



**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA  
CENTRO TECNOLÓGICO  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO**

**JULIANA SOUZA DE OLIVEIRA**

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES E DO COMPORTAMENTO EM  
DESGASTE ABRASIVO EM MICROESCALA DO REVESTIMENTO A  
BASE DE FeNbC DEPOSITADO SOBRE O AÇO SAE 1020 POR  
ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ**

Vitória, ES

2021



**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA  
CENTRO TECNOLÓGICO  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO**

Juliana Souza de Oliveira

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES E DO COMPORTAMENTO EM  
DESGASTE ABRASIVO EM MICROESCALA DO REVESTIMENTO A  
BASE DE FeNbC DEPOSITADO SOBRE O AÇO SAE 1020 POR  
ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Antônio César Bozzi.

Vitória, ES

2021

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

---

O48e Oliveira, Juliana Souza de, 1994-  
Estudo das propriedades e do comportamento em desgaste abrasivo em microescala do revestimento a base de FeNbC depositado sobre o aço SAE 1020 por aspersão térmica chama a pó. / Juliana Souza de Oliveira. - 2021.  
161 f. : il.

Orientador: Antônio César Bozzi.  
Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) -  
Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. Revestimentos. 2. Aspersão térmica. 3. Desgaste mecânico.  
4. Tribologia. I. Bozzi, Antônio César. II. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro Tecnológico. III. Título.

CDU: 621

---



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA  
CENTRO TECNOLÓGICO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

ESTUDO DAS PROPRIEDADES E DO COMPORTAMENTO  
EM DESGASTE ABRASIVO EM MICROESCALA DO  
REVESTIMENTO A BASE DE FENBC DEPOSITADO SOBRE  
O AÇO SAE 1020 POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ

**JULIANA SOUZA DE OLIVEIRA**

COMISSÃO EXAMINADORA

---

Prof. Dr. Antônio César Bozzi  
Orientador (PPGEM/UFES)

---

Prof. Dr. Cherlio Scandian  
Examinador Interno (PPGEM/UFES)

---

Prof. Dr. Ivandro Bonetti  
Examinador Externo (IFSC)

---

Dra. Marília Mendonça de Lima  
Examinadora Externa (Vallourec)

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica

Vitória (ES), 18 de outubro de 2021.



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

**PROTOCOLO DE ASSINATURA**



O documento acima foi assinado digitalmente com senha eletrônica através do Protocolo Web, conforme Portaria UFES nº 1.269 de 30/08/2018, por  
CHERLIO SCANDIAN - SIAPE 1172981  
Departamento de Engenharia Mecânica - DEM/CT  
Em 03/11/2021 às 15:29

Para verificar as assinaturas e visualizar o documento original acesse o link:  
<https://api.lepisma.ufes.br/arquivos-assinados/299976?tipoArquivo=0>



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO

**PROTOCOLO DE ASSINATURA**



O documento acima foi assinado digitalmente com senha eletrônica através do Protocolo Web, conforme Portaria UFES nº 1.269 de 30/08/2018, por ANTONIO CESAR BOZZI - SIAPE 2564173  
Departamento de Engenharia Mecânica - DEM/CT  
Em 30/11/2021 às 08:20

Para verificar as assinaturas e visualizar o documento original acesse o link:  
<https://api.lepisma.ufes.br/arquivos-assinados/318979?tipoArquivo=0>

Dedico este trabalho ao meu tio Joaquim (*in memoriam*) por ter celebrado comigo cada conquista até aqui.

*“A felicidade está no caminho,*

*Aproveite todos os momentos que você tem...*

*O tempo não espera ninguém” (Michel Teló)*

## AGRADECIMENTOS

Ao Deus de amor que em Sua infinita misericórdia me sustentou ao longo de todo o mestrado com saúde, sabedoria, resiliência e esperança.

À minha família, em especial aos meus pais, Joacy e Patrícia, por não medirem esforços pela minha felicidade. Obrigada pelo incentivo e por me ensinarem a importância da educação.

Ao meu amor, Breno, por sempre acreditar em mim e sonhar comigo. Obrigada por ser a minha força nos momentos de desânimo.

À Domenica, amiga de uma vida, por me ouvir e sempre me acolher.

Às amigas do Ifes, por me mostrarem o quanto somos mulheres capazes e como nossas diferenças se somam.

Aos amigos Ana Carolina Araújo, Lucas Coelho e André Davel, por dividirem esse mestrado comigo. Saber que eu não estava sozinha nesse desafio fez toda a diferença!

Ao meu orientador, professor Antônio César Bozzi, pela compreensão diante das dificuldades enfrentadas, e também pelo zelo e dedicação ao trabalho.

Ao professor Ivandro Bonetti por ter compartilhado seu trabalho.

Ao professor Michel Picanço Oliveira pela disponibilidade e atenção na utilização do MEV. Sua contribuição foi essencial para o trabalho.

À Carolina Valinhos pela parceria e amizade que permanecem para além do trabalho. Obrigada pela torcida de sempre!

Ao técnico do laboratório TRICORRMAT – UFES, Carlos Alberto Rosa Neto, por todo auxílio na execução dos experimentos e, principalmente, pela amizade.

Ao Renan Magnol, Rubson Camporez e Manuelle Romero, pela orientação quanto a utilização dos equipamentos e pela contribuição com ideias e incentivo ao desenvolvimento do trabalho.

Aos colegas do laboratório TRICORRMAT – UFES, por tornarem o trabalho mais leve e divertido com boas conversas e muito café.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de estudos.

## RESUMO

As exigências de maior desempenho em aplicações industriais tornam necessário o desenvolvimento de técnicas de proteção contra a degradação dos materiais. O uso de revestimentos com boas propriedades mecânicas e tribológicas sobre um substrato de menor custo apresenta-se como solução economicamente atraente. A aplicação de revestimentos por processos de aspersão térmica destaca-se pelo uso de materiais compósitos em sistemas que requerem elevada resistência ao desgaste. Neste trabalho, são analisados revestimentos de FeNbC depositados na forma de pós sobre aço SAE 1020 pelo processo de aspersão térmica por chama oxiacetilênica. A variação dos parâmetros granulometria dos pós, distância de aspersão, taxa de alimentação e pré-aquecimento do substrato no processamento dos revestimentos resultou em nove condições em estudo. Análises de microscopia óptica e eletrônica de varredura indicaram a microestrutura heterogênea dos revestimentos, formada por lamelas com a presença de poros, trincas e óxidos. Ensaio de microdureza Vickers realizados na seção transversal dos revestimentos resultaram em elevados valores de dureza, cerca de quatro vezes maiores que o substrato de aço. O método de indentação Knoop foi utilizado na determinação dos módulos de elasticidade, os quais indicaram o caráter frágil dos revestimentos. Ensaio de microindentação Vickers permitiram determinar valores de tenacidade à fratura entre 1,52 e 2,52 MPa $\sqrt{m}$ . A adesão ao substrato e a coesão entre lamelas foram avaliadas por *scratch test* na seção transversal do revestimento. Os revestimentos de maior espessura, também, apresentaram maior adesão ao substrato. A resistência ao desgaste abrasivo foi avaliada por meio de ensaios de microabrasão utilizando o abrasivo SiO<sub>2</sub>. Análises de microscopia eletrônica de varredura indicaram que o micromecanismo de desgaste predominante foi o riscamento. A presença de microindentações nos sulcos de desgaste sugere o micromecanismo secundário de desgaste por rolamento. Os revestimentos de menor dureza, também, apresentaram a menor resistência ao desgaste abrasivo.

**Palavras-chave:** Revestimento FeNbC; Aspersão térmica chama a pó; Tenacidade à fratura por indentação; *Scratch test*; Desgaste em microabrasão.

## ABSTRACT

Demands for higher performance in industrial applications leads to technological development for wear and corrosion materials protection. The use of superior mechanical and tribological properties coatings on a lower cost substrate is an economically attractive solution. Thermally sprayed coatings stands out for the use of composite materials in high wear resistance systems. At this work, FeNbC coatings deposited on SAE 1020 steel by powder oxyacetylene flame spray process are analyzed. The parameters variation of powder granulometry, spray distance, feed rate and substrate preheating on thermal spraying resulted in nine study conditions. Optical and scanning electron microscopy analyzes showed the coating heterogeneous microstructure, characterized by splats with pores, cracks and oxides between layers. Coatings cross-section Vickers microhardness tests resulted in high hardness, about four times bigger than the steel substrate. Knoop indentations test was used to evaluate the Young's modulus, which showed the fragile feature coatings. Vickers microindentation tests allowed to evaluate the fracture toughness wich presented values between 1.52 and 2.52 MPa $\sqrt{m}$ . The coating/substrate adhesion and the cohesion between splats were evaluated by coating cross-section scratch test. The thicker coatings also showed greater adhesion. Ball cratering tests with SiO<sub>2</sub> abrasive slurry was used to evaluate abrasive wear resistance. Worn sufaces scanning electron microscopy images showed a dominant grooving wear micromechanism. Microindentations at wear grooves suggests a rolling wear secondary micromechanism. Lower hardness coatings also showed the lowest abrasive wear resistance.

**Keywords:** FeNbC Coatings; Powder flame spray; Indentation fracture toughness; Scratch test; Microabrasion.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fluxograma dos principais processos de aspersão térmica classificados de acordo com suas fontes de energia. ....	25
Figura 2 – Comparação entre processos de aspersão térmica. ....	26
Figura 3 – Esquema do processo de FS. ....	27
Figura 4 – Relação entre os gases combustíveis e a temperatura alcançada pela chama no processo de aspersão térmica por chama. ....	28
Figura 5 – Desenho esquemático da seção transversal de um revestimento produzido por aspersão térmica. ....	32
Figura 6 – Os três modos de carregamento que podem ser aplicados à trinca. ....	35
Figura 7 – Desenho esquemático idealizado com as vistas do plano e da seção transversal de um sistema de trincas por indentação Vickers: (a) Sistema de trinca mediana/radial; (b) Sistema de trinca radial de Palmqvist. ....	37
Figura 8 – Desenho esquemático de ancoragem mecânica das partículas nas irregularidades da superfície do substrato. ....	39
Figura 9 – Tipos de falhas nos revestimentos resultantes do teste de adesão por tração. ....	42
Figura 10 – Desenho esquemático do <i>scratch test</i> na seção transversal de um revestimento. ....	43
Figura 11 – Esquema da abrasão a dois e três corpos. ....	48
Figura 12 – Interações físicas entre a partícula abrasiva e a superfície do material. ....	49
Figura 13 – Relação entre tenacidade à fratura e resistência ao desgaste abrasivo de diferentes materiais, metálicos e cerâmicos. Dados obtidos por ensaios do tipo pino-lixas, utilizando lixas de alumina ( $Al_2O_3$ ). ....	51
Figura 14 – Modelo para desgaste abrasivo por uma partícula abrasiva. ....	53
Figura 15 – Ilustração esquemática da remoção de material causado pela extensão de trincas laterais abaixo de um sulco de deformação plástica formado em um material frágil. ....	55
Figura 16 – Desenho esquemático de um ensaio de microabrasão. ....	58

Figura 17 – Desenho esquemático do ensaio de microabrasão: (a) Configuração esfera-livre; (b) Configuração esfera-fixa.....	59
Figura 18 – Mecanismos de desgaste em microabrasão: (a) Abrasão a dois corpos ou riscamento; (b) Abrasão a três corpos ou rolamento; (c) Desgaste abrasivo misto.....	61
Figura 19 – Efeito do tamanho do abrasivo nas calotas de desgaste: (a) Riscos profundos de abrasivos grosseiros; (b) Calota bem definida de abrasivos finos.....	63
Figura 20 – Superfícies desgastadas de aço-ferramenta submetidas a ensaios de microabrasão com SiC: (a) Desgaste por riscamento; (b) Desgaste por rolamento.....	64
Figura 21 – <i>Ridge</i> formado no centro da calota em amostra de aço-ferramenta revestido com nitreto de titânio (TiN) sob condições de deslizamento a seco e alta carga. ....	64
Figura 22 – Desenho esquemático das amostras utilizadas neste estudo: (a) Amostra dos ensaios de microabrasão na superfície; (b) Amostra das análises na seção transversal.....	69
Figura 23 – Desenho esquemático da indentação Vickers com trincas na seção transversal do revestimento. ....	71
Figura 24 – Desenho esquemático da impressão residual de uma indentação Knoop, evidenciando a recuperação elástica e o modelo para indentação elasto-plástica. Também estão indicadas a geometria do penetrador e da impressão residual.....	74
Figura 25 – Desenho esquemático dos <i>scratch tests</i> realizados na seção transversal dos revestimentos de FeNbC.....	76
Figura 26 – Modos de falha do revestimento em um <i>scratch test</i> .....	77
Figura 27 – Desenho esquemático do funcionamento do microabrasômetro.....	79
Figura 28 – Distribuição granulométrica do abrasivo SiO <sub>2</sub> .....	80
Figura 29 – Imagem de MO da seção transversal do revestimento de FeNbC, evidenciando sua microestrutura lamelar. Aumento original de 200x.....	83
Figura 30 – Imagem de MEV por SE da seção transversal do revestimento de FeNbC, evidenciando a presença defeitos. Aumento original de 600x. ....	84
Figura 31 – Desenho esquemático dos splats: (a) Estrutura achatada descrita por Davis [4]; (b) Processo de solidificação e formação da lamela proposto por Herman [96].....	85

Figura 32 – Microanálise química por EDS: (a) Micrografia de MEV usada na obtenção do mapa composicional da microestrutura, com setas brancas indicando a presença de óxidos interlamelares; (b) Imagem correspondente à micrografia (a), indicando a presença de oxigênio na cor vermelha. ....	86
Figura 33 – Microanálise química por EDS: (a) Micrografia de MEV evidenciando os pontos 1 e 2 analisados no interior da lamela; (b) Espectro da análise por EDS indicando os principais elementos presentes no ponto 1; (c) Espectro da análise por EDS indicando os principais elementos presentes no ponto 2. ....	87
Figura 34 – Espessura dos revestimentos de FeNbC produzidos por FS. ....	88
Figura 35 – <i>Boxplot</i> dos resultados de microdureza Vickers. ....	90
Figura 36 – Diagramas de dispersão entre a microdureza Vickers ( $H_V$ ) dos revestimentos de FeNbC e os dados de: (a) Teor de óxidos (%) e; (b) Percentual de poros (%). ....	92
Figura 37 – Gráficos dos efeitos principais das variáveis do processo de FS sobre as médias dos resultados de microdureza Vickers dos revestimentos de FeNbC. ....	93
Figura 38 – Valores médios de microdureza Vickers dos revestimentos de FeNbC comparados com os resultados de microdureza Knoop obtidos por Bonetti [3]. ....	95
Figura 39 – Micrografia de MO de indentação Knoop realizada na seção transversal do revestimento de FeNbC. Aumento original de 200x. ....	97
Figura 40 – Módulo de elasticidade dos revestimentos de FeNbC e do substrato de aço SAE 1020. ....	98
Figura 41 – <i>Boxplot</i> dos resultados de módulo de elasticidade (E). ....	99
Figura 42 – Gráficos dos efeitos principais das variáveis do processo de FS sobre as médias dos resultados de $H_V/E$ dos revestimentos de FeNbC. ....	103
Figura 43 – Micrografias de MO de indentação Vickers para análise de $K_{IC}$ dos revestimentos de FeNbC: (a) Aumento original de 200x; (b) Aumento original de 500x. ....	104
Figura 44 – Tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) dos revestimentos de FeNbC. ....	105
Figura 45 – Gráficos dos efeitos principais das variáveis do processo de FS sobre as médias dos resultados de $K_{IC}$ dos revestimentos de FeNbC. ....	106
Figura 46 – Mudança na velocidade de partículas de alumina em função do aumento na taxa de alimentação dos pós em um processo de APS. ....	108

Figura 47 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 5N: (a) não houve falha (MO); (b) não houve falha (MEV); (c) falha coesiva (MO) e; (d) falha coesiva (MEV). Imagens de MO com aumento de 100x e de MEV com aumento de 300x. Seta indica a presença de trincas. 110	110
Figura 48 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 10N: (a) falha coesiva (MO); (b) falha coesiva (MEV); (c) falha adesiva (MO) e; (d) falha adesiva (MEV). Imagens de MO com aumento de 100x e de MEV com aumento de 300x. Setas indicam a presença de trincas. ... 111	111
Figura 49 – Micrografias de MO da seção transversal de revestimentos de YSZ produzidos por APS após <i>scratch test</i> com carga constante de 20N: (a) não houve falha; (b) falha coesiva e; (c) falha adesiva. Setas indicam a área cônica formada após o ensaio. .... 112	112
Figura 50 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 15N: (a) falha coesiva (MO); (b) falha coesiva (MEV); (c) falha adesiva (MO) e; (d) falha adesiva (MEV). Aumento de 100x. .... 113	113
Figura 51 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 20N: (a) falha adesiva (MO) e; (b) falha adesiva (MEV). Aumento de 100x. .... 114	114
Figura 52 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 25N: (a) falha adesiva (MO) e; (b) falha adesiva (MEV). Aumento de 100x. .... 114	114
Figura 53 – Percentual de cada tipo de falha observado nos revestimentos de FeNbC submetidos ao <i>scratch test</i> sob diferentes cargas. .... 115	115
Figura 54 – Coeficiente de atrito em função do tempo de ensaio de esclerometria retilínea dos revestimentos de FeNbC nas cargas de: (a) 5N; (b) 10N; (c) 15N; (d) 20N e; (e) 25N. .... 116	116
Figura 55 – Tensão de adesão de revestimentos NiCrAl depositados em diferentes espessuras sobre substratos de aço AISI 1020. Resultados experimentais obtidos em ensaios de tração. .... 118	118
Figura 56 – Diagrama de dispersão entre a resistência à adesão e a espessura dos revestimentos de FeNbC. .... 119	119
Figura 57 – Diagrama de dispersão da resistência à falha coesiva e dos resultados de $K_{IC}$ dos revestimentos de FeNbC. .... 120	120
Figura 58 – Comportamento de adesão/coesão dos revestimentos de FeNbC comparado com os resultados de tensão de aderência por tração obtidos por Bonetti [3]. .... 121	121

Figura 59 – Diagrama de dispersão da resistência à falha coesiva e da tensão de aderência à tração dos revestimentos de FeNbC. ....	122
Figura 60 – Evolução do coeficiente de desgaste dimensional (k) com a distância deslizada de uma das calotas produzidas na amostra 7 durante o ensaio de microabrasão. ....	123
Figura 61 – Coeficiente de desgaste dimensional médio e resistência ao desgaste abrasivo dos revestimentos de FeNbC.....	124
Figura 62 – <i>Boxplot</i> dos resultados dos ensaios de microabrasão.....	126
Figura 63 – Gráficos dos efeitos principais das variáveis do processo de FS sobre as médias dos resultados de k dos revestimentos de FeNbC. ....	127
Figura 64 – Diagrama de dispersão da resistência à falha adesiva e dos coeficientes de desgaste abrasivo (k) dos revestimentos de FeNbC.....	129
Figura 65 – Diagrama de dispersão dos coeficientes de desgaste abrasivo (k) e das espessuras médias dos revestimentos de FeNbC.....	130
Figura 66 – Comparação entre os coeficientes de desgaste abrasivo (k) e as razões $H_V/E$ dos revestimentos de FeNbC.....	131
Figura 67 – Comparação entre os coeficientes de desgaste abrasivo (k) e os dados de massa perdida nos ensaios de roda de borracha realizados por Bonetti [3]. ....	132
Figura 68 – Micrografias de MEV das calotas de desgaste dos revestimentos de FeNbC geradas nos ensaios de microabrasão: (a) Amostra 1; (b) Amostra 9. Imagem de BSE. Aumento original de 90x. Abrasivo $SiO_2$ . ....	133
Figura 69 – Micrografias de MEV da região central da calota de desgaste do revestimento de FeNbC. Aumento original: (a) 300x; (b) 500x; (c) 1000x; (d) 2000x. Imagem de BSE. Abrasivo $SiO_2$ . Setas amarelas indicam óxidos, enquanto as setas verdes e vermelhas indicam carbonetos. ....	134
Figura 70 – Micrografias de MEV da calota de desgaste do revestimento de FeNbC. Imagem de BSE. Aumento original de 300x. Abrasivo $SiO_2$ . Círculos pretos indicam regiões de possível arrancamento de partículas duras. ....	136
Figura 71 – Micrografias de MEV da calota de desgaste do revestimento de FeNbC: (a) Aumento original de 500x, imagem de BSE; (b) Aumento original de 1000x, imagem de BSE; (c) Aumento original de 3000x, imagem de SE. Abrasivo $SiO_2$ . ....	137

Figura 72 – Diagramas de dispersão dos coeficientes de desgaste abrasivo (k) dos revestimentos de FeNbC e dos dados: (a) de microdureza Vickers ( $H_V$ ) e; (b) do produto da tenacidade à fratura pela dureza ( $K_{IC}^{3/4} \cdot H_V^{1/2}$ ). ..... 138

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Nomes e siglas dos processos de aspersão térmica. ....	24
Tabela 2 – Composição química do FeNbC (% peso).....	66
Tabela 3 – Parâmetros utilizados no processo de FS para produção das amostras em estudo. ....	67
Tabela 4 – Nove condições de estudo com seus respectivos parâmetros de processo e o teor de óxidos resultante. ....	68
Tabela 5 – Critério de classificação dos tipos de falhas observados na análise de aderência por <i>scratch test</i> na seção transversal dos revestimentos. ....	77
Tabela 6 – Parâmetros dos ensaios de microabrasão.....	80
Tabela 7 – Microdureza Vickers (HV) dos revestimentos de FeNbC e do substrato de aço SAE 1020. ....	89
Tabela 8 – Módulo de elasticidade e razão H/E obtidos pelo método proposto por Marshall, Noma e Evans [92] para revestimentos produzidos por aspersão térmica. ....	99
Tabela 9 – Razão $H_V/E$ dos revestimentos de FeNbC e do substrato de aço SAE 1020.....	101
Tabela 10 – Tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) por indentação de revestimentos produzidos por aspersão térmica. ....	105
Tabela 11 – Tipos de falhas dos revestimentos de FeNbC nas diferentes cargas dos ensaios de esclerometria retilínea.....	109
Tabela 12 – Resultados dos ensaios de microabrasão com $SiO_2$ dos revestimentos de FeNbC. ....	124
Tabela 13 – Parâmetros do processo de FS e seus níveis para análise estatística. ....	153
Tabela 14 – Resposta da SNR maior é melhor para dureza dos revestimentos.....	154
Tabela 15 – Quadro ANOVA para a dureza do revestimento. ....	155
Tabela 16 – Resultados do teste de Tukey para a dureza dos revestimentos. ....	155
Tabela 17 – Resposta da SNR maior é melhor para razão $H_V/E$ dos revestimentos. ....	156
Tabela 18 – Quadro ANOVA para a razão $H_V/E$ dos revestimentos. ....	156
Tabela 19 – Resultados do teste de Tukey para a razão $H_V/E$ dos revestimentos.....	157

Tabela 20 – Resposta da SNR maior é melhor para o valor de $K_{IC}$ dos revestimentos.....	157
Tabela 21 – Quadro ANOVA para o valor de $K_{IC}$ dos revestimentos.....	158
Tabela 22 – Resultados do teste de Tukey para o valor de $K_{IC}$ dos revestimentos. ....	159
Tabela 23 – Resposta da SNR menor é melhor para os valores de k dos revestimentos. ....	159
Tabela 24 – Quadro ANOVA para o valor de k dos revestimentos. ....	160
Tabela 25 – Resultados do teste de Tukey para o valor de k dos revestimentos.....	161

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

UFES	Universidade Federal do Espírito Santo
TRICORRMAT	Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais
LCSM	Laboratório de Caracterização da Superfície de Materiais
AT	Aspersão Térmica
FS	Aspersão Térmica por Chama a Pó
CVD	<i>Chemical Vapour Deposition</i>
PVD	<i>Physical Vapour Deposition</i>
TAT	Teste de Aderência por Tração
IF	Ensaio de Fratura por Indentação
NTP	<i>National Toxicology Program</i>
NbC	Carbeto de Nióbio
FeNbC	Ferro Carbeto de Nióbio
WC	Carboneto de Tungstênio
SiC	Carbeto de Silício
SiO <sub>2</sub>	Sílica
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Alumina
YSZ	Zircônia estabilizada com Ítria
K <sub>IC</sub>	Tenacidade à fratura
$\psi$	Índice de plasticidade
k	Coefficiente de desgaste abrasivo dimensional
H <sub>v</sub>	Microdureza Vickers
E	Módulo de elasticidade
COF	Coefficiente de atrito
SCFH	<i>Standard cubic feet per hour</i>

PSI	<i>Pound force per square inch</i>
MO	Microscópio Óptico
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
BSE	Elétrons Retroespalhados
SE	Elétrons Secundários
EDS	Espectroscopia por Energia Dispersiva
ANOVA	Análise de Variância
SNR	Razão sinal/ruído

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>19</b>
<b>2 OBJETIVOS .....</b>	<b>22</b>
2.1 OBJETIVO GERAL.....	22
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	22
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>23</b>
3.1 ASPERSÃO TÉRMICA.....	23
<b>3.1.1 Aspersão térmica chama a pó.....</b>	<b>26</b>
3.2 CARACTERÍSTICAS E PROPRIEDADES DOS REVESTIMENTOS OBTIDOS POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ .....	30
<b>3.2.1 Microestrutura .....</b>	<b>31</b>
<b>3.2.2 Tenacidade à fratura .....</b>	<b>33</b>
3.2.2.1 Tenacidade à fratura por indentação.....	35
<b>3.2.3 Aderência .....</b>	<b>39</b>
3.2.3.1 Medição de aderência .....	41
<b>3.2.5 Revestimentos de FeNbC produzidos por AT.....</b>	<b>44</b>
3.3 DESGASTE ABRASIVO .....	46
<b>3.3.1 Mecanismos de desgaste abrasivo .....</b>	<b>48</b>
<b>3.3.2 Relação entre resistência ao desgaste abrasivo, dureza e tenacidade à fratura .....</b>	<b>50</b>
<b>3.3.3 Modelo analítico para o desgaste abrasivo.....</b>	<b>52</b>
3.4 ENSAIO DE MICROABRASÃO .....	56
<b>3.4.1 Configurações do ensaio.....</b>	<b>59</b>
<b>3.4.2 Micromecanismos de desgaste em microabrasão .....</b>	<b>60</b>
<b>3.4.3 Parâmetros que afetam o ensaio de microabrasão .....</b>	<b>61</b>

<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>66</b>
4.1 MATERIAIS .....	66
4.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	69
<b>4.2.1 Tenacidade à fratura por indentação .....</b>	<b>71</b>
4.2.1.1 Módulo de elasticidade.....	73
<b>4.2.2 Análise da aderência.....</b>	<b>75</b>
<b>4.2.3 Ensaio de microabrasão .....</b>	<b>78</b>
4.2.3.1 Coeficiente de desgaste .....	81
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>83</b>
5.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	83
<b>5.1.1 Espessura dos revestimentos .....</b>	<b>88</b>
5.2 TENACIDADE À FRATURA.....	89
5.3 ANÁLISE DE ADERÊNCIA.....	109
5.4 DESGASTE EM MICROABRASÃO .....	123
<b>6 CONCLUSÕES.....</b>	<b>139</b>
<b>7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>140</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>141</b>
<b>APÊNDICE .....</b>	<b>152</b>

## 1 INTRODUÇÃO

As exigências de maior desempenho em aplicações industriais têm levado ao desenvolvimento de várias técnicas para proteger o material da degradação. Na maioria dos segmentos da indústria, perdas financeiras significativas podem ocorrer devido ao desgaste acelerado de vários componentes. Como se trata de um fenômeno superficial, para minimizar os efeitos do desgaste e prolongar a vida útil do material, as soluções passam por modificações superficiais e pelo uso de revestimentos. Portanto, é mais apropriado e econômico usar a engenharia de superfícies ainda na fase de produção dos materiais [1].

Muitos materiais de engenharia utilizados em aplicações que requerem elevada resistência ao desgaste são materiais multifásicos. Materiais compostos de matriz metálica reforçada por uma dispersão de partículas duras são frequentemente aplicados aos aços-ferramenta, ferros fundidos, ligas a base de cobalto, dentre outros, tornando-os especialmente relevantes em aplicações tribológicas [2].

Como resultado, a preparação de materiais resistentes ao desgaste, como revestimentos de materiais compósitos, pode proporcionar uma combinação ideal de propriedades mecânicas e tribológicas na superfície, permitindo seu uso sobre um substrato de menor custo. Dessa forma, os revestimentos apresentam-se como solução econômica e tecnicamente atraente. A aplicação de revestimentos de carbeto de nióbio (NbC) por aspersão térmica (AT) em um substrato de aço carbono surge como alternativa a outros processos de obtenção de revestimentos [3].

O processo de aspersão térmica chama a pó, *flame spray* (FS), utiliza a energia química dos gases combustíveis para gerar calor. A matéria-prima, na forma de pós ou arames, é submetida às altas temperaturas da chama, e as partículas fundidas e semifundidas são aceleradas em direção à superfície do substrato pelo fluxo de gás em expansão e jatos de ar [4].

Os revestimentos produzidos por AT, normalmente possuem densidade variando entre 85% e 98%, dependendo do material e da técnica específica [4]. Uma estrutura típica de revestimentos aspergidos é constituída de lamelas do material entre as quais observam-se inclusões de óxidos, microtrincas, partículas sólidas e porosidade. Uma maior ou menor quantidade desses influenciará diretamente nas propriedades do revestimento [5].

Os parâmetros do processo de AT influenciam diretamente na microestrutura do revestimento, e, conseqüentemente, em suas propriedades mecânicas. Se a velocidade das partículas e a

temperatura da fonte de calor forem baixas, serão obtidas densidades de depósito mais baixas [4]. Dessa forma, torna-se importante avaliar a influência dos fatores do processo nas propriedades do revestimento, tais como granulometria do pó, distância de aspersão, taxa de alimentação e pré-aquecimento do substrato.

A eficácia de um revestimento depende fortemente de sua microestrutura. Algumas características são extremamente relevantes, independentemente de sua aplicação, tais como: espessura, porosidade, presença de partículas não fundidas, trincas e óxidos. Evidentemente, a qualidade de um revestimento é, em grande medida, determinada pela aderência entre o revestimento e o substrato subjacente, bem como pela coesão entre as lamelas. Enquanto a adesão determina, principalmente, a qualidade de um revestimento, a coesão indica seu comportamento em desgaste [6].

Dentre os ensaios normalizados de resistência adesiva, o mais comum é o teste de aderência por tração (TAT), que segue a norma ASTM C 633. O método é composto por um corpo de prova revestido que é unido com resina adesiva a um contra corpo não revestido. Uma carga de tração é então aplicada ao conjunto, utilizando um dispositivo de carregamento de tração uniaxial. A carga de tração máxima na falha é conhecida como a mínima tensão de aderência do sistema de revestimento, podendo ser de adesão ou coesão, dependendo da análise da região fraturada [5, 7].

Os resultados do TAT, geralmente, exibem grande variabilidade na tensão de fratura e, portanto, o número mínimo de ensaios necessários para obter resultados confiáveis é frequentemente questionado [7]. Como alternativa, é possível avaliar a resistência de aderência por adesão/coesão de revestimentos espessos utilizando ensaios de esclerometria retilínea (*scratch test*) na seção transversal do revestimento, de acordo com a norma ISO 27307:2015 [8]. Neste caso, o ensaio consiste em utilizar um indentador para deslizar na seção transversal do substrato ao revestimento, produzindo um risco e uma fratura com a presença de trincas, cujas características servem de parâmetro para determinar a falha adesiva/coesiva [6].

Os revestimentos obtidos por processos de AT têm como característica a presença de defeitos microestruturais como poros, trincas intralamelares e óxidos, que atuam como concentradores de tensão e influenciam a propagação de trincas. Quando em serviço, submetidos à ação de forças, ocorre a propagação das trincas preexistentes, levando à falha do revestimento. Portanto, a tenacidade à fratura do revestimento pode ser compreendida como uma medida da resistência à fratura de uma microestrutura sob a influência de sua rede de vazios [9, 10].

Dentre os diferentes métodos para medição da tenacidade à fratura, destaca-se o ensaio de fratura por indentação (IF). Trata-se de um método relativamente simples de caracterização de revestimentos, que consiste na análise de trincas geradas em indentações obtidas durante um ensaio de microdureza Vickers. Diante de diferentes cargas aplicadas, podem ser observados alguns padrões de trincas, a partir dos quais é possível mensurar e determinar a tenacidade à fratura, em particular para revestimentos obtidos por AT [9, 11].

O processamento, propriedades e aplicações de revestimentos merecem ser estudados, bem como seu comportamento em desgaste, especialmente com relação aos processos abrasivos e em diferentes tribossistemas [12]. O ensaio de microabrasão tem evoluído rapidamente como um método experimental adequado para avaliar e comparar o desempenho em desgaste abrasivo de revestimentos finos e, atualmente, está sendo avaliado como um possível método de ensaio padrão para avaliar a resistência à abrasão de revestimentos espessos [13].

O ensaio de microabrasão consiste, basicamente, em pressionar uma esfera rotativa contra a superfície de uma amostra de teste na presença de uma suspensão de lama abrasiva que é alimentada por gotejamento na interface entre a amostra e a esfera. É produzida, então, uma calota na amostra, cujas dimensões são a base para o cálculo do coeficiente de desgaste [14].

Bonetti [3] desenvolveu um revestimento a partir do pó de FeNbC em processo de aspensão térmica por chama oxiacetilênica sobre um substrato de aço SAE 1020. Para avaliar a influência dos parâmetros do processo de aspensão sobre as propriedades mecânicas e microestruturais do revestimento foi feito um planejamento experimental utilizando a metodologia de Taguchi, resultando em nove condições, variando a granulometria do pó, a distância de aspensão, a taxa de alimentação do pó, e o pré-aquecimento do substrato.

O presente trabalho tem como base os estudos desenvolvidos por Bonetti [3], buscando complementá-lo a partir de novas análises tribológicas sobre as características dos revestimentos, bem como avaliando a influência da variação dos parâmetros no processo de FS. Para tal, foram realizados ensaios de esclerometria retilínea e de tenacidade à fratura por indentação na seção transversal do revestimento, além de ensaios de microabrasão na superfície para avaliar sua resistência ao desgaste abrasivo.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem por objetivo geral estudar o revestimento de FeNbC produzido pelo processo de aspersão térmica chama a pó sobre um substrato de aço SAE 1020, analisando a influência da granulometria do pó, da distância de aspersão, da taxa de alimentação e do pré-aquecimento do substrato nas características do revestimento e em seu comportamento tribológico, avaliando aderência, tenacidade à fratura, resistência ao desgaste abrasivo, bem como os micromecanismos de desgaste envolvidos.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Como objetivos específicos podem então ser destacados:

- Verificar a tenacidade à fratura do revestimento por meio de ensaios de fratura por indentação Vickers;
- Avaliar a adesão do revestimento ao substrato e a coesão entre as lamelas através de ensaios de esclerometria retilínea na seção transversal e comparar com os resultados prévios obtidos por Bonetti [3] em ensaios de TAT;
- Determinar o coeficiente de desgaste abrasivo do revestimento a partir de ensaios de microabrasão;
- Analisar os micromecanismos de desgaste desenvolvidos nos ensaios de microabrasão por meio de microscopia eletrônica de varredura, bem como compará-los com os obtidos por Bonetti [3] em ensaios de desgaste abrasivo do tipo roda de borracha.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 ASPERSÃO TÉRMICA

Na década de 60, o setor industrial do Reino Unido demonstrava grande preocupação com o desgaste e falhas relacionadas. A mitigação do desgaste foi considerada a principal contribuição para uma possível economia de até 95% em dez anos, a partir do desenvolvimento e implementação de novas soluções tribológicas. Segundo Holmberg e Erdemir [15], cerca de 23% do consumo total de energia no mundo se origina de contatos tribológicos, sendo 3% devido ao desgaste. Com o uso de novas tecnologias de superfície, materiais e lubrificação, as perdas de energia devido ao atrito e ao desgaste podem ser reduzidas em até 40% em 15 anos, o que, em escala global, representa uma economia de 1,4% do PIB ao ano e 8,7% do consumo total de energia [15].

O desenvolvimento de novas tecnologias e o avanço da engenharia resultam em sistemas de alto desempenho que requerem materiais que atendam condições severas de uso. É preciso, portanto, alinhar características de desempenho a fatores de custo de aquisição e processamento na escolha dos materiais para aplicações específicas. Nesse sentido, destaca-se a engenharia de superfícies, que consiste em desenvolver e aplicar tratamentos na superfície e sub-superfície do material visando a melhoria de suas propriedades para que essa região atinja performances superiores à do material em volume [16].

A capacidade de alterar as propriedades da superfície de um componente por meio do uso de revestimentos, independentemente das propriedades do material em volume, possibilitou novas aplicações em diversas áreas tecnológicas [17]. O uso de revestimentos pode proporcionar uma combinação ideal de propriedades mecânicas e tribológicas na superfície, permitindo seu uso sobre um substrato de menor custo. Dessa forma, apresentam-se como solução econômica e tecnicamente atraente.

Os revestimentos, diferentemente dos tratamentos superficiais, são considerados filmes espessos, com espessura maior que 10  $\mu\text{m}$ . Podem ser aplicados por diferentes métodos, dentre os quais destacam-se: deposição química de vapor (CVD), deposição física de vapor (PVD), eletrodeposição, soldagem e aspersão térmica [5]. Este último, desenvolvido em 1909 pelo engenheiro suíço Max Ulrich Schoop, apresentou grande evolução ao longo dos anos,

principalmente no uso de materiais cerâmicos ou compósitos em aplicações que requerem elevada resistência à corrosão e ao desgaste e compatibilidade biológica [18, 19].

A aspersão térmica consiste em um grupo de processos de deposição de revestimentos metálicos e não metálicos. Apresenta ampla variedade de materiais que podem ser usados como revestimento, inclusive aqueles que possuem elevado ponto de fusão, tendo em vista que na maioria dos processos não há entrada significativa de calor, e, portanto, não há alteração nas propriedades do substrato e nas dimensões da peça. Entretanto, existem limitações relacionadas ao tamanho e geometria da superfície a ser aspergida [4].

Os processos de aspersão térmica utilizam energia térmica ao depositar o material fundido ou semifundido sobre um substrato preparado, formando um depósito aspergido. Diferem-se quanto à fonte de calor ao utilizar energia química de gases combustíveis ou energia elétrica [4]. A Figura 1 mostra um fluxograma de classificação dos principais processos de aspersão térmica com relação a fonte de energia utilizada destacando as possíveis matérias primas de cada método, enquanto a descrição dos nomes e siglas é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 – Nomes e siglas dos processos de aspersão térmica.

<b>Fonte de aquecimento</b>	<b>Sigla</b>	<b>Nome em inglês</b>	<b>Nome usual em português</b>
<b>Energia elétrica</b>	ASP	<i>Arc spray process</i>	Arco elétrico
	APS	<i>Arc plasma spraying</i>	Plasma por arco não transferido
	PTA	<i>Plasma transfered arc</i>	Plasma por arco transferido
<b>Combustão</b>	FS	<i>Flame spray</i>	Chama convencional
	HVOF	<i>High velocity oxy-fuel</i>	Chama de alta velocidade
	HVCW	<i>High velocity combustion</i>	Chama de alta velocidade
		<i>wire</i>	com arame
	D-Gun™ ou DS	<i>Detonation thermal spraying process</i>	Detonação
<b>Indução elétrica</b>	CS	<i>Cold spray</i>	Gás frio

Fonte: Adaptado de [20].

Figura 1 – Fluxograma dos principais processos de aspersão térmica classificados de acordo com suas fontes de energia.



Fonte: Adaptado de [20].

Os consumíveis utilizados encontram-se na forma de pós, varetas, cordão ou arames, que, quando aquecidos, mudam de um estado sólido para fundido ou semifundido e são acelerados por um gás comprimido. As altas temperaturas e velocidades envolvidas no processo resultam em uma deformação significativa das partículas ao atingirem o substrato, produzindo camadas finas ou lamelas chamadas de *splats*, que se conformam e aderem à superfície do substrato. As partículas se solidificam a uma taxa de resfriamento elevada para formar um revestimento uniforme, policristalino e de granulação muito fina [4].

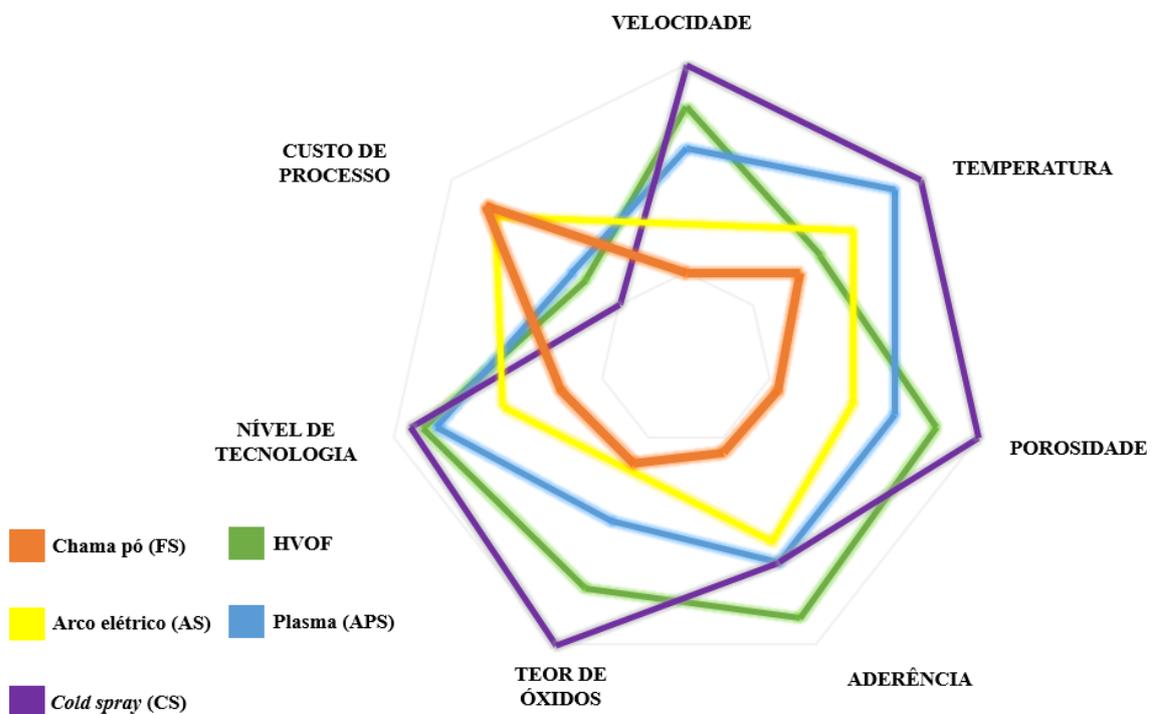
A natureza do processo de aspersão térmica é sinérgica, de forma que os efeitos produzidos por diferentes variáveis e componentes atuando em conjunto são mais significativos do que se considerados individualmente. Em geral, os processos diferem-se de acordo com os materiais utilizados, os métodos de aquecimento e de propulsão das partículas para o substrato [5].

