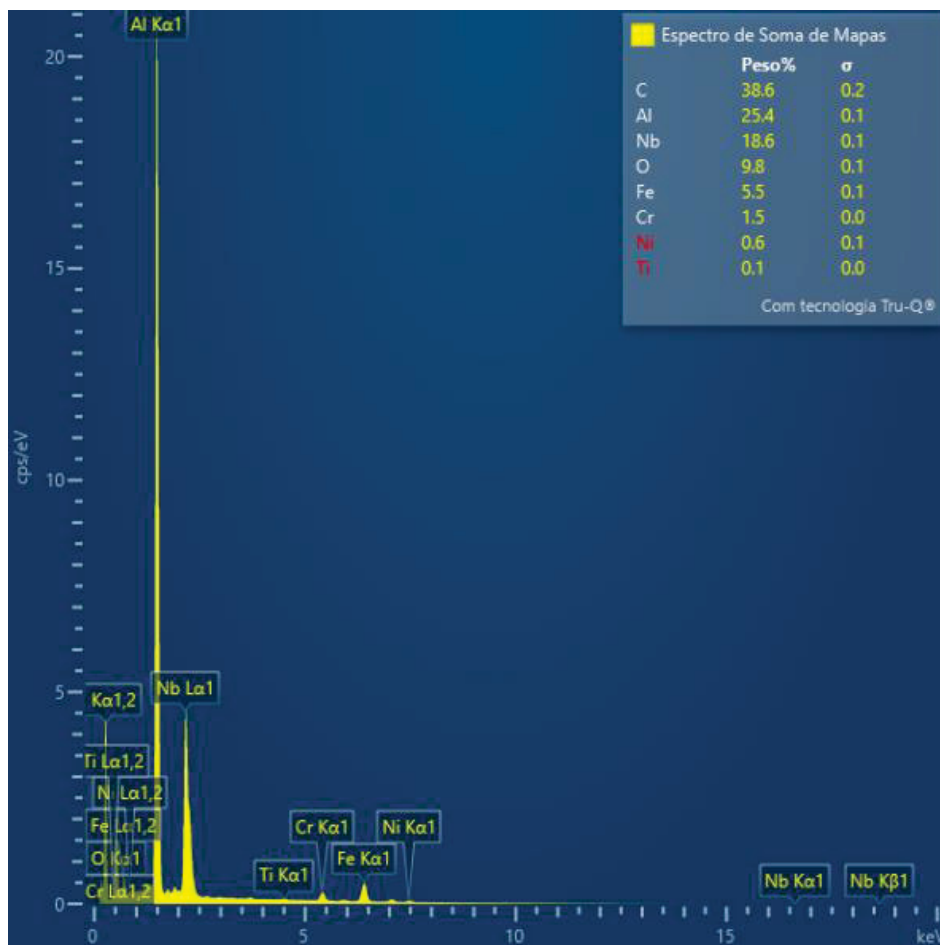


ANEXO 8 – EDS PARÂMETRO P8

○ Espectros mapeamento EDS – 2000X

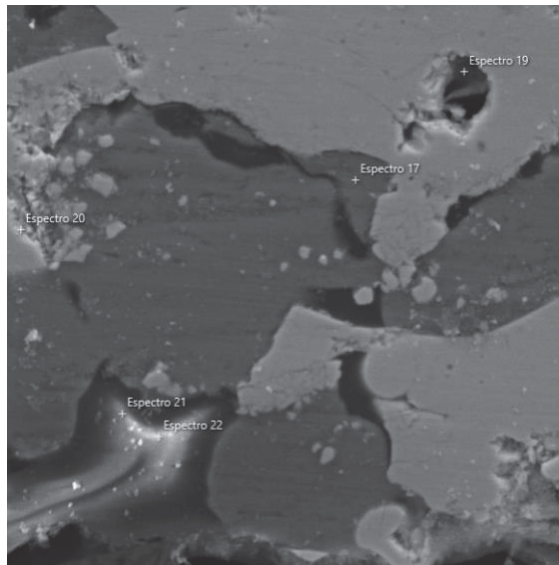


○ Espectros de soma de mapas – 2000K

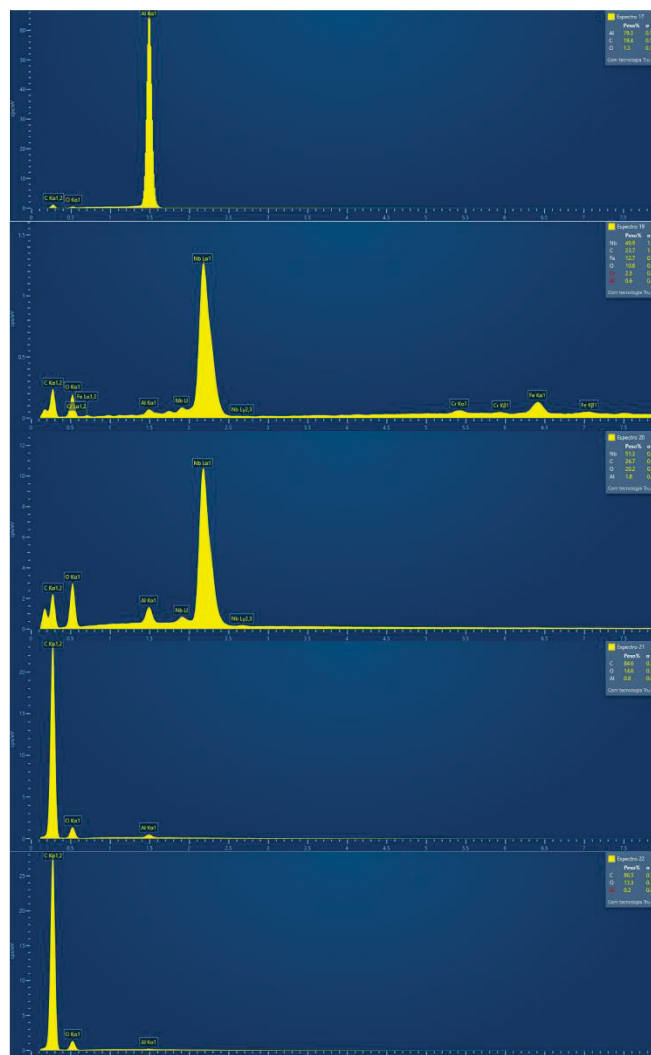


ANEXO 8 – EDS PARÂMETRO P8

- Mapeamento EDS por pontos – 5000K

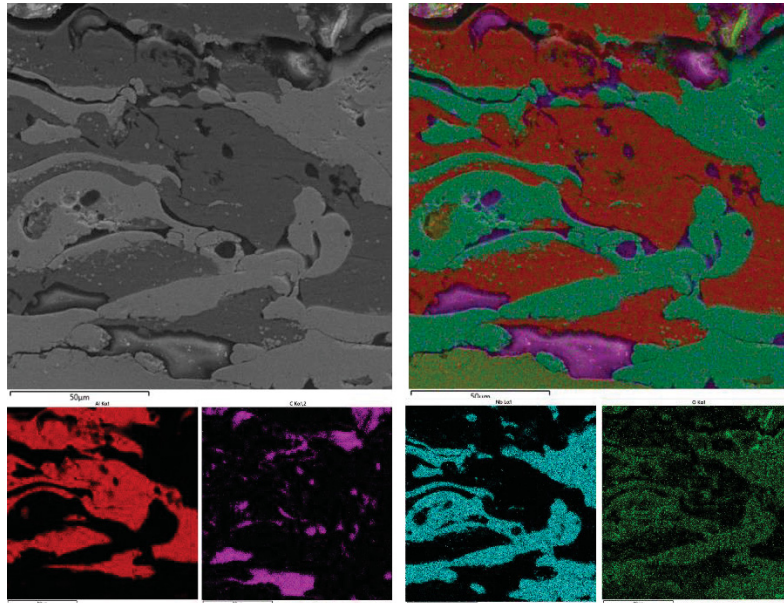