### 3.1.1 Aspersão térmica chama a pó

Segundo Ducos e Durand [21], no ano 2000, os negócios relacionados aos revestimentos produzidos por aspersão térmica movimentaram cerca de 800 milhões de euros na Europa, ou seja, 25 a 30% de todo mercado mundial. Além disso, apresentaram taxa de crescimento anual um pouco acima do crescimento geral da indústria. Dentre os diferentes processos de aspersão térmica, destaca-se a aspersão por chama ou *flame spray* (FS), técnica responsável por 30 a 45% dos negócios envolvendo revestimentos aspergidos no mundo [21, 22].

Um comparativo entre diferentes métodos de AT pode ser observado na Figura 2. No processo de FS a velocidade da partícula é relativamente baixa, menor que 100 m/s, e a força de ligação dos depósitos é, geralmente, menor do que nos processos de alta velocidade. A porosidade varia entre 10 e 20% e a aderência é geralmente menor que nos demais processos. As taxas de deposição encontram-se na faixa de 0,5 a 9 kg/h, exceto para os materiais de menor ponto de fusão que são depositados a taxas significativamente mais altas [4, 9].

Figura 2 – Comparação entre processos de aspersão térmica.

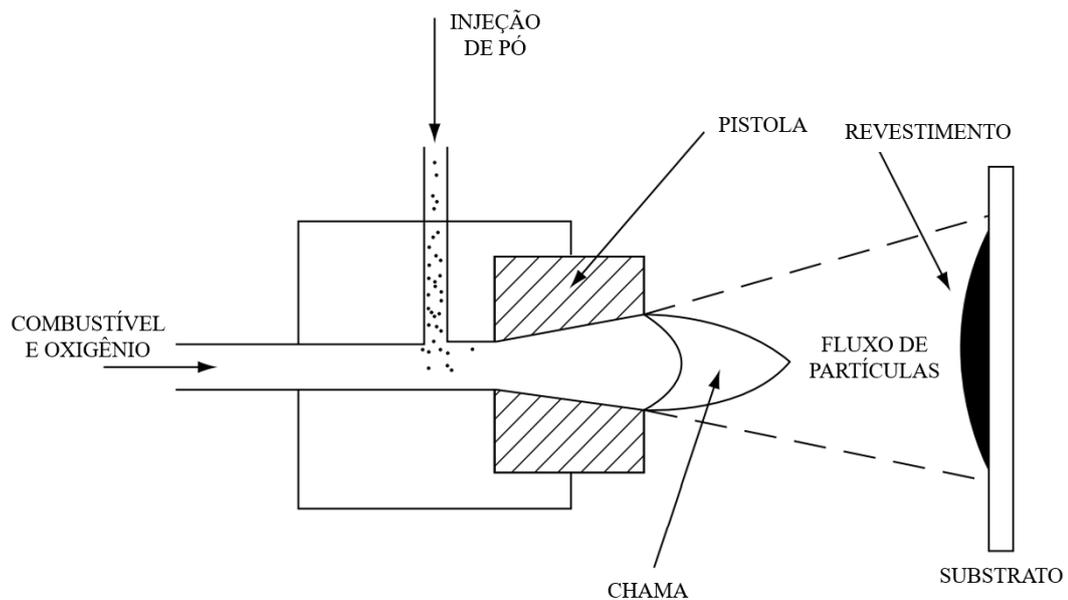


Fonte: Adaptado de [23].

O processo de aspersão térmica por chama, quando comparado às outras técnicas, produz revestimentos de menor qualidade, como evidenciado pelas características de aderência, teor de óxidos e porosidade. Estas, por sua vez, refletem as baixas velocidades e temperaturas atingidas no processo. No entanto, caracteriza-se por baixo investimento de capital, altas taxas de deposição, relativa facilidade de operação e o baixo custo de manutenção do equipamento. Além da versatilidade de materiais que podem ser depositados na forma de pós, arames, varetas ou cordão, as pistolas de aspersão por chama são comumente operadas manualmente [24].

Em uma pistola de FS, a energia química da combustão do gás combustível com o oxigênio é usada para gerar uma chama quente, conforme ilustrado na Figura 3. A entrada de gás é axial e o pó pode ser introduzido axialmente ou perpendicularmente à pistola. As partículas se fundem na chama e são aceleradas em direção à superfície de trabalho [9].

Figura 3 – Esquema do processo de FS.

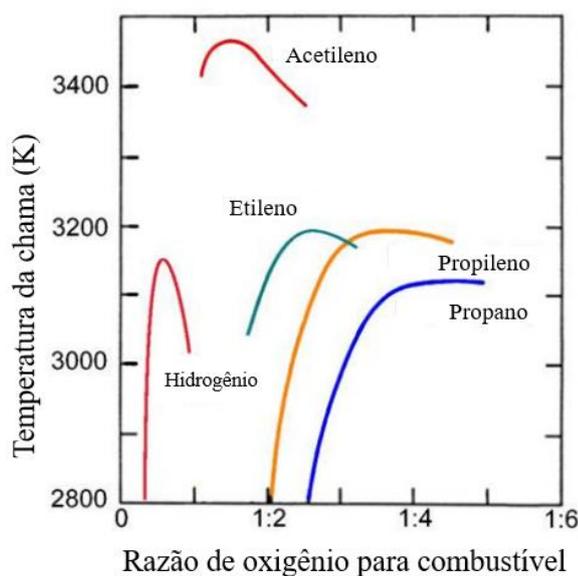


Fonte: Adaptado de [9].

Revestimentos aplicados pelo mesmo processo de AT podem exibir uma grande variabilidade de propriedades que surge de variáveis de processamento, como taxas de fluxo de gás, taxa de deposição, espessura do revestimento, preparação do substrato, materiais utilizados e a distância de aspersão. Dessa forma, não é recomendável presumir que revestimentos de um mesmo material possuam desempenho idêntico [25].

No processo de FS, a temperatura é determinada pelas características do combustível, pela proporção entre oxigênio e gás combustível e pela pressão na zona de combustão. A aspersão térmica por chama é a técnica que produz a menor aceleração de partículas, cerca de  $200 \text{ m/s}^2$ , tendo em vista que os gases combustíveis são fornecidos a baixa pressão e a combustão ocorre à pressão atmosférica fora da tocha. O calor gerado é alto e as temperaturas da superfície do substrato podem ser bastante elevadas devido ao impacto das chamas. As temperaturas atingidas podem ser superiores a  $2900 \text{ K}$  dependendo do gás combustível utilizado, conforme mostrado na Figura 4, a partir da qual, nota-se que o propano fornece as menores temperaturas de chama, enquanto o acetileno as maiores [4, 7].

Figura 4 – Relação entre os gases combustíveis e a temperatura alcançada pela chama no processo de aspersão térmica por chama.



Fonte: Adaptado de [7].

É vital que a matéria-prima dos pós seja de alta qualidade para, assim, obterem-se revestimentos com boas propriedades mecânicas e tribológicas. A morfologia do material refere-se à forma das partículas individuais e está diretamente relacionada ao processo de AT, uma vez que esta é a principal característica da matéria-prima que controla sua capacidade de ser transportada e de interagir com a fonte de calor de forma consistente e reprodutível [4]. A morfologia do pó, resultante de seu processo de fabricação, varia de esférica a irregular ou em blocos [26].

Além do efeito da forma em seu comportamento aerodinâmico, as partículas, por vezes, apresentam uma porosidade interna que influencia características de fluxo do pó, bem como as interações físicas entre o pó e a fonte de calor do processo de AT. Diferentes massas específicas, correspondendo a partículas com diferentes conteúdos de vazios, resultam em diferentes condutividades e difusividades térmicas. A fluidez dos pós, ou seja, sua capacidade de fluir através do alimentador de pó e do sistema de injeção, é extremamente importante em todos os processos de AT. A baixa fluidez resulta em flutuações na taxa de alimentação do pó e, portanto, em estruturas de revestimento não homogêneas [4, 26].

A distribuição do tamanho das partículas também é importante, porque é otimizada em relação à qualidade do revestimento. É geralmente aceito que uma distribuição de tamanho próximo é necessária para tirar vantagem das trajetórias de partícula ideais através da fonte de calor do processo de AT, de modo que um revestimento denso possa ser fabricado [4]. Em termos gerais, intervalos de tamanho de partícula de 20-60  $\mu\text{m}$  são preferidos para formar revestimentos de alta integridade [7]. Segundo Jiansirisomboon e colaboradores [27], quanto maior o diâmetro e mais ampla a distribuição de tamanho da partícula, maior o percentual de porosidade do revestimento e maior a rugosidade da superfície resultante.

No processo de AT, a espessura do revestimento é aumentada em passagens sucessivas da tocha e, portanto, maior quantidade de calor é transferida para o substrato em menores distâncias de aspersão [28]. Essa distância entre a pistola de pulverização e o substrato é uma variável do processo de AT que, também, afeta a microestrutura final do revestimento. Uma vez que a chama sai rapidamente de um pequeno orifício, a temperatura e a velocidade são maximizadas na pistola de pulverização e diminuem gradualmente com o aumento da distância [29]. Grandes distâncias de aspersão térmica produzem revestimentos com maior porosidade e presença de óxidos, afetando negativamente a qualidade do revestimento ao reduzir sua coesão e adesão [30, 31].

O consumo de matéria-prima estabelece a taxa de deposição do revestimento à medida que o fluxo de partículas percorre o substrato. Se a taxa de alimentação mudar durante o processo de AT, a espessura do revestimento será irregular e suas propriedades poderão variar. Com isso, deve haver o equilíbrio entre a taxa de alimentação e a energia de entrada para obtenção de propriedades ideais. A taxa de alimentação de pó é, portanto, um parâmetro importante no processo de AT que influencia a fusão das partículas, o teor de óxidos, a porosidade, a eficiência de deposição, ou seja, a qualidade do revestimento [4, 30].

A realização do pré-aquecimento do substrato antes da aspersão térmica é uma prática comum, em que se retira a umidade da superfície tornando-a quente e seca para o impacto das primeiras partículas fundidas [4]. Jiang e colaboradores [32] afirmam que trabalhos na década de 1920 já relatavam que a temperatura do substrato possui grande efeito sobre a morfologia das lamelas, de forma que com o aumento da temperatura ocorre uma mudança gradual de uma morfologia altamente fragmentada para contígua. A ausência de pré-aquecimento do substrato promove revestimentos com lamelas fracamente ligadas, enquanto substratos aquecidos possibilitam revestimentos que resistam a cargas sem que ocorra delaminação [32].

O pré-aquecimento promove a expansão do substrato, para que posteriormente ocorra contração com a deposição, reduzindo assim, as tensões residuais criadas no revestimento durante o resfriamento [4]. Sem o aquecimento do substrato, formam-se tensões devido a diferenças nos gradientes de temperatura e nos coeficientes de expansão. O relaxamento dessas tensões ocorre com o surgimento de trincas, que por sua vez, contribuem para baixa coesão entre as lamelas [33]. O pré-aquecimento promove maior adesão nos revestimentos, melhorando, assim, sua qualidade [32].

### 3.2 CARACTERÍSTICAS E PROPRIEDADES DOS REVESTIMENTOS OBTIDOS POR ASPERSÃO TÉRMICA CHAMA A PÓ

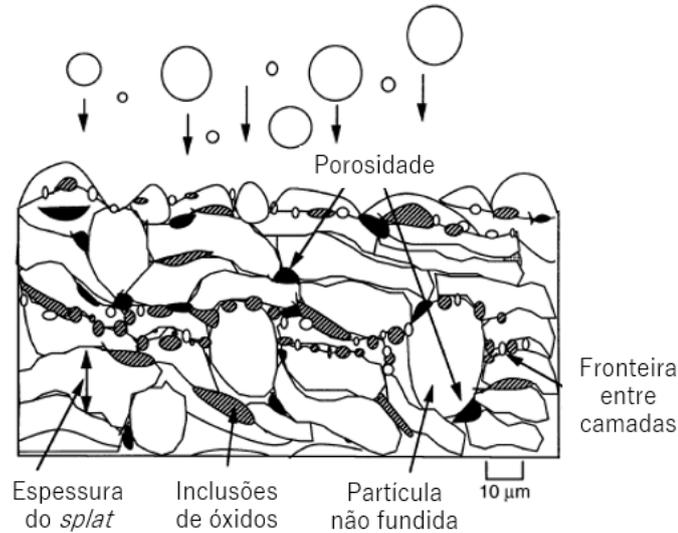
Os revestimentos por AT resultam de processos estocásticos. As partículas são aceleradas e então fundidas, total ou parcialmente, antes de impactar o substrato preparado, onde formam lamelas achatadas, chamadas *splats* ou panquecas, cuja estratificação resulta no revestimento. A aderência e as propriedades termomecânicas ou elétricas dos revestimentos estão fortemente relacionadas à qualidade dos contatos entre os *splats* empilhados [34]. A fusão das partículas e sua posterior solidificação ocorrem em intervalos de tempo muito pequenos com fortes gradientes de temperatura, o que pode resultar em fases metaestáveis ou amorfas. O controle dos diversos parâmetros envolvidos no processo de AT permite, portanto, ajustar as características da complexa microestrutura dos revestimentos [26].

### 3.2.1 Microestrutura

Microestruturas de revestimentos aspergidos termicamente possuem muitas imperfeições compreendendo uma variedade de tamanhos de partículas, morfologias e, em alguns casos, orientações. Essas imperfeições, que dependem do processo de AT e dos materiais utilizados, podem influenciar significativamente um grande número de propriedades, como, por exemplo, o módulo de elasticidade, a tenacidade à fratura, a condutividade térmica e os efeitos elétricos e dielétricos. Poros e trincas são os principais defeitos observados em materiais frágeis, como os cerâmicos, enquanto os metais, geralmente, apresentam porosidade e óxidos. Neste caso, a forma e o caráter do óxido são altamente dependentes do ambiente, seja ele inerte ou atmosférico [35]. Como resultado das interações cumulativas das variáveis no fluxo de pulverização, características discriminantes, como as dimensões dos *splats*, tamanhos de poros, densidade de trincas, coalescência entre lamelas e particulados associados podem ser determinados. [7].

O termo *splat* refere-se a uma única partícula que impacta o substrato, enquanto muitos *splats* sobrepostos, ao solidificarem, aderem uns aos outros e formam uma camada contínua, conforme ilustrado na Figura 5. As partículas fundidas geralmente são esféricas e, no impacto com a superfície do substrato, elas se espalham e preenchem os interstícios subjacentes tornando-se achatadas. Como as partículas individuais, relativamente pequenas, impactam o substrato mais massivo, seu calor é liberado rapidamente. Essa rápida solidificação propicia tamanhos de grão menores que 5  $\mu\text{m}$  e impede que muitos materiais atinjam suas fases de equilíbrio, resultando em propriedades de revestimento anisotrópicas. Assim, as propriedades do revestimento dependem da direção medida, diferentemente do material em volume isotrópico [4, 7, 36].

Figura 5 – Desenho esquemático da seção transversal de um revestimento produzido por aspersão térmica.



Fonte: Adaptado de [4].

Na Figura 5 é possível observar características na microestrutura que vão além dos *splats*, tais como partículas não fundidas aprisionadas, poros, inclusões de óxidos e interfaces de ligação entre camadas, que se combinam para determinar as propriedades de um revestimento [4]. McPherson [37] relacionou o mecanismo de formação do revestimento com a microestrutura obtida, sugerindo que a área real de contato entre as lamelas e entre as lamelas e o substrato é muito menor do que a área aparente. Partículas não fundidas são incorporadas ao revestimento e estas, em conjunto com a porosidade e as fronteiras entre lamelas, constituem regiões de baixa ligação que podem levar à falha do revestimento [25]. Além disso, há uma redução geral das propriedades mecânicas devido à rede de vazios presente na microestrutura, composta por poros interlamelares e trincas intralamelares [7].

A fraca coesão entre as lamelas, gerada em grande parte pela porosidade, leva a formação de trincas, delaminação ou até mesmo a falha prematura do revestimento, fatores determinantes para ocorrência de maiores taxas de desgaste e corrosão. Uma rede de vazios pode se interconectar à interface do revestimento, permitindo que elementos corrosivos ou oxidantes ataquem o substrato. Além disso, em aplicações que exigem superfícies duras e resistentes ao desgaste, a porosidade reduz a dureza do revestimento e contribui para baixa qualidade de acabamentos superficiais, diminuindo, assim, a resistência ao desgaste. Outro efeito nocivo da porosidade em aplicações que envolvam desgaste, consiste na fragmentação do revestimento, gerando partículas que podem atuar como abrasivos, promovendo assim, o aumento da taxa de desgaste [4].

Segundo Paredes [38], a formação de óxidos tem relação com o tipo de atmosfera pela qual as partículas são transferidas e depositadas em cada processo de AT. O gás de transporte, geralmente ar comprimido, o ar ambiente que envolve a zona de transferência das partículas e, também, as partículas ou lamelas já aderidas ao substrato que ficam expostas após o deslocamento da pistola, constituem algumas das principais fontes de oxidação.

As partículas depositadas que sofrem oxidação pela exposição simultânea ao aquecimento e ao ar apresentam-se como fases escuras e alongadas. No que tange ao tamanho das partículas, para maiores relações de área superficial/volume, a oxidação ocorre com maior facilidade do que com partículas maiores. Por outro lado, partículas com menor massa atingem maiores velocidades, reduzindo seu tempo de exposição ao oxigênio e, conseqüentemente, suas reações de oxidação. Partículas submetidas a maiores temperaturas e longos tempos de permanência no ambiente aumentam a espessura das camadas de óxidos nas partículas, resultando em maiores concentrações de óxidos no interior do revestimento. À medida que as partículas se espalham com o impacto, os filmes de óxidos se rompem com o material em fluxo e, assim, tornam-se inclusões no revestimento conforme ocorre a solidificação das partículas em lamelas [4, 39].

A presença de inclusões de óxidos promove um aumento na dureza e, dessa forma, a combinação entre metal e óxidos metálicos torna-se mais dura que o próprio revestimento metálico. Esse aumento de dureza pode levar a revestimentos frágeis, já que os óxidos se rompem facilmente. Quando em elevadas concentrações, os óxidos podem interferir na coesão entre lamelas, conduzindo à redução na resistência coesiva do revestimento. A presença de óxidos em posições interlamelares influencia os níveis de atrito e desgaste, sendo este, por ejeção de carbonetos e/ou por processos triboquímicos [4, 40].

### **3.2.2 Tenacidade à fratura**

A análise das propriedades dos revestimentos sob a ótica da mecânica da fratura, tem como base a mecânica da fratura linear elástica, desenvolvida por Griffith. O qual identificou que a discrepância entre as resistências reais dos materiais frágeis e suas estimativas teóricas era decorrente de defeitos preexistentes. Sendo assim, a fratura não irá ocorrer a menos que a tensão em nível atômico exceda a resistência coesiva do material. Os defeitos preexistentes contribuem para diminuição da resistência global do material ao ampliar a tensão localmente. Segundo Griffith, a formação de uma trinca, ou o crescimento de uma trinca preexistente irá ocorrer

somente se tal processo conduzir a uma redução da energia total do sistema, ou fizer com que esta permaneça constante. Assim, as condições críticas para a fratura podem ser definidas como o ponto onde o crescimento da trinca ocorre em condições de equilíbrio, sem alteração líquida na energia total [9, 41].

Os revestimentos obtidos por AT têm como característica a presença de diversos defeitos, como as trincas. Quando em serviço, submetidos à ação de forças, ocorre a propagação das trincas preexistentes, levando à falha do revestimento. A propagação das trincas é acompanhada por um aumento de energia igual ao aumento na energia de superfície devido às novas faces criadas. A hipótese proposta por Griffith possibilitou uma descrição rigorosa do fenômeno de trincamento, em especial, da resistência à propagação de trincas, uma importante propriedade tecnológica dos materiais [9, 41].

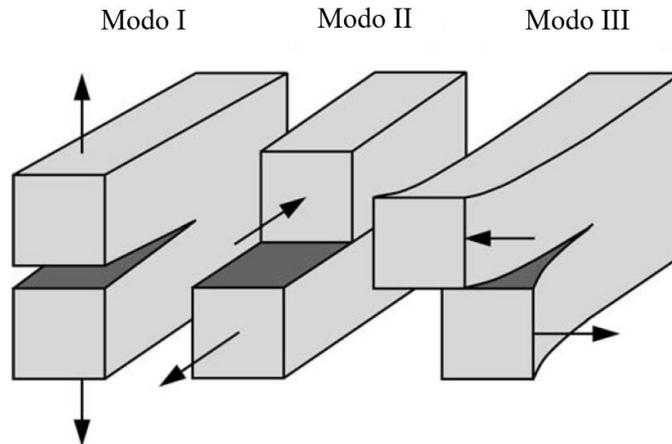
Musalek e colaboradores [10], ao trabalharem com revestimentos aspergidos termicamente, observaram que a propagação e a formação de trincas secundárias conduzem a um aumento de volume da microestrutura afetada pelo processo de falha, bem como a um aumento significativo da área superficial de fratura. Este comportamento deve ser considerado, por exemplo, na mecânica de fratura dos revestimentos, quando a área de superfícies livres recém-criadas é avaliada. Defeitos microestruturais como poros, trincas intralamelares e óxidos atuam como concentradores de tensão e influenciam a propagação de trincas.

Os parâmetros de mecânica da fratura para revestimentos fornecem um guia para seu comportamento de fratura em situações práticas e podem ser interpretados em termos de processos de dissipação de energia durante a propagação de trincas. As medições de tenacidade à fratura indicam a tensão necessária para propagação de um defeito preexistente. Os revestimentos obtidos por AT possuem trincas e poros preexistentes que podem, individualmente ou coletivamente, atuar como zonas de nucleação de trincas e concentradores de tensão. Portanto, a tenacidade à fratura de um revestimento pode ser compreendida como uma medida da resistência à fratura de uma microestrutura sob a influência de sua rede de vazios [7, 37].

O fator de intensidade de tensão ( $K$ ) define a amplitude da singularidade da ponta da trinca, ou seja, as tensões próximas à ponta da trinca aumentam proporcionalmente a  $K$ . Ao determiná-lo, determina-se o campo de tensão nas proximidades da ponta da trinca. O fator de intensidade de tensão considera a tensão aplicada ao componente mecânico e o tamanho e a geometria da trinca existente. A geometria da amostra e o tipo de carregamento podem ser escolhidos de modo que a falha ocorra sob a ação de tensões de tração (modo I), por cisalhamento em uma

direção normal à frente da trinca (modo II), ou por cisalhamento em uma direção paralela à frente da trinca (modo III), conforme demonstrado na Figura 6.

Figura 6 – Os três modos de carregamento que podem ser aplicados à trinca.



Fonte: [41].

O modo I de carregamento é o mais pertinente para a propagação de trincas em sólidos frágeis, uma vez que essas trincas tendem a se orientar de modo que a carga de cisalhamento seja mínima. O modo de falha é indicado por um subscrito, assim como o estado de tensão da amostra, em que o valor particular no início do trincamento é chamado de crítico e indicado por um subscrito 'C'. A tenacidade à fratura pode ser definida pelo  $K_{IC}$ , ou seja, o fator de intensidade de tensão crítica no modo I de carregamento [41, 42].

### 3.2.2.1 Tenacidade à fratura por indentação

A tenacidade à fratura por indentação é um método relativamente simples de caracterização de revestimentos, que consiste na análise de indentações obtidas durante um ensaio de microdureza Vickers. Diante de diferentes cargas aplicadas, podem ser observados alguns padrões de trincas, a partir dos quais é possível mensurar e determinar a tenacidade à fratura, em particular para revestimentos por AT [9, 11].

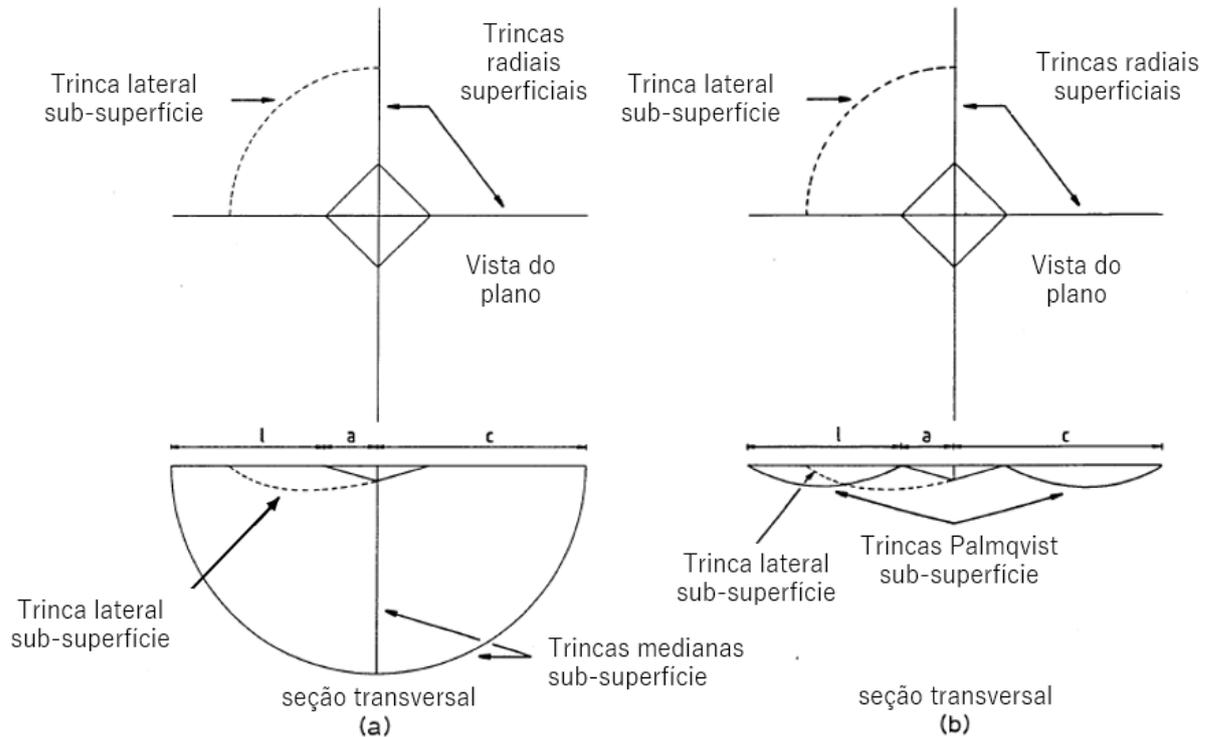
Os padrões de fratura gerados por eventos de contato em pequena escala estão fortemente relacionados ao comportamento mecânico geral de materiais frágeis. Isso é particularmente verdadeiro para contatos com indentadores afiados, onde campos de tensão elasto-plásticos

governam o desenvolvimento de trincas. A tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ), a dureza (H) e o módulo de elasticidade (E) são parâmetros básicos do material na mecânica da fratura. Além de serem utilizadas mais diretamente na avaliação dos materiais, as técnicas de indentação por contato agudo têm aplicações importantes nas áreas de resistência mecânica e desgaste [43].

O ensaio de fratura por indentação Vickers (IF) é um método, não tradicional para medição da tenacidade à fratura, que consiste em indentar a amostra gerando uma impressão de dureza em sua superfície. Com a penetração, forma-se uma região de deformação logo abaixo do indentador, bem como trincas que despontam radialmente para fora e para baixo da indentação. Na superfície polida, é possível observar as trincas que irradiam dos cantos da indentação, cujos comprimentos são medidos. A tenacidade à fratura é, então, calculada com base nos comprimentos das trincas, na dureza e no módulo de elasticidade do material e no tamanho da diagonal de indentação [44].

As trincas induzidas pelo contato elasto-plástico podem ser classificadas em dois sistemas primários: aquelas que se formam em planos medianos de simetria contendo o eixo de carga e aquelas que se formam lateralmente em planos paralelos à superfície da amostra [43]. Esses dois tipos de trincas estão presentes nos diversos modelos de fratura por indentação, e são a base para classificá-los em dois grupos: os que a indentação produz trincas bem desenvolvidas do tipo mediana/radial, e aqueles em que se formam trincas radiais de Palmqvist, conforme ilustrado na Figura 7 [45].

Figura 7 – Desenho esquemático idealizado com as vistas do plano e da seção transversal de um sistema de trincas por indentação Vickers: (a) Sistema de trinca mediana/radial; (b) Sistema de trinca radial de Palmqvist.



Fonte: [45].

A aplicação de ensaios de tenacidade à fratura por indentação em materiais frágeis, tem se difundido devido aos seguintes fatores: pode ser utilizado em pequenas amostras; a preparação da amostra é relativamente simples exigindo apenas o fornecimento de uma superfície plana refletiva polida; o indutor Vickers é um item padrão usado tanto em durômetros como em máquinas de teste universal; os comprimentos das trincas formadas, muitas vezes, podem ser medidos opticamente e; é um método rápido e econômico [45]. No entanto, algumas desvantagens estão associadas ao IF, como o fato de existir uma discrepância sistemática entre a tenacidade avaliada a partir dos modelos de IF e aquela determinada a partir de métodos mais tradicionais, como os que envolvem a fratura do material. Estima-se que a tenacidade à fratura por indentação apresente valores cerca de 30 a 40% inferiores [46].

Lawn, Evans e Marshall [43] afirmam que as investigações de mecânica de fratura podem fornecer uma indicação do papel da plasticidade na propagação de trincas, no entanto, a análise mais quantitativa da tenacidade à fratura advém de ensaios em que métodos de indentação foram utilizados para inserir falhas iniciais no material. Nesses ensaios, os valores de tenacidade à fratura costumam ser 30% maiores do que aqueles que envolvem a medição do tamanho de trinca por indentação. No entanto, essa discrepância pode ser removida fazendo o polimento ou

recozimento da amostra de teste que foi indentada antes da fratura. Concluiu-se, portanto, que a formação de uma nova impressão de deformação plástica no contato deve exercer uma força residual de abertura nas trincas que a acompanham [43].

As medições de tenacidade à fratura para revestimentos por aspensão térmica podem ser realizadas por IF. No entanto, deve-se ressaltar que a localização da indentação determina a região da microestrutura que é medida. A falha é mais provável de ocorrer ao longo da interface entre revestimento e substrato para a maioria das técnicas de medição de tenacidade à fratura. Se uma característica particular de um volume microestrutural de revestimento for objeto de interesse, então a propagação de trinca deve ser deliberadamente controlada para causar o modo de fratura especificado. Da mesma forma, a indentação pode ser feita dentro de um volume microestrutural do revestimento para obter a tenacidade à fratura deste elemento específico, sem a influência do substrato. [7].

Aspectos dessas medições que levam a uma discussão crítica são baseados principalmente na aplicação da teoria de indentação para revestimentos por AT, uma vez que esses materiais são altamente anisotrópicos. Assim, a obtenção de um padrão de trinca simétrico durante qualquer ensaio nunca é garantida, uma vez que a microestrutura do revestimento possui muitas características que influenciam sua formação e propagação e, portanto, os valores assim determinados costumam ser bastante variáveis. Devido à grande anisotropia dos revestimentos em toda a sua espessura, não são esperados valores consistentes dos ensaios de fratura por indentação (IF), quando colocados aleatoriamente [11].

Em crítica ao IF, Quinn [44] afirma que muitos dos dados de tenacidade à fratura produzidos por este método não são confiáveis. Marshall e colaboradores [48], por sua vez, afirmam que o IF, assim como em todos os métodos de ensaios, possui suas ressalvas e limitações, mas isso de forma alguma diminui a utilidade geral da metodologia. Os autores, em resposta às críticas quanto a falta de rigor nas análises de fratura por indentação, reiteram que os campos de contato elástico e elasto-plástico sob ação de um indentador são de fato bem definidos e documentados em textos e artigos clássicos, e que as análises da evolução das trincas dentro desses campos são baseadas na rigorosa mecânica da fratura de Griffith-Irwin, em concordância com a primeira lei da termodinâmica [47].

Em diversas circunstâncias, a indentação apresenta-se como a maneira mais prática de explorar o comportamento do material no nível microestrutural, sendo muitas vezes, a única forma de analisar amostras e componentes em pequena escala, onde as propriedades em volume não podem mais ser aplicadas. Marshall e colaboradores [47] sustentam que as variações nas

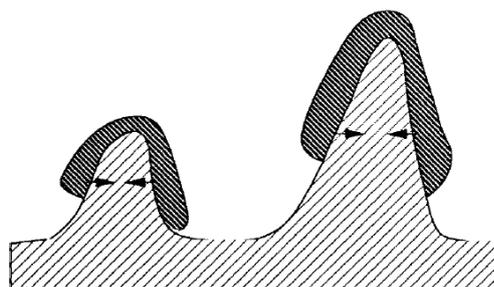
respostas dos ensaios de fratura por indentação fornecem impressões visuais e quantitativas de uma rica diversidade de materiais, em uma ampla gama de dimensões de trincas. Os autores argumentam ainda, que quaisquer limitações do IF são grandemente superadas por suas inúmeras virtudes.

### 3.2.3 Aderência

A resistência mecânica de um revestimento produzido por AT depende da adesão entre a camada e o substrato, bem como da coesão entre as partículas depositadas. As propriedades físicas e o comportamento dos revestimentos dependem, ainda, do tamanho e morfologia dos poros, da ocorrência de trincas, bem como da microestrutura de granulação ultrafina dentro das próprias lamelas. A aderência é, portanto, um requisito essencial para o bom desempenho do revestimento [38, 48, 49].

Os possíveis mecanismos de ligação presentes em um revestimento produzido por AT sobre um substrato de metal podem ser categorizados em três grupos principais: (i) intertravamento e ancoragem mecânicos; (ii) físico; e (iii) químico-metalúrgico. O intertravamento mecânico é um dos mecanismos presentes quando a superfície a ser revestida possui características que permitem que o material fundido flua por entre suas asperidades. Nesse caso, a ligação entre as partículas impactantes e a superfície é estabelecida a partir da solidificação das partículas em torno das asperidades da superfície do substrato devido à força resultante do encolhimento do líquido, conforme ilustrado na Figura 8. Processos de preparação da superfície do substrato, tais como o jateamento, que produzam irregularidades superficiais, favorecem o intertravamento mecânico e, conseqüentemente, a aderência do revestimento [4, 9, 38, 49].

Figura 8 – Desenho esquemático de ancoragem mecânica das partículas nas irregularidades da superfície do substrato.



Fonte: [9].

O mecanismo de interação física entre os átomos das lamelas e do substrato resulta da ação de forças de van der Waals e ocorre apenas se houver contato próximo e constante. Além disso, é necessário que as superfícies estejam limpas e sejam ativadas, como por exemplo, por deformação plástica. Por outro lado, o mecanismo de aderência químico-metalúrgico pode ser por difusão ou reação química entre a lamela e o substrato. Devido à alta concentração de vazios gerados em uma lamela rapidamente solidificada, e a uma elevada temperatura de contato, a difusão pode ser ativada. A formação de compostos intermetálicos, a partir de uma reação entre os materiais da partícula aspergida e do substrato, pode resultar em forte ligação metalúrgica [9, 38].

É importante ressaltar que apenas um pequeno percentual, de 20% a 30%, da área das lamelas está efetivamente em contato com o substrato. Há, portanto, uma zona de contato, em geral chamada de ponto de soldagem ou zona ativa, e quanto maior essa região, melhor será a aderência do revestimento. No entanto, a presença de óxidos nos revestimentos de metais e ligas, de ar ou gás de trabalho dissolvido nas partículas fundidas no fluxo de aspersão, e de poros aprisionados por partículas que chegam ao substrato, promovem a redução das áreas de zonas ativas [9].

O nível de aderência do revestimento determina sua confiabilidade sob carga mecânica ou térmica. Portanto, a preparação, limpeza e rugosidade da superfície são etapas muito importantes antes do processo de AT. A aderência do revestimento é uma das maiores fontes de falha do revestimento, muitas das quais resultam da negligência no preparo do substrato, da seleção incorreta do material e da definição imprópria das etapas de processamento [4].

Após a deposição da camada inicial de revestimento sobre o substrato, ocorre a formação das novas camadas sobre as partículas já solidificadas por meio da ligação entre as lamelas, ou seja, a coesão. A resistência do revestimento é amplamente determinada por sua resistência coesiva, mas também, é influenciada pela presença de porosidade, de inclusões de óxidos e de partículas não fundidas. Estas últimas, diminuem a área de contato entre lamelas, o que reduz a coesão e diminui localmente a transferência de calor, levando à uma falta de homogeneidade do revestimento. Falhas coesivas localizadas, causadas por baixa coesão, trincas térmicas e poucas zonas ativas entre as lamelas, determinam, em última análise, a resistência mecânica e as propriedades físicas de revestimentos. Estes, por sua vez, embora exibam ductilidade ou tenacidade limitada, possuem resistências mecânicas intrinsecamente altas e, frequentemente, exibem elevada dureza [4].

Há grande dificuldade em mensurar com precisão a magnitude de cada tipo de mecanismo de ligação interfacial. Sendo assim, os ensaios de laboratório se concentraram em uma abordagem holística para medir a resistência de aderência que se relaciona a toda a estrutura do revestimento. A medição da tensão de aderência aborda não só a integridade da interface revestimento/substrato, mas também, envolve as interfaces entre lamelas, o tamanho e distribuição de poros, a densidade de trincas e presença de outros defeitos. Dessa forma, são apresentadas técnicas adequadas para estudar a tensão de aderência de revestimentos [7, 11].

### 3.2.3.1 Medição de aderência

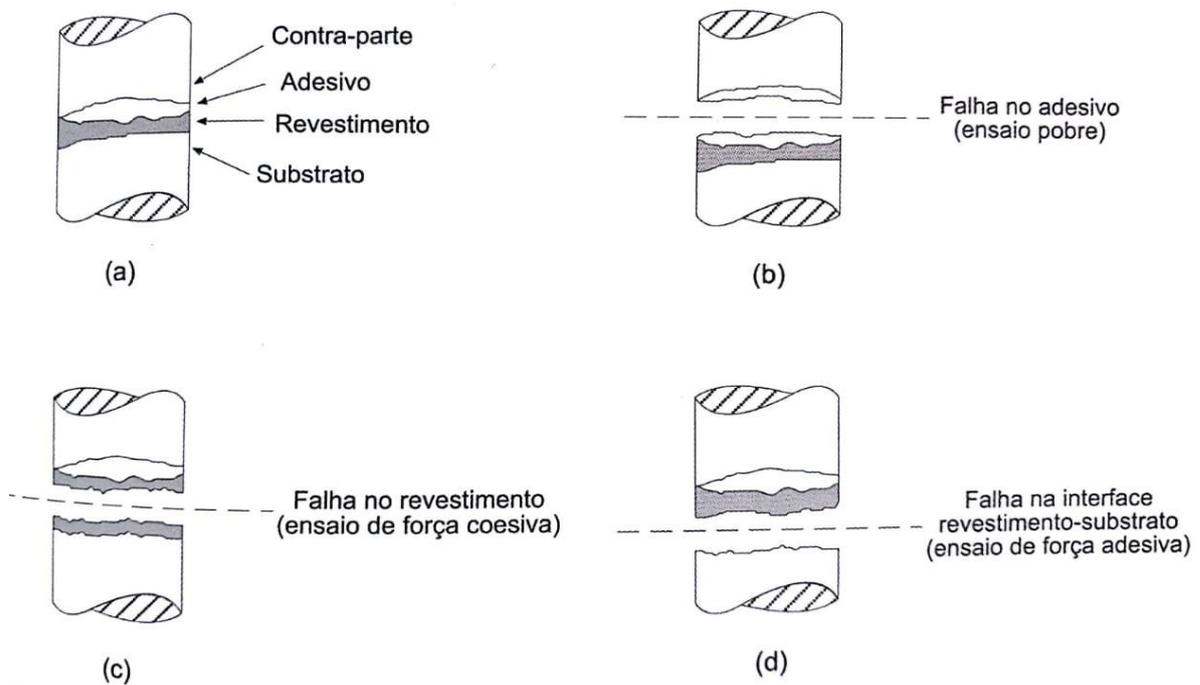
Segundo Berndt e Lin [11], após a formação do revestimento, o primeiro critério de avaliação de sua qualidade está relacionado a quão aderido ao substrato ele está, e, portanto, de que maneira pode-se avaliar essa tensão de adesão. A descrição do modo de falha se dá por falhas adesivas, na interface revestimento/substrato, coesivas, ou ambas atuando em conjunto num modo misto de falha. Dessa forma, ao realizar um ensaio de controle de qualidade significativo do revestimento, é necessário determinar o modo de falha presente. Sendo assim, é preferível que qualquer ensaio de laboratório induza as falhas em serviço observadas, caso contrário, sua aplicação será limitada ao projeto de engenharia [11].

Uma das grandes dificuldades em se avaliar uma propriedade mecânica em um revestimento consiste em aplicar um carregamento sem que este influencie a propriedade em análise. A medição de adesão pode ser tomada como um parâmetro de controle que pode ser usado como um guia para a otimização de muitos parâmetros de processo que estão associados à aspersão térmica [11, 50]. Normalmente, os ensaios de aderência por tração (TAT) são amplamente realizados como inspeções de controle de qualidade. Há também, a possibilidade de uma abordagem de mecânica de fratura, baseada na definição da adesão em termos do fator de intensidade de tensão ( $K$ ) ou da taxa de liberação de energia de deformação ( $G$ ). A emissão acústica é uma técnica utilizada para avaliar a densidade de trincas, ou seja, um produto do número de trincas e do tamanho da trinca. Métodos não destrutivos, como os testes ultrassônicos, podem ser usados para examinar a tensão de adesão de revestimentos [9].

Segundo Berndt e Lin [11], o método mais aplicado para avaliar a adesão de um revestimento aspergido termicamente é o de tração. Neste ensaio, definido pela ASTM (C 633-69), é feita a junção de um corpo de prova revestido à uma contraparte de aço 1020, por meio de um adesivo

epóxi. O conjunto é, então, submetido à uma carga de tração normal ao plano do revestimento até que ocorra a separação, e a carga máxima registrada irá determinar a resistência de aderência. De maneira qualitativa, é possível definir, a partir do local de ruptura, a ocorrência e o tipo de falha do revestimento, conforme Figura 9. Em caso de ruptura na interface entre revestimento e substrato, tem-se uma falha adesiva, em contrapartida, a falha coesiva está presente quando a ruptura ocorre no interior do revestimento. É possível ainda, que a ruptura ocorra no interior do adesivo epóxi ou em suas interfaces, invalidando o teste e sendo possível inferir apenas que a adesão do revestimento é superior ao valor obtido [4, 9, 11, 51].

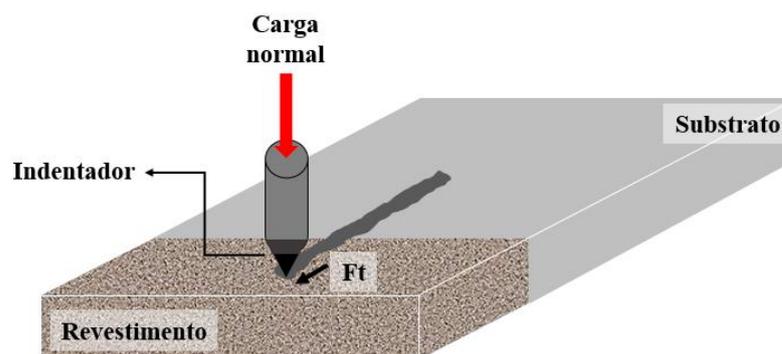
Figura 9 – Tipos de falhas nos revestimentos resultantes do teste de adesão por tração.



Fonte: [5].

Lopez e colaboradores [52] propuseram um novo método de avaliação da aderência, que consistia em produzir um risco na seção transversal do revestimento, que partia do substrato até a superfície livre. O equipamento utilizado no ensaio é um esclerômetro, que permite a realização de riscos em profundidade fixa, com registro simultâneo das forças normal e tangencial ( $F_t$ ), conforme ilustrado na Figura 10.

Figura 10 – Desenho esquemático do *scratch test* na seção transversal de um revestimento.



Fonte: Autora.

A análise de aderência, por meio de *scratch test* realizado na superfície dos revestimentos, descrita pela norma ISO 20502 de 2005, difundiu-se ao longo dos últimos anos. No entanto, o método descrito por essa norma é adequado, apenas, para avaliar revestimentos finos, com espessura de até 20  $\mu\text{m}$ , não sendo indicado, portanto, para análise de revestimentos aspergidos termicamente.

Mais recentemente, Vencel e colaboradores [6] avaliaram a adesão e a coesão por meio de ensaios de esclerometria retilínea realizados na seção transversal do revestimento e compararam com os resultados obtidos pelo ensaio de tração ASTM C 633. Segundo os autores, o *scratch test* é um método relativamente simples e rápido que pode ser facilmente utilizado para indicar qual tipo de resistência é crítica para o revestimento em análise, adesão ou coesão. Além disso, é considerado um método eficiente para caracterizar a coesão de revestimentos espessos, e em aplicações práticas, pode ser utilizado como um teste de comparação ou como análise complementar para controle de qualidade [6].

Em 2015, foi publicada a norma ISO 27307 [8], que especifica um método de avaliação da adesão e coesão de revestimentos termicamente aspergidos por meio de ensaios de esclerometria retilínea conduzidos na seção transversal dos revestimentos. O método é adequado para revestimentos com espessuras que variam de 50  $\mu\text{m}$  a mais de 1000  $\mu\text{m}$ , ou seja, filmes espessos.

Existem ainda, outros métodos qualitativos e quantitativos que podem ser empregados para avaliar a aderência. Essas técnicas podem ser usadas para a compreensão fundamental do desempenho do revestimento ou como testes de controle de qualidade. No entanto, ainda não existe um teste de adesão ideal que possa satisfazer todos os requisitos, portanto, modificações

nas técnicas existentes e métodos recém-projetados podem aprimorar as análises da qualidade de revestimentos [49].

### 3.2.5 Revestimentos de FeNbC produzidos por AT

Muitos dos materiais de engenharia utilizados em aplicações que requerem elevada resistência ao desgaste são materiais multifásicos. Dentre os quais, destacam-se materiais compostos de uma matriz metálica reforçada por partículas duras dispersas, frequentemente aplicados a aço ferramenta, ferros fundidos, ligas à base de cobalto, metal duro e alguns compósitos de matriz metálica. Revestimentos compósitos produzidos por AT podem ter teores de fase de reforço variando de 10 a 90% em volume, onde a matriz de metal dúctil atua como um aglutinante, apoiando a fase de reforço frágil [2, 4].

*Cermets*, compósitos compostos por materiais metálicos e cerâmicos, são usados principalmente como componentes resistentes ao desgaste e ferramentas de corte devido à sua alta dureza, tenacidade à fratura, boa estabilidade e condutividade térmica. Tais materiais têm sido amplamente aplicados como revestimentos em substratos de menor custo, aprimorando a resistência ao desgaste e à corrosão [3, 53]. A principal vantagem da aspersão térmica é sua versatilidade porque cerâmicas, metais, intermetálicos, compósitos e polímeros podem ser utilizados na produção de revestimentos em componentes com diferentes geometrias e tamanhos, e podem ser aplicados tanto na fábrica quanto no campo [54].

Dentre os materiais utilizados na AT, o nióbio vem surgindo como um material de interesse para pesquisadores. De acordo com o Serviço Geológico do Brasil, o país é responsável por cerca de 90% de toda a comercialização de nióbio no planeta, além de possuir 98% de sua reserva global [39, 54]. Materiais a base de nióbio têm sido objeto de estudo para diversas aplicações devido as propriedades do nióbio, em especial sua resistência a corrosão e seu comportamento refratário. O carbeto de nióbio (NbC) possui excelentes propriedades físicas e mecânicas, que indicam um excelente potencial para aplicações onde atualmente o carboneto de tungstênio (WC) é o material de referência. O elevado ponto de fusão (3600 °C), baixa densidade (7,79 g/cm<sup>3</sup>) quando comparada a do carboneto de tungstênio (15,68 g/cm<sup>3</sup>), dureza Vickers de 19,6 GPa e módulo de elasticidade variando de 338 GPa a 580 GPa são algumas dessas propriedades. No entanto, o NbC tem sido ocasionalmente usado como fase secundária em metais duros, peças fundidas e aços ferramenta. Nessas aplicações, ele serve como refinador

de grãos ou como fase dura ajudando a aumentar a resistência ao desgaste, limitar o crescimento de grãos e melhorar a dureza a quente [53, 55].

Segundo Su e Chen [56], o nióbio pode se combinar com o carbono para formar NbC com morfologia esférica e dispersa na matriz e, dessa forma, torna-se capaz de reduzir o coeficiente de atrito e a perda por desgaste na condição de desgaste a seco. O NbC, devido a sua elevada resistência ao desgaste, representa uma alternativa estratégica ao WC [57]. Enquanto as reservas globais de tungstênio exploradas são estimadas em cerca de 3,10 milhões de toneladas de conteúdo de metal, as reservas das minas de nióbio em operação atualmente, incluindo os depósitos conhecidos e recursos secundários, excedem amplamente as de tungstênio. A dureza dos carbonetos formados com metais de transição é superior à da maioria dos minerais. Metais com alto ponto de fusão, como cobalto, níquel ou molibdênio, são utilizados como ligante dúctil para metais duros e *cermets*. Em aplicações que requerem resistência ao desgaste, há décadas o WC vem sendo a principal fase dura utilizada. Outros carbonetos de metais de transição, como cromo, vanádio e titânio, também estão bem estabelecidos [55].

Segundo o *National Toxicology Program* (NTP) [58], a ampla exposição ocupacional à poeira de cobalto metálico ocorre em ambientes de produção de suas ligas, de fabricação de sais de cobalto, bem como na indústria nuclear. Outra fonte de exposição é a usinagem, em que o cobalto se dissolve no fluido de usinagem e, portanto, causa um maior potencial de exposição ao cobalto na forma de aerossóis liberados desses fluidos. Foram levantadas então, preocupações sobre a ocorrência de doença ocupacional, ou seja, doença do metal duro, associada à exposição ao cobalto e seus compostos, incluindo ligas de cobalto com a presença de WC. Em 2014, a NTP também divulgou os resultados de um estudo sobre a inalação de poeira de cobalto, que indicaram evidências claras de seu potencial cancerígeno. Embora o WC não apresente restrições, a formação de trióxido de tungstênio ( $WO_3$ ) na forma de *debris* e aerossóis, devido à processos oxidativos e reações químicas com fluidos de usinagem, apresenta riscos à saúde humana [55, 57].

O nióbio, por sua vez, possui biocompatibilidade reconhecida entre os metais. Para aplicações médicas que envolvam o uso de próteses, a liga Ti6Al4V é amplamente utilizada, no entanto, considerações têm sido feitas com relação à presença do vanádio, que tanto em seu estado elementar, quanto na forma de óxidos, apresentam toxicidade. De acordo com Eisenbarth e colaboradores [59], a partir de testes com células da medula óssea de ratos e pós de nióbio, a biocompatibilidade de curto e longo prazo do nióbio é descrita como excelente. E este,

apresenta-se como alternativa ao uso do vanádio como estabilizador de ligas de titânio para aplicações biomédicas [55, 59, 60].

O ferro-nióbio (FeNb) é normalmente produzido por um processo de redução alumino-térmica, que consiste em reações químicas de redução de óxido de nióbio e de minério de ferro com alumínio em um forno a arco elétrico. Uma vez que o nióbio possui alta afinidade com o carbono, a adição direta de uma fonte de carbono neste processo promove a precipitação primária de NbC em uma matriz de ferro. Os carbonetos formados possuem morfologia cúbica e tamanhos variando na faixa de 10 a 40  $\mu\text{m}$ . Neste estágio de desenvolvimento, o percentual em volume da fase NbC dispersa em uma matriz de ferro é de cerca de 60%, podendo chegar a 80%. A liga FeNbC pode, portanto, ser utilizada na produção de ligas à base de ferro contendo uma pequena fração em volume de carbonetos dispersos. Por outro lado, ao aumentar o percentual em volume de carbonetos na liga, esta pode atuar como fonte de pós de carbetos de nióbio grosseiros [3, 55].

O desenvolvimento e pesquisas envolvendo materiais de elevada dureza contendo NbC ainda são muito recentes, mas já demonstram elevado potencial para diversas aplicações tecnológicas, especialmente as que necessitam proteção contra desgaste. Em áreas onde o WC tem gerado problemas econômicos, técnicos e ambientais, estão sendo desenvolvidos projetos industriais de novos materiais contendo nióbio. Os primeiros resultados em peças fundidas reforçadas com NbC já demonstram melhorias substanciais na vida útil dos componentes usados na indústria de mineração. Testes de referência de metais duros à base de NbC já indicam um desempenho favorável na usinagem de componentes de aço [55]. Zhang, Sun e Yu [2] demonstraram, ao realizar ensaios de desgaste por deslizamento a seco, que revestimentos contendo nióbio apresentam excelente resistência ao desgaste em comparação ao aço carbono 0,45%C. Além disso, ao comparar revestimentos, observaram que a presença de NbC distribuídos na matriz promove maior resistência ao desgaste do que aqueles que não possuem nióbio.

### 3.3 DESGASTE ABRASIVO

O desgaste é comumente definido como a perda progressiva de material de uma superfície sólida decorrente do seu contato e movimento relativo sobre outra superfície. O processo de desgaste envolve uma ampla gama de mecanismos, os quais compõem uma classificação do processo pelo qual o material é removido da superfície de contato. O tipo de movimento relativo

entre os corpos em contato também pode ser usado para classificar diferentes processos de desgaste. Os quatro mecanismos básicos de desgaste, que podem atuar também em conjunto, são adesão, abrasão, fadiga superficial e reação triboquímica. Em termos de escala e número de situações em que ocorre, o desgaste abrasivo é o tipo de desgaste mais significativo. Batchelor, Gwidon e Stachowiak [61] destacam que quase todos os equipamentos de processamento mineral estão sujeitos ao desgaste abrasivo pela sílica, tendo em vista sua presença em praticamente todas as rochas e solos [61-64].

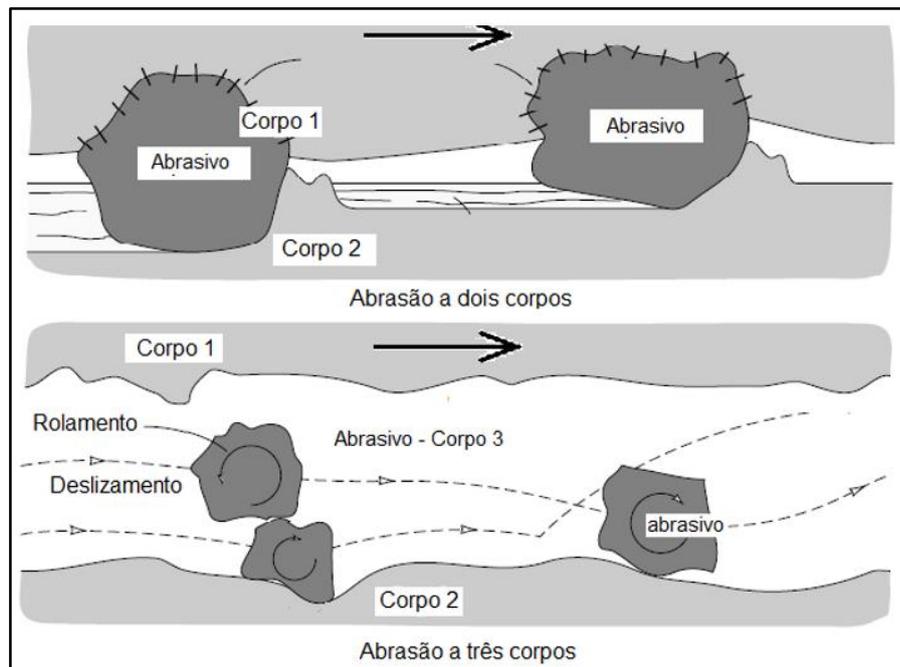
O desgaste abrasivo pode ser definido como a perda de material devido a presença de partículas duras entre duas superfícies em movimento relativo, ou ainda, encrustadas em uma ou ambas as superfícies. Além disso, superfícies que contenham asperidades duras, quando em movimento relativo, podem promover o desgaste abrasivo. As partículas duras podem ser provenientes do processamento, minerais como a sílica e a alumina, ou até mesmo um fragmento de desgaste. As protuberâncias e asperidades podem atuar no desgaste abrasivo se a superfície for muito mais dura do que o contracorpo [64]. Uma vez que o custo com a substituição de itens desgastados apresenta-se em diversos processos, cada vez mais atenção é dada ao desenvolvimento de metodologias para redução do desgaste.

Materiais resistentes ao desgaste são vitais para a durabilidade das ferramentas e equipamentos. Embora tradicionalmente os materiais utilizados como ferramentas sejam o aço rápido, as cerâmicas e os compósitos de metal duro têm ganhado espaço devido as suas vantagens em termos de durabilidade, resistência ao desgaste e produtividade. Os revestimentos espessos, produzidos por AT, são muito úteis para as indústrias da mineração em particular. As ferramentas de extração e processamento de minério, como brocas, trituradores e pás, precisam de revestimentos duros e espessos para mitigar o desgaste abrasivo do minério [61]. Geralmente, a resistência ao desgaste dos revestimentos aumenta com sua densidade e resistência coesiva. Compósitos formados por carbonetos duros dispersos em uma matriz metálica fornecem proteção contra o desgaste [15]. Uma das grandes dificuldades na prevenção e controle do desgaste reside, no entanto, em identificar os mecanismos de desgaste abrasivo envolvidos. Afinal, quase sempre existem vários mecanismos, com características distintas, atuando em conjunto [62].

### 3.3.1 Mecanismos de desgaste abrasivo

Os processos de desgaste abrasivo são tradicionalmente divididos em dois grupos: abrasão a dois corpos e abrasão a três corpos, conforme ilustrado na Figura 11. O desgaste abrasivo a dois corpos ocorre quando uma das superfícies possui asperidades ou partículas abrasivas encrustadas que deslizam através da outra superfície, promovendo a remoção de material. Já na abrasão a três corpos, as partículas abrasivas ficam livres para rolar e deslizar entre duas superfícies deslizantes. A taxa de remoção de material na abrasão a três corpos é cerca de uma a duas ordens de magnitude menor do que na abrasão a dois corpos, tendo em vista que as partículas abrasivas soltas ficam livres para rolar e deslizar, e assim, desgastam as superfícies sólidas entre as quais estão situadas cerca de 10% do tempo, enquanto passam cerca de 90% do tempo apenas rolando, sem riscar ou indentar a superfície [65-68].

Figura 11 – Esquema da abrasão a dois e três corpos.



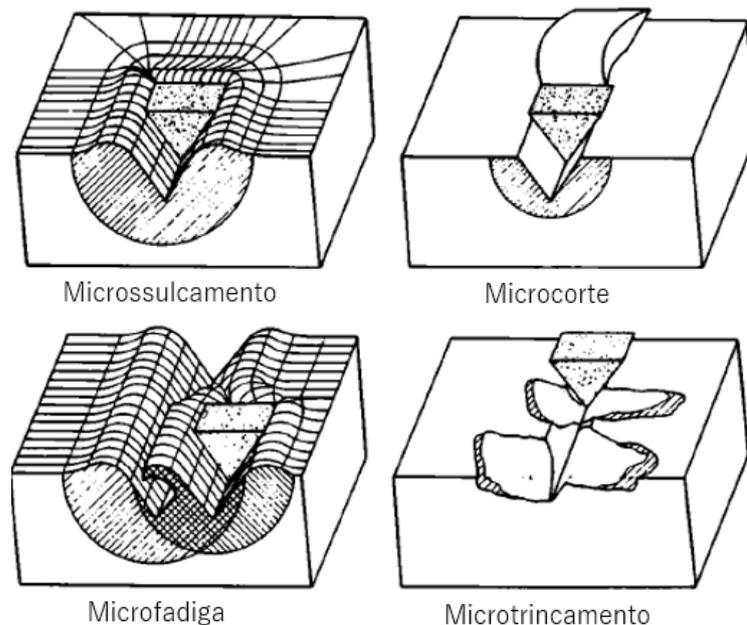
Fonte: Adaptado de [62].

A distinção entre partículas fixas e soltas, implícita na classificação de dois ou três corpos, não é suficiente para descrever o processo de desgaste. Embora as partículas firmemente presas a uma superfície necessariamente deslizem sobre o contracorpo, caso sejam soltas e fiquem livres para atuarem como terceiro corpo, elas poderão deslizar ou rolar entre as superfícies. Em

algumas situações, as partículas podem ainda, deslizar em uma região de um contato e rolar em outra. Torna-se mais útil, portanto, distinguir a abrasão em desgaste abrasivo por deslizamento ou por rolamento, a depender do movimento das partículas abrasivas [65].

Os mecanismos de desgaste abrasivo podem envolver tanto deformação plástica quanto fratura frágil. Em algumas circunstâncias pode ocorrer somente a deformação plástica, no entanto, os diferentes mecanismos frequentemente ocorrem juntos, mesmo em materiais idealmente frágeis [65]. As partículas abrasivas podem remover o material por microssulcamento, microcorte, microtrincamento e microfadiga por repetidas deformações, conforme ilustrado na Figura 12 [64].

Figura 12 – Interações físicas entre a partícula abrasiva e a superfície do material.



Fonte: Adaptado de [64].

O microssulcamento, em uma situação ideal onde ocorre apenas uma única passagem da partícula abrasiva, não resulta em nenhum desprendimento do material da superfície de desgaste. Ocorre então, a formação de uma proa à frente da partícula abrasiva, e o material é continuamente deslocado para os lados para formar cristas adjacentes ao sulco produzido. Durante o microssulcamento, muitas partículas abrasivas atuando simultânea e sucessivamente podem ocasionar a perda de material. O material pode ser deformado repetidamente pela passagem dos abrasivos e pode fraturar por fadiga de baixo ciclo. O microcorte puro resulta em uma perda de material igual ao volume do sulco de desgaste produzido. O microtrincamento

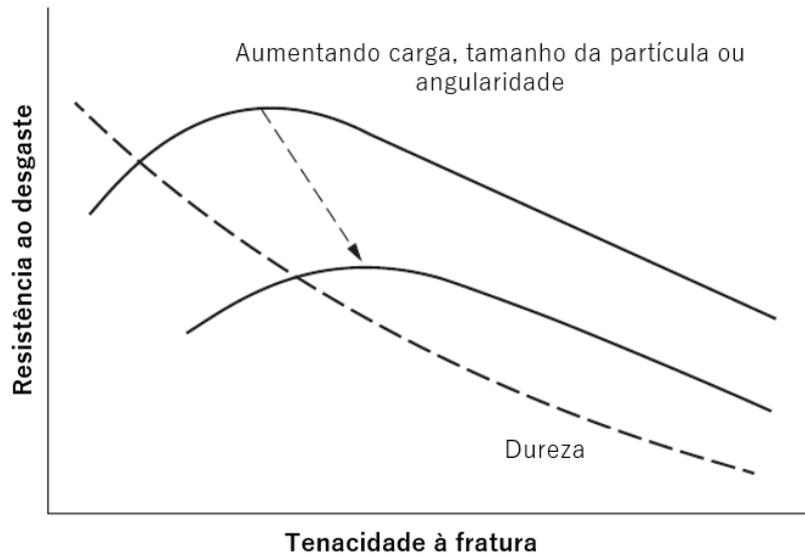
pode ocorrer quando tensões altamente concentradas são impostas por partículas abrasivas, especialmente na superfície de materiais frágeis. Neste caso, grandes *debris* de desgaste são destacados da superfície devido à nucleação e propagação de trincas [64]. Stachowiak [62] descreve ainda, o destacamento de grãos como um outro mecanismo de desgaste abrasivo. Neste mecanismo, o grão inteiro é perdido como *debris* de desgaste, sendo principalmente aplicado aos materiais cerâmicos, em que os contornos de grãos são relativamente fracos.

Os mecanismos de microsulcamento e microcorte são as principais interações abrasivas em materiais mais dúcteis. A transição de microsulcamento para microcorte depende das propriedades do material desgastado, das condições operacionais, do ângulo de ataque e do coeficiente de atrito. O mecanismo muda de microsulcamento para microcorte a medida em que ocorre o aumento na dureza do material utilizado [64]. Segundo Bowden e Tabor [69], materiais muito frágeis podem se deformar plasticamente até que a zona de deformação exceda um valor crítico, o que resulta na formação de trincas. Sendo assim, com aumento da carga ou do tamanho das partículas abrasivas, observa-se uma transição no mecanismo de desgaste. Em baixas cargas ou com pequenas partículas, a fratura pode ser suprimida e o desgaste abrasivo pode ocorrer por processos plásticos. Para cargas mais altas ou partículas maiores, ocorre uma fratura frágil, levando a um aumento acentuado da taxa de desgaste [65].

### **3.3.2 Relação entre resistência ao desgaste abrasivo, dureza e tenacidade à fratura**

A Figura 13, embora apresente um gráfico esquemático, é apoiada por dados experimentais de uma ampla gama de materiais, e indica a relação entre a tenacidade à fratura, a resistência ao desgaste e a dureza, evidenciando ainda, as condições severas de abrasão. Materiais frágeis, como as cerâmicas, apresentam baixa tenacidade à fratura e elevada dureza, no entanto, com o aumento da tenacidade à fratura, sua resistência ao desgaste abrasivo tende a aumentar. Por sua vez, materiais dúcteis como os metais, tendem a sofrer desgaste abrasivo por deformação plástica e, com isso, há o aumento da resistência ao desgaste abrasivo com o aumento da dureza e, conseqüentemente, com a redução da tenacidade à fratura. Ao considerar valores intermediários de dureza e tenacidade, como em aços-ferramenta e ferros fundidos brancos, tanto a dureza quanto a tenacidade à fratura são significativas [64, 65].

Figura 13 – Relação entre tenacidade à fratura e resistência ao desgaste abrasivo de diferentes materiais, metálicos e cerâmicos. Dados obtidos por ensaios do tipo pino-lixas, utilizando lixas de alumina ( $Al_2O_3$ ).



Fonte: Adaptado de [64].

A ocorrência de desgaste abrasivo por mecanismos dominados por deformação plástica, possui a dureza do contracorpo desempenhando papel importante na determinação de sua resistência ao desgaste. Já no desgaste abrasivo por mecanismos de fratura frágil, a tenacidade à fratura é a propriedade mais importante no que tange a resistência ao desgaste, embora a dureza ainda desempenhe um papel. A fratura nem sempre ocorrerá, ainda que em materiais com baixa tenacidade à fratura. Condições de contato severas favorecem a fratura, como por exemplo, na presença de partículas abrasivas angulares, de maior tamanho e dureza, e sob elevada carga normal. Em condições onde a fratura não é relevante, é possível estabelecer uma boa correlação entre a resistência ao desgaste abrasivo e a dureza por indentação de um material [65].

Quando o mecanismo de desgaste abrasivo é dominado pela deformação plástica, um fator a ser considerado na determinação da taxa de desgaste é a fração do volume do sulco de desgaste removida como *debris*. Essa fração varia entre as diferentes classes de material. Ao analisar a relação entre o módulo de elasticidade e a dureza do material, ou seja, a razão  $E/H$ , é possível presumir seu comportamento em desgaste. Baixos valores da razão  $E/H$  favorecem o mecanismo de corte em lugar do sulcamento, resultando em grandes frações de volume de sulco removidos como *debris*. Dessa forma, é possível compreender o comportamento dos materiais cerâmicos, cujos menores valores de  $E/H$  em comparação com os metais, implicam em maiores taxas de desgaste, ainda que ambos os materiais possuam mesma dureza [65].

Greenwood e Williamson [70], ao analisarem o contato entre superfícies nominalmente planas, estabeleceram um critério para distinguir se o contato será elástico ou plástico. Para tal, os autores definiram o índice de plasticidade ( $\psi$ ), dado pela Equação (1), em que o primeiro fator refere-se a propriedades do material e o segundo a propriedades topográficas. Na prática, o índice de plasticidade determina o comportamento das superfícies em contato, em que a carga tem pouco efeito. Para valores de  $\psi$  menores que 0,6, são necessárias elevadas pressões nominais para gerar deformação plástica e, por outro lado, quando  $\psi$  é maior que 1, pressões triviais já promovem o contato plástico.

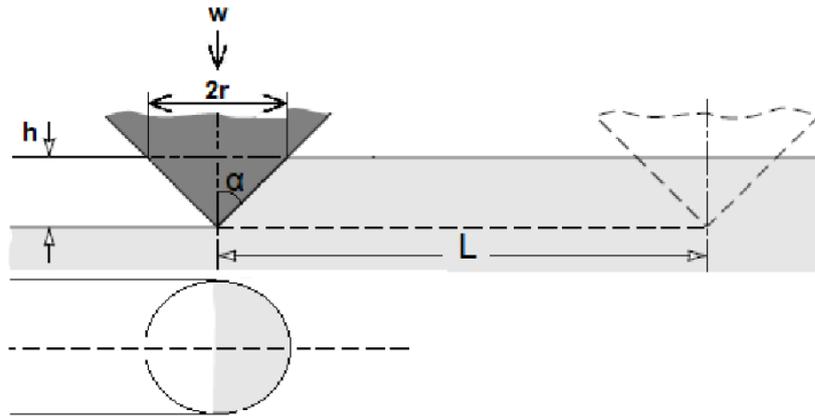
$$\psi = \left( \frac{E'}{H} \right) \sqrt{\frac{\sigma}{\beta}} \quad (1)$$

Ao realizar uma série de experimentos, Greenwood e Williamson [70] observaram valores de  $\psi$  variando de 30 a 0,25, bem como uma redução no índice de plasticidade a partir de processos que envolvam o desgaste abrasivo, como o polimento metalográfico. Dessa forma, o processo de desgaste implicaria em uma redução gradual no valor inicial de  $\psi$ , no regime plástico, para uma faixa elástica. Sendo assim, o desgaste é muito mais provável quando há o contato plástico entre as asperidades (maiores valores da razão E/H) do que em contatos puramente elásticos [70].

### 3.3.3 Modelo analítico para o desgaste abrasivo

Rabinowicz, Dunn e Russel [71] propuseram uma expressão simples para calcular o volume de material removido durante o desgaste abrasivo por deslizamento sob ação de uma partícula abrasiva cônica. A Figura 14 mostra uma partícula abrasiva, idealizada como um cone de semiângulo ( $\alpha$ ), sendo arrastada, por uma distância (L), através da superfície de um material dúctil que escoar sob uma pressão de indentação (P). Forma-se então, um sulco na superfície do material, e o desgaste ocorre pela remoção do material que é deslocado pela partícula abrasiva.

Figura 14 – Modelo para desgaste abrasivo por uma partícula abrasiva.



Fonte: Adaptado de [62].

Considerando que a carga normal da partícula ( $w$ ) é suportada pelo escoamento plástico abaixo da partícula, tem-se, portanto, uma pressão ( $P$ ) atuando sobre a área de contato entre abrasivo e superfície. Como a partícula está em movimento e, portanto, em contato apenas sobre sua superfície frontal, segundo Hutchings e Shipway [65], a carga normal ( $w$ ) da partícula é dada pela Equação (2).

$$w = \frac{1}{2} P \pi r^2 = \frac{1}{2} P \pi (h \tan \alpha)^2 \quad (2)$$

O volume de material deslocado ( $v$ ) do sulco por cada partícula, ao deslizar por uma distância ( $L$ ), é dado pela Equação (3).

$$v = L r h = L h^2 \tan \alpha \quad (3)$$

Sendo assim, supondo que uma fração ( $\eta$ ) do material deslocado será efetivamente removida como *debris* de desgaste, o volume total de *debris* produzido pela partícula abrasiva por unidade de distância de deslizamento, ( $q$ ), é dado pela Equação (4).

$$q = \eta h^2 \tan \alpha \quad (4)$$

Substituindo  $h^2$  da Equação (2), obtém-se a Equação (5).

$$q = \frac{2\eta w}{\pi P \tan \alpha} \quad (5)$$

Somando-se as muitas partículas abrasivas, e assumindo que a pressão de contato (P) é aproximadamente igual ao valor de dureza de penetração do material (H), é possível obter o volume total removido por unidade de distância de deslizamento (Q), dado pela Equação (6).

$$Q = \frac{KW}{H} \quad (6)$$

Na Equação (6), (W) é a carga normal aplicada total e a constante (K) depende da fração ( $\eta$ ) do volume de material deslocado efetivamente removido e da geometria das partículas abrasivas. Este modelo sugere que a taxa de desgaste por unidade de comprimento de deslizamento será diretamente proporcional à carga, e inversamente proporcional à dureza do material, bem como dependerá da forma da partícula. É importante ressaltar, no entanto, que este modelo para o desgaste abrasivo prevê a remoção de material apenas por mecanismos de deformação plástica, não envolvendo, portanto, fratura frágil [65].

As propriedades de desgaste do material estão incluídas tanto em (K) como em (H) e, portanto, segundo Kassman e colaboradores [72], podem ser reformuladas para uma equação de desgaste geral, utilizada para substituir o coeficiente de desgaste (K) por um coeficiente de desgaste dimensional (k), definido pela Equação (7).

$$k = \frac{K}{H} \quad (7)$$

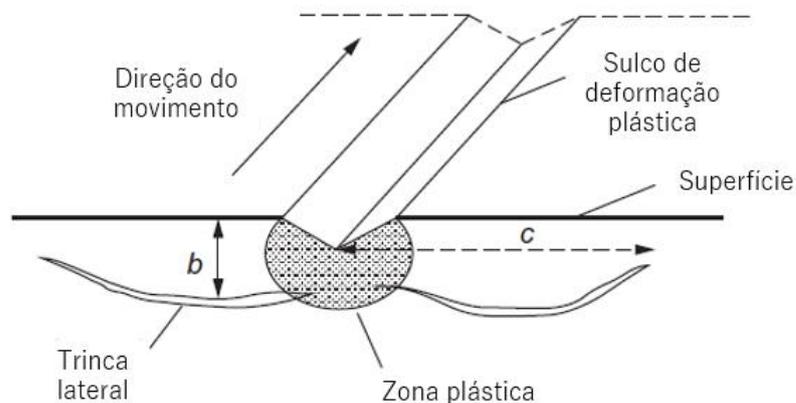
O coeficiente (k) é normalmente considerado uma constante característica do material, determinando a taxa de desgaste para uma situação específica, ou seja, quando todos os outros triboparâmetros, como carga, velocidade, material do contracorpo, temperatura, ambiente, dentre outros, forem considerados constantes [72]. O coeficiente de desgaste dimensional (k), ou taxa de desgaste em abrasão, é comumente expresso em unidades de  $\text{mm}^3(\text{N.m})^{-1}$ .

Reescrevendo a equação do volume total removido por distância deslizada em função do coeficiente de desgaste dimensional, obtém-se a Equação (8).

$$Q = kW \quad (8)$$

Hutchings e Shipway [65] descrevem um outro modelo para o desgaste abrasivo por fratura frágil, baseado na remoção do material pela formação de trincas laterais, conforme ilustrado na Figura 15. Na qual  $b$  indica a profundidade das trincas laterais, proporcional ao raio da zona plástica, e  $c$  indica a propagação lateral dessas trincas. A medida que uma partícula afiada desliza sobre a superfície formando um sulco de deformação, trincas laterais crescem, a partir da zona plástica até atingir a superfície livre, impulsionadas pelas tensões residuais associadas ao material deformado. E assim, as trincas laterais removem placas de material, promovendo o desgaste [65].

Figura 15 – Ilustração esquemática da remoção de material causado pela extensão de trincas laterais abaixo de um sulco de deformação plástica formado em um material frágil.



Fonte: [65].

A taxa de volume desgastado por unidade de deslizamento, devido a todas as partículas abrasivas atuantes,  $Q$ , é dada pela Equação (9). A carga normal das partículas é ( $W$ ), a dureza e a tenacidade à fratura do material são, respectivamente, ( $H$ ) e ( $K_{IC}$ ), e o tamanho da partícula abrasiva é ( $d$ ) [65].

$$Q \propto \frac{W^{5/4} d^{1/2}}{K_{IC}^{3/4} H^{1/2}} \quad (9)$$

Dentre as diferenças observadas entre as equações (6) e (9), destaca-se a carga (W) elevada a um expoente maior que a unidade no modelo de desgaste abrasivo por fratura frágil. Ou seja, a taxa de desgaste pela formação de trincas laterais não varia linearmente com a carga normal, e esta, por sua vez, é mais significativa nos mecanismos frágeis de remoção de material, porque atinge a carga crítica mais rapidamente. Essa dependência da carga leva a uma influência aparente do tamanho da partícula na taxa de desgaste que é bastante distinta dos efeitos de tamanho observados para mecanismos de deformação plástica [65].

O modelo de desgaste por fratura frágil prevê taxas de desgaste consideravelmente mais altas do que aquelas devidas a mecanismos plásticos. O volume englobado pelas trincas laterais é muito maior do que o deslocado no sulco de deformação plástica. Além disso, observa-se uma correlação inversa entre a taxa de desgaste e a tenacidade à fratura do material, em que um aumento na tenacidade possivelmente resultará em redução do desgaste. Outra distinção entre os modelos é a dependência da tenacidade à fratura nos mecanismos frágeis, propriedade esta que tem maior influência sobre a resistência ao desgaste do que a dureza do material. Por fim, o desgaste por fratura frágil ocorrerá apenas quando uma carga crítica em cada partícula for excedida e, abaixo deste limite, uma partícula abrasiva dura causará apenas deformação plástica, conduzindo ao desgaste abrasivo por mecanismos plásticos. Dessa forma, em baixas cargas ou com pequenas partículas, a fratura pode ser suprimida e o desgaste abrasivo pode ocorrer por mecanismos plásticos. Por sua vez, para cargas mais altas ou partículas maiores, ocorre fratura frágil, levando a um aumento acentuado da taxa de desgaste [65].

### 3.4 ENSAIO DE MICROABRASÃO

Os processos de AT tornaram-se, nos últimos anos, alguns dos métodos confiáveis na reconstrução dimensional de peças e componentes críticos como eixos utilizados em diferentes ramos da indústria. Em suas aplicações, podem prevenir ou desacelerar o desgaste das superfícies em contato. Nas últimas décadas, esforços consideráveis têm sido feitos no desenvolvimento de microestruturas e propriedades dos revestimentos aspergidos. No entanto,

o teste e a verificação por experimentação são necessários para avaliar as propriedades dos revestimentos, especialmente quando o desgaste e os defeitos resultantes são significativos [73].

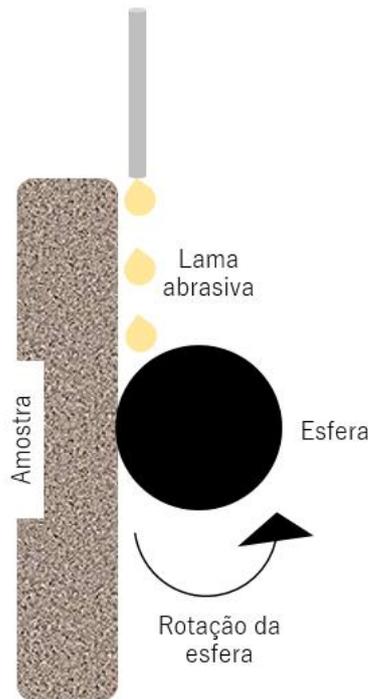
Uma ampla gama de ensaios de desgaste está disponível para examinar a resistência à abrasão. Os ensaios comumente empregados, especificam o uso de abrasivos grosseiros, maiores que 200  $\mu\text{m}$ . No entanto, muitas aplicações industriais expõem seus componentes a abrasivos finos na forma de contaminantes e, assim, o comportamento nessas condições pode não ser bem representado pelos ensaios envolvendo abrasivos grosseiros [74, 75].

Os avanços tecnológicos frequentemente ocorrem por meio da miniaturização de sistemas e envolvem o uso localizado de materiais específicos, o que gerou a necessidade de técnicas para avaliar as propriedades tribológicas de pequenos volumes de material. Evita-se, portanto, uma abordagem mais tradicional, que envolve submeter um material a condições de desgaste controladas enquanto monitora a perda de massa ou mudanças dimensionais do material em volume, tendo em vista as massas e dimensões muito pequenas envolvidas [76, 77]. O ensaio de microabrasão é uma técnica relativamente recente, que possui a vantagem da facilidade na condução do experimento em uma escala relativamente pequena em relação a outros ensaios de desgaste abrasivo [73].

Inicialmente, o ensaio de microabrasão foi desenvolvido para medições de espessura de revestimentos, sendo ainda muito utilizado, para esta aplicação, como um ensaio padrão em muitos laboratórios industriais. Posteriormente, seu uso foi estendido para medições de resistência ao desgaste abrasivo de revestimentos finos ou camadas superficiais e a técnica desenvolvida é conhecida como um ensaio de abrasão em microescala [78].

O princípio básico do ensaio consiste em pressionar uma esfera rotativa na superfície de uma amostra de teste na presença de uma lama abrasiva, que é alimentada por gotejamento na interface entre a amostra e a esfera, conforme Figura 16. É produzida, então, uma calota esférica na amostra, cujas medidas fornecem uma medida do desgaste ocorrido. O tamanho da calota pode ser medido por diferentes métodos, mas em sua maioria, a medição é por microscopia óptica [14].

Figura 16 – Desenho esquemático de um ensaio de microabrasão.



Fonte: Autora.

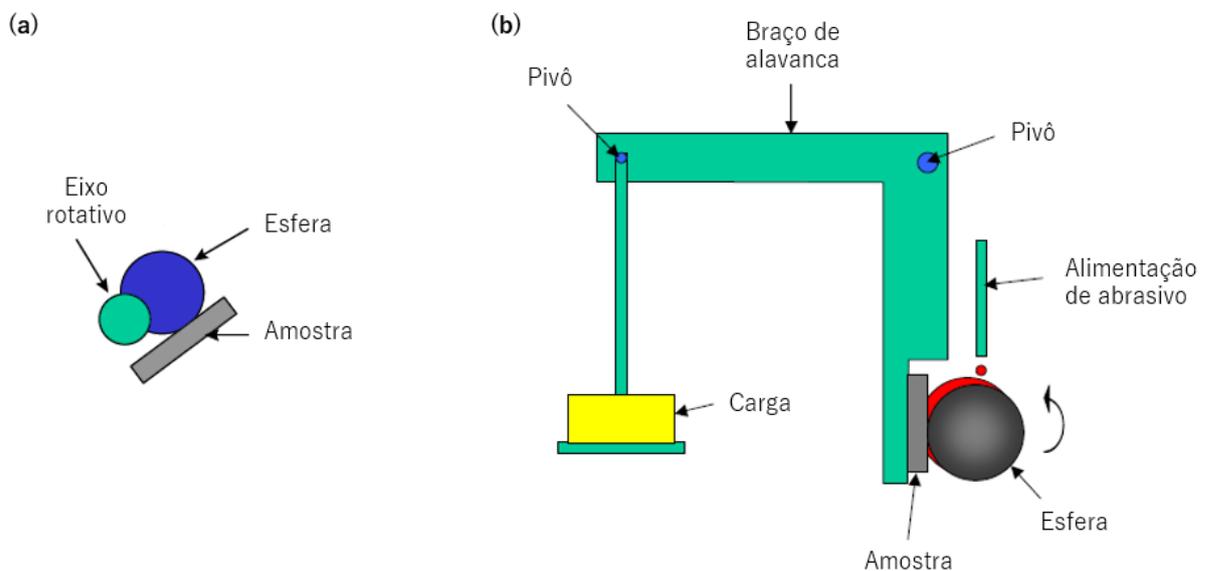
A origem do nome ‘microabrasão’, advém das profundidades e volumes muito pequenos gerados no desgaste da amostra por ação de uma esfera giratória coberta com partículas abrasivas finas. Tais características permitem medições de desgaste em filmes de superfície da ordem de alguns micrometros de espessura. O ensaio de desgaste abrasivo em microescala foi projetado para avaliar o comportamento em desgaste de materiais utilizando abrasivos muito pequenos, na faixa de 1 a 10  $\mu\text{m}$  [74]. Este pequeno tamanho de grãos abrasivos é deliberadamente escolhido para obter imagens ópticas de boa qualidade das calotas de desgaste para a determinação precisa da espessura do revestimento ou do volume desgastado [78].

O ensaio de microabrasão tem evoluído como um método experimental adequado para avaliar e comparar o desempenho em desgaste abrasivo de revestimentos finos, e atualmente está sendo avaliado como um possível método de ensaio padrão para avaliar a resistência à abrasão dos revestimentos [13]. Recentemente, o ensaio de desgaste abrasivo em microescala ganhou ampla aceitação em universidades e centros de pesquisa e é amplamente utilizado em estudos de desgaste abrasivo de materiais [79].

### 3.4.1 Configurações do ensaio

Existem duas metodologias principais, distintas essencialmente com relação ao modo como a esfera gira, que ganharam ampla aceitação entre a comunidade tribológica. Os dois tipos de ensaios, chamados de esfera-livre e esfera-fixada, são apresentados na Figura 17.

Figura 17 – Desenho esquemático do ensaio de microabrasão: (a) Configuração esfera-livre; (b) Configuração esfera-fixada.



Fonte: Adaptado de [14].