- Espectros mapeamento EDS – 5000X

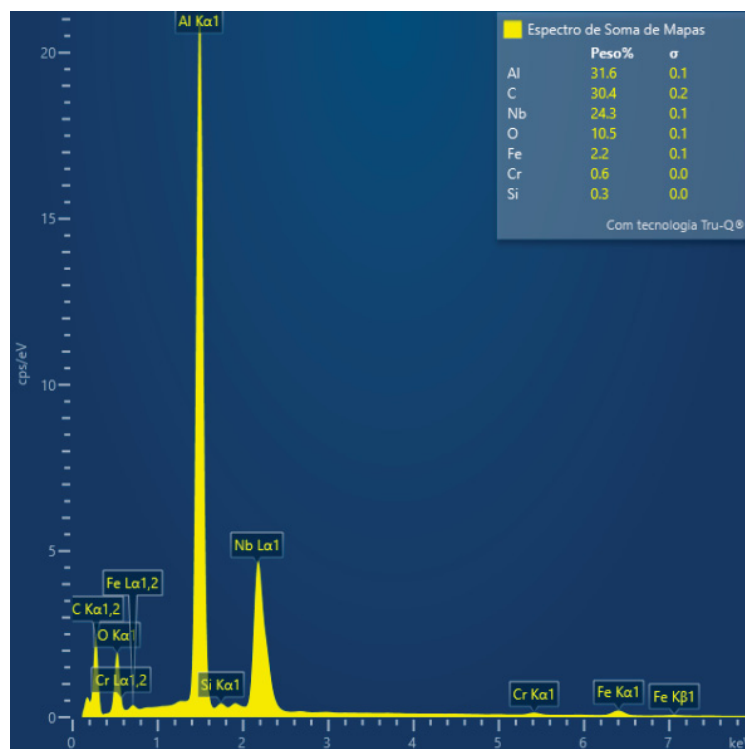


ANEXO 9 – EDS PARÂMETRO P9

○ Espectros mapeamento EDS – 2000X

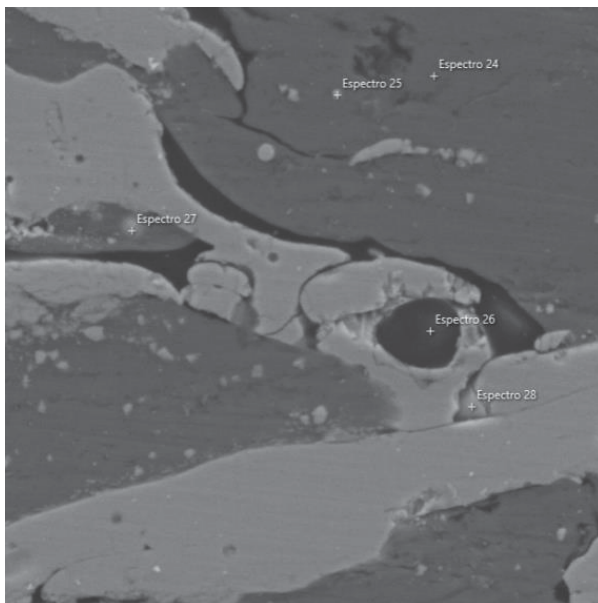


○ Espectros de soma de mapas – 2000K



ANEXO 9 – EDS PARÂMETRO P9

- Mapeamento EDS por pontos – 5000K



- Espectros mapeamento EDS – 5000X