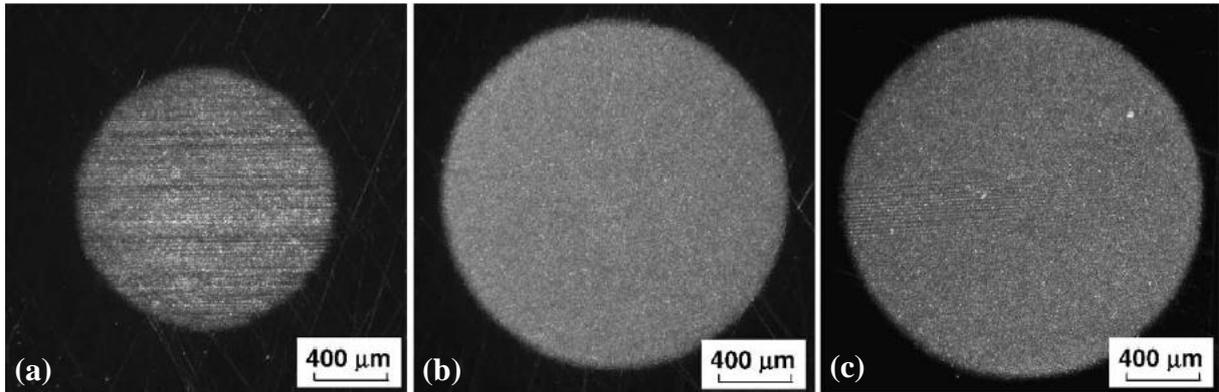
No ensaio de microabrasão na configuração esfera-livre, a esfera é posicionada entre a amostra e um eixo rotativo entalhado, responsável por movimentar a esfera. Esta, por sua vez, pode deslizar, já que seu acionamento não é de maneira direta. Com isso, é razoável que tenham incertezas associadas à velocidade de rotação da esfera e ao número de rotações. A carga normal aplicada é efetivamente o peso morto da esfera, de maneira que, ajustando-se a inclinação da amostra, obtém-se outras cargas. Existem, no entanto, limitações práticas em aumentar a carga reduzindo a inclinação da amostra, já que há uma tendência crescente da esfera deslizar sobre a amostra produzindo, assim, calotas não esféricas. O valor da carga normal é calculado pela resolução de forças em um plano inclinado. Dentre as limitações do ensaio nesta configuração, consta a carga aplicada, limitada pelo peso da esfera e pela faixa de inclinações possíveis, resultando em um valor máximo de aproximadamente 0,4N [14].

Na configuração de ensaio do tipo esfera-fixa, a esfera é fixada entre dois eixos coaxiais de transmissão, que conduzem diretamente as rotações. Para evitar o deslizamento da esfera com relação ao eixo, posiciona-se um anel de borracha entre os dois. Sendo assim, obtém-se o número preciso de revoluções e, portanto, da distância deslizada. A carga é posicionada em um braço de alavanca, responsável por pressionar a amostra contra a esfera. Dessa forma, são viáveis cargas que excedam o peso da esfera. A desvantagem deste modelo de ensaio consiste na possibilidade de a esfera desenvolver uma trilha de desgaste e, assim, produzir calotas não esféricas na amostra [14].

### **3.4.2 Micromecanismos de desgaste em microabrasão**

Nos ensaios de microabrasão, que utilizam partículas abrasivas livres, dois modos distintos de desgaste podem ser identificados. O modo dominante é controlado pela natureza do movimento das partículas abrasivas na região de contato entre a esfera e a amostra. No caso das partículas abrasivas não se moverem com relação à superfície da esfera, mas atuarem como indentadores fixos movendo-se através da amostra, serão produzidos, então, uma série de sulcos finos e paralelos na superfície da amostra. O resultado será, portanto, o chamado desgaste abrasivo por riscamento, ou abrasão a dois corpos. Se, por outro lado, as partículas abrasivas estiverem livres para rolar entre as duas superfícies, serão produzidas múltiplas indentações, sem direcionalidade evidente, caracterizando, portanto, o desgaste abrasivo por rolamento, ou abrasão a três corpos. Existe ainda um regime caracterizado pela presença concomitante dos dois mecanismos anteriores, o qual produz um modo de desgaste misto [80]. A Figura 18 mostra os possíveis mecanismos de desgaste obtidos em ensaios de microabrasão.

Figura 18 – Mecanismos de desgaste em microabrasão: (a) Abrasão a dois corpos ou riscamento; (b) Abrasão a três corpos ou rolamento; (c) Desgaste abrasivo misto.



Fonte: [80].

Rabinowicz e Mutis [81] afirmam em seus trabalhos que os experimentos de desgaste abrasivo possuem boa reprodutibilidade, no caso, melhor que a de outras formas de desgaste. Ambos os mecanismos de desgaste abrasivo, riscamento ou rolamento, ocorrem praticamente na mesma frequência e, portanto, são objeto de interesse. No entanto, o desgaste abrasivo por rolamento tende a produzir maior reprodutibilidade de resultados, além de permitir que as condições de equilíbrio sejam estabelecidas em ensaios de longa duração.

Um requisito fundamental de um ensaio de desgaste padronizado é que ele forneça medições confiáveis e reprodutíveis. No entanto, os mecanismos e as taxas de desgaste podem variar amplamente com as mudanças nas condições de ensaio. Os mecanismos de desgaste em um ensaio de microabrasão podem mudar a medida em que alguns parâmetros são alterados, tais como carga, velocidade de rotação, concentração de abrasivo, características das partículas abrasivas, material da esfera e suas condições superficiais [82].

### 3.4.3 Parâmetros que afetam o ensaio de microabrasão

As partículas responsáveis pelo desgaste abrasivo podem ser intrínsecas ao processo ou a uma determinada aplicação, como em ferramentas usadas para cultivar solo ou escavar areia que, inevitavelmente, serão expostas a partículas duras. Da mesma maneira, os dutos responsáveis pelo transporte de lamas de minério nas operações de mineração. Em outras situações, as partículas podem ser contaminantes difíceis de evitar, como partículas finas de areia no ar que

contaminam o óleo lubrificante. Os processos de oxidação e desgaste de componentes podem também, gerar partículas duras que atuarão como abrasivos. Os debrís de desgaste de óxidos de ferro, podem ser produzidos no desgaste por deslizamento de aços e, eventualmente, gerar mais danos por abrasão. Em um cenário de lubrificação deficiente, é possível ainda, que ocorra o desgaste abrasivo por riscamento devido as diferenças de dureza e asperidades entre duas superfícies deslizantes [80].

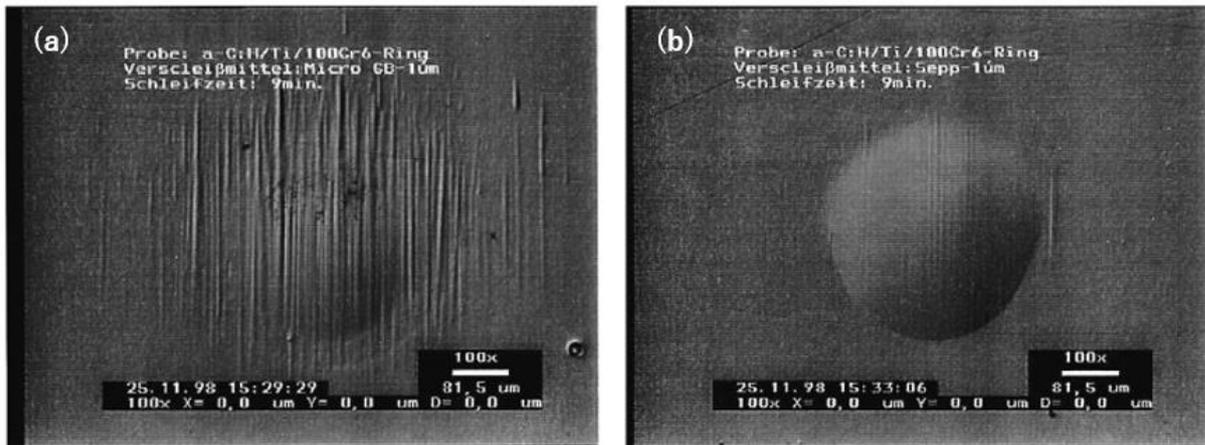
A dureza das partículas abrasivas influencia a taxa de desgaste e, de maneira geral, abrasivos mais duros do que a superfície causam mais desgaste do que aqueles de menor dureza. No entanto, ao considerar partículas abrasivas com dureza muito superior à da superfície, observa-se que o valor exato da dureza perde importância, e assim, é mais interessante avaliar a relação entre as durezas do abrasivo e da superfície,  $H_A/H_S$ . As taxas de desgaste tornam-se mais sensíveis a essa razão de durezas quando esta é menor do que aproximadamente a unidade,  $H_A/H_S < \approx 1$  [65, 77].

Hutchings e Shipway [65] explicam, com base na mecânica do contato, que se o material da superfície escoar plasticamente uma vez que sua tensão de escoamento é excedida, ocorrerá, então, significativo escoamento plástico na superfície quando a pressão média de contato atingir cerca de três vezes sua tensão de escoamento uniaxial ( $\sigma_y$ ). Essa pressão de contato é justamente a dureza por indentação da superfície, em que a forma da partícula possui pouca influência. A indentação plástica da superfície ocorre a medida em que se aumenta a carga normal da partícula, e esta, por sua vez, precisa sustentar essa pressão de contato sem sofrer deformações. Sendo assim, caso ocorra o escoamento ou fratura da partícula antes da pressão de contato atingir o triplo da tensão de escoamento ( $3\sigma_y$ ), a superfície sofrerá deformação plástica insignificante.

Nos ensaios de microabrasão, considerando as forças de atrito que atuam entre as superfícies e as partículas abrasivas, foi demonstrado que haverá um limite superior de tamanho do abrasivo que pode ser deslocado para a interface entre a esfera e a amostra. Caso nenhum abrasivo atue na interface, o mecanismo de desgaste muda completamente. Sendo assim, para esferas comumente utilizadas de 25 mm de diâmetro, os abrasivos devem possuir, no máximo, de 10 a 20  $\mu\text{m}$  de diâmetro. Essa é, portanto, a principal razão pela qual o uso de abrasivos finos é o mais apropriado para os ensaios de microabrasão, sendo normalmente utilizados abrasivos com menos de 5  $\mu\text{m}$  de diâmetro. Além disso, sob algumas condições pode haver dificuldade na medição de calotas formadas por abrasivos grosseiros, tendo em vista que as bordas das calotas

são ofuscadas pelos riscos dos abrasivos, como mostrado na Figura 19. Nestes casos, o uso de abrasivos mais finos contribui para uma melhor definição da calota de desgaste [77].

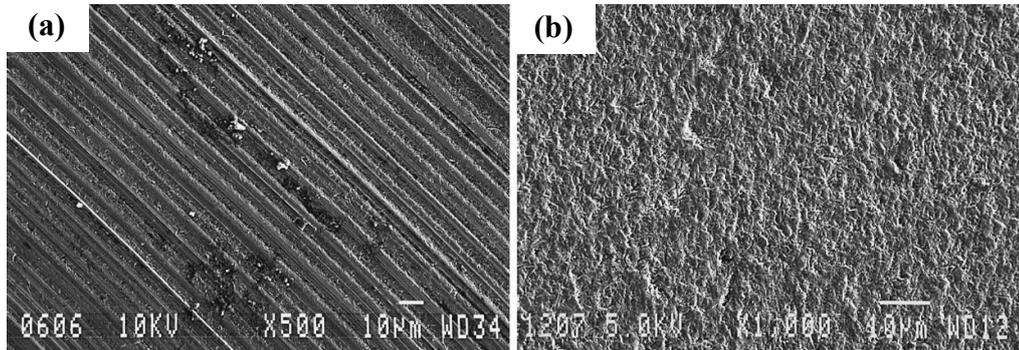
Figura 19 – Efeito do tamanho do abrasivo nas calotas de desgaste: (a) Riscos profundos de abrasivos grosseiros; (b) Calota bem definida de abrasivos finos.



Fonte: [77].

Em seus trabalhos, Trezona, Allsopp e Hutchings [83] consideraram que o mecanismo de desgaste abrasivo por riscamento foi dominante em condições de altas cargas e baixas concentrações da lama abrasiva. Tal mecanismo, nos ensaios de microabrasão, ocorre quando uma proporção significativa de abrasivos penetra na superfície de rolamento da esfera e atua como indentadores fixos, produzindo uma série de sulcos finos e paralelos na amostra. Na Figura 20 (a) é possível observar sulcos íngremes que correspondem bem em tamanho às partículas abrasivas, o que sugere que os riscos de desgaste foram, de fato, produzidos pelos abrasivos e não por asperezas na esfera.

Figura 20 – Superfícies desgastadas de aço-ferramenta submetidas a ensaios de microabrasão com SiC: (a) Desgaste por riscamento; (b) Desgaste por rolamento.

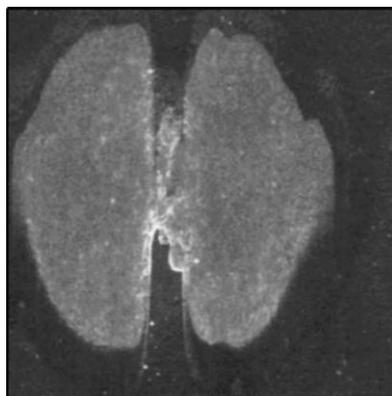


Fonte: [83].

Em baixas cargas e/ou altas concentrações de abrasivos, por sua vez, o mecanismo de desgaste dominante foi o rolamento, no qual as partículas abrasivas não se fixam, mas permanecem livres para rolar entre as superfícies produzindo, assim, múltiplas indentações, sem direcionalidade evidente, conforme mostrado na Figura 20 (b). Em condições intermediárias de carga e concentração de abrasivos, algumas calotas exibem um comportamento de desgaste misto, com a presença de riscos e múltiplas indentações [83].

Ao analisar o efeito da carga no ensaio de microabrasão, observa-se que em cargas muito altas, as calotas de desgaste não se formam adequadamente, exibindo o fenômeno de *ridges*, como mostra a Figura 21. São situações em que pouco ou nenhum desgaste ocorre no centro da calota devido ao bloqueio da entrada de abrasivo, resultante das altas pressões de contato [77, 83].

Figura 21 – *Ridge* formado no centro da calota em amostra de aço-ferramenta revestido com nitreto de titânio (TiN) sob condições de deslizamento a seco e alta carga.



Fonte: [77].

A composição da lama abrasiva pode afetar a taxa de desgaste caso promova corrosão ou reações químicas na superfície da amostra, gerando um efeito sinérgico com o desgaste. Existem evidências de que as propriedades físicas do fluido, como a viscosidade, são capazes de afetar os resultados, caso dos fluidos de alta viscosidade, como a glicerina. No entanto, para os fluidos de suspensão comumente utilizados, como a água, observa-se que a velocidade do movimento relativo entre a esfera e a amostra é suficientemente baixa para que os efeitos da lubrificação hidrodinâmica não impactem os resultados [77].

O material da esfera utilizada no ensaio de microabrasão pode interferir nos resultados a depender da dureza relativa. Ou seja, uma esfera de menor dureza facilita o engaste dos abrasivos, reduzindo a separação entre as superfícies e aumentando o desgaste por riscamento. A baixa dureza, pode ainda, levar a deformação da esfera sob a carga aplicada, tornando a área de contato muito maior do que o esperado, dificultando assim, a análise dos resultados. A condição superficial da esfera também afeta o comportamento em desgaste. À medida que as esferas são usadas nos ensaios, tornam-se mais rugosas devido à abrasão e a danos corrosivos. O desgaste é mais reprodutível quando são utilizadas esferas desgastadas nos ensaios de microabrasão, o que possivelmente tem relação com o aprisionamento do abrasivo de forma aleatória e irregular na superfície rugosa da esfera. Esse aprisionamento não ocorre em esferas novas, mas à medida que o ensaio prossegue e a esfera fica gradualmente mais áspera, os abrasivos tendem a ficar presos e serem conduzidos ao ponto de contato [77, 84].

Diante de tantos parâmetros que afetam o ensaio de microabrasão, Trezona, Allsopp e Hutchings [83] afirmam que os valores do coeficiente de desgaste só são diretamente comparáveis se obtidos nas mesmas condições de tipo de abrasivo e de fração em volume de abrasivo. Os valores obtidos sob cargas diferentes, mas com lamas abrasivas idênticas, são comparáveis apenas para o mecanismo de desgaste por rolamento. Resultados obtidos com diferentes distâncias de deslizamento, mas sob outras condições idênticas, podem ser comparáveis para ambos os mecanismos de desgaste [83].

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 MATERIAIS

O material em estudo foi recebido como amostras de aço SAE 1020 revestidas com FeNbC pelo processo de aspersão térmica chama a pó, produzidas em trabalho anterior por Bonetti [3]. A composição química dos pós de FeNbC é apresentada na Tabela 2. As amostras foram produzidas após a realização de limpeza superficial do substrato por meio de jateamento abrasivo com óxido de alumínio marrom. O pré-aquecimento do substrato foi feito por meio de uma chama redutora de um queimador, e também pela chama da própria pistola de aspersão térmica [3].

Tabela 2 – Composição química do FeNbC (% peso).

<b>Nb</b>	<b>Fe</b>	<b>C</b>	<b>Al</b>	<b>Ti (ppm)</b>	<b>Si</b>	<b>Ta</b>	<b>Pb</b>	<b>S</b>
40,2	43,3	6,51	3,92	489	0,80	< 0,10	< 0,10	0,03

Fonte: [3].

Utilizou-se o processo de FS com chama oxiacetilênica para produzir as amostras. A combustão foi realizada com chama oxidante, na qual a taxa de combustão utilizada foi de 2:1 (oxigênio/acetileno). Quatro parâmetros do processo foram variados em três níveis cada: granulometria do pó, distância de aspersão, taxa de alimentação e pré-aquecimento do substrato. A pistola de aspersão foi mantida em posição perpendicular com relação ao substrato no momento da deposição. Para assegurar uma espessura constante, as amostras foram mantidas fixas no dispositivo de fixação e a pistola de aspersão foi movida em uma distância de aspersão predeterminada e com velocidade constante. A Tabela 3 apresenta os parâmetros do processo de FS utilizados nas deposições dos revestimentos.

Tabela 3 – Parâmetros utilizados no processo de FS para produção das amostras em estudo.

<b>Parâmetros do processo de FS para produção das amostras</b>			
<b>Modelo da pistola</b>	6PII – Metco		
<b>Modelo do alimentador</b>	5MPE		
<b>Pressão de oxigênio (PSI)</b>	40		
<b>Fluxo de oxigênio (SCFH)</b>	80		
<b>Pressão de acetileno (PSI)</b>	15		
<b>Fluxo de acetileno (SCFH)</b>	40		
<b>Pressão de gás de transporte (PSI) - Argônio</b>	49		
<b>Fluxo de gás de transporte (SCFH) – Argônio</b>	10		
<b>Pressão de ar comprimido (PSI)</b>	14,15		
<b>Taxa de alimentação do pó (g/min)</b>	40	50	60
<b>Distância de aspersão (mm)</b>	150	200	250
<b>Granulometria do pó (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	- 53	- 75	+ 53 - 75
<b>Pré-aquecimento do substrato (<math>^{\circ}\text{C}</math>)</b>	50	150	250

Fonte: [3].

Na Tabela 3 são apresentados os três grupos de frações granulométricas de pós utilizados no processamento do revestimento. Dos quais, um dos grupos é composto por pós, em sua maioria, menores que 53  $\mu\text{m}$ , outro por pós menores que 75  $\mu\text{m}$ , além de um grupo contendo pós maiores que 53  $\mu\text{m}$  e menores que 75  $\mu\text{m}$ . Além disso, foram utilizadas três distâncias de aspersão distintas, de 150, 200 e 250 mm. As taxas de alimentação utilizadas foram de 40, 50 e 60 g/min. E as temperaturas de pré-aquecimento do substrato foram de 50, 150 e 250  $^{\circ}\text{C}$ .

Para o processamento das amostras, utilizou-se o planejamento experimental de Taguchi com arranjo ortogonal L9, resultando em nove condições de estudo. O objetivo básico de um planejamento Taguchi é identificar as condições que otimizam a performance de um processo ou produto. Taguchi defende o uso da razão sinal/ruído (SNR), ou seja, maximizar a performance de um sistema ou produto minimizando o efeito de ruídos enquanto maximiza o desempenho médio. A SNR é tratada como uma resposta do experimento, que é uma medida de variação quando fatores de ruído não controlados estão presentes no sistema [85]. A metodologia de Taguchi encontra-se detalhada no Apêndice deste trabalho.

A porosidade e o teor de óxidos das amostras foram quantificados a partir da análise de imagens, obtidas por MEV, da seção transversal do revestimento. Com o auxílio do software ImageJ,

determinou-se a fração de óxidos e poros. Os valores médios e a dispersão de medidas foram obtidos a partir da análise de quinze imagens de cada condição experimental. Estas apresentaram, em média, entre 4 e 8,5% de poros. O teor de óxidos é apresentado na Tabela 4, assim como as nove condições de estudo com seus respectivos parâmetros de processo determinados pelo planejamento experimental de Taguchi.

Tabela 4 – Nove condições de estudo com seus respectivos parâmetros de processo e o teor de óxidos resultante.

<b>Condição</b>	<b>Granulometria do pó (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Distância de aspersão (mm)</b>	<b>Taxa de alimentação (g/min)</b>	<b>Pré-aquecimento do substrato (<math>^{\circ}\text{C}</math>)</b>	<b>Teor de óxidos (%)</b>
1	- 53	150	40	50	$11,6 \pm 0,4$
2	- 53	200	50	150	$8,6 \pm 0,1$
3	- 53	250	60	250	$7,1 \pm 0,3$
4	- 75	150	50	250	$6,9 \pm 0,9$
5	- 75	200	60	50	$9,1 \pm 0,8$
6	- 75	250	40	150	$6,9 \pm 0,8$
7	+ 53 - 75	150	60	150	$6,6 \pm 0,7$
8	+ 53 - 75	200	40	250	$5,9 \pm 0,6$
9	+ 53 - 75	250	50	50	$10,17 \pm 1,27$

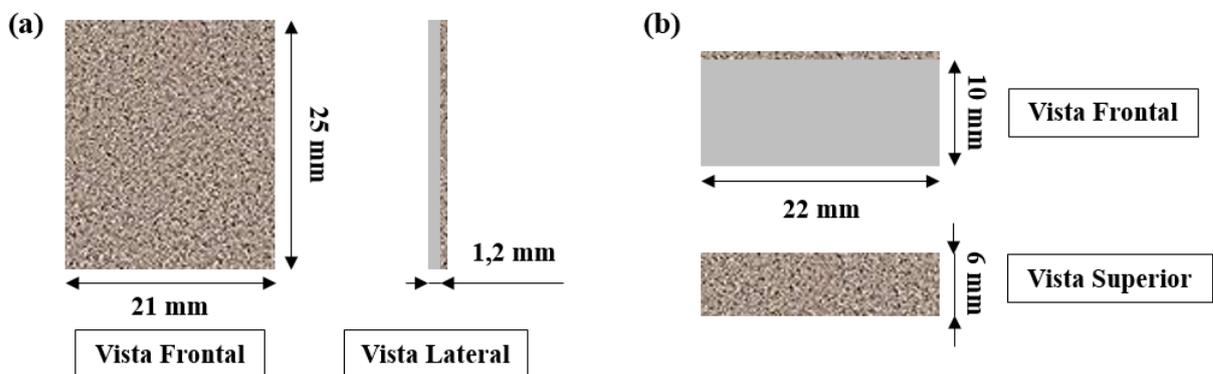
Fonte: Adaptado de [3].

## 4.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Após o recebimento do material foram realizados o corte e a preparação metalográfica das amostras de duas maneiras distintas, a depender do tipo de análise ou ensaio a que seriam submetidas. A Figura 22 (a) ilustra a geometria das amostras utilizadas nos ensaios de microabrasão. Os ensaios de microabrasão resultam em calotas de desgaste da ordem de 1000 micrometros e, com isso, requerem uma superfície maior para realização dos ensaios, não sendo viável, portanto, a utilização da seção transversal. Além disso, a limitação imposta pelo equipamento com relação a espessura do conjunto revestimento/substrato foi facilmente contornada com o uso de um suporte que garantiu a fixação adequada da amostra. Na vista frontal da Figura 22 (a) estão indicadas as dimensões de 21 x 25 mm (comprimento x largura) da superfície da amostra utilizada nos ensaios de microabrasão.

As análises de propriedades como aderência e tenacidade à fratura, assim como a caracterização microestrutural, foram conduzidas na seção transversal do revestimento. As amostras foram seccionadas conforme ilustrado na Figura 22 (b), em que é possível observar na vista frontal a seção transversal do revestimento aderido ao substrato de aço. Na vista frontal da Figura 22 (b) estão indicadas as dimensões de 22 x 10 mm (comprimento x largura) da superfície da amostra efetivamente utilizada nas análises.

Figura 22 – Desenho esquemático das amostras utilizadas neste estudo: (a) Amostra dos ensaios de microabrasão na superfície; (b) Amostra das análises na seção transversal.



Fonte: Autora.

Foi realizado, inicialmente, o embutimento a frio com resina acrílica das amostras de seção transversal do revestimento, conforme recomendado pela norma ISO 27307:2015 [8]. Esta

recomendação tem por objetivo evitar danos e alterações microestruturais nas amostras, que podem ser sensíveis ao calor e à pressão. Em seguida, foi feito o lixamento das amostras, utilizando lixas de papel de #180, #220, #320, #500, #800, e #1200, nesta sequência. Por fim, foi realizado o polimento com soluções de alumina 1,0 e 0,3  $\mu\text{m}$ . A preparação metalográfica das amostras foi realizada nos equipamentos pertencentes ao Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) do Centro Tecnológico da UFES.

Visualmente, observou-se que as amostras de superfície revestida eram rugosas. Com isso, foi realizada a medição da rugosidade média ( $R_a$ ), e como resultado, considerando todas as nove condições em estudo, obteve-se um valor médio de  $R_a$  igual a  $12,2 \pm 2,2 \mu\text{m}$ . Foi feito, então, o lixamento com lixa de papel de #1200 seguido de polimento em solução de alumina 1,0  $\mu\text{m}$ . Dessa forma, atingiu-se uma redução na rugosidade de cerca de 75 %, resultando em um valor médio de  $R_a$  de  $2,6 \pm 0,6 \mu\text{m}$ . Tal preparação foi necessária para reduzir a rugosidade superficial do revestimento, tendo em vista a posterior realização dos ensaios de microabrasão. O controle da rugosidade superficial foi realizado de acordo com medições do parâmetro de rugosidade média ( $R_a$ ), utilizando o rugosímetro Surtronic 25 da Taylor Hobson®, pertencente ao TRICORRMAT – UFES.

A caracterização das amostras foi feita utilizando-se técnicas de microscopia óptica (MO) em um microscópio Nikon, modelo Eclipse MA200 do TRICORRMAT – UFES. Além de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia por energia dispersiva (EDS), em um microscópio JEOL, modelo JSM-IT200, pertencente ao Departamento de Ciências Florestais e da Madeira (DCFM) da UFES – Campus Jerônimo Monteiro. A medição das espessuras dos revestimentos se deu a partir de imagens de MO, onde foram feitas 10 medições em regiões distintas da seção transversal do revestimento, para então calcular a média desses valores para cada condição em estudo.

As relações entre as propriedades mecânicas e tribológicas e as características microestruturais dos revestimentos, foram analisadas por meio do coeficiente de correlação linear de Pearson, o qual varia de - 1 a 1. Ao analisar a correlação entre duas variáveis, sabe-se que sinal positivo indica que o aumento de uma variável está relacionado ao aumento da outra. Enquanto que o sinal negativo aponta para a redução de uma das variáveis à medida que ocorre o aumento da outra. O valor, em módulo, do coeficiente de Pearson, por sua vez, sugere a intensidade da relação entre as variáveis, de maneira que, quanto mais próximo da unidade, maior é o grau de dependência estatística linear entre as variáveis. Em contrapartida, quanto mais próximo de zero, menor a intensidade dessa relação [86].

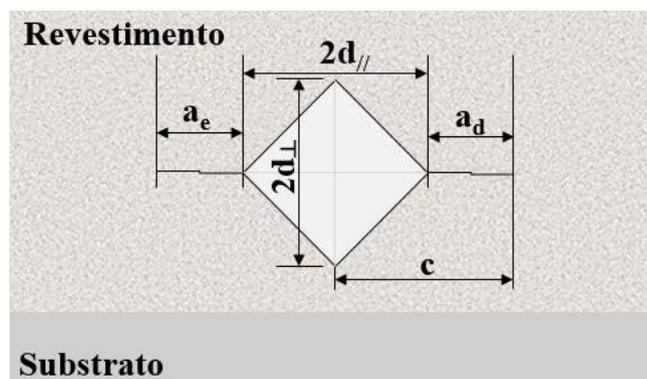
Para avaliar a influência dos parâmetros do processo de FS nas características e propriedades dos revestimentos de FeNbC foram realizadas análises de variância (ANOVA). Os fatores em análise foram granulometria dos pós, distância de aspersão, taxa de alimentação e pré-aquecimento do substrato. Associado ao quadro ANOVA, também foram realizadas análises estatísticas utilizando o teste de Tukey, cujo objetivo foi avaliar os níveis dos parâmetros significativos que mais influenciaram os resultados. O detalhamento da análise estatística encontra-se no Apêndice deste trabalho.

#### 4.2.1 Tenacidade à fratura por indentação

As medições da tenacidade à fratura dos revestimentos foram realizadas pelo método IF. Os ensaios foram conduzidos na seção transversal dos revestimentos, utilizando um indentedor Vickers. Os revestimentos produzidos por AT apresentam microestrutura anisotrópica caracterizada tipicamente por lamelas, como resultado intrínseco do processo de deposição. Sendo assim, a indentação gera, principalmente, trincas interlamelares, uma vez que esta direção é a mais propensa a decoesão [87]. Neste trabalho, foram consideradas indentações que produziram trincas paralelas à interface do revestimento com o substrato.

As indentações Vickers, e também as medições das diagonais e das trincas foram feitas em um microdurômetro Shimadzu pertencente ao TRICORRMAT – UFES. Os ensaios foram conduzidos com cargas que variaram de 500 a 1000 gf (grama-força), definidas a partir de ensaios exploratórios com as cargas disponíveis no equipamento. Na Figura 23 é apresentado um desenho esquemático das trincas paralelas à interface, produzidas nos cantos da indentação.

Figura 23 – Desenho esquemático da indentação Vickers com trincas na seção transversal do revestimento.



Fonte: Adaptado de [88].

O comprimento total da trinca ( $c$ ), descrito na Equação (10), foi estimado a partir de uma média de cinco indentações válidas, ou seja, aquelas semelhantes a Figura 23 e que geraram trincas paralelas às lamelas.

$$c = \frac{(2d_{\parallel} + 2d_{\perp})}{4} + \frac{a_e + a_d}{2} \quad (10)$$

Os termos da Equação (10) estão ilustrados na Figura 23, onde  $2d_{\parallel}$  e  $2d_{\perp}$  representam, respectivamente, as diagonais da indentação Vickers paralela e perpendicular às lamelas. Enquanto os termos  $a_e$  e  $a_d$  referem-se, respectivamente, aos comprimentos das trincas a esquerda e a direita da indentação.

Para o cálculo da tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ), foi utilizado o modelo proposto por Niihara, Morena e Hasselman [89], conforme Equação (11). Os autores utilizaram como material o compósito WC-Co no desenvolvimento de seu modelo. Nesse sentido, destaca-se que a equação proposta por Niihara, Morena e Hasselman [89], utilizada na determinação da tenacidade à fratura por indentação, possui maior aplicabilidade em materiais homogêneos e isotrópicos [90]. No entanto, Ponton e Rawlings [90] afirmam que a tenacidade à fratura por indentação Vickers possui vantagens experimentais que, em equilíbrio, superam as desvantagens, particularmente quando é usada no desenvolvimento de materiais frágeis para mensurar a tenacidade à fratura intrínseca desses materiais, para os quais os métodos convencionais não são adequados.

A partir de ensaios exploratórios, verificou-se um padrão condizente com trincas medianas/radiais, em que os comprimentos das trincas eram consideravelmente maiores que as diagonais da indentação. O trabalho de Lima e colaboradores [88] também foi determinante na escolha do modelo, tendo em vista que os autores também avaliaram a tenacidade à fratura de revestimentos aspergidos termicamente.

$$K_{IC} = 0,0711 \left( H_V d^{1/2} \right) \left[ \frac{E}{H_V} \right]^{2/5} \left[ \frac{c}{d} \right]^{-3/2} \quad (11)$$

A tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) é função da dureza Vickers ( $H_V$ ) e do módulo de elasticidade ( $E$ ) do revestimento, além do comprimento da trinca ( $c$ ) e da diagonal da indentação ( $d$ ). Os dois últimos obtidos a partir das indentações realizadas durante os ensaios de fratura por indentação. Ressalta-se ainda, que o modelo utilizado possui validade para razões  $c/d \geq 2,5$ , o que foi considerado também na definição de quais indentações eram válidas para o cálculo da tenacidade à fratura [45, 89].

Os valores de dureza Vickers ( $H_V$ ), utilizados nos cálculos de tenacidade à fratura, foram obtidos a partir de ensaios de microdureza com carga de 200 gf, e tempo de aplicação de 10 segundos. O valor da dureza foi obtido a partir da média aritmética de 10 indentações feitas em diferentes regiões da seção transversal do revestimento. Os ensaios foram conduzidos no microdurômetro Shimadzu do TRICORRMAT – UFES.

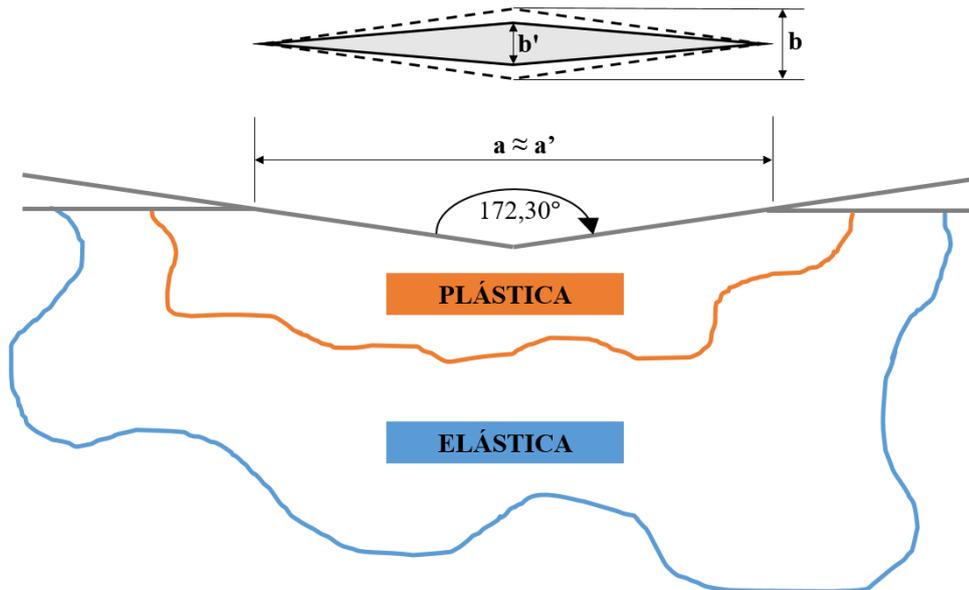
#### 4.2.1.1 Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade ( $E$ ), necessário para determinação da tenacidade à fratura do revestimento, foi calculado utilizando o método de Marshall, Noma e Evans [91]. No desenvolvimento do modelo, os autores consideraram uma indentação elíptica bidimensional, produzida por uma pressão, com os eixos maior e menor na mesma proporção das diagonais de indentação Knoop. O volume da indentação é acomodado pela deformação plástica em uma zona localizada em torno da indentação e por deslocamentos elásticos do material circundante. Com a descarga, as tensões elásticas relaxam-se parcialmente, e o descarregamento pode ser simulado pela aplicação de uma pressão, de igual magnitude e sinal oposto à pressão de indentação. Os deslocamentos resultantes determinam o formato da indentação na descarga, e podem ser obtidos a partir da superposição de soluções para um orifício elíptico sujeito a tensões uniaxiais [91, 92].

As zonas de deformação elástica e plástica ao redor da indentação são ilustradas na Figura 24, assim como a recuperação elástica das dimensões na superfície de indentação Knoop. No estado totalmente carregado, a razão entre as dimensões das diagonais maior ( $a$ ) e menor ( $b$ ) da área de contato Knoop é definida pela geometria do indentador, em que  $a/b = 7,11$ . No entanto, na descarga, a recuperação elástica reduz o comprimento da menor diagonal de indentação,

assim como a profundidade de indentação, enquanto a maior diagonal permanece relativamente inalterada. Assim, após o descarregamento, tem-se  $a'/b' > 7,11$ .

Figura 24 – Desenho esquemático da impressão residual de uma indentação Knoop, evidenciando a recuperação elástica e o modelo para indentação elasto-plástica. Também estão indicadas a geometria do penetrador e da impressão residual.



Fonte: Adaptado de [92].

De acordo com Marshall, Noma e Evans [91], a razão  $b'/a'$  caracteriza a distorção da impressão residual, ou seja, a razão entre as dimensões menor ( $b'$ ) e maior ( $a'$ ) da impressão fornece uma medida da relação  $H/E$ . A extensão da recuperação elástica depende da relação entre dureza ( $H$ ) e módulo de elasticidade ( $E$ ). Materiais altamente elásticos possuem maior recuperação, ou seja, altos valores de  $H/E$ , enquanto em materiais plásticos/rígidos a recuperação é zero e os valores de  $H/E$  são baixos. A Equação (12) demonstra a relação entre as dimensões das diagonais da indentação e a razão  $H/E$ .

$$\frac{b'}{a'} \approx \frac{b'}{a} = \frac{b}{a} - \frac{\alpha H}{E} \quad (12)$$

O valor de  $\alpha = 0,45$  foi obtido experimentalmente por regressão linear de dados presentes na literatura [91, 92]. Assim, reajustando os termos e substituindo os valores conhecidos, obtém-se a Equação (13), que define o módulo de elasticidade (E).

$$E = \frac{0,45(H_K)}{\left(\frac{1}{7,11} - \frac{b'}{a}\right)} \quad (13)$$

Na Equação (13), os termos (b') e (a) são obtidos a partir das medidas das diagonais da indentação Knoop. Enquanto  $H_K$  representa o valor de dureza Knoop, função da carga aplicada (W) durante o ensaio e da diagonal maior (a) da indentação, dado pela Equação (14).

$$H_K = 14,229 \cdot \frac{W}{a^2} \quad (14)$$

No presente trabalho, os ensaios de microdureza Knoop foram conduzidos sob uma carga de 300 gf, com tempo de aplicação de 10 segundos. Os valores de dureza ( $H_K$ ) e módulo de elasticidade (E) foram calculados a partir da média de 10 indentações realizadas na seção transversal do revestimento. O valor de E foi determinado para as nove condições em estudo, e também para o aço SAE 1020, como forma de comparação. O equipamento utilizado nos ensaios com indentação Knoop foi o microdurômetro Zwick, pertencente ao TRICORRMAT - UFES.

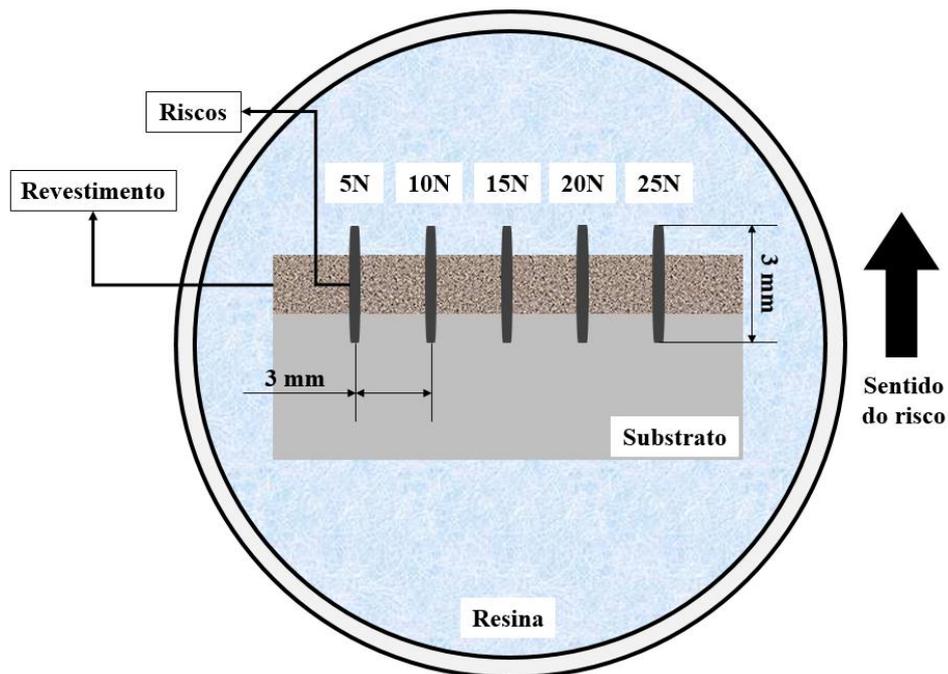
#### 4.2.2 Análise da aderência

A análise da adesão/coesão do revestimento foi feita a partir de ensaios de esclerometria retilínea na seção transversal dos revestimentos, tendo como base a norma ISO 27307:2015 [8] e o trabalho de Vencl *et al.* [6]. Os ensaios foram realizados no microtribômetro universal CETR da marca Bruker, pertencente ao Laboratório de Caracterização de Superfícies de Materiais (LCSM) da UFES. O ensaio consiste em deslizar um penetrador, sujeito a uma carga

constante, sobre o material em análise, sendo possível ainda, coletar alguns dados para análises posteriores, tais como força tangencial ( $F_t$ ), carga normal e coeficiente de atrito (COF).

A realização dos ensaios se deu em ar ambiente, a uma temperatura de 22°C e umidade relativa de 50%. Na execução dos ensaios, utilizou-se um indentador de diamante Rockwell C, com raio de ponta de 200  $\mu\text{m}$ . Os riscos foram produzidos deslizando o penetrador por uma porção do substrato, atravessando o revestimento e terminando na resina do embutimento, conforme ilustrado na Figura 25. Em cada uma das condições em estudo, foram realizados ensaios com cinco cargas distintas: 5, 10, 15, 20 e 25 N. Para cada carga de ensaio foram produzidos cinco riscos, devido a heterogeneidade do revestimento. Os ensaios foram conduzidos a carga constante com uma velocidade de riscamento de 0,05 mm/s. O comprimento dos riscos foi de 3 mm, assim como a distância entre eles.

Figura 25 – Desenho esquemático dos *scratch tests* realizados na seção transversal dos revestimentos de FeNbC.

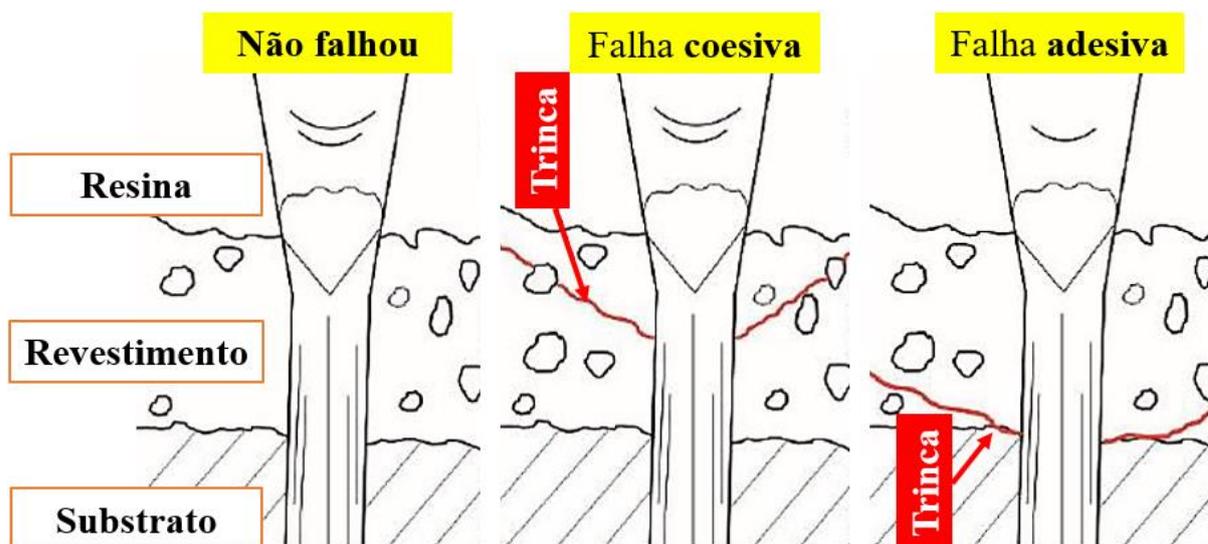


Fonte: Autora.

Após a realização dos ensaios, foram feitas imagens de MO, com aumento de 100x, de cada um dos riscos, garantindo que substrato, revestimento e resina estivessem no campo de visão. A partir das imagens produzidas, foi possível avaliar o modo de falha, conforme Figura 26. A falha adesiva é indicada por trincas geradas na interface entre revestimento e substrato,

enquanto a falha coesiva é observada pela presença de trincas no interior do revestimento. Há ainda, a possibilidade de não ocorrência de falha, quando não são observadas trincas.

Figura 26 – Modos de falha do revestimento em um *scratch test*.



Fonte: Adaptado de [8].

A partir das imagens obtidas, foi possível determinar o percentual dos modos de falhas para cada uma das cargas aplicadas. No caso de ambos os tipos de falhas, adesiva e coesiva, estarem presentes em um grupo de amostras, foi considerado válido apenas o modo presente em mais de 30% das falhas observadas. Na Tabela 5 são apresentados os critérios de falha, conforme estabelecido na norma ISO 27307:2015 [8].

Tabela 5 – Critério de classificação dos tipos de falhas observados na análise de aderência por *scratch test* na seção transversal dos revestimentos.

<b>Tipo de falha</b>	<b>Critério de classificação</b>
<b>Sem falha</b>	Falha adesiva e coesiva < 30%
<b>Falha coesiva</b>	Falha adesiva < 30% e falha coesiva $\geq$ 30%
<b>Falha adesiva</b>	Falha adesiva $\geq$ 30%

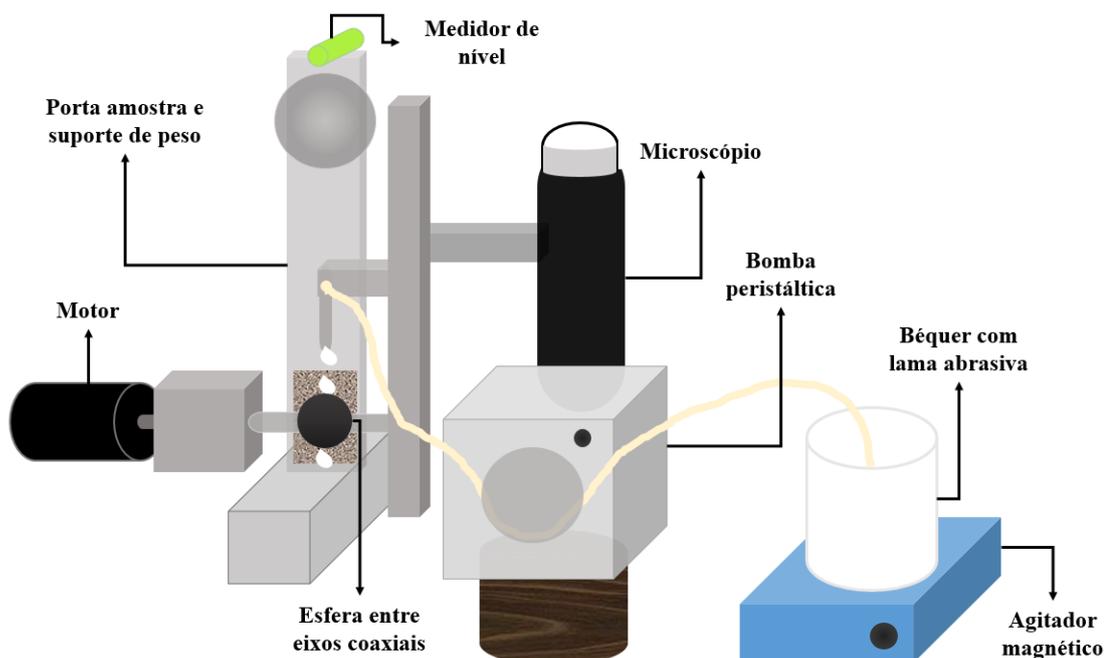
Fonte: Adaptado de [8].

Sendo assim, de acordo com a Tabela 5, na análise dos 5 riscos para uma determinada carga, caso o percentual de falhas adesivas e coesivas fosse inferior à 30%, considerou-se que não houve falha do revestimento na carga analisada. Já no caso de o percentual de falhas coesivas ser igual ou superior à 30%, enquanto o de falhas adesivas permanece menor que 30%, estabeleceu-se a falha por coesão do revestimento e, assim, a resistência coesiva é justamente a carga de falha. Por fim, caso o percentual de falhas adesivas fosse igual ou superior à 30%, independentemente do percentual dos demais modos de falhas, constatou-se a falha adesiva do revestimento e, assim, a resistência à adesão foi determinada pela carga de falha em análise.

#### **4.2.3 Ensaios de microabrasão**

A resistência ao desgaste foi avaliada por meio de ensaios de microabrasão realizados no microabrasômetro da marca PLINT, modelo TE66, do TRICORRMAT – UFES. A configuração do equipamento é do tipo esfera fixa. O eixo motriz possui um pequeno motor de rotação variável. A carga é aplicada por um braço em ângulo de 90°, onde em uma extremidade é fixada a amostra e na outra é colocado o peso morto, sendo este determinado por um medidor de nível, e também a carga. O fluxo de abrasivo é obtido com uso de uma bomba peristáltica com ajuste de vazão. Durante a realização dos ensaios, foi utilizado um agitador magnético com intuito de manter a lama abrasiva em constante movimento, evitando, assim, sua sedimentação. A Figura 27 ilustra o funcionamento do equipamento.

Figura 27 – Desenho esquemático do funcionamento do microabrasômetro.



Fonte: Autora.

O eixo motor do microabrasômetro é controlado pelo software Compend 2000, cuja função básica é estabelecer a velocidade de rotação e o número de revoluções do eixo motor ao qual é fixada a esfera. Por meio de um microscópio acoplado ao equipamento, é possível avaliar as calotas de desgaste produzidas durante os ensaios, utilizando o software Infinity Capture para aquisição de imagens, e o software Infinity Analyse para medição do raio da calota formada.

Uma esfera de aço martensítico AISI 52100, com 25,4 mm de diâmetro e dureza aproximada de 800 HV, foi utilizada como contracorpo. Antes da realização de cada ensaio a esfera foi colocada em um recipiente cilíndrico de plástico contendo água e Areia Normal Brasileira NBR-7214 IPT n° 30, sendo agitada até remover as marcas de desgaste e resíduos de oxidação provenientes de ensaios anteriores. Após seu condicionamento, a esfera era colocada em banho ultrassônico em acetona durante 5 minutos. Este procedimento, garante a limpeza da esfera, bem como a padronização de sua rugosidade superficial. Antes dos ensaios, as amostras também foram submetidas à banho ultrassônico em acetona, durante 5 minutos.

Os parâmetros dos ensaios de microabrasão tiveram como base os trabalhos de Marques *et al.* [93] e de Bose e Wood [13]. No entanto, foram necessários testes exploratórios para definir as condições ideais de ensaio, objetivando a formação de calotas bem definidas sem que houvesse a perfuração do revestimento. Os principais parâmetros estão descritos na Tabela 6.

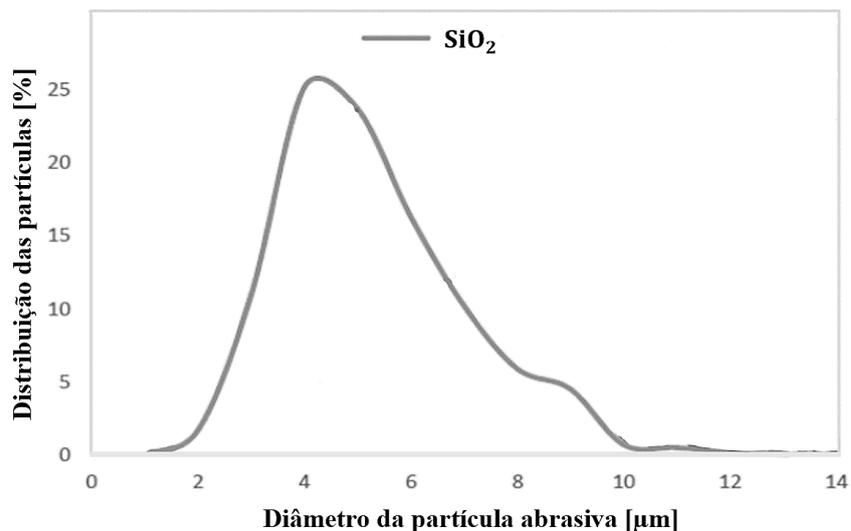
Tabela 6 – Parâmetros dos ensaios de microabrasão.

<b>Parâmetros dos Ensaios de Microabrasão</b>	
<b>Contracorpo</b>	Esfera de aço martensítico AISI 52100, $\varnothing = 25,4$ mm
<b>Rotação do eixo motor</b>	75 rpm
<b>Carga normal</b>	0,3 N
<b>Abrasivo</b>	Sílica (SiO <sub>2</sub> )
<b>Concentração do abrasivo</b>	350 mg/cm <sup>3</sup> (suspensão em água destilada)
<b>Fluxo de abrasivo</b>	45 a 55 gotas por minuto
<b>Número de ensaios por condição</b>	3

Fonte: Autora.

O abrasivo utilizado nos ensaios de microabrasão foi a sílica (SiO<sub>2</sub>), cuja dureza varia entre 750 e 1200 HV [65]. A caracterização do abrasivo foi feita por Marques e colaboradores [94], que determinaram sua distribuição granulométrica, mostrada na Figura 28, além de definir o tamanho médio das partículas, de 5,5  $\mu\text{m}$ .

Figura 28 – Distribuição granulométrica do abrasivo SiO<sub>2</sub>.



Fonte: Adaptado de [94].

Os ensaios de microabrasão foram interrompidos a cada 40 revoluções para medição do raio da calota formada, a partir da qual, calculou-se o coeficiente de desgaste dimensional. O ensaio

era finalizado ao atingir a condição de regime permanente de desgaste. Todas as condições submetidas aos ensaios de microabrasão tiveram suas calotas de desgaste avaliadas para verificação dos micromecanismos de desgaste por MEV no DCFM da UFES – Campus Jerônimo Monteiro.

#### 4.2.3.1 Coeficiente de desgaste

O desgaste é produzido pela rotação de uma esfera de raio (R) contra uma amostra fixa. Uma calota de desgaste com geometria circular é impressa na amostra, refletindo a geometria do contracorpo esférico, e o volume desgastado pode então ser calculado pela medição do diâmetro desta calota ou por sua profundidade.

O coeficiente de desgaste dimensional (k) pode ser calculado em função do volume desgastado (V), da distância total deslizada (L) e da carga normal sobre o contato (W) [72], conforme Equação (15).

$$k = \frac{V}{L.W} [m^3.(N.m)^{-1}] \quad (15)$$

Para uma calota de desgaste de geometria esférica gerada em uma amostra inicialmente plana, o volume desgastado pode ser calculado a partir do diâmetro da calota (b) [83], conforme Equação (16), desde que este seja muito menor do que o raio da esfera (R).

$$V = \frac{\pi.b^4}{64.R} \quad (16)$$

Admitindo que a calota de desgaste gerada na amostra após o ensaio de microabrasão tem geometria esférica, semelhante à do contracorpo, foi possível calcular o coeficiente de desgaste dimensional a partir das Equações (15) e (16), conforme Equação (17). Onde D é o diâmetro da esfera.

$$k = \frac{\pi.b^4}{32.D.L.W} [m^2.N^{-1}] \quad (17)$$

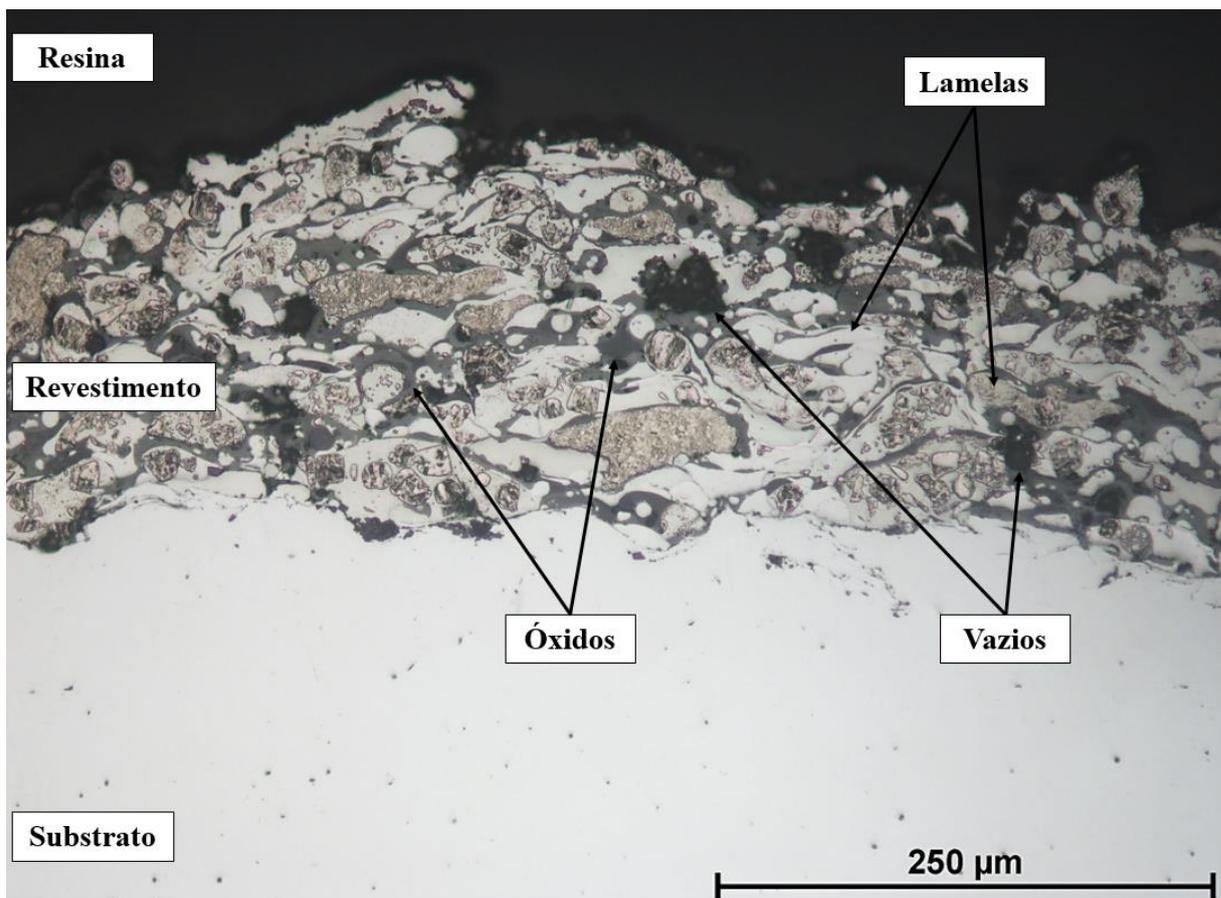
O critério utilizado para determinar a condição de regime permanente, foi o mesmo adotado por Marques e colaboradores [94], que consistia em avaliar sempre os quatro últimos valores de coeficientes de desgaste encontrados, e caso apresentassem variação inferior à 7%, o regime permanente havia sido alcançado. A partir do qual, prosseguiu-se com o ensaio até a obtenção de mais três valores do coeficiente de desgaste, dentro no regime permanente. Para cada condição em estudo foram realizados três ensaios, a partir dos quais foi possível determinar o coeficiente de desgaste médio. Este foi determinado pela média de nove valores, os três últimos de cada ensaio.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

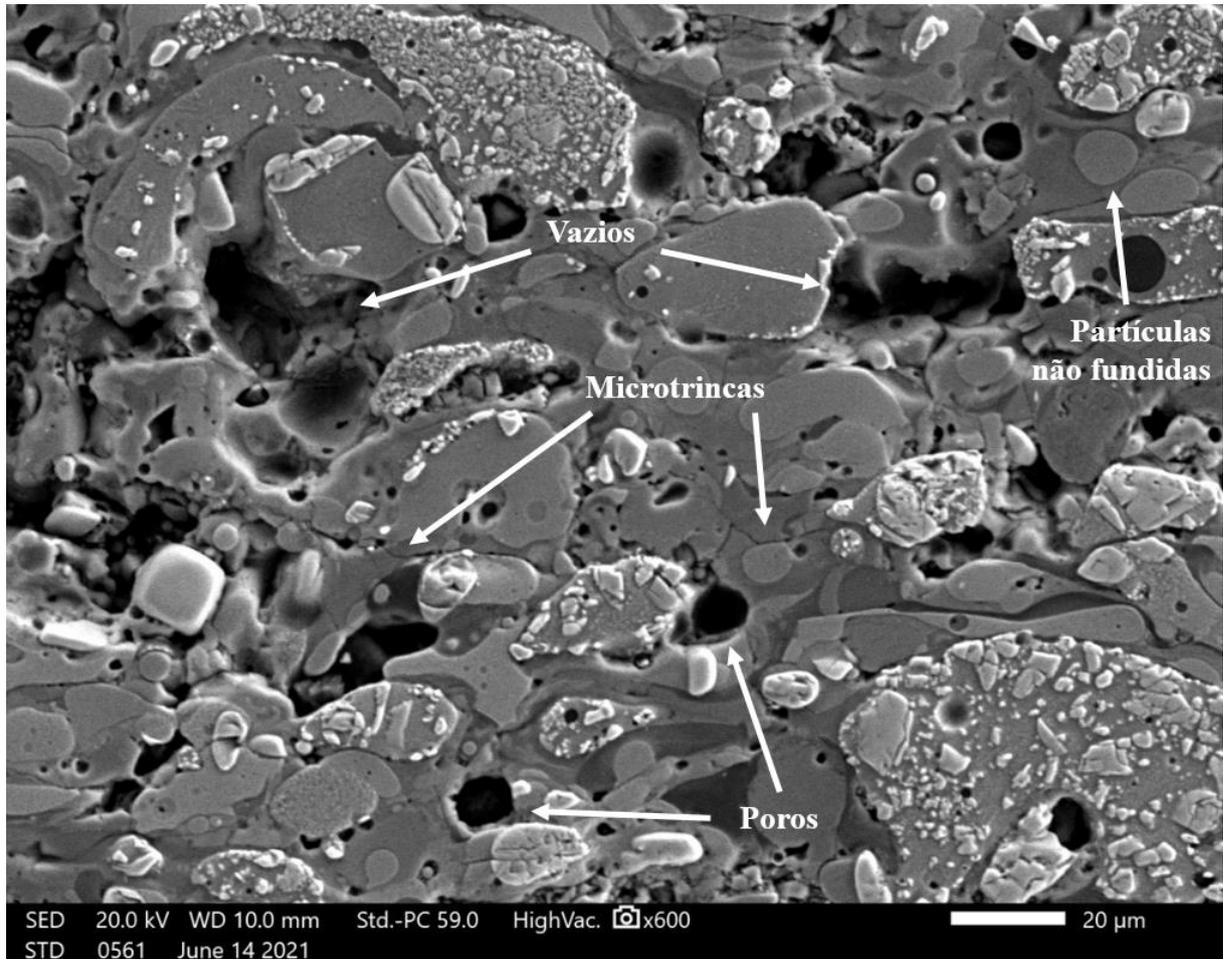
A caracterização microestrutural dos revestimentos obtidos nas diferentes condições em estudo se deu a partir de micrografias de MO e MEV, nas quais foi possível avaliar a microestrutura formada e identificar seus principais constituintes. As Figuras 29 e 30 mostram imagens da seção transversal do revestimento, a partir das quais, é possível observar a formação da estrutura típica de um revestimento aspergido termicamente, com a presença de camadas de lamelas, partículas não fundidas, poros, trincas e vazios.

Figura 29 – Imagem de MO da seção transversal do revestimento de FeNbC, evidenciando sua microestrutura lamelar. Aumento original de 200x.



Fonte: Autora.

Figura 30 – Imagem de MEV por SE da seção transversal do revestimento de FeNbC, evidenciando a presença de defeitos. Aumento original de 600x.



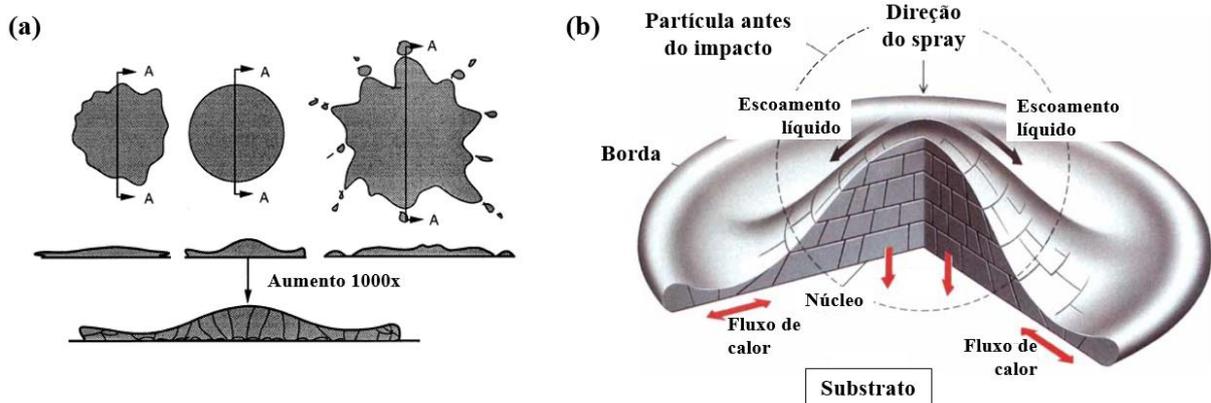
Fonte: Autora.

Na Figura 29 foram identificadas três regiões distintas: o substrato, o revestimento e a resina acrílica do embutimento. Foi possível observar uma boa interface entre substrato e revestimento, na qual as lamelas ficaram mecanicamente ancoradas na superfície irregular do substrato, além da ausência de um filme óxido na interface [20]. Quando as primeiras partículas fundidas atingem a superfície que foi previamente jateada, elas se solidificam na forma microscopicamente irregular da superfície rugosa, travando em suas irregularidades [95]. Essas características estiveram presentes em todas as amostras avaliadas, nas nove condições em estudo.

A estrutura lamelar, indicada na Figura 29, é formada a partir das partículas fundidas, que ao atingirem a superfície, se espalham e preenchem os interstícios subjacentes. Essas estruturas achatadas em formato de disco, quando observadas na seção transversal, revelam a estrutura lamelar característica do revestimento por AT, esquematizada na Figura 31 (a) [4]. A estrutura

interna de um *splat* contém muitas falhas, sugerindo que cada partícula se solidifica com extrema rapidez. A partir da orientação dos grãos e da forma geral dos *splats*, Herman [95] descreve o processo, em que conforme a partícula se achata na superfície, o substrato atua como um dissipador de calor e uma frente de solidificação se move para cima através do *splat*. Forma-se, então, um pequeno amontoado de material solidificado, enquanto o restante do material fundido se espalha e, por fim, endurece formando uma borda elevada. A Figura 31 (b) ilustra a descrição do processo de solidificação de um *splat* proposto por Herman [95].

Figura 31 – Desenho esquemático dos splats: (a) Estrutura achatada descrita por Davis [4]; (b) Processo de solidificação e formação da lamela proposto por Herman [96].



Fonte: Adaptado de (a) [4] e (b) [96].

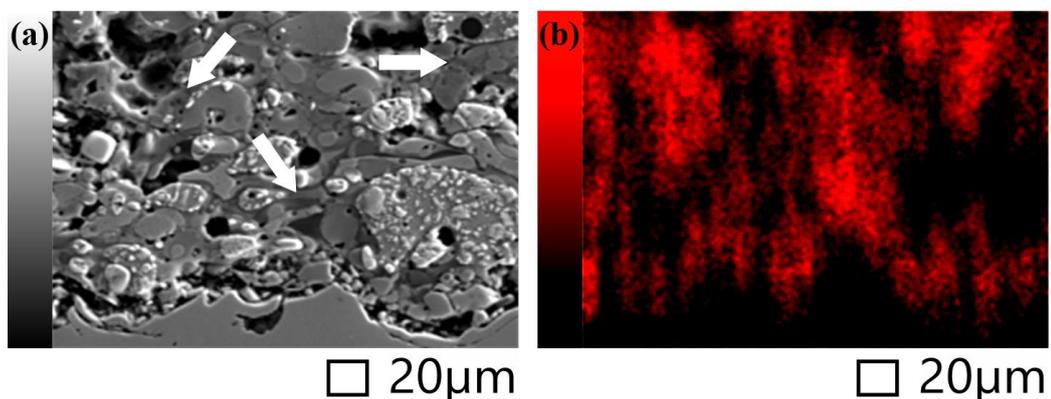
A estrutura de vazios em revestimentos produzidos por AT representa uma rede de poros e trincas. Na Figura 30 os vazios se apresentam como grandes regiões não preenchidas, em tons mais escuros, próximos ao preto, em que é possível observar a presença de trincas. Os poros apresentaram-se como alguns pontos ou pequenos espaços vazios arredondados, os quais foram observados na cor preta, tanto no interior das lamelas como em posições interlamelares. Na Figura 30 observa-se também, a presença de microtrincas em posições interlamelares. A existência de um grande gradiente de temperatura através da interface entre a partícula achatada e o substrato, ou o material previamente solidificado, faz com que, após a solidificação de cada partícula, sua contração térmica seja restringida pelo sólido subjacente e, assim, uma distribuição de microtensões é estabelecida no interior da partícula. Em materiais frágeis, o resultado é a formação de uma rede de microtrincas finas [37].

As partículas parcialmente fundidas ou sólidas não se adaptam de maneira satisfatória ao revestimento previamente depositado. Ao sair do bico da pistola, as partículas se resfriam,

podendo atingir o estado sólido antes mesmo de chegar à superfície, e assim, não adquirem o formato lamelar. São caracterizadas na microestrutura por apresentar formato esférico, conforme evidenciado na Figura 30. A presença de partículas não fundidas na microestrutura do revestimento pode indicar que a temperatura do processo de AT não foi suficientemente alta para promover a fusão das partículas e melhorar sua molhabilidade no momento do impacto [3, 96].

A presença de óxidos nos revestimentos é indicada por regiões em cinza mais escura, normalmente em posições interlamelares, na Figura 29. Segundo Davis [4], as inclusões de óxidos geralmente são vistas como fases alongadas e escuras que aparecem como cordões na seção transversal do revestimento, paralelas ao substrato. Os óxidos podem ser produzidos pela interação entre a partícula e a atmosfera, ou devido ao aquecimento da superfície de revestimento durante o processo de deposição. Neste trabalho, a presença de óxidos foi identificada a partir de uma análise da microestrutura dos revestimentos em função da distribuição dos elementos químicos presentes. Foi realizada a microanálise química por EDS onde obteve-se o mapa composicional da microestrutura, possibilitando a correlação com as micrografias de MO e MEV. A Figura 32 mostra o resultado da análise por EDS, onde é possível observar que as regiões interlamelares indicadas pelas setas brancas, correspondem as áreas que apresentaram maior intensidade no que se refere a presença de oxigênio, em vermelho.

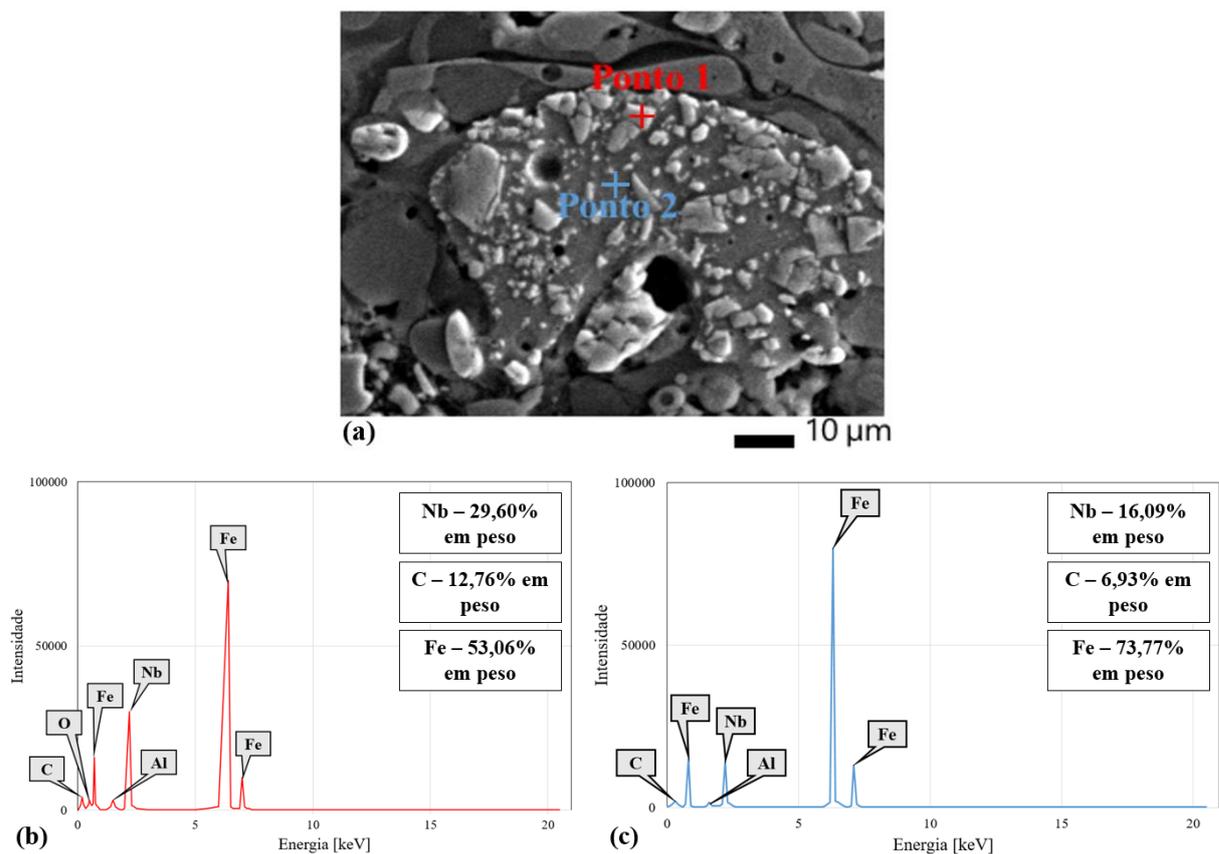
Figura 32 – Microanálise química por EDS: (a) Micrografia de MEV usada na obtenção do mapa composicional da microestrutura, com setas brancas indicando a presença de óxidos interlamelares; (b) Imagem correspondente à micrografia (a), indicando a presença de oxigênio na cor vermelha.



Fonte: Autora.

A caracterização dos microconstituintes presentes nos revestimentos foi feita a partir de microanálise química por EDS em regiões pontuais da microestrutura, conforme mostrado na Figura 33. Ao comparar os espectros (b) e (c) da Figura 33, nota-se que as regiões brancas da lamela (ponto 1) possuem elevado percentual em peso de Nb e C, o qual sofre uma redução na matriz cinza (ponto 2). O percentual em peso de Fe, no entanto, aumenta de 53,06% no ponto 1, para 73,77% no ponto 2. O elevado percentual de Fe no ponto 1 e a presença de Nb no ponto 2, possivelmente possuem relação com o feixe de emissão de elétrons, que mesmo polarizado poderia varrer o entorno da vizinhança.

Figura 33 – Microanálise química por EDS: (a) Micrografia de MEV evidenciando os pontos 1 e 2 analisados no interior da lamela; (b) Espectro da análise por EDS indicando os principais elementos presentes no ponto 1; (c) Espectro da análise por EDS indicando os principais elementos presentes no ponto 2.



Fonte: Autora.

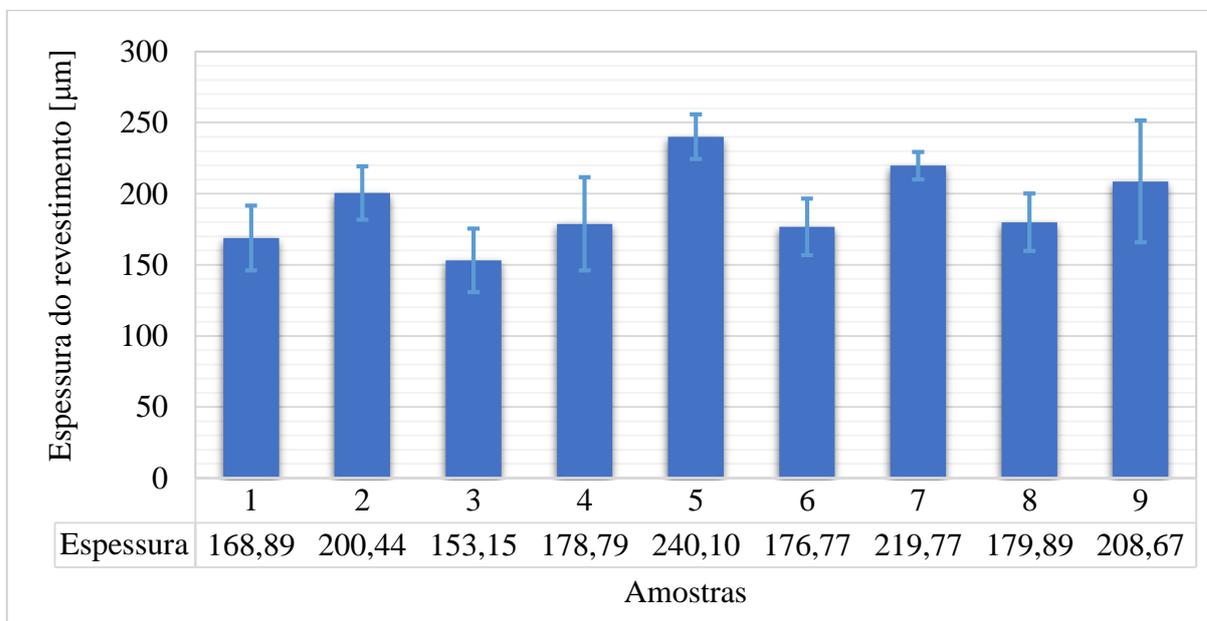
A partir da distribuição dos elementos químicos presentes, foi possível inferir que, nas micrografias de MEV, o carbeto de nióbio encontra-se nos elementos brancos, de diversos tamanhos e formas. A matriz cinza circundante, por sua vez, é rica em ferro. Woydt e

colaboradores [55] descreveram características similares ao analisar a precipitação primária de NbC em uma matriz de ferro no processo de produção do ferro-nióbio com adição de carbono. Assim como Bonetti [3] ao analisar os revestimentos do presente trabalho.

### 5.1.1 Espessura dos revestimentos

A análise das micrografias de MO permitiu avaliar as espessuras dos revestimentos de FeNbC produzidos por FS. O gráfico apresentado na Figura 34 compara os resultados obtidos. A amostra 3 apresentou o menor valor médio de espessura dentre todas as condições avaliadas, 153,15  $\mu\text{m}$ . Cerca de 36% menor que o apresentado pela amostra 5, cujo valor médio da espessura foi de 240,10  $\mu\text{m}$ , a maior observada. A espessura média, de todas as condições avaliadas, foi de 191,83  $\mu\text{m}$ . Um valor dentro do esperado para espessura de revestimentos produzidos por AT, cujas aplicações envolvam resistência ao desgaste, em que normalmente são utilizados revestimentos com espessura variando entre 75 e 380  $\mu\text{m}$  [4].

Figura 34 – Espessura dos revestimentos de FeNbC produzidos por FS.



Fonte: Autora.

## 5.2 TENACIDADE À FRATURA

Ao avaliar a tenacidade à fratura dos revestimentos, foram necessárias algumas etapas de análises preliminares que permitiram avaliar características importantes dos revestimentos, como a microdureza Vickers, o módulo de elasticidade e a razão  $H_v/E$ . Ainda que as amostras tenham sido submetidas ao desgaste em sua superfície, os ensaios que envolveram indentação foram realizadas na seção transversal dos revestimentos, o que é uma prática comum na análise de revestimentos espessos. Isso se deve tanto à dificuldade com relação aos custos envolvidos no polimento de grandes áreas de material muito duro e a manutenção de uma superfície plana, quanto ao requisito de que se tenha uma espessura de revestimento suficiente sob a indentação para que a medição seja válida [97].

Os resultados de microdureza são apresentados na Tabela 7 e foram obtidos a partir da média de 10 indentações Vickers realizadas na seção transversal dos revestimentos. O valor médio de dureza obtido, considerando todas as amostras, foi de 8,02 GPa, cerca de 4 vezes maior que a dureza do substrato de aço SAE 1020, de apenas 2,03 GPa.

Tabela 7 – Microdureza Vickers (HV) dos revestimentos de FeNbC e do substrato de aço SAE 1020.

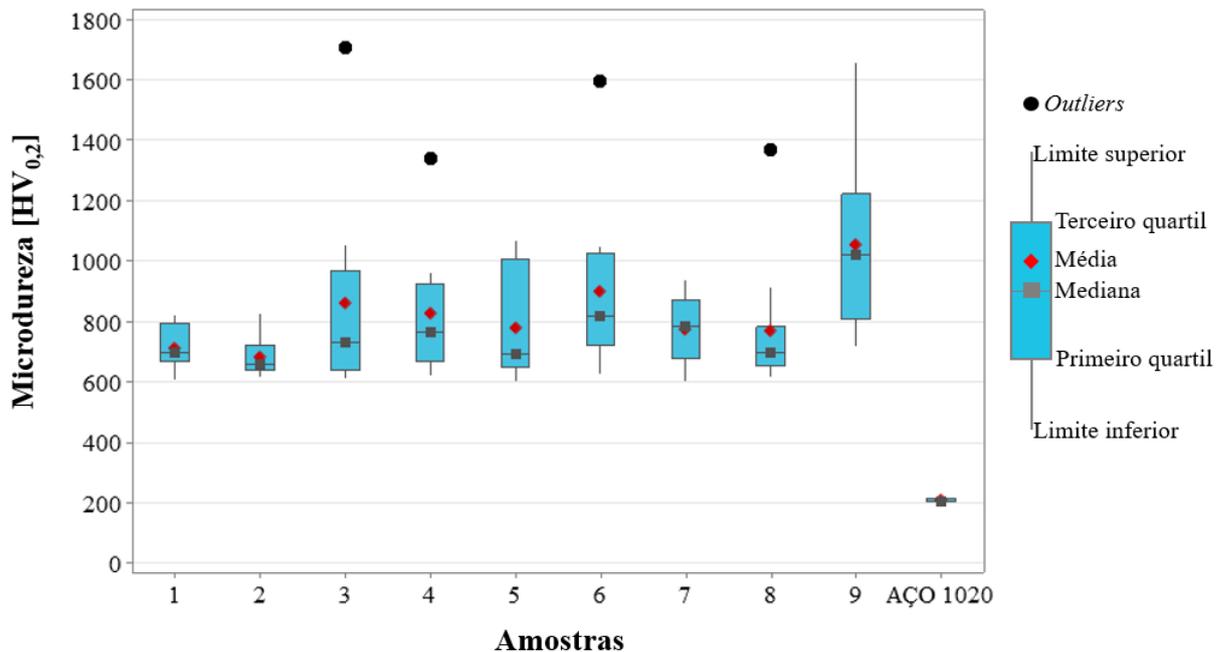
<b>Amostra</b>	<b>H<sub>v</sub> (GPa)</b>	<b>H<sub>v</sub> (HV<sub>0,2</sub>)</b>
<b>1</b>	6,97 ± 0,70	711 ± 71
<b>2</b>	6,69 ± 0,63	682 ± 65
<b>3</b>	8,43 ± 3,25	860 ± 332
<b>4</b>	8,12 ± 2,14	828 ± 218
<b>5</b>	7,65 ± 1,78	780 ± 181
<b>6</b>	8,84 ± 2,71	901 ± 277
<b>7</b>	7,61 ± 1,10	776 ± 112
<b>8</b>	7,55 ± 2,22	770 ± 226
<b>9</b>	10,33 ± 2,90	1053 ± 296
<b>SAE 1020</b>	2,03 ± 0,07	207 ± 7

Fonte: Autora.

No que tange a variação dos resultados de dureza obtidos, foi possível observar, durante a execução dos ensaios, uma grande diferença de valores de dureza com relação a diferentes

regiões do revestimento, ou seja, em pontos distintos da microestrutura. Essa discrepância torna-se evidente na análise do diagrama de caixa (*boxplot*), apresentado na Figura 35.

Figura 35 – *Boxplot* dos resultados de microdureza Vickers.



Fonte: Autora.

Na Figura 35, observa-se a dispersão dos dados de dureza dos revestimentos representada pelo intervalo entre o terceiro e o primeiro quartil, que contém 50% dos dados. Nas amostras 3, 4, 6 e 8 foram observados alguns valores discrepantes, indicados no *boxplot* pelos *outliers*. O aço SAE 1020, por sua vez, não apresentou dispersão de dados significativa. Dessa forma, é possível inferir que a dispersão dos resultados de dureza evidencia a característica heterogênea do revestimento. A realização de indentações em diferentes regiões da microestrutura propicia uma variabilidade de resultados, tendo em vista que uma indentação no interior de uma lamela que atinja uma partícula de NbC, provavelmente produzirá valores superiores àqueles decorrentes de uma indentação em uma região da matriz ou com a presença de defeitos, como trincas e poros.

As dificuldades envolvidas na medição das pequenas dimensões da indentação fazem com que as medidas estejam sujeitas a uma variabilidade considerável, e quando associadas a heterogeneidade intrínseca aos revestimentos e a sua microestrutura altamente anisotrópica, conduzem a dispersão nos dados de microdureza obtidos. Em geral, falhas como a porosidade,

fragilidade e o aprisionamento de gases resultarão em maiores indentações. As tensões residuais também podem ser responsáveis por variações na dureza com relação a diferentes regiões do revestimento [97].

Os ensaios de microdureza são comumente utilizados em revestimentos produzidos por AT como um meio quantitativo para avaliar a qualidade do processo e a integridade do revestimento. A dureza é compreendida também, como uma primeira indicação de resistência ao desgaste de revestimentos cerâmicos ou *cermets* [98]. Os carbonetos são, juntamente com os óxidos, os revestimentos termicamente aspergidos de maior dureza [9].

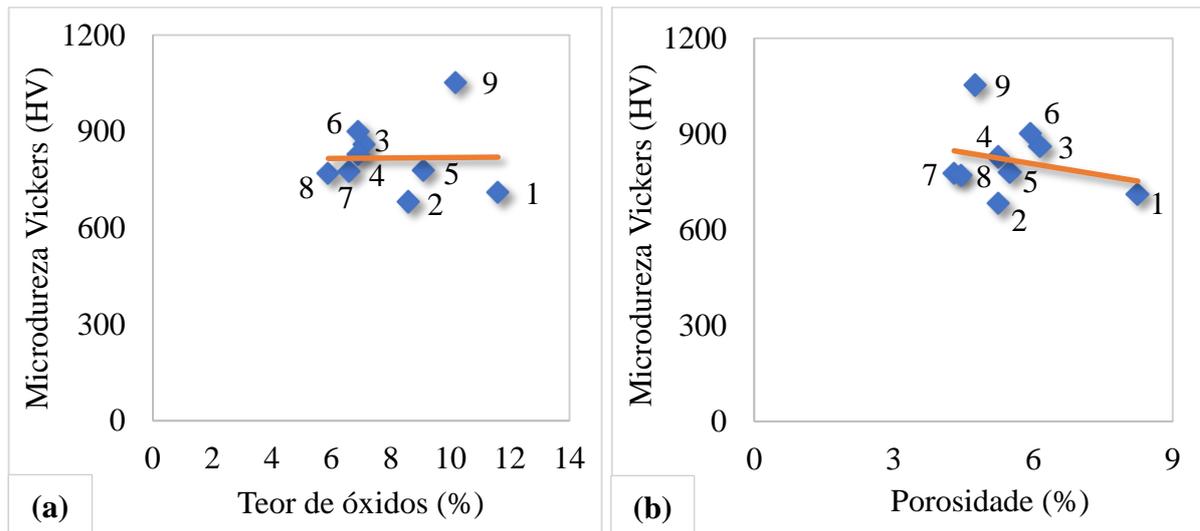
De acordo com Lee e Min [98], a elevada dureza observada nos revestimentos podem estar associadas ao endurecimento por solução sólida substitucional, a precipitação de carbonetos finos e a presença de tensões residuais que se desenvolvem no processo de AT. Alguns autores sugerem que fortes tensões residuais em tração estão presentes nas camadas do revestimento devido à adição das tensões individuais geradas em torno das partículas solidificadas. Essas tensões provavelmente resultam da contração térmica anisotrópica das partículas, e tendem a ser mais severas se as partículas forem depositadas no estado fundido [99]. A presença de partículas não fundidas, por sua vez, tende a reduzir os valores de dureza devido à baixa coesão das partículas, além de promover um aumento na porosidade dos revestimentos. Tal aumento promove a redução da rigidez do revestimento, produzindo uma diminuição nos valores de dureza [100, 101].

Segundo Davis [4], a presença de inclusões de óxidos conduz a um aumento na dureza do revestimento, uma vez que os óxidos costumam apresentar valores de dureza superiores a 1000 HV, como o caso da alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e do óxido de cromo ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) que possuem, respectivamente, valores de microdureza próximos a 1060  $\text{HV}_{0,2}$  e 1150  $\text{HV}_{0,2}$ . Esse aumento de dureza pode levar a revestimentos frágeis, tendo em vista que a fratura dos óxidos ocorre mais facilmente. Quando altamente concentrados, os óxidos podem interferir na coesão entre as lamelas, levando à diminuição da força coesiva do revestimento. Sendo assim, embora a presença de óxidos conduza a um aumento da dureza, ela é frequentemente considerada prejudicial às propriedades do revestimento [4]. Por outro lado, contatos interlamelares próximos associados a um baixo percentual de poros resultam em maiores valores de dureza [9].

Na Figura 36 são apresentados os diagramas de dispersão entre os valores de microdureza Vickers dos revestimentos de FeNbC analisados e os percentuais de óxidos e poros obtidos por Bonetti [3]. Para avaliar a relação entre os resultados de microdureza e essas características

microestruturais, também foram determinados os coeficientes de correlação de Pearson. Os quais, foram, 0,01 para o teor de óxidos e - 0,26 para o percentual de porosidade.

Figura 36 – Diagramas de dispersão entre a microdureza Vickers (Hv) dos revestimentos de FeNbC e os dados de: (a) Teor de óxidos (%) e; (b) Percentual de poros (%).

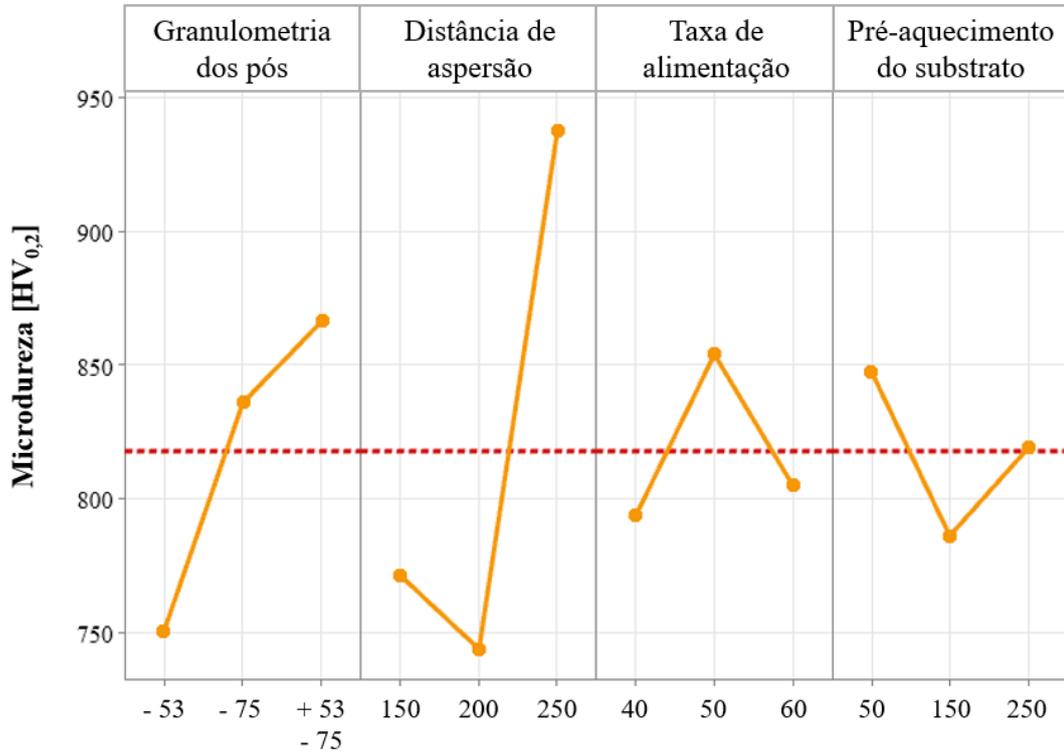


Fonte: Autora. Percentuais de óxidos e poros de [3].

A partir dos gráficos apresentados na Figura 36 e dos coeficientes de correlação obtidos, é possível inferir que a presença de óxidos não se mostrou determinante nos resultados de microdureza Vickers, tendo em vista que o valor do coeficiente de Pearson muito próximo à zero indica que não há relação linear entre as variáveis. Com relação à porosidade, por sua vez, observou-se uma fraca correlação linear, de maneira que o aumento no percentual de poros conduziu à uma redução nos valores de microdureza Vickers.

Os diferentes parâmetros do processo de FS utilizados na produção dos revestimentos de FeNbC afetaram os resultados de dureza obtidos, conforme mostrado na Figura 37. A distância de aspersão foi o parâmetro que apresentou maior influência sobre a dureza do revestimento, conforme análise estatística detalhada no Apêndice. A partir da análise de variância (ANOVA), constatou-se que a distância de aspersão térmica foi o único fator a apresentar efeito significativo sobre a dureza. Além disso, a partir do teste de Tukey, foi possível observar que dentre as três distâncias de aspersão utilizadas na produção dos revestimentos, a de 250 mm apresentou maior influência na obtenção de maiores valores médios de dureza Vickers.

Figura 37 – Gráficos dos efeitos principais das variáveis do processo de FS sobre as médias dos resultados de microdureza Vickers dos revestimentos de FeNbC.



Fonte: Autora.

Segundo Zhang e colaboradores [2], nos processos de aspersão térmica, de maneira geral, há o aumento da dureza do revestimento com o aumento da temperatura e da velocidade das partículas. A utilização de temperaturas elevadas facilita a fusão das partículas, enquanto maiores velocidades evitam que a solidificação das partículas ocorra antes que elas atinjam a superfície. Além disso, aumentar a velocidade implica em reduzir o tempo de permanência das partículas em contato com o ar e, conseqüentemente, expostas a oxidação. Tendo em vista que a presença de partículas não fundidas e de óxidos favorece a formação de poros além de prejudicar a coesão entre as lamelas do revestimento, demonstra-se o aumento da dureza em razão de maiores temperaturas e velocidades das partículas [4]. Nesse sentido, o emprego de menores distâncias de aspersão tende a manter as partículas no fluxo de aspersão por menos tempo, favorecendo a manutenção da fusão das partículas, bem como reduzindo a presença de poros e óxidos. Dessa forma, elevados valores de dureza são esperados em revestimentos produzidos com distâncias de aspersão térmica pequenas. Entretanto, tratando-se de revestimentos produzidos por AT torna-se importante avaliar outros aspectos microestruturais que podem ser influenciados pelos parâmetros do processo, conduzindo, inclusive, aos maiores

valores médios de dureza das amostras analisadas, produzidas com a maior distância de aspersão.

Ao utilizar pequenas distâncias de aspersão na fabricação de revestimentos pelo processo de AT, em especial pelo método chama a pó, ainda que sejam alcançadas maiores temperaturas e velocidades das partículas, também ocorre a elevação da temperatura da superfície a ser revestida. Tucker [24] ressalta que, em geral, os revestimentos produzidos por FS exibem menor resistência de aderência, maior porosidade e uma faixa de temperatura de trabalho mais estreita. O autor afirma, ainda, que a transmissão de calor para a superfície revestida é maior do que na maioria dos outros processos de AT [24]. A entrada de fluxo de calor devido ao movimento da tocha de aspersão térmica não deve ser confundida com o procedimento de pré-aquecimento de substratos. Para os materiais de substrato suscetíveis a mudanças físicas em altas temperaturas, danos irreparáveis podem ser infligidos quando a temperatura não é controlada, e propriedades físicas, como por exemplo a dureza, são mais propensas a alterações. Substratos de aço que atingem temperaturas acima dos 150 °C, mesmo por curtos períodos de tempo, podem sofrer alterações em suas propriedades, que muitas vezes se manifestam com o material tornando-se mais macio ou sofrendo empenamento [4].

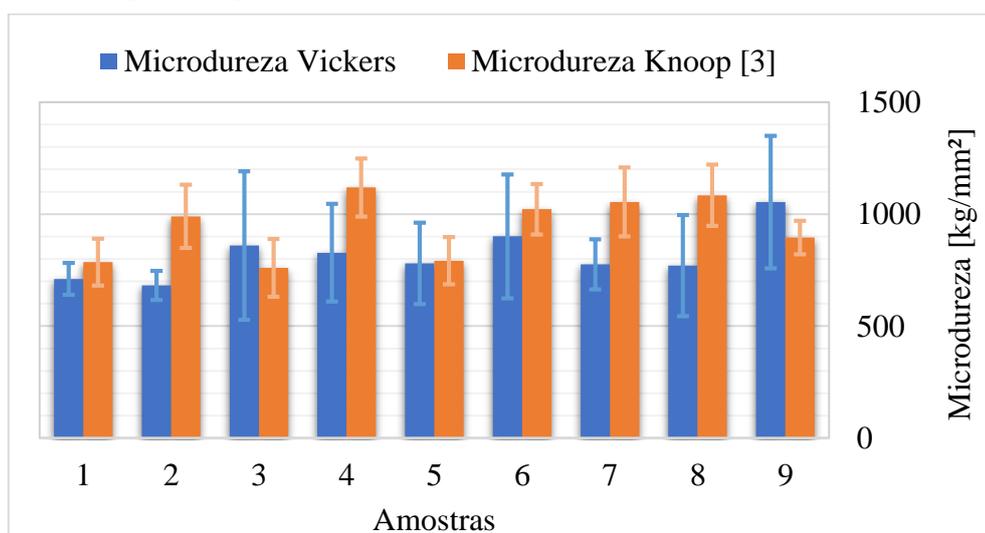
Os processos de AT, conduzidos com temperaturas de substrato acima de 400 °C, contribuem para o surgimento de tensões de contração térmica diferencial entre o substrato e o revestimento, em que os coeficientes de condutividade e de expansão térmica são maiores para substrato de metal em comparação com os cerâmicos [7]. Ocorre, portanto, um grande gradiente de temperatura através da interface entre a partícula achatada e o substrato ou o material previamente solidificado, de modo que, após a solidificação de cada partícula, sua contração térmica é restringida pelo sólido subjacente e uma distribuição de microtensões é estabelecida no interior da partícula. Em materiais frágeis forma-se uma rede de microtrincas finas. Além dessas microtensões, um padrão de macrotensões pode ser desenvolvido devido à incompatibilidade de expansão térmica entre o revestimento e o substrato [37]. A porosidade também pode ser causada por tensões térmicas devido ao encolhimento localizado do revestimento ou por camadas de oxidação entre os *splats* que se separam durante o resfriamento. Nestes casos, as próximas partículas fundidas que impactam a superfície não conseguem preencher os vazios, conduzindo à porosidade [4].

Os valores médios de dureza inferiores obtidos para os revestimentos produzidos com menores distâncias de aspersão podem estar relacionados ao aumento da temperatura do substrato e da superfície revestida decorrente da proximidade da tocha. É possível, portanto, que tenham

surgido tensões térmicas responsáveis pela formação de microtrincas e de porosidade. Estas, por sua vez, podem ter acarretado os menores valores médios de dureza das amostras produzidas nas menores distâncias de aspersão. Entretanto, Davis [4] destaca que, uma vez que a distância de aspersão é estabelecida, ela deve ser mantida constante durante toda a operação, independentemente da peça ou do movimento da tocha. O controle da distância de aspersão garante que, essencialmente, o mesmo revestimento será depositado em toda a área alvo e em toda a espessura.

Bonetti [3] avaliou a dureza dos revestimentos de FeNbC por meio de ensaios de microdureza Knoop com carga de 300 gf, cujos resultados são apresentados na Figura 38, assim como os valores de dureza obtidos no presente trabalho a partir dos ensaios de microdureza Vickers conduzidos sob uma carga de 200 gf. Na Figura 38 é possível notar diferenças nos valores médios de dureza obtidos nos dois ensaios. Essas refletiram em análises estatísticas distintas, nas quais Bonetti [3] observou maior efeito do parâmetro de pré-aquecimento do substrato nos valores de dureza. A distância de aspersão, por sua vez, dentre todos os fatores analisados, teve o menor efeito sobre os resultados de microdureza Knoop e, diferentemente do presente trabalho, a maior distância de aspersão conduziu aos menores valores médios de dureza.

Figura 38 – Valores médios de microdureza Vickers dos revestimentos de FeNbC comparados com os resultados de microdureza Knoop obtidos por Bonetti [3].



Fonte: Autora. Microdureza Knoop de [3].

Ainda que a análise de dureza tenha sido realizada no mesmo material, é importante ressaltar que não é viável uma correlação entre os resultados, especialmente pelo uso de duas técnicas

distintas de avaliação. A literatura destaca ambos os ensaios, de microdureza Vickers e Knoop, na análise de revestimentos produzidos por AT, destacando a vantagem de utilizarem uma escala de dureza contínua. No entanto, os penetradores Knoop e Vickers possuem geometrias distintas, em que o primeiro gera menor penetração, que corresponde a apenas 25% daquela produzida pelo segundo [38]. A menor profundidade da indentação Knoop torna o ensaio menos suscetível ao desenvolvimento de trincas e, portanto, conduz a uma faixa mais ampla de análises em que as impressões de dureza legíveis são possíveis. As generalizações relativas às comparações das durezas Knoop e Vickers são difíceis devido à diferente predisposição ao surgimento de trincas, bem como às diferentes sensibilidades à geometria do penetrador e à carga de indentação. Além disso, não há relações ou tabelas para converter valores de ensaios de dureza diferentes, como dureza Knoop para Vickers ou vice-versa. Sendo assim, as comparações de dureza de materiais cerâmicos devem ser abordadas com cautela [102].

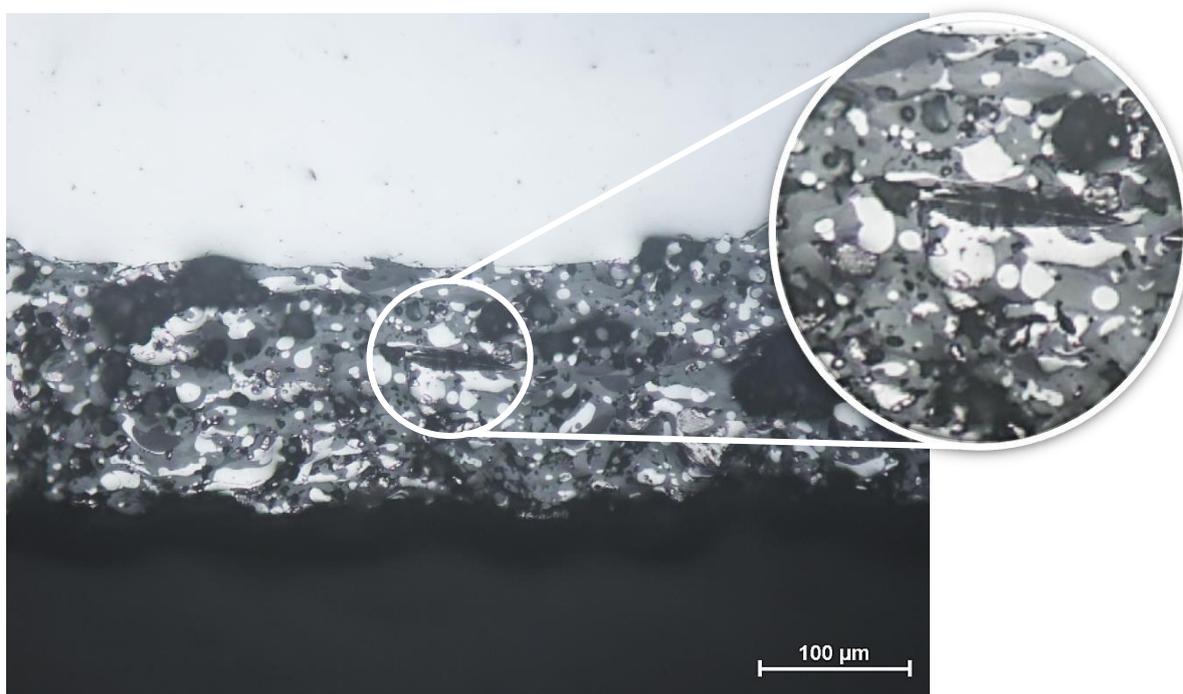
A variabilidade nos resultados de microdureza, seja Knoop ou Vickers, reflete parcialmente a estrutura heterogênea dos revestimentos aspergidos termicamente. No entanto, essa variabilidade revela também as imprecisões dos procedimentos de medição ótica e os problemas associados à medição das indentações são mais significativos à medida que a indentação torna-se menor [103]. Factor e Roman [103] destacam, ainda, que não há boa reprodutibilidade entre pessoas, de tal forma que diferentes operadores, mesmo executando medições no mesmo equipamento, podem certamente produzir resultados com grande variabilidade. Os ensaios de microdureza também são sensíveis à preparação metalográfica, em que os valores de microdureza podem variar em mais de 100 unidades quando uma amostra é preparada utilizando dois procedimentos metalográficos distintos [4].

Os valores de dureza determinados são específicos da técnica utilizada e não são, portanto, intercambiáveis, ainda que sob a mesma carga de ensaio [97, 103]. Dessa forma, é importante ressaltar que, embora os resultados demonstrem discrepância, não é possível fazer um comparativo entre os resultados de microdureza obtidos no presente trabalho e por Bonetti [3], haja vista as inúmeras fontes de variabilidade envolvidas, que vão desde as características heterogêneas e anisotrópicas inerentes aos revestimentos, até as variáveis relacionadas aos ensaios de dureza e seus aspectos operacionais.

A avaliação do módulo de elasticidade foi feita com base no modelo proposto por Marshall, Noma e Evans [91], a partir de medições das diagonais de indentações Knoop produzidas na seção transversal dos revestimentos de FeNbC. O valor do módulo de elasticidade (E) foi determinado a partir da média de 10 indentações. Esse número, no entanto, refere-se apenas às

indentações válidas utilizadas nos cálculos, cuja relação  $a/b > 7,11$ . Sendo assim, é importante destacar que foram necessárias cerca de 100 indentações, a depender da condição avaliada, para obtenção de indentações válidas. Esse empenho está relacionado à dificuldade na visualização e, portanto, na medição de indentações muito pequenas no revestimento deveras heterogêneo. Na Figura 39 é possível visualizar o aspecto das indentações Knoop realizadas na seção transversal dos revestimentos de FeNbC.

Figura 39 – Micrografia de MO de indentação Knoop realizada na seção transversal do revestimento de FeNbC. Aumento original de 200x.

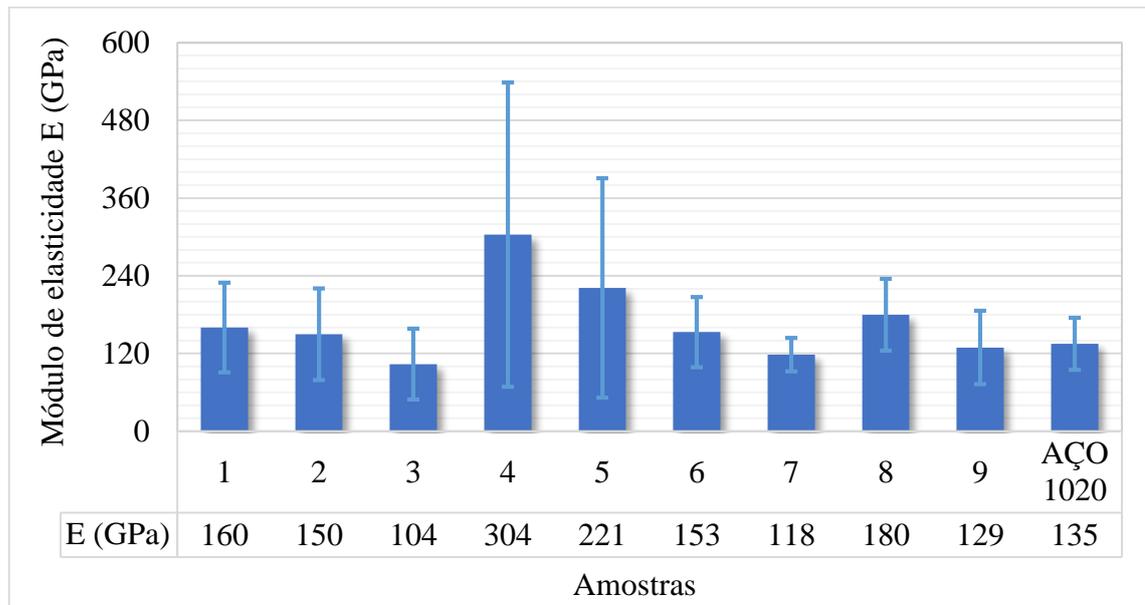


Fonte: Autora.

Na Figura 40 são apresentados os resultados obtidos de módulo de elasticidade para os revestimentos de FeNbC e para o substrato de aço SAE 1020. Observam-se os maiores valores médios de E para as amostras 4 e 5, respectivamente, 304 e 221 GPa. A amostra 3, por sua vez, apresentou o menor valor médio de E, 111 GPa. O módulo de elasticidade determinado para o aço SAE 1020, de 135 GPa, é cerca de 35% inferior ao valor de E comumente aceito, de 205 GPa. Essa discrepância, possivelmente, está relacionada a maior ductilidade apresentada pelo aço, tendo em vista que o modelo desenvolvido por Marshall, Noma e Evans [91] é melhor aplicado a materiais frágeis. Os autores destacam que para maioria dos materiais frágeis, com razão H/E superior a 0,03, o erro associado é menor que 10%. Leigh, Lin e Berndt [92] também

salientam, em seu trabalho, que uma quantidade significativa de erro pode ser incorporada aos valores de E em materiais com baixas razões H/E, ou seja, materiais dúcteis como o aço SAE 1020.

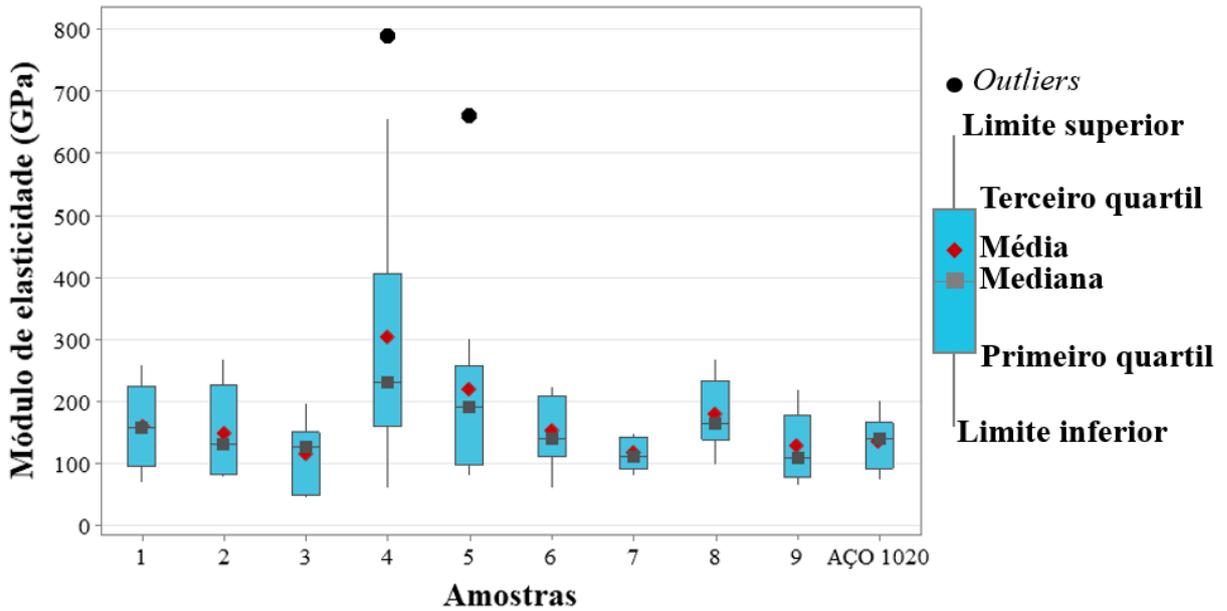
Figura 40 – Módulo de elasticidade dos revestimentos de FeNbC e do substrato de aço SAE 1020.



Fonte: Autora.

O desvio padrão das medições é elevado e a dispersão nos dados de módulo de elasticidade é exposta no *boxplot* da Figura 41. Nas amostras 4 e 5 foram observados valores discrepantes, indicados no *boxplot* pelos *outliers*. A dispersão observada nos resultados de módulo de elasticidade é devida à imprecisão nas medições para determinar a menor diagonal da indentação Knoop, como consequência das heterogeneidades microestruturais [104]. Ainda assim, esse método demanda menos tempo e um grande número de testes pode ser realizado mesmo em amostras com tamanho limitado. Por outro lado, além da inviabilidade prática, o uso de ensaios convencionais de tensão-deformação na análise do E de revestimentos está relacionado à dificuldade de obter-se uma deformação elástica pura, uma vez que as regiões interlamelares e as trincas estão sujeitas a deformações permanentes, como com o deslizamento entre as lamelas ou a propagação de uma trinca subcrítica. Este componente inelástico resulta, portanto, em valores subestimados do módulo de elasticidade [92].

Figura 41 – Boxplot dos resultados de módulo de elasticidade (E).



Fonte: Autora.

Na Tabela 8 são apresentados dados da literatura do módulo de elasticidade e da razão H/E de revestimentos produzidos por AT, obtidos a partir da metodologia desenvolvida por Marshall, Noma e Evans [91] utilizando indentações Knoop. Ao analisar os dados dos revestimentos de FeNbC apresentados na Figura 40, é possível observar que se aproximam dos revestimentos descritos na literatura que também possuem carbonetos em sua composição, Cr<sub>2</sub>C<sub>3</sub>-25%NiCr e WC-12%Co.

Tabela 8 – Módulo de elasticidade e razão H/E obtidos pelo método proposto por Marshall, Noma e Evans [92] para revestimentos produzidos por aspersão térmica.

Material	Método AT	E (GPa)	H/E	Referência
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	APS	47 ± 10	0,06679	[92]
YSZ	APS	44 ± 6	0,07726	[92]
Cr <sub>2</sub> C <sub>3</sub> -25%NiCr	APS	175 ± 35	0,05657	[92]
WC-12%Co	HVOF	194 ± 39	0,05200	[88]

Fonte: Adaptado de [88, 92].

Segundo Leigh, Lin e Berndt [92], os materiais aspergidos termicamente apresentam valores de módulo de elasticidade de 12% a 78% dos materiais em volume, a depender do material, do

método de AT utilizado e dos tratamentos realizados após o processo de aspersão. Os menores valores de  $E$  dos revestimentos produzidos por AT, em comparação aos materiais em volume com porosidade semelhante, estão intimamente relacionados com a morfologia dos poros e o caráter anisotrópico da microestrutura lamelar dos revestimentos [92].

Os ensaios de indentação Knoop e Vickers permitem a análise de características e propriedades importantes do material. Durante o processo de indentação um campo elasto-plástico complexo é formado no contato entre o indentador e a superfície, de forma que a deformação é composta por componentes elásticas reversíveis e componentes plásticas irreversíveis. Em metais a deformação é majoritariamente plástica e a recuperação da impressão é pequena, já os materiais cerâmicos produzem maior deformação elástica, com uma recuperação substancial e fratura associada. Esta deformação elasto-plástica tem um papel importante no processo de fratura, ou seja, na nucleação e propagação de trincas, o que permite que a tenacidade à fratura de materiais seja determinada. O grau de recuperação elástica pode ser correlacionado a razão entre dureza e módulo de elasticidade,  $H/E$ , que é pequena para materiais rígidos/plásticos e torna-se maior para materiais mais elásticos [92, 105, 106].

Na Tabela 9 são apresentados os resultados de  $H_V/E$  dos revestimentos de FeNbC, bem como do substrato de aço SAE 1020. É possível observar que os valores de  $H_V/E$  dos revestimentos são cerca de 3 a 5 vezes maiores do que o valor obtido para o aço, evidenciando, assim, a característica mais elástica dos revestimentos de FeNbC. Além disso, a pequena razão  $H_V/E$  de 0,0172 para aço corrobora a hipótese do elevado erro associado à medição do módulo de elasticidade por indentação Knoop ser devido a plasticidade desse material.

Tabela 9 – Razão  $H_v/E$  dos revestimentos de FeNbC e do substrato de aço SAE 1020.

<b>Amostra</b>	<b><math>H_v/E</math></b>
<b>1</b>	$0,0538 \pm 0,0235$
<b>2</b>	$0,0572 \pm 0,0280$
<b>3</b>	$0,0894 \pm 0,0400$
<b>4</b>	$0,0459 \pm 0,0393$
<b>5</b>	$0,0500 \pm 0,0256$
<b>6</b>	$0,0739 \pm 0,0508$
<b>7</b>	$0,0700 \pm 0,0180$
<b>8</b>	$0,0482 \pm 0,0236$
<b>9</b>	$0,0938 \pm 0,0391$
<b>SAE 1020</b>	$0,0172 \pm 0,0060$

Fonte: Autora.

Segundo Lawn e Cook [106], os materiais com pequenas razões  $H/E$  são caracterizados por uma zona plástica que se estende bem além do limite de contato e, de modo contrário, o material com elevado  $H/E$  possui uma zona plástica restrita ao limite de contato. O menor valor de  $H/E$  indica que há uma tendência de o material deformar-se plasticamente, via movimento de discordâncias ou maclagem em planos cristalográficos bem definidos dentro da estrutura. Por outro lado, os materiais com maiores valores de  $H/E$ , podem sofrer densificação por compactação ou transformação de fase a partir das intensas tensões compressivas hidrostáticas dentro da zona de contato imediato. É o caso de algumas cerâmicas porosas, em que a compactação ocorre devido a coalescência de microtrincas e poros. Em certas cerâmicas o valor de  $H/E$  pode chegar a 0,1, correspondendo a pressões de contato próximas do limite teórico de resistência coesiva, uma condição ideal para o início e a propagação de trincas [43, 106].

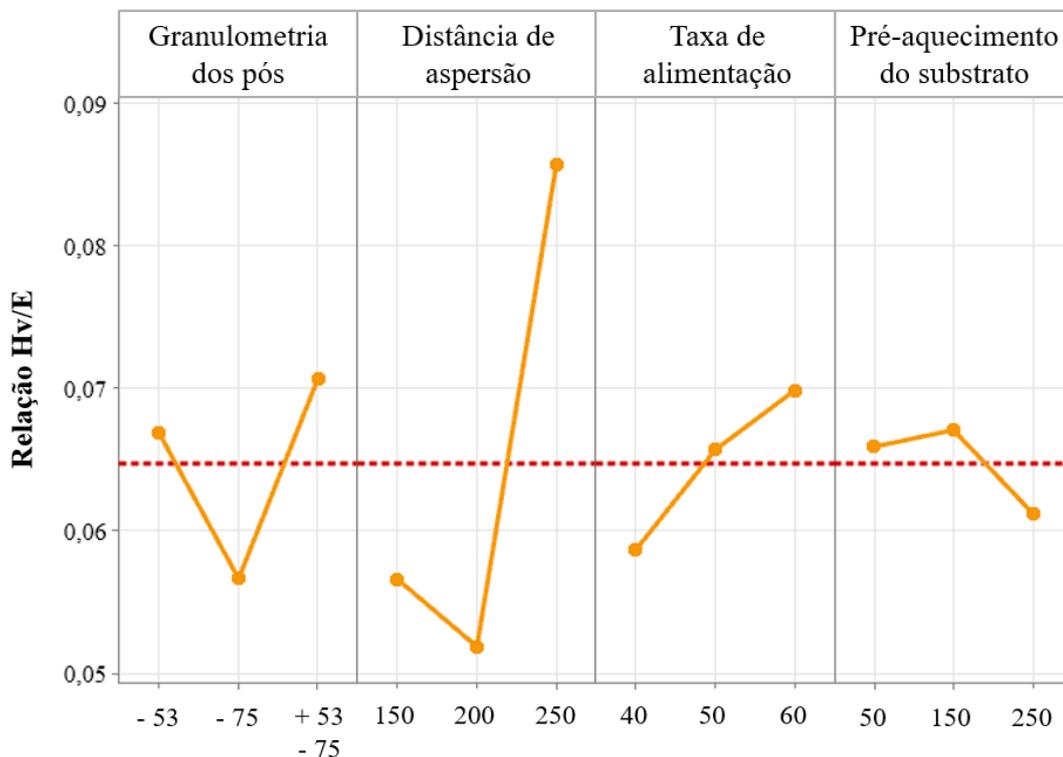
A classificação dos materiais de acordo com sua razão  $H/E$  pode estar em consonância com seu comportamento em desgaste. Além disso, a relação entre dureza e módulo de elasticidade está presente na avaliação do índice de plasticidade ( $\psi$ ), que fornece uma importante medida para determinar o limite do comportamento elástico no contato entre superfícies, sendo relevante em situações que envolvam o desgaste [70, 107]. A dureza, portanto, não é necessariamente o principal requisito para resistência ao desgaste. A elasticidade e a tenacidade à fratura do revestimento podem, especialmente na abrasão, no impacto e no desgaste erosivo, ser fatores igualmente ou até mais importantes [107]. O efeito de  $H/E$  no desgaste tem como fundamento

a premissa de que a remoção gradual de material é causada por deformação plástica, e não por deformação elástica ou fratura. Assim, para materiais com elevada razão  $H/E$ , ou seja, menores valores de  $\psi$ , é mais provável que a deformação sob o contato seja elástica [108].

Leyland e Matthews [107] afirmam que maximizar a dureza do revestimento será benéfico ao aumentar a resistência à deformação plástica, mas não necessariamente na melhora da tenacidade à fratura e na tolerância à deformação. Para determinada dureza do revestimento, um menor módulo de elasticidade será benéfico, especialmente se for ajustado para corresponder ao valor de  $E$  do substrato. Dessa forma, tende a minimizar descontinuidades da tensão interfacial entre revestimento/substrato sob ação de uma carga, permitindo deflexões sem que ocorram trincas ou destacamento. Maiores valores da razão  $H/E$  tendem a produzir revestimentos mais resistentes ao desgaste e de maior durabilidade [107, 108]. Portanto, ao considerar os valores de  $H_V/E$  apresentados na Tabela 9, a amostra 9 possivelmente apresentará maior resistência ao desgaste, tendo em vista que o revestimento de FeNbC da condição 9 apresentou o maior valor de razão  $H_V/E$ . Em contrapartida, por ter apresentado o menor valor de  $H_V/E$ , é possível que a amostra 4 não apresente um bom comportamento em desgaste, sendo menos resistente.

A análise estatística dos resultados de  $H_V/E$  dos revestimentos de FeNbC está detalhada no Apêndice. O quadro ANOVA indicou que o único fator que apresentou efeito significativo sobre os resultados de  $H_V/E$  foi a distância de aspersão térmica. Para a qual foi realizado o teste de Tukey, com objetivo de avaliar de que maneira as diferentes distâncias utilizadas afetaram o resultado. Foi possível verificar que não houve diferença significativa sobre os resultados entre as distâncias de 150 e 200 mm e, em contrapartida, a distância de 250 mm conduziu aos maiores valores médios da razão  $H_V/E$ . Tal análise está com consonância com os dados obtidos para a microdureza Vickers, que também apresentaram valores superiores na maior distância de aspersão utilizada. Na Figura 42 são apresentados os gráficos dos efeitos dos parâmetros de FS sobre a média dos valores de  $H_V/E$  obtidos.

Figura 42 – Gráficos dos efeitos principais das variáveis do processo de FS sobre as médias dos resultados de  $H_V/E$  dos revestimentos de FeNbC.



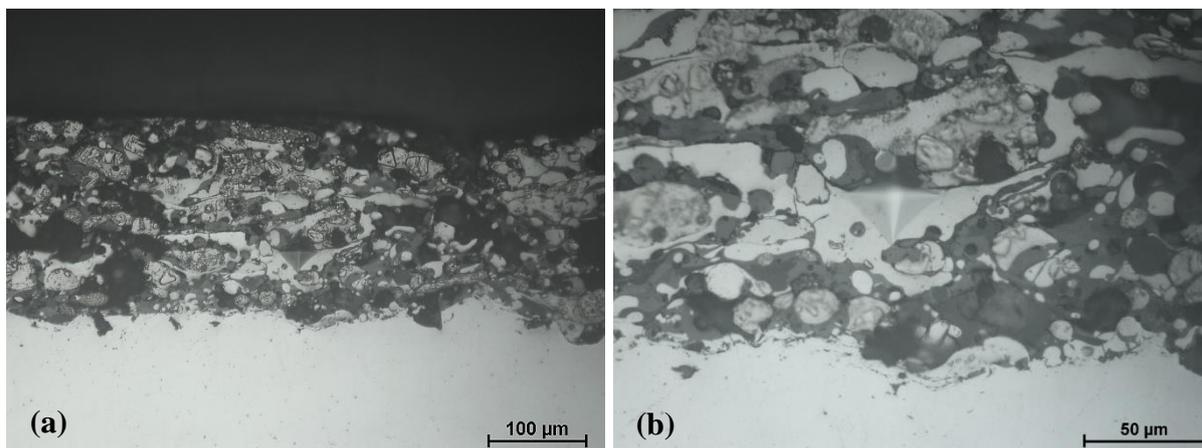
Fonte: Autora.

A mecânica de indentação é de considerável interesse no contexto da avaliação de materiais, visto que, além de fornecer uma visão sobre a natureza da deformação em si, possui forte influência sobre a suscetibilidade à formação de microtrincas e, conseqüentemente, mostra-se relevante nas análises do comportamento em desgaste de sólidos frágeis [105]. Dentre os diversos usos de ensaios envolvendo indentação, destaca-se o IF em materiais frágeis para avaliação da tenacidade à fratura. Esta é obtida a partir de medições dos comprimentos de trincas superficiais formadas nos cantos das indentações Vickers [106].

Por meio dos ensaios de fratura por indentação e a partir dos resultados de microdureza Vickers e módulo de elasticidade previamente citados, foi possível avaliar e determinar a tenacidade à fratura dos revestimentos de FeNbC produzidos pelo processo de FS. É importante salientar que, embora o cálculo de  $K_{IC}$  tenha como base a média de 5 indentações realizadas na seção transversal dos revestimentos, esse número é muito inferior a quantidade real de ensaios efetuados. A necessidade de desempenhar um número maior de indentações relaciona-se as dificuldades em produzir padrões de trincas válidos, haja vista a heterogeneidade intrínseca do

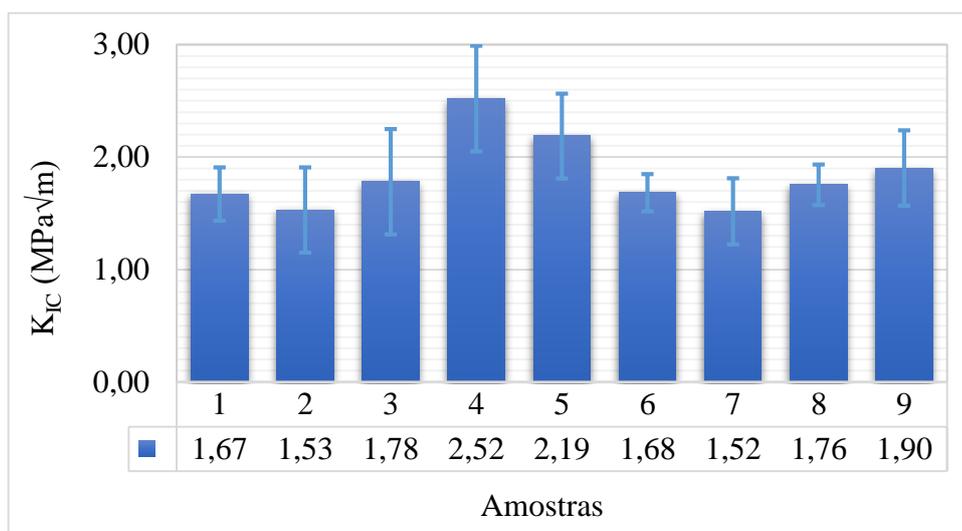
material. Na Figura 43 é possível visualizar uma indentação utilizada na análise da tenacidade à fratura dos revestimentos de FeNbC.

Figura 43 – Micrografias de MO de indentação Vickers para análise de  $K_{IC}$  dos revestimentos de FeNbC: (a) Aumento original de 200x; (b) Aumento original de 500x.



Fonte: Autora.

Na Figura 44 são apresentados os dados de tenacidade à fratura dos revestimentos de FeNbC, em que é possível notar que as amostras 4 e 5 apresentaram os maiores valores médios de tenacidade à fratura, 2,52 e 2,19  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , respectivamente. Por outro lado, as amostras 2 e 7 exibiram os menores valores médios de  $K_{IC}$ , respectivamente, 1,53 e 1,52  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Segundo Li e colaboradores [109], o módulo de elasticidade e a tenacidade à fratura dos revestimentos termicamente aspergidos exibem valores muito inferiores aos dos materiais em volume correspondentes, o que pode ser atribuído à existência de poros e microtrincas na microestrutura dos revestimentos.

Figura 44 – Tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) dos revestimentos de FeNbC.

Fonte: Autora.

Os dados sobre tenacidade à fratura de revestimentos produzidos por AT são limitados e, portanto, a determinação dessa propriedade tem assumido maior importância à medida que esses materiais são considerados em aplicações de componentes estruturais [109]. Na Tabela 10 são apresentados alguns valores de  $K_{IC}$  obtidos por IF presentes na literatura.

Tabela 10 – Tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) por indentação de revestimentos produzidos por aspersão térmica.

Revestimento	Método de AT	$K_{IC}$ (MPa√m)	Referência
<b>Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> – 25%NiCr</b>	APS	5,4	[109]
<b>WC – 17%Co</b>	APS	8,4	[109]
<b>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	APS	3,5	[109]
<b>WC – 12%Co</b>	HVOF	1,6	[88]

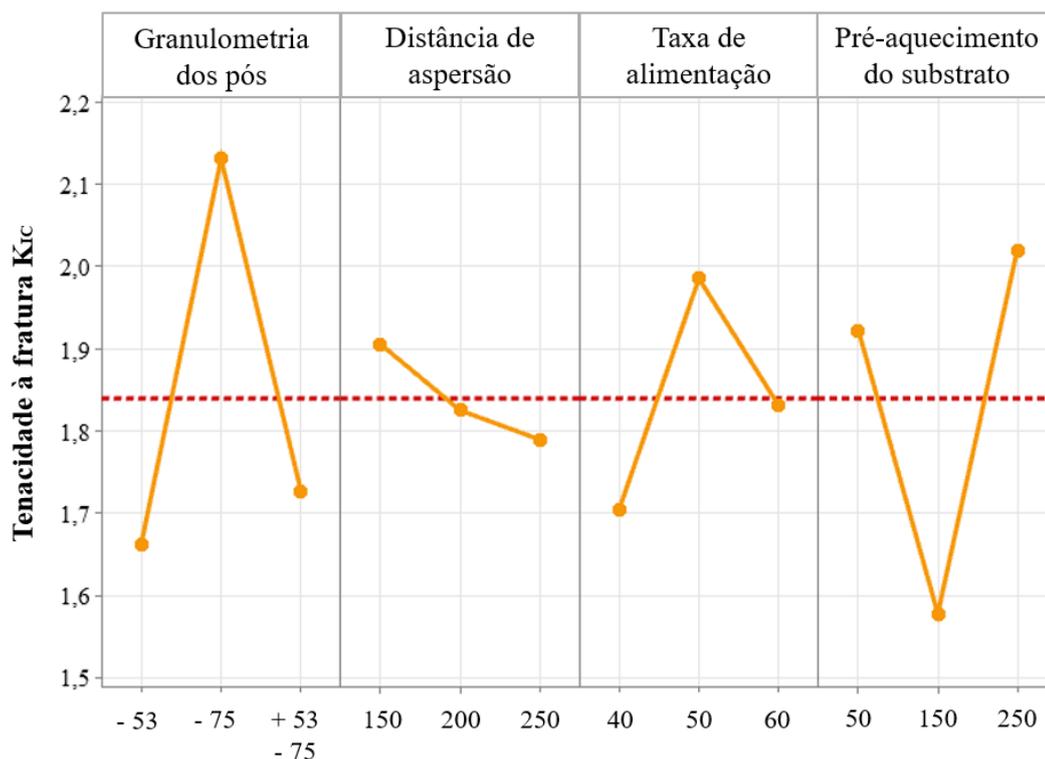
Fonte: Adaptado de [88, 109].

No Apêndice encontra-se detalhada a análise estatística dos resultados de tenacidade à fratura dos revestimentos de FeNbC com relação aos parâmetros do processo de FS. Destes, a granulometria dos pós exerceu maior influência sobre os valores de  $K_{IC}$ , seguida pelo pré-aquecimento do substrato, pela taxa de alimentação e, por fim, pela distância de aspersão. A partir da análise de variância foi possível verificar que três parâmetros apresentaram efeito

significativo sobre  $K_{IC}$ , sendo esses a granulometria dos pós, o pré-aquecimento do substrato e a taxa de alimentação.

Com o objetivo de avaliar de que maneira cada um dos fatores afetou os resultados, foi realizado o teste de Tukey. Este indicou que o processo de AT utilizando pós com granulometria menor do que 75  $\mu\text{m}$  conduziu a revestimentos de maior tenacidade à fratura. Com relação ao pré-aquecimento do substrato, foi possível observar que não houve diferença significativa sobre os resultados entre as temperaturas de 50°C e 250°C, e estas propiciaram os maiores valores médios de  $K_{IC}$ . Por sua vez, as maiores taxas de alimentação, de 50 g/min e 60 g/min, proporcionaram o aumento no valor médio de  $K_{IC}$ . Na Figura 45 são apresentados os gráficos dos efeitos dos parâmetros de aspersão sobre os valores de  $K_{IC}$ .

Figura 45 – Gráficos dos efeitos principais das variáveis do processo de FS sobre as médias dos resultados de  $K_{IC}$  dos revestimentos de FeNbC.



Fonte: Autora.

A influência da granulometria dos pós nas características microestruturais dos revestimentos produzidos por FS está relacionada à capacidade de a chama promover a fusão dos pós, o que depende do tamanho médio, da distribuição e da morfologia das partículas. Sendo assim, quanto maior for o diâmetro da partícula e mais ampla for sua distribuição de tamanho, maior será a

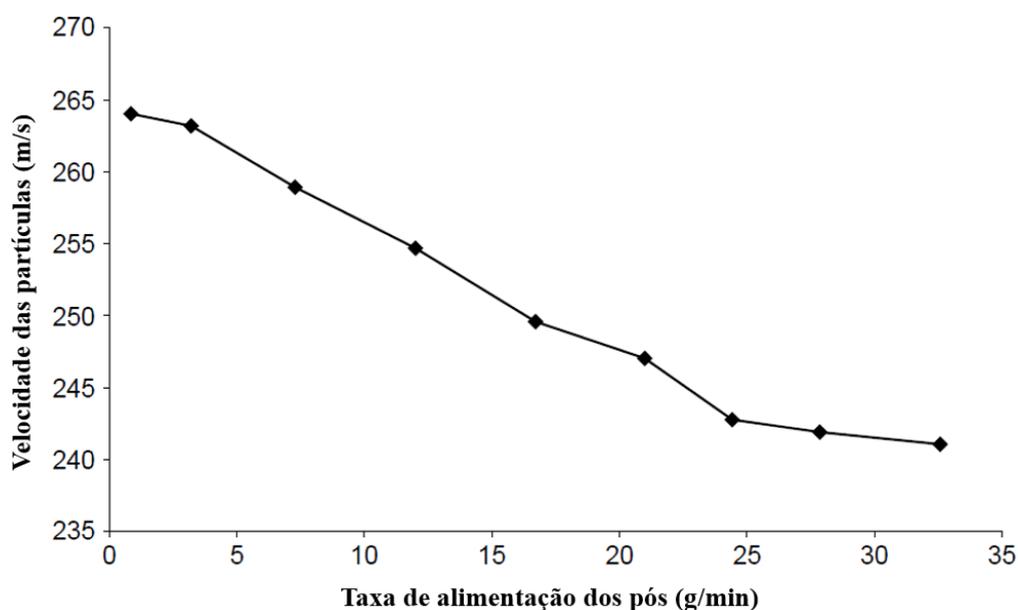
porosidade do revestimento e, como consequência, ocorrerá uma possível redução nos valores de  $K_{IC}$  [27]. Com relação aos pós utilizados na produção dos revestimentos de FeNbC, Bonetti [3] observou que todos apresentaram morfologia irregular. Ao avaliar a distribuição granulométrica dos pós, verificou que 40% das partículas dos pós menores que 53  $\mu\text{m}$  apresentaram um diâmetro médio abaixo de 5  $\mu\text{m}$ , enquanto menos de 30% das partículas dos pós menores que 75  $\mu\text{m}$  apresentaram esse diâmetro [3]. Ainda que pequenos tamanhos assegurem uma fusão mais completa, existem sérias dificuldades na injeção de partículas muito finas ( $< 5 \mu\text{m}$ ) dentro do sistema de aquecimento [5].

O pré-aquecimento do substrato é comumente realizado antes do processo de AT, e tem por objetivo inicial proporcionar a queima e volatilização de graxas, óleos e umidade retidos junto à superfície do metal, de maneira a torná-la quente e seca para o impacto das primeiras partículas fundidas. O pré-aquecimento também favorece a redução das tensões residuais, beneficiando a coesão entre as lamelas, uma vez que promove a expansão do substrato. Dessa forma, quando as partículas se chocam com a superfície há um resfriamento muito rápido, acompanhado da contração do material depositado, uma vez que o substrato já esteja dilatado devido ao pré-aquecimento, ele poderá contrair com o revestimento, o que possibilita a redução e melhor distribuição das tensões envolvidas [4, 38]. Autores relatam também a melhora na eficiência de deposição com o pré-aquecimento do substrato acima de 200°C, tendo em vista a redução na taxa de solidificação. Esta, por sua vez, possibilita a formação de lamelas em formato mais regular, evitando a produção de respingos no momento do impacto, o que reduz o teor de óxidos na camada [38, 110, 111]. Sendo assim, possivelmente o pré-aquecimento de 250°C utilizado no processo de FS afetou positivamente o resultado obtido pelo revestimento de FeNbC da amostra 4, tendo esta apresentado o maior valor médio de  $K_{IC}$ .

Dentre os parâmetros de aspensão que tiveram efeito significativo sobre os resultados de  $K_{IC}$  dos revestimentos de FeNbC, a taxa de alimentação dos pós foi o fator de menor influência e, de maneira geral, as maiores taxas conduziram aos maiores valores de tenacidade à fratura. A taxa de alimentação está diretamente relacionada com a velocidade e a temperatura atingida pelas partículas, que por sua vez, afetam a qualidade do revestimento. O aumento da temperatura favorece a fusão das partículas, enquanto velocidades maiores permitem que as partículas fundidas atinjam o substrato mais rapidamente, evitando que se solidifiquem antes do impacto. Estas duas características favorecem a adesão do revestimento e a coesão entre as lamelas [20, 112, 113].

O aumento na taxa de alimentação resulta na diminuição tanto da temperatura como da velocidade das partículas, o que é evidenciado na Figura 46 [9]. Ao utilizar taxas de alimentação muito elevadas, aumenta-se o número de partículas na pistola, fazendo com que elas se choquem entre si perdendo velocidade, bem como reduzindo a quantidade de calor que chega a cada partícula e, assim, parte do pó não atingirá o estado fundido necessário para que haja aderência, gerando perdas e tornando o processo pouco eficiente. Por outro lado, a diminuição da taxa de alimentação do pó implica no aumento do tempo de aspersão térmica e em maior consumo de gases durante o processo e, conseqüentemente, elevam-se os custos de produção [112].

Figura 46 – Mudança na velocidade de partículas de alumina em função do aumento na taxa de alimentação dos pós em um processo de APS.



Fonte: [9].

A tenacidade à fratura pode ser considerada um indicativo da qualidade do revestimento com relação a adesão e coesão. Nesse sentido, a menor taxa de alimentação, teoricamente, conduziria aos maiores valores de  $K_{IC}$ . Entretanto, a partir da análise estatística, verificou-se que a taxa de alimentação de 60 g/min resultou na maior média dos resultados de  $K_{IC}$ . Por se tratar de um processo estocástico, as características e propriedades dos revestimentos desenvolvem-se sob influência de uma série de variáveis que vão além dos parâmetros do processo de FS previamente analisados. Nesse sentido, a heterogeneidade microestrutural contribui ainda mais para que o desempenho do revestimento muitas vezes não seja explicado por uma única variável, mais sim por uma combinação delas.

### 5.3 ANÁLISE DE ADERÊNCIA

Na análise de revestimentos, um dos principais objetivos do *scratch test* é avaliar a condição de aderência do revestimento ao substrato. A tensão de aderência pode ser dividida em dois tipos, tensão adesiva entre revestimento e substrato, e tensão coesiva entre lamelas. Tendo em vista as demandas tribológicas crescentes, a adesão destaca-se como uma propriedade fundamental de revestimentos termicamente aspergidos [114]. O *scratch test* é um método normatizado e bem difundido para avaliar essa propriedade, tendo sido utilizado no presente trabalho para analisar o comportamento dos revestimentos de FeNbC com relação a aderência. Os ensaios foram realizados na seção transversal dos revestimentos, conforme dita a norma ISO 27307:2015 [8], e os resultados são apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 – Tipos de falhas dos revestimentos de FeNbC nas diferentes cargas dos ensaios de esclerometria retilínea.

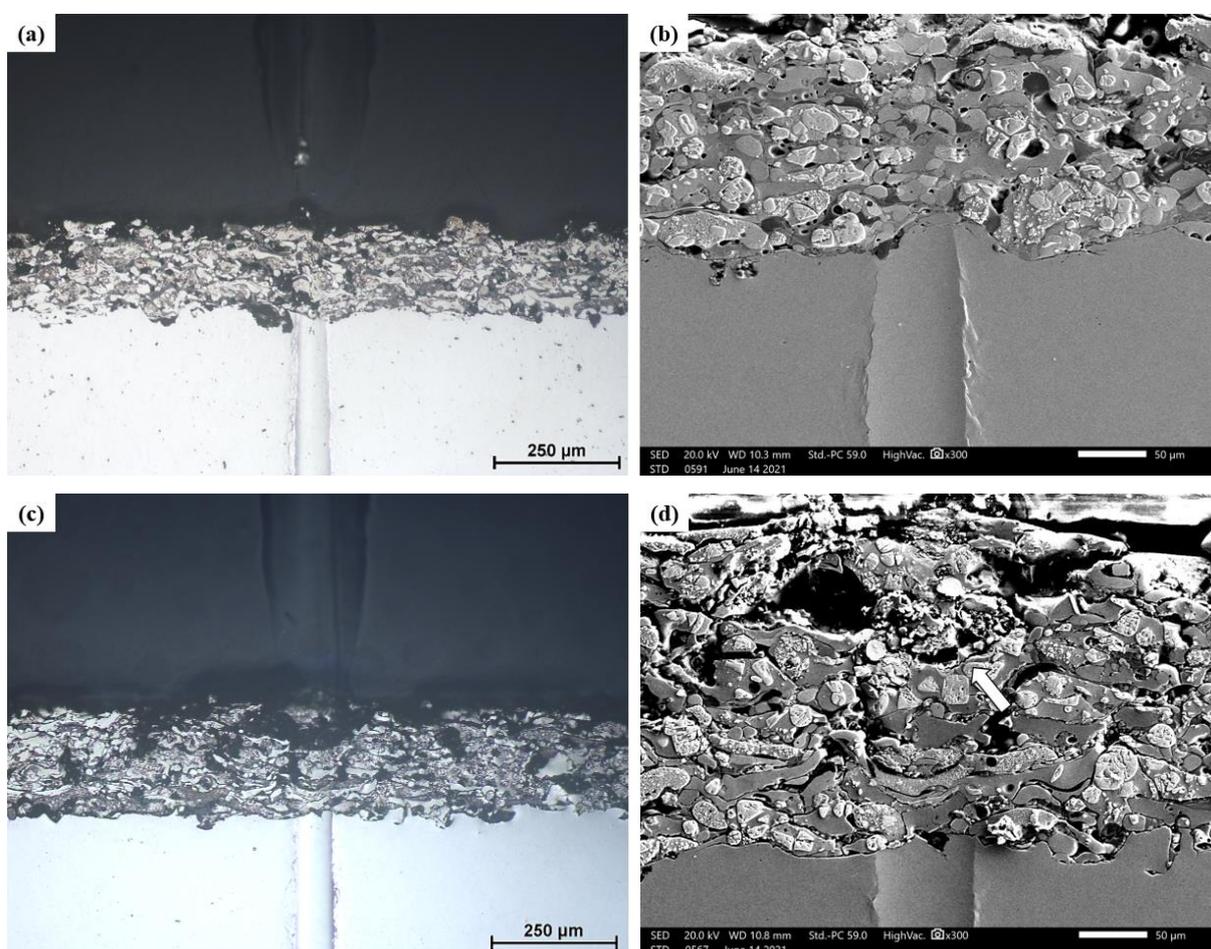
<b>Amostra</b>	<b>5 N</b>	<b>10 N</b>	<b>15 N</b>	<b>20 N</b>	<b>25 N</b>
<b>1</b>	Coesiva	Adesiva	Adesiva	Adesiva	Adesiva
<b>2</b>	Coesiva	Coesiva	Adesiva	Adesiva	Adesiva
<b>3</b>	-	Coesiva	Adesiva	Adesiva	Adesiva
<b>4</b>	-	Coesiva	Adesiva	Adesiva	Adesiva
<b>5</b>	Coesiva	Coesiva	Coesiva	Adesiva	Adesiva
<b>6</b>	Coesiva	Coesiva	Adesiva	Adesiva	Adesiva
<b>7</b>	Coesiva	Coesiva	Coesiva	Adesiva	Adesiva
<b>8</b>	-	Adesiva	Adesiva	Adesiva	Adesiva
<b>9</b>	Coesiva	Coesiva	Adesiva	Adesiva	Adesiva

Fonte: Autora.

A avaliação dos tipos de falhas foi feita, a partir de micrografias de MO com aumento de 100x, nas quais foi observada a presença ou não de trincas decorrentes do desenvolvimento do risco sob carga constante pré-determinada. Ainda que a norma oriente a avaliação dos tipos de falha por meio de microscopia óptica, neste trabalho também se utilizou microscopia eletrônica de varredura buscando complementar a análise e obter melhor visualização das trincas. Conforme apresentado na Tabela 11, para a carga de 5N, as amostras 3, 4 e 8 não apresentaram falha, ou

seja, não houve a formação de trincas com o riscamento. As demais amostras, por sua vez, apresentaram falha coesiva, que consiste no surgimento de trincas no interior do revestimento devido a fraca coesão entre as lamelas. Na Figura 47 são apresentadas micrografias de MO e MEV dos riscos produzidos por *scratch test* na seção transversal dos revestimentos de FeNbC, indicando a não ocorrência de falha, evidenciada pela ausência de trincas, bem como a falha coesiva, manifesta na presença de trincas no interior do revestimento.

Figura 47 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 5N: (a) não houve falha (MO); (b) não houve falha (MEV); (c) falha coesiva (MO) e; (d) falha coesiva (MEV). Imagens de MO com aumento de 100x e de MEV com aumento de 300x. Seta indica a presença de trincas.

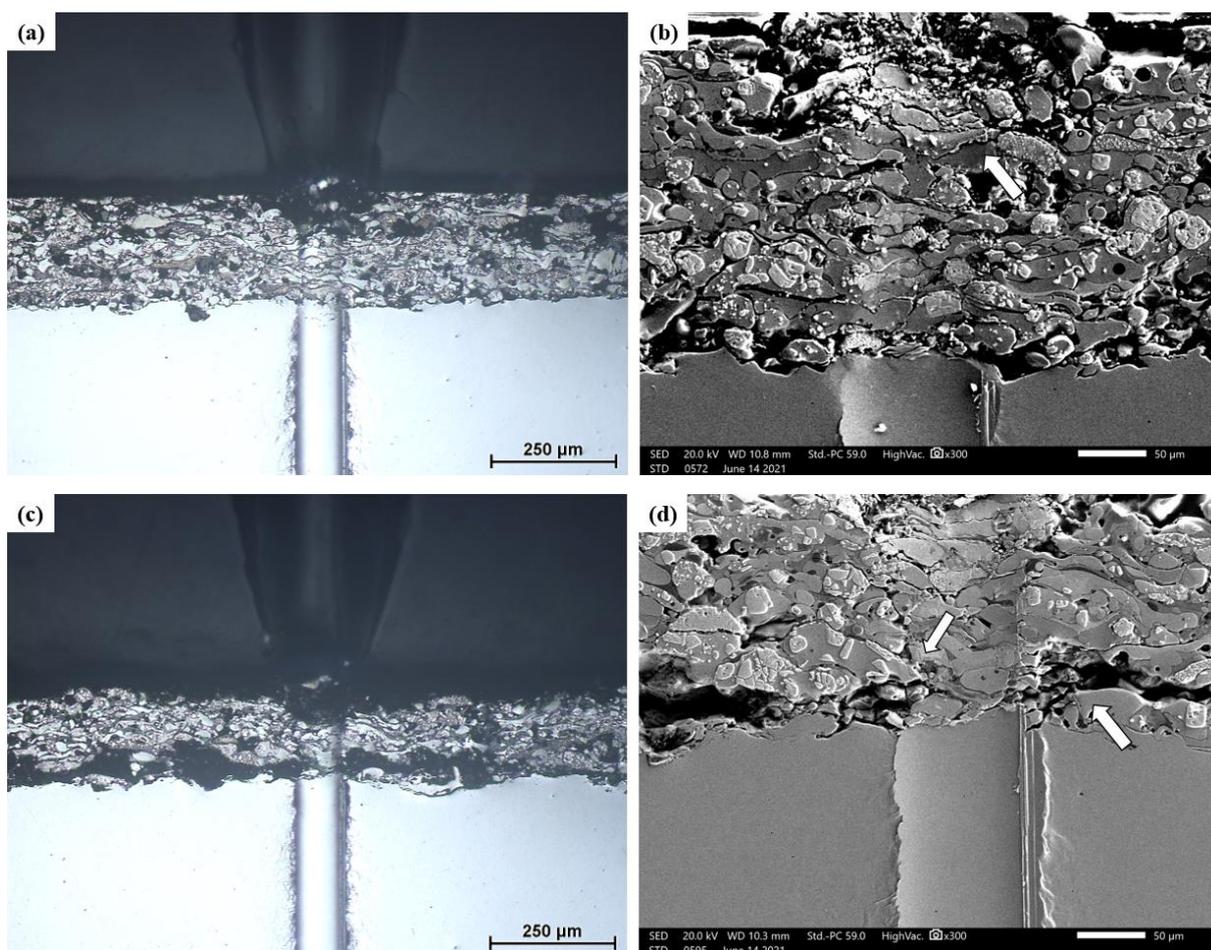


Fonte: Autora.

Nos ensaios realizados com a carga de 10N houve formação de trincas e, portanto, ocorrência de falhas em todas as condições avaliadas, conforme apresentado na Tabela 11. No entanto, apenas as amostras 1 e 8 apresentaram falhas adesivas, ou seja, as trincas formaram-se na

interface entre o substrato e o revestimento, como demonstrado nas Figuras 48 (c) e (d). Em contrapartida, as demais amostras apresentaram falhas coesivas, com trincas formadas no interior do revestimento, destacadas nas Figuras 48 (a) e (b).

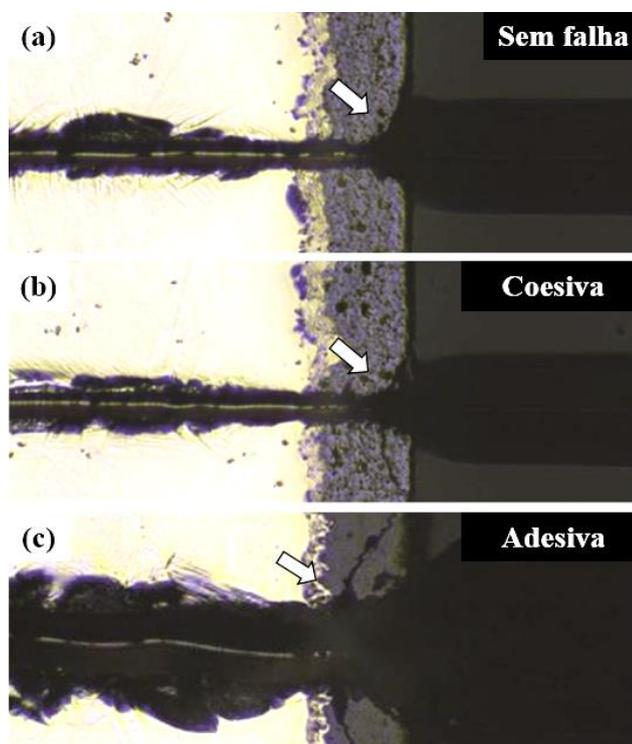
Figura 48 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 10N: (a) falha coesiva (MO); (b) falha coesiva (MEV); (c) falha adesiva (MO) e; (d) falha adesiva (MEV). Imagens de MO com aumento de 100x e de MEV com aumento de 300x. Setas indicam a presença de trincas.



Fonte: Autora.

Ao analisar as micrografias de MO dos riscos após os ensaios, em alguns casos, é possível observar a presença de uma área cônica escura, conforme demonstrado na Figura 49. Alguns autores avaliam a aderência dos revestimentos fazendo uma correlação indireta com a área projetada do cone formado. Este pode se formar a partir da interface entre revestimento e substrato, caracterizando uma falha adesiva, ou ser formado a partir do revestimento até a resina, indicando uma falha coesiva. De maneira geral, os autores estabelecem que quanto maior for a área projetada do cone, menor será a adesão entre revestimento e substrato [6, 114].

Figura 49 – Micrografias de MO da seção transversal de revestimentos de YSZ produzidos por APS após *scratch test* com carga constante de 20N: (a) não houve falha; (b) falha coesiva e; (c) falha adesiva. Setas indicam a área cônica formada após o ensaio.



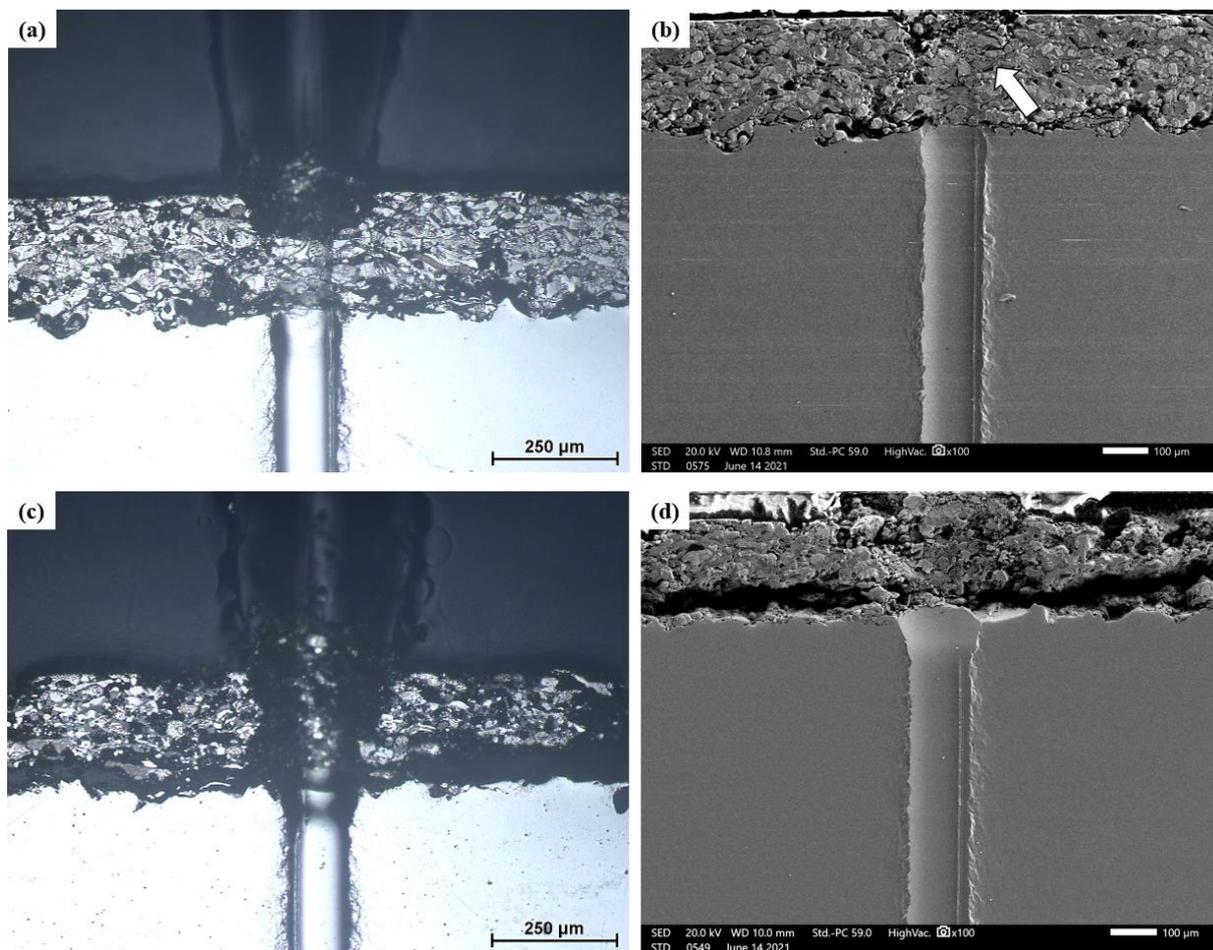
Fonte: Adaptado de [8].

A análise baseada puramente na área cônica formada, em contrapartida, pode incorrer em equívocos, tendo em vista que pode haver a formação do cone no revestimento sem que esse esteja diretamente associado ao surgimento de trincas, como mostrado na Figura 49 (a). Observa-se, por sua vez, que as falhas coesiva e adesiva apresentadas, respectivamente, nas Figuras 49 (b) e (c), possuem tanto a área cônica escura quanto as trincas formadas ao longo do ensaio. Destaca-se, portanto, que no presente trabalho a definição do tipo de falha se deu com base na presença de trincas, ainda que em algumas análises essas estivessem associadas a uma área cônica.

Na Figura 50 são apresentados os dois tipos de falhas obtidos nos ensaios de esclerometria retilínea realizados sob a carga constante de 15N. É possível observar na Figura 50 (a) a área cônica escura, bem como a presença de trincas que se iniciam junto ao cone, mas se estendem para além da sua área. Na falha adesiva, evidenciada na Figura 50 (c), torna-se ainda mais evidente a formação do cone e a presença de trincas que, neste caso, estendem-se pela interface entre substrato e revestimento. Conforme apresentado na Tabela 11, apenas os revestimentos

das condições 5 e 7 apresentaram falha coesiva, enquanto as demais amostras falharam por adesão.

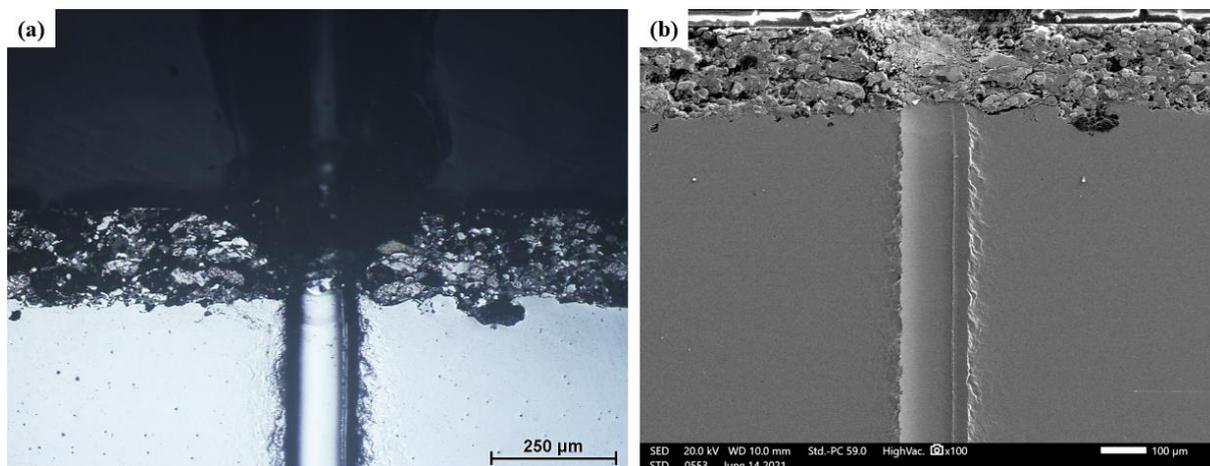
Figura 50 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 15N: (a) falha coesiva (MO); (b) falha coesiva (MEV); (c) falha adesiva (MO) e; (d) falha adesiva (MEV). Aumento de 100x.



Fonte: Autora.

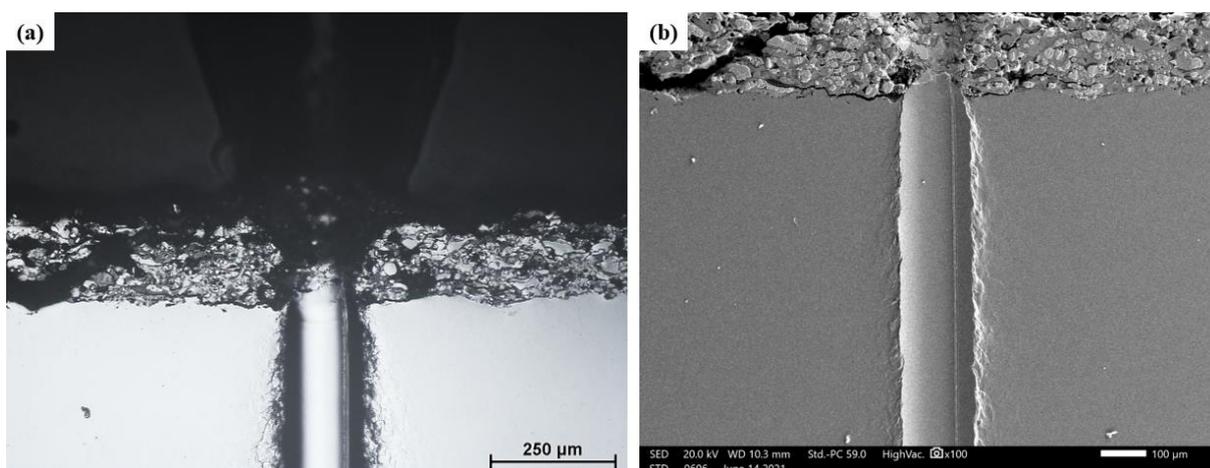
Os ensaios de esclerometria retilínea realizados com cargas constantes de 20N e 25N conduziram a falhas adesivas em todos os revestimentos avaliados, como exposto na Tabela 11. As Figuras 51 e 52 exibem, respectivamente, as falhas adesivas nas cargas de 20N e 25N. Embora apresentem o mesmo tipo de falha, é possível observar na Figura 52 que a área cônica formada é menor e inicia-se no interior do revestimento. Tal aspecto poderia levar a uma análise incorreta de falha coesiva, no entanto houve a formação de trincas na interface entre substrato e revestimento, caracterizando, portanto, a falha adesiva.

Figura 51 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 20N: (a) falha adesiva (MO) e; (b) falha adesiva (MEV). Aumento de 100x.



Fonte: Autora.

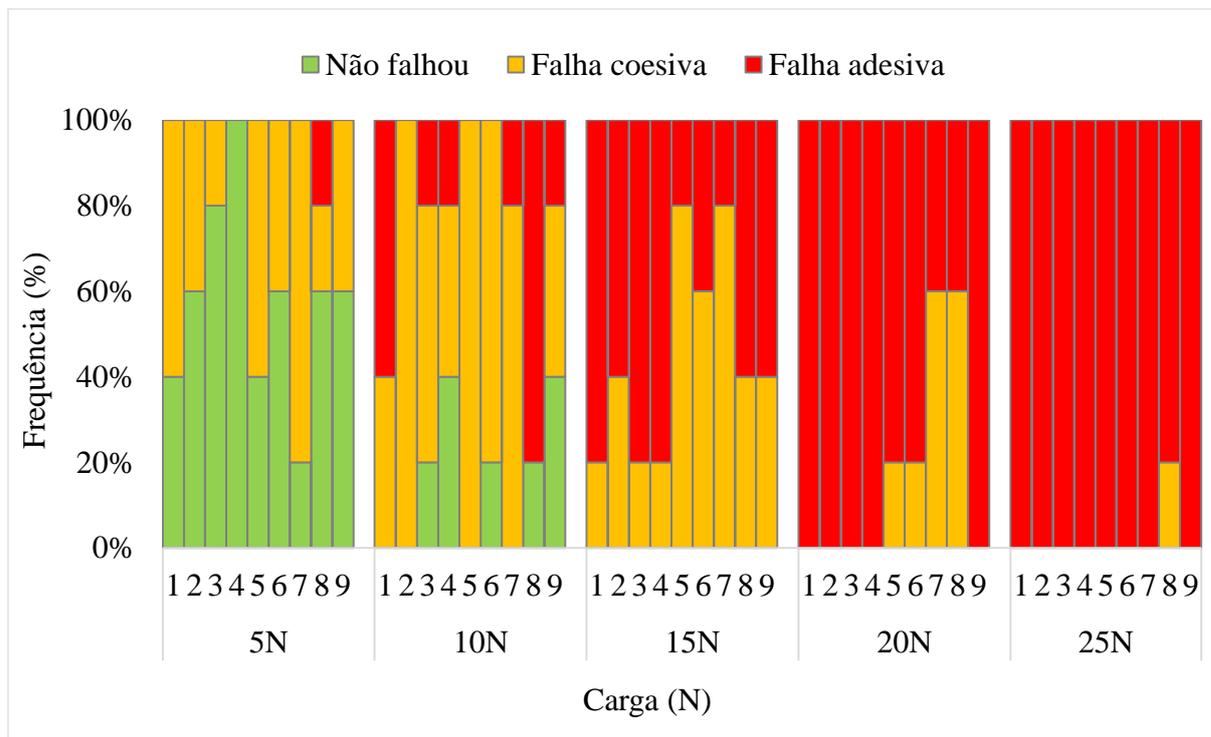
Figura 52 – Micrografias dos tipos de falhas para a carga de 25N: (a) falha adesiva (MO) e; (b) falha adesiva (MEV). Aumento de 100x.



Fonte: Autora.

A partir da análise de imagens de MO é possível inferir, portanto, que em pequenas cargas as falhas coesivas são predominantes, havendo ainda a ausência de falha para algumas condições avaliadas. Com o aumento da carga ocorreram falhas em todos os revestimentos de FeNbC analisados, que se tornaram predominantemente adesivas em cargas maiores. Por fim, a partir da carga aplicada de 20N, os revestimentos falharam somente por adesão. O percentual dos tipos de falhas para cada revestimento analisado é mostrado na Figura 53.

Figura 53 – Percentual de cada tipo de falha observado nos revestimentos de FeNbC submetidos ao *scratch test* sob diferentes cargas.



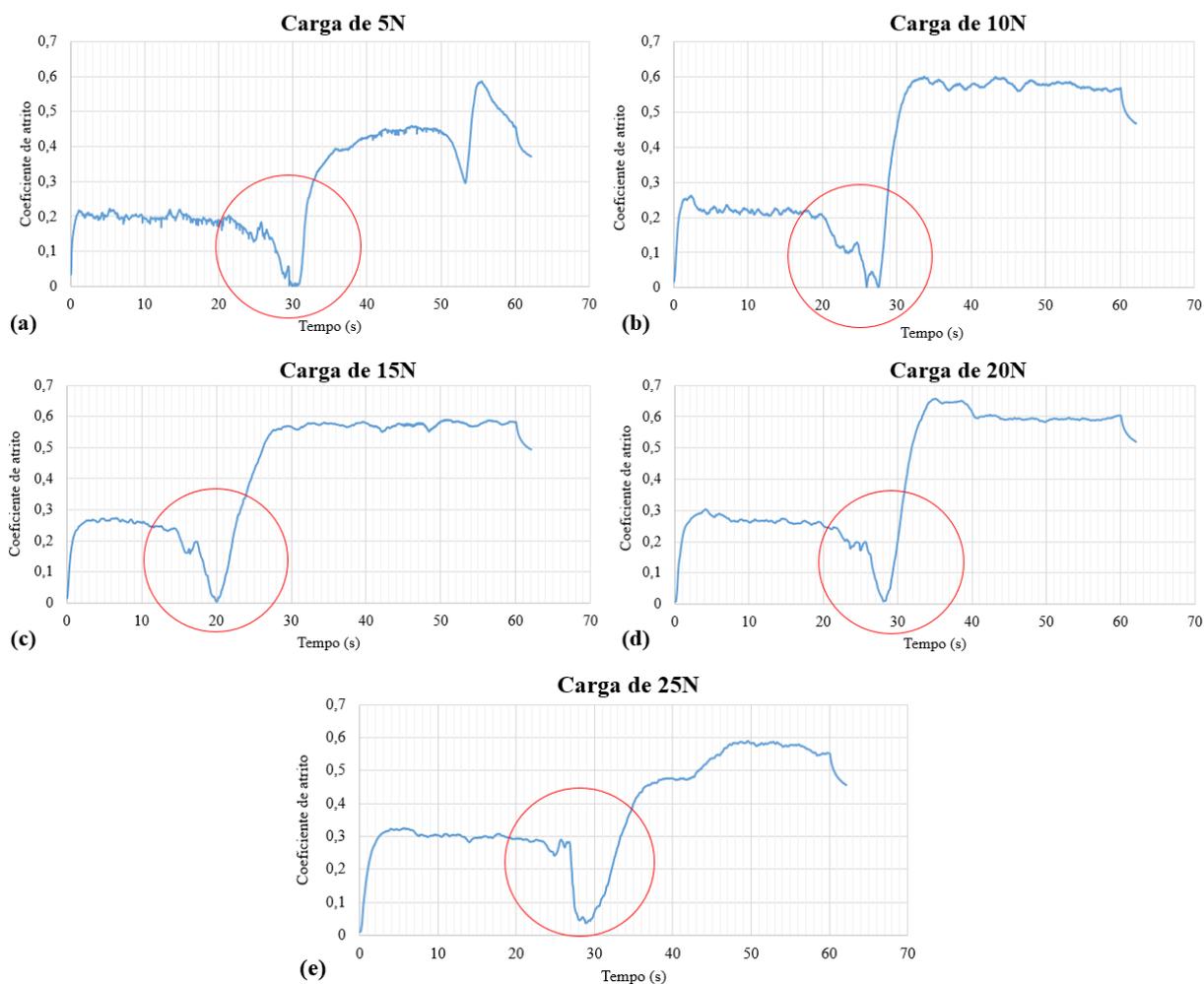
Fonte: Autora.

Na Figura 53 torna-se evidente a presença de mais de um tipo de falha nas diferentes cargas analisadas. Neste sentido, ressalta-se a metodologia adotada com base na norma ISO 27307:2015 [8], na qual é definida a ocorrência de determinado tipo de falha quando esta está presente em, no mínimo, 30% das análises. Sendo assim, como foram realizados 5 ensaios por carga, a presença de determinado modo de falha foi considerada quando observado em, pelo menos, 2 ensaios, correspondendo, portanto, a 40% das análises. Para os casos em que os percentuais de falhas coesivas e adesivas são de 30% ou mais, define-se que o revestimento falhou por adesão. De maneira similar, quando há pelo menos 30% de falhas coesivas e o restante não apresenta falhas, considera-se que houve falha por coesão.

O *scratch test* realizado na seção transversal de revestimentos possibilita avaliar, além dos tipos de falhas, o coeficiente de atrito (COF) durante o ensaio. As amostras dos revestimentos de FeNbC demonstraram comportamento semelhante com relação ao atrito, independentemente dos diferentes parâmetros envolvidos em sua produção. Na Figura 54, portanto, são apresentados os dados do coeficiente de atrito com relação ao tempo de ensaio, considerando apenas as diferentes cargas aplicadas. É possível verificar um comportamento similar do COF para as diferentes cargas de ensaio, em que esse sofre uma queda abrupta por alguns segundos

e, em seguida, aumenta até um patamar mais elevado do que apresentava inicialmente. Nos primeiros segundos de ensaio, o COF apresenta valores entre 0,2 e 0,3, que correspondem ao substrato de aço SAE 1020. Há, então, uma queda na curva que indica a redução do COF para valores próximos a zero, os quais correspondem ao revestimento. Por fim, o aumento do COF para valores superiores a 0,4 indicam o período em que o penetrador atua sobre a resina acrílica. Essa região de queda e posterior aumento, indicada por círculos vermelhos na Figura 54, demonstra o comportamento do atrito no revestimento.

Figura 54 – Coeficiente de atrito em função do tempo de ensaio de esclerometria retilínea dos revestimentos de FeNbC nas cargas de: (a) 5N; (b) 10N; (c) 15N; (d) 20N e; (e) 25N.



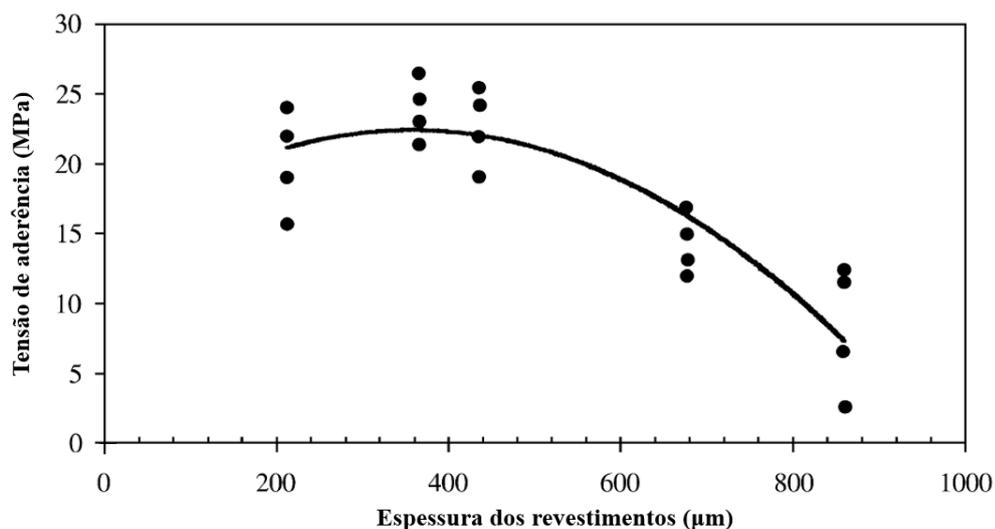
Fonte: Autora.

A resistência adesiva dos revestimentos produzidos por AT normalmente pode ser correlacionada à sua espessura. Embora revestimentos de elevada espessura pareçam fornecer maior vida útil, esta pode ser reduzida com a remoção precoce desse tipo de revestimento. De

maneira geral, ensaios de aderência e aplicações em serviço de revestimentos com diferentes espessuras têm demonstrado uma redução na resistência à adesão e na vida útil com o aumento da espessura do revestimento. A principal hipótese para tal comportamento está relacionada às tensões residuais, que contribuem para a redução da resistência à adesão em revestimentos mais espessos [115]. As altas taxas de solidificação das partículas fundidas e a diferença na expansão térmica entre revestimento e substrato contribuem para o desenvolvimento de tensões residuais. Estas, quando elevadas, podem resultar em trincas, na fragmentação do revestimento, em mudanças de forma e, em geral, prejudicar o desempenho do componente como um todo [116]. Greving, Shadley e Rybicki [115] analisaram dados de tensão de adesão de diferentes revestimentos produzidos por AT com espessuras variando entre 250 e 1500  $\mu\text{m}$ , a partir dos quais, observaram uma tendência de queda na resistência adesiva com o aumento da espessura dos revestimentos. Os autores argumentam que, aparentemente, as tensões residuais de tração causam a degradação da resistência à adesão com o aumento da espessura do revestimento. Segundo Hadad e colaboradores [50], as tensões residuais produzem mais força motriz para a propagação de trincas na interface de revestimentos mais espessos. No entanto, a redução para níveis mais baixos de tensões de tração, ou a mudança das tensões residuais de tração para compressivas, tendem a melhorar a adesão de revestimentos mais espessos [115].

Godoy e colaboradores [117] produziram revestimentos de NiCrAl em substratos de aço pelo processo de APS com espessuras variando entre 200 e 900  $\mu\text{m}$ , e observaram comportamento similar ao relatado por Greving, Shadley e Rybicki [115], conforme mostrado na Figura 55. É possível visualizar, na Figura 55, que os revestimentos mais espessos exibiram a menor tensão de adesão. Tais resultados indicam uma possível correlação entre as tensões residuais tração na interface e a adesão entre revestimento e substrato, de forma que quanto maiores as tensões, menor será a resistência adesiva. Por outro lado, a tensão residual média no revestimento diminui à medida que a espessura aumenta, sugerindo uma correlação inversa entre as duas variáveis [117]. Kesler e colaboradores [116] verificaram que a tensão é mais tração em camadas finas de revestimento que estão imediatamente adjacentes ao substrato. Em contrapartida, nas camadas posteriormente depositadas a tensão diminui, provavelmente devido à diferença entre a adesão do novo revestimento com as camadas anteriores e a adesão do revestimento com o substrato de aço. Além disso, podem ocorrer efeitos de recozimento sobre a tensão nas camadas anteriores causado pela entrada de calor das novas partículas sendo depositadas [116].

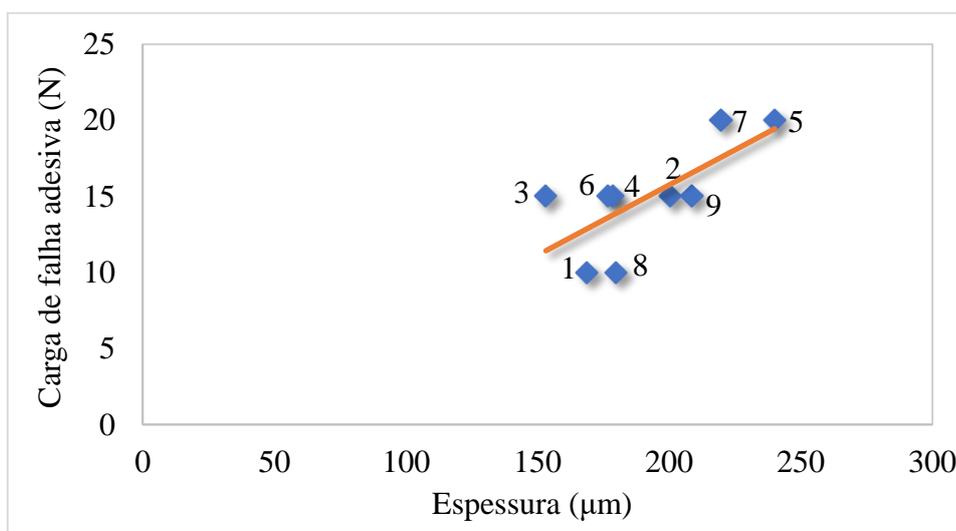
Figura 55 – Tensão de adesão de revestimentos NiCrAl depositados em diferentes espessuras sobre substratos de aço AISI 1020. Resultados experimentais obtidos em ensaios de tração.



Fonte: [117].

A curva apresentada na Figura 55 revela um leve crescimento na tensão de adesão com o aumento da espessura de, aproximadamente, 200 μm para 380 μm. O aumento posterior na espessura dos revestimentos, por sua vez, conduziu a uma queda acentuada na tensão de adesão [117]. Na Figura 56 é apresentado um diagrama de dispersão entre os resultados de adesão por *scratch test* dos revestimentos de FeNbC, bem como as espessuras de cada amostra analisada no presente trabalho. É possível verificar, a partir da linha de tendência, uma relação entre o aumento da resistência à falha por adesão e da espessura do revestimento. Essa relação é ratificada pelo coeficiente de correlação de Pearson de 0,72, o qual indica uma forte correlação entre adesão e espessura. Este desempenho pode estar em concordância com o comportamento observado na Figura 55, tendo em vista que as espessuras dos revestimentos de FeNbC são inferiores à 400 μm, não correspondendo, portanto, à porção do gráfico em que há uma queda acentuada na tensão de aderência com o aumento da espessura.

Figura 56 – Diagrama de dispersão entre a resistência à adesão e a espessura dos revestimentos de FeNbC.

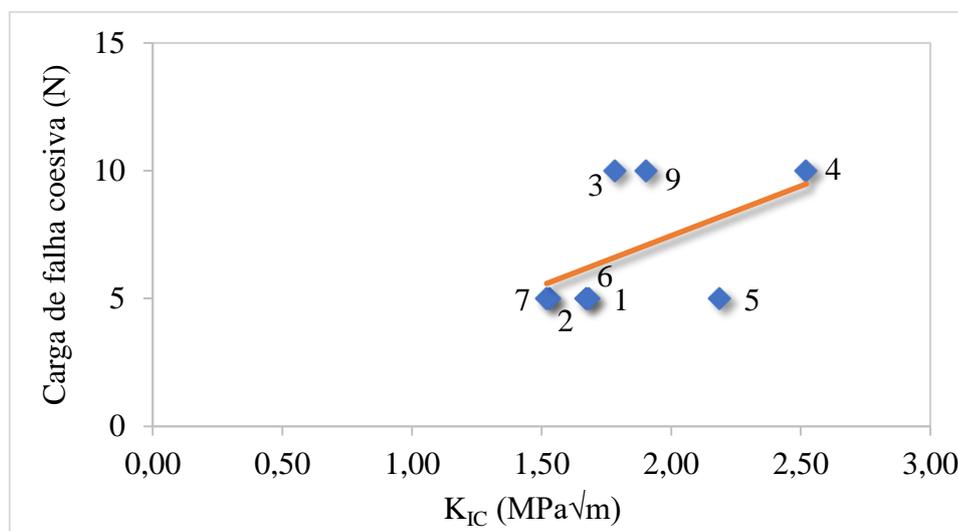


Fonte: Autora.

A microestrutura lamelar altamente anisotrópica dos revestimentos produzidos por AT afeta a sua resistência de aderência. Assim, o tamanho e a distribuição da porosidade, o teor de óxidos, as tensões residuais e a densidade de trincas, têm influência importante no desempenho e na eventual falha do sistema revestimento/substrato [11]. Mittal [118] destaca que, independentemente da aplicação de um revestimento, seja esta funcional, decorativa ou protetora, suas propriedades e características funcionais e de desempenho dependem da adesão entre o material depositado e o substrato sólido.

A coesão entre as lamelas possui grande influência sobre a tenacidade à fratura de um revestimento aspergido termicamente, tendo em vista que a resistência coesiva de um material está intimamente ligada à sua capacidade de se deformar sem que ocorra a fratura [6, 119]. Nesse sentido, avaliou-se a relação entre a tenacidade à fratura e as cargas de falhas por coesão dos revestimentos de FeNbC a partir do coeficiente de correlação de Pearson, o qual apresentou como valor 0,52. Dessa forma, é possível inferir que houve uma correlação moderada entre o  $K_{IC}$  e a resistência à falha coesiva dos revestimentos, em que o aumento da coesão entre as lamelas está associado ao aumento da tenacidade à fratura, conforme evidenciado pelo diagrama de dispersão apresentado na Figura 57.

Figura 57 – Diagrama de dispersão da resistência à falha coesiva e dos resultados de  $K_{IC}$  dos revestimentos de FeNbC.

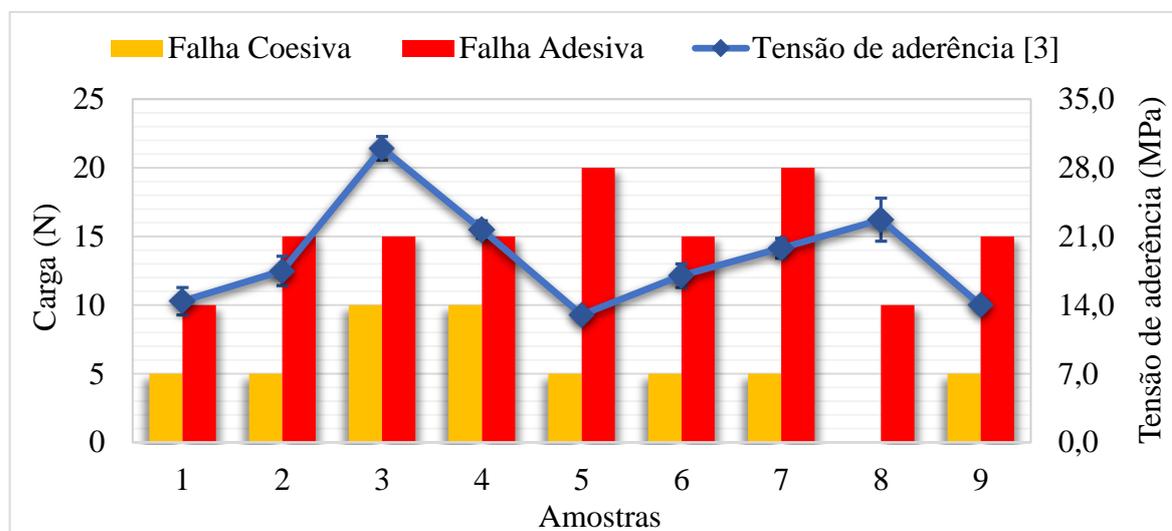


Fonte: Autora.

Neste trabalho, a tenacidade à fratura dos revestimentos de FeNbC foi relacionada somente à coesão entre as lamelas, ou seja, não se propôs relação entre os valores de  $K_{IC}$  e as cargas de falha adesiva. Tal análise tem como base a execução dos ensaios de fratura por indentação, realizados no interior do revestimento e não em sua interface com o substrato. Sendo assim, os resultados de  $K_{IC}$  obtidos refletem a resistência à propagação de trincas no interior dos revestimentos e possuem melhor relação com a coesão entre as lamelas. Um comparativo com a adesão seria possível caso os ensaios tivessem sido realizados na interface revestimento/substrato, em que seria avaliada a tenacidade à fratura na interface.

Em trabalho anterior, Bonetti [3] avaliou a aderência dos revestimentos de FeNbC pelo método de TAT, em que observou, predominantemente, falhas adesivas. Na Figura 58 são apresentadas as cargas de falhas por adesão/coesão obtidas a partir do *scratch test* na seção transversal dos revestimentos de FeNbC, assim como os resultados de tensão de aderência por tração obtidos por Bonetti [3] para os mesmos revestimentos. É possível verificar que a amostra 5, que mostrou a menor tensão de aderência à tração, apresentou a maior carga de falha por adesão no *scratch test*. Sendo assim, não se observou boa correlação no comportamento apresentado pelos revestimentos sob diferentes ensaios. O coeficiente de correlação de Pearson entre a resistência à adesão no *scratch test* e a tensão de aderência à tração, próximo a zero, indica a fraca correlação observada.

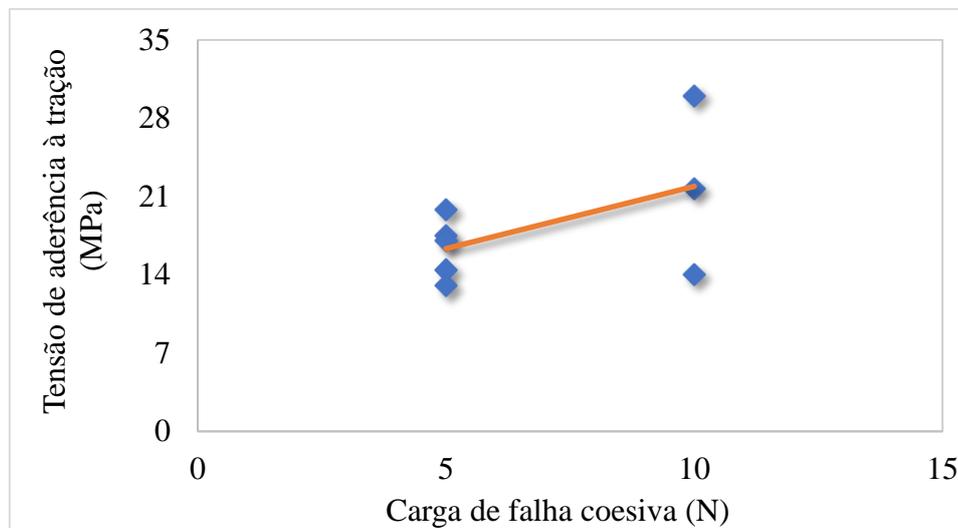
Figura 58 – Comportamento de adesão/coesão dos revestimentos de FeNbC comparado com os resultados de tensão de aderência por tração obtidos por Bonetti [3].



Fonte: Autora. Tensão de aderência de [3].

A resistência à falha coesiva, apresentada pelos revestimentos de FeNbC, demonstrou uma correlação moderada com a tensão de aderência à tração, evidenciada pelo coeficiente de correlação de Pearson de 0,52. Na Figura 58 é possível observar que os revestimentos das condições 3, 4 e 8, não só apresentaram os maiores valores de tensão de aderência à tração, como também não falharam por coesão no *scratch test* na menor carga de ensaio, de 5N. É possível inferir, portanto, uma tendência a maior resistência à coesão ao *scratch test* por parte dos revestimentos com maior tensão de aderência à tração, conforme apresentado no diagrama de dispersão da Figura 59.

Figura 59 – Diagrama de dispersão da resistência à falha coesiva e da tensão de aderência à tração dos revestimentos de FeNbC.



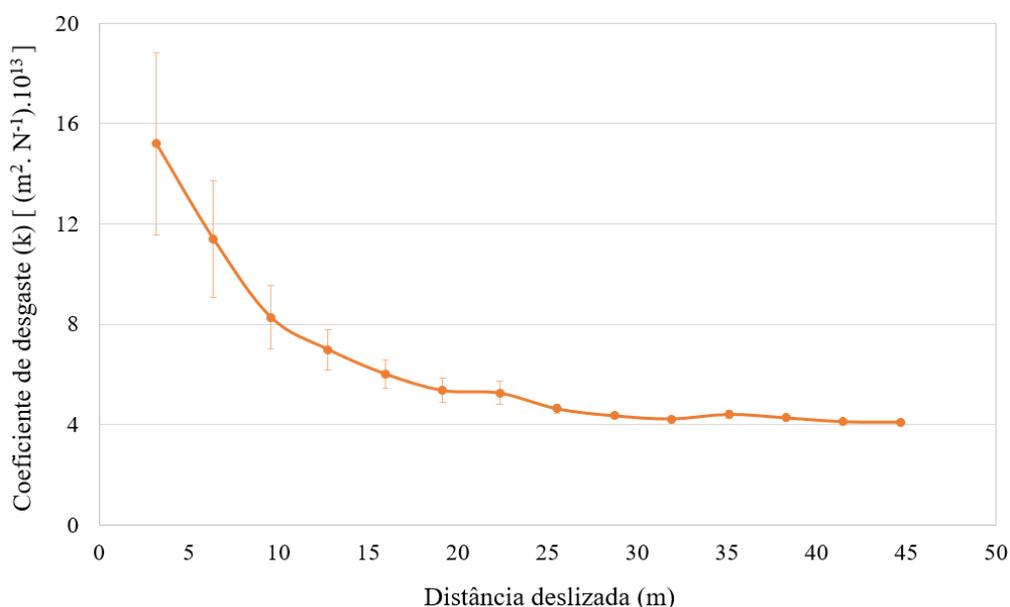
Fonte: Autora. Tensão de aderência de [3].

Vencl e colaboradores [6] compararam a aderência de revestimentos a partir do *scratch test* e do TAT, em que observaram uma tendência geral de que os revestimentos com maior tensão de aderência à tração apresentassem também, maior resistência de aderência ao risco. No entanto, os autores destacaram que uma comparação direta dos resultados do TAT e do *scratch test* é questionável [6]. A porosidade geralmente reduz a tensão de aderência à tração, uma vez que, sob ação de uma tensão trativa, um poro de tamanho crítico pode induzir falhas macroscópicas. No *scratch test*, por sua vez, devido a presença de tensões compressivas, a influência da porosidade sobre os resultados torna-se menor [6]. No caso de revestimentos cerâmicos porosos, o TAT possui o problema inerente de estar sujeito à penetração do adesivo usado na junção do suporte de teste com o revestimento, o que poderia, segundo Oksa *et al.* [120], resultar em maiores valores de adesão. Vencl e colaboradores [6] destacam que esse problema está relacionado à revestimentos com espessuras inferiores à 380  $\mu\text{m}$ , condição observada nos revestimentos de FeNbC. Nesse sentido, a utilização de técnicas alternativas para a análise da aderência de revestimentos produzidos por AT, como o *scratch test* na seção transversal, mostra-se relevante [120]. Sugere-se a realização de ensaios tribológicos objetivando ratificar os resultados de *scratch test* e, assim, a análise da coesão dos revestimentos [6].

#### 5.4 DESGASTE EM MICROABRASÃO

Os ensaios de microabrasão foram realizados com  $\text{SiO}_2$  na superfície dos revestimentos de FeNbC produzidos por FS como forma de avaliar o desgaste abrasivo em microescala desses materiais. Na Figura 60 é exibida uma curva indicando o comportamento típico do coeficiente de desgaste dimensional ( $k$ ) em função da distância deslizada pela esfera durante os ensaios.

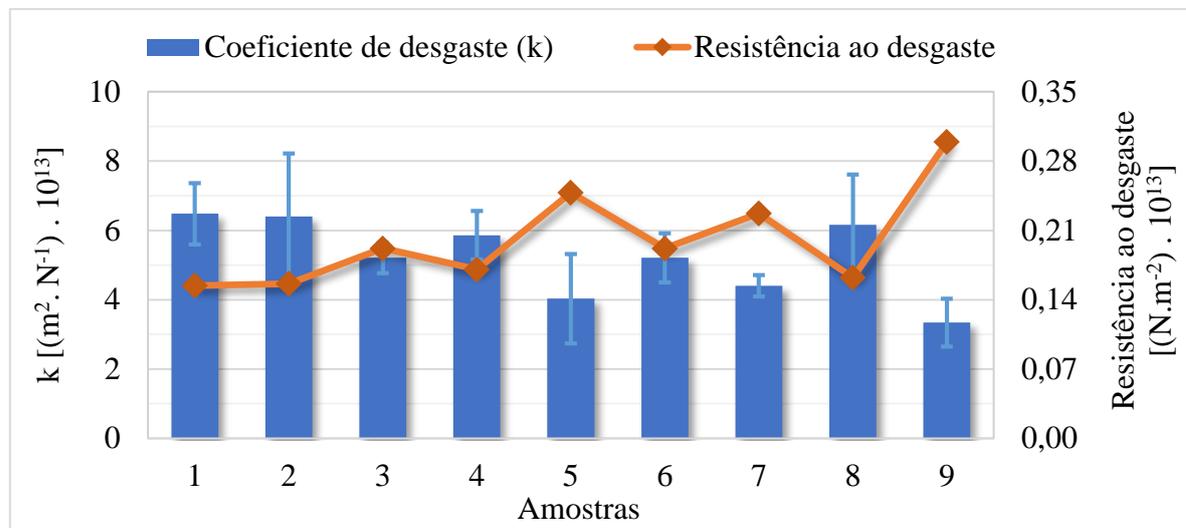
Figura 60 – Evolução do coeficiente de desgaste dimensional ( $k$ ) com a distância deslizada de uma das calotas produzidas na amostra 7 durante o ensaio de microabrasão.



Fonte: Autora.

Na Figura 60 é possível observar que com o desenvolvimento do ensaio ocorre uma redução no valor de  $k$  e também em sua variação. É a partir da média dos três últimos pontos, os quais já se encontram no regime permanente, que se calcula o coeficiente de desgaste dimensional de um ensaio, conforme representado na Figura 68. Os coeficientes de desgaste dos revestimentos de FeNbC foram aqui definidos a partir da média de três valores de  $k$  obtidos em três ensaios, ou seja, em três calotas. A partir da metodologia definida, o regime permanente do coeficiente de desgaste foi alcançado em todos os ensaios realizados. Os coeficientes de desgaste médios são apresentados na Figura 61 e na Tabela 12.

Figura 61 – Coeficiente de desgaste dimensional médio e resistência ao desgaste abrasivo dos revestimentos de FeNbC.



Fonte: Autora.

Tabela 12 – Resultados dos ensaios de microabrasão com  $SiO_2$  dos revestimentos de FeNbC.

Amostra	Coeficiente de desgaste (k) ( $m^2 \cdot N^{-1}$ )	Volume desgastado ( $mm^3$ )	Profundidade da calota ( $\mu m$ )	Percentual da espessura (%)
1	$(6,48 \pm 0,88) \times 10^{-13}$	$(7,06 \pm 1,73) \times 10^{-3}$	15,60	9%
2	$(6,40 \pm 1,82) \times 10^{-13}$	$(6,96 \pm 1,20) \times 10^{-3}$	14,79	7%
3	$(5,21 \pm 0,44) \times 10^{-13}$	$(5,52 \pm 1,17) \times 10^{-3}$	13,72	9%
4	$(5,86 \pm 0,70) \times 10^{-13}$	$(5,52 \pm 0,50) \times 10^{-3}$	12,31	7%
5	$(4,03 \pm 1,29) \times 10^{-13}$	$(3,87 \pm 1,29) \times 10^{-3}$	12,16	5%
6	$(5,21 \pm 0,71) \times 10^{-13}$	$(5,48 \pm 0,81) \times 10^{-3}$	12,95	7%
7	$(4,40 \pm 0,31) \times 10^{-13}$	$(4,47 \pm 0,73) \times 10^{-3}$	11,73	5%
8	$(6,16 \pm 1,45) \times 10^{-13}$	$(5,99 \pm 1,13) \times 10^{-3}$	13,39	7%
9	$(3,34 \pm 0,69) \times 10^{-13}$	$(3,83 \pm 0,29) \times 10^{-3}$	11,01	5%

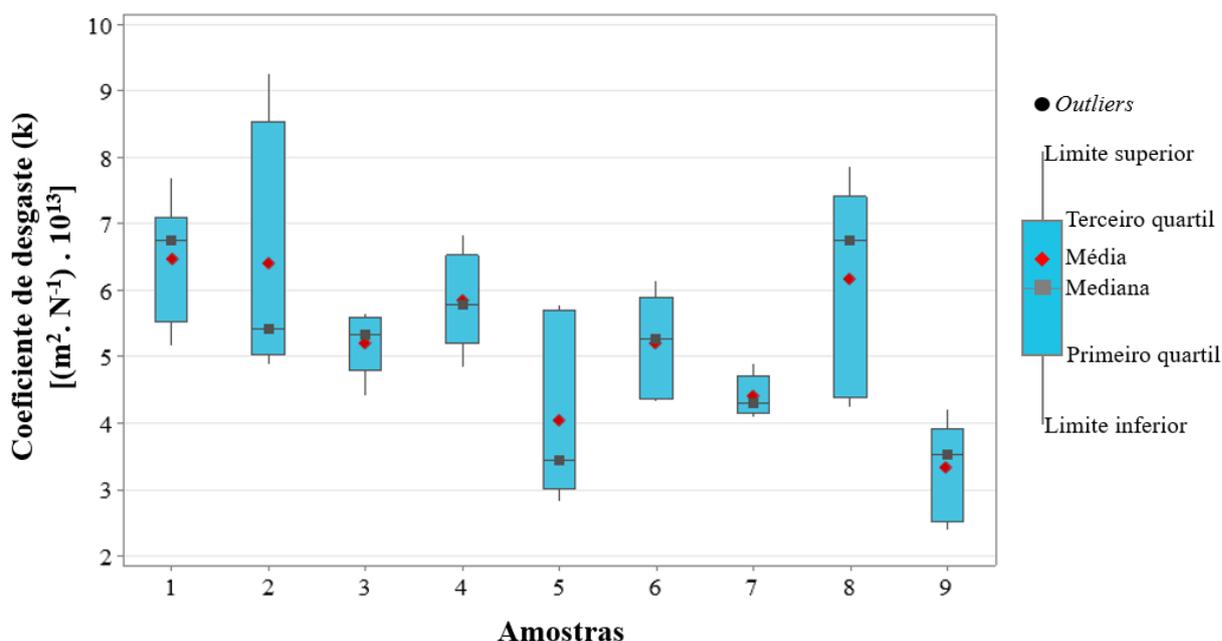
Fonte: Autora.

Na Figura 61 são apresentados os coeficientes de desgaste (k) dos revestimentos de FeNbC, bem como sua resistência ao desgaste abrasivo que, segundo Trezona, Allsopp e Hutchings

[83], possuem uma relação inversa. Dessa forma, a resistência ao desgaste abrasivo é definida como  $k^{-1}$  com unidades de  $(N \cdot m^{-2})$ , ou seja, o inverso do coeficiente de desgaste ( $k$ ) [83]. Nesse sentido, a amostra 9 obteve o menor valor de coeficiente de desgaste médio e, portanto, apresentou a maior resistência ao desgaste abrasivo dentre todas as condições avaliadas. Na Tabela 12 é possível verificar que a amostra 9 também apresentou o menor volume desgastado, cerca de 46% inferior ao da amostra 1. Esta, por sua vez, quando submetida aos ensaios de microabrasão, obteve como resultado o maior coeficiente de desgaste médio, indicando assim, a menor resistência ao desgaste abrasivo do revestimento da condição 1. Comportamento similar foi observado nas amostras 2 e 8, em que os valores de  $k$  superaram os demais. Por outro lado, os revestimentos das condições 5 e 7 demonstraram uma boa resistência ao desgaste abrasivo quando comparados aos demais. Os coeficientes de desgaste médios das amostras 3, 4 e 6 retratam uma resistência ao desgaste intermediária com relação às outras condições avaliadas, tendo apresentado, inclusive, um volume desgastado semelhante.

Na Tabela 12 também é exibida a maior profundidade alcançada por uma calota de desgaste ao longo dos ensaios de microabrasão. Essa profundidade foi calculada em função do volume desgastado e do raio da esfera utilizada nos ensaios, conforme descrito no trabalho de Trezona, Allsopp e Hutchings [83]. Tendo em vista que os ensaios de microabrasão foram realizados na superfície dos revestimentos, mostrou-se necessário verificar a profundidade alcançada pelas calotas de desgaste, garantindo assim, que não houvesse perfuração do revestimento e que o substrato não fosse atingido. O percentual apresentado na Tabela 12 evidencia que, em todos os ensaios, o desgaste esteve restrito ao revestimento, atingindo no máximo 9% de sua espessura total.

Os ensaios de microabrasão foram desenvolvidos em diferentes regiões da superfície dos revestimentos e, a variabilidade dos resultados pode ser observada na análise do *boxplot* apresentado na Figura 62. A partir da qual, observa-se maior dispersão dos dados obtidos para as amostras 2, 5 e 8. A variação dos coeficientes de desgaste, ainda que em regime permanente, pode ser relacionada a grande heterogeneidade microestrutural e variabilidade das propriedades mecânicas dos revestimentos aspergidos termicamente [12].

Figura 62 – *Boxplot* dos resultados dos ensaios de microabrasão.

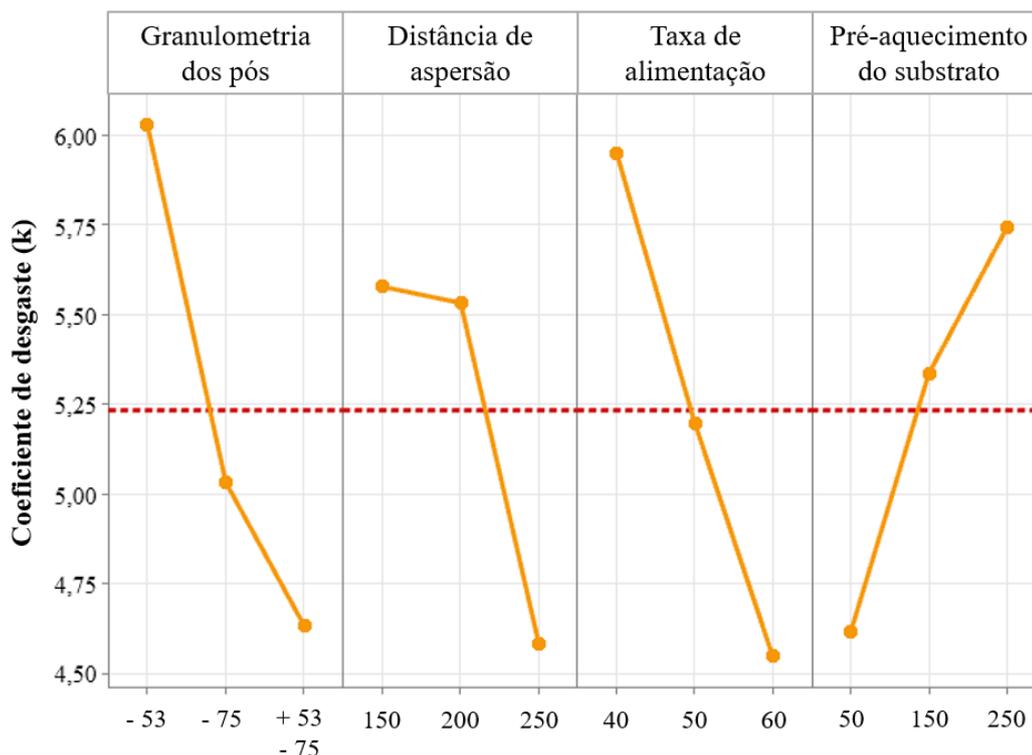
Fonte: Autora.

Diferentemente do que foi observado nos resultados de microdureza Vickers, os dados de coeficiente de desgaste não apresentaram valores discrepantes, ou seja, não existem *outliers*. Embora as análises, tanto de microdureza quanto de desgaste abrasivo em microescala, sejam conduzidas nos mesmos revestimentos de FeNbC, a heterogeneidade microestrutural gerou tanto efeito na segunda como para a primeira análise. Ainda que sejam realizadas em escala micrométrica, é importante destacar que o diâmetro da calota de desgaste gerada na microabrasão foi da ordem de 1000 micrometros, enquanto o tamanho da diagonal de uma indentação Vickers é da ordem de 20 micrometros, ou seja, cerca de 50 vezes menor. Dessa forma, o ensaio de microabrasão tende a abranger uma área muito maior do revestimento, incluindo diversas heterogeneidades em seus resultados, desde as partículas de NbC nas lamelas até os defeitos como poros, trincas e óxidos. Na indentação Vickers, por sua vez, é mais provável que o resultado seja influenciado por regiões específicas da microestrutura, seja a lamela com NbC de maior dureza, ou um vazio mais frágil.

A maneira com que a variação dos parâmetros de aspensão térmica chama a pó afetou os resultados de desgaste abrasivo foi avaliada a partir de análise estatística, detalhada no Apêndice deste trabalho. Tendo em vista que quanto maior o valor de  $k$ , maior será o desgaste abrasivo, utilizou-se uma resposta da SNR menor é melhor, indicando que o fator de maior influência foi a granulometria dos pós, seguido pela taxa de alimentação e pelo pré-aquecimento

do substrato, enquanto a distância de aspersão foi o parâmetro de menor influência sobre o coeficiente de desgaste. Na Figura 63 são apresentados os gráficos dos efeitos dos parâmetros de FS sobre a média dos coeficientes de desgaste.

Figura 63 – Gráficos dos efeitos principais das variáveis do processo de FS sobre as médias dos resultados de  $k$  dos revestimentos de FeNbC.



Fonte: Autora.

O quadro ANOVA indicou que todos os parâmetros de FS tiveram efeito significativo sobre a resistência ao desgaste abrasivo dos revestimentos de FeNbC. Assim, para avaliar como cada parâmetro afetou o coeficiente de desgaste ( $k$ ), foi realizado o teste de Tukey. Os pós de granulometrias menores que  $75\ \mu\text{m}$ , assim como os maiores que  $53\ \mu\text{m}$  e menores que  $75\ \mu\text{m}$  mostraram-se semelhantes entre si e possivelmente, conduzem a valores de  $k$  menores. As taxas de alimentação utilizadas mostraram-se diferentes entre si, no entanto, a taxa de  $60\ \text{g/min}$  conduz ao menor valor médio de  $k$ . Dentre as três temperaturas de pré-aquecimento do substrato utilizadas, a de  $50\ ^\circ\text{C}$  apresentou-se diferente das demais, além de ter resultado nas maiores resistências ao desgaste. Por fim, a distância de aspersão de  $250\ \text{mm}$  mostrou-se diferente significativamente das demais, e também conduziu ao menor valor médio do coeficiente de desgaste abrasivo dos revestimentos.

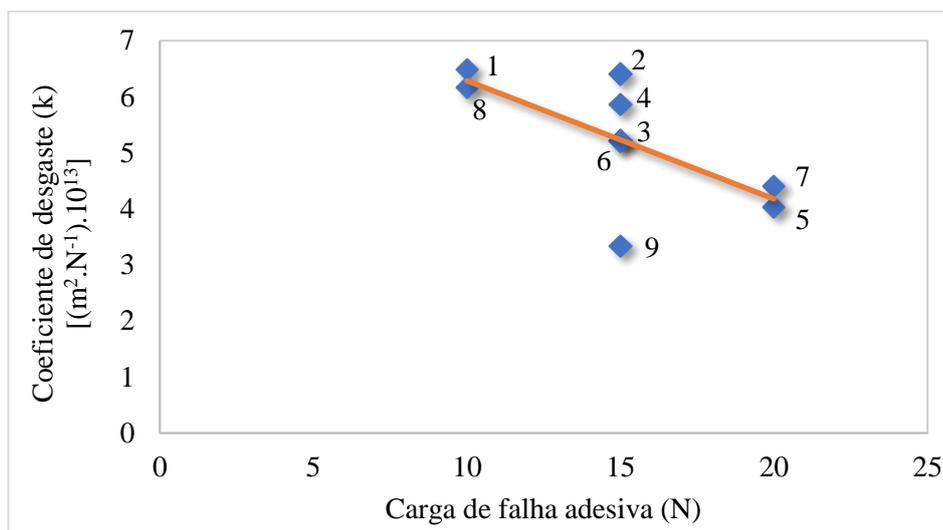
O comportamento em desgaste está relacionado à qualidade do revestimento, ou seja, à melhor adesão com o substrato e coesão entre as lamelas. Essas, por sua vez, costumam ser influenciadas pelo processo de AT, bem como pelos parâmetros utilizados. Nesse sentido, os parâmetros de FS adotados na produção dos revestimentos de FeNbC não influenciaram os resultados de desgaste conforme o esperado. Normalmente, maiores temperaturas e velocidades das partículas reduzem o teor de óxidos e a porosidade do revestimento. Nesse sentido, as menores taxas de alimentação seriam preferíveis, por possibilitarem maior temperatura e velocidade às partículas. A menor distância de aspersão, por sua vez, permite que as partículas atinjam mais rapidamente a superfície, reduzindo seu tempo de contato com o ar e, assim, dificultando a oxidação durante o processo. Por outro lado, a maior temperatura de pré-aquecimento reduziria o gradiente térmico entre as partículas fundidas e o substrato, minimizando o surgimento de tensões residuais que favoreceriam o trincamento.

Para prever o comportamento, vida útil e área de aplicação de revestimentos aspergidos termicamente, é necessário compreender completamente as relações entre tecnologia, parâmetros de processo, microestrutura e propriedades dos revestimentos. No caso de revestimentos produzidos por AT, é necessário considerar sua microestrutura lamelar única [114]. Qualquer dano ao revestimento, incluindo sua remoção macroscópica ou delaminação, é indicativa de falha que pode ser rastreada até sua microestrutura [121]. Juntamente com as características dos materiais, como dureza, módulo de elasticidade ou tenacidade à fratura, a porosidade dos revestimentos, resistência coesiva, teor de óxidos e outros defeitos microestruturais também desempenham seu papel [114]. Dessa forma, para melhor compreender a resistência ao desgaste abrasivo dos revestimentos de FeNbC faz-se necessário relacioná-la à sua microestrutura e às suas propriedades mecânicas, para além dos parâmetros do processo de FS.

O diagrama de dispersão, apresentado na Figura 63, mostra um comparativo entre os resultados de adesão pelo *scratch test* e os coeficientes de desgaste abrasivo dos revestimentos de FeNbC, a partir do qual é possível observar que as amostras que apresentaram melhor adesão entre revestimento e substrato também foram aquelas que obtiveram maior resistência ao desgaste abrasivo em microescala. O coeficiente de correlação de Pearson entre a carga de falha coesiva e o coeficiente de desgaste foi de - 0,67, indicando, portanto, uma forte correlação. É razoável supor que a melhor adesão entre revestimento e substrato conduz, portanto, à maior resistência ao desgaste abrasivo. Por outro lado, o comportamento do revestimento no que tange a coesão

entre as lamelas não apresentou boa correlação com a resistência ao desgaste abrasivo, em que o coeficiente de Pearson foi de - 0,23.

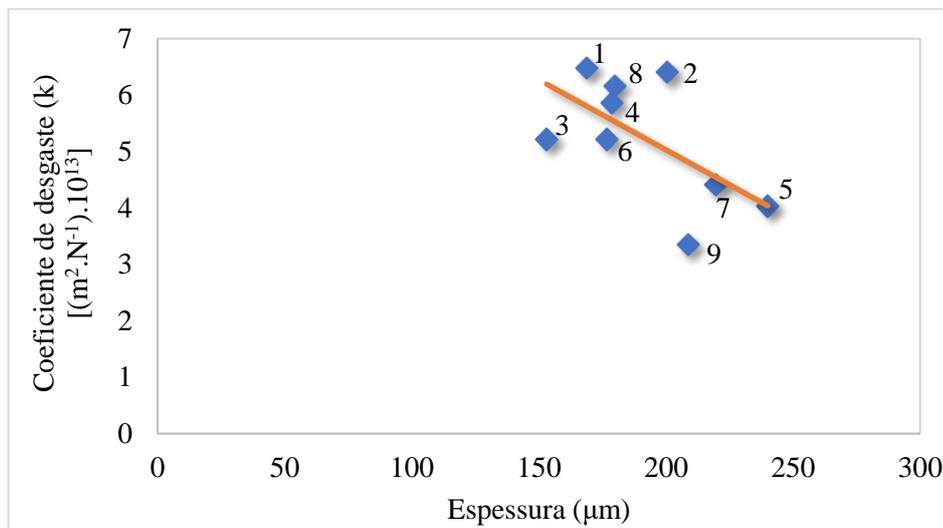
Figura 64 – Diagrama de dispersão da resistência à falha adesiva e dos coeficientes de desgaste abrasivo (k) dos revestimentos de FeNbC.



Fonte: Autora.

A avaliação da aderência por *scratch test* indicou melhor adesão para os revestimentos de FeNbC mais espessos, conforme previamente explicado. Da mesma maneira, o aumento da espessura afetou positivamente a resistência ao desgaste abrasivo de boa parte dos revestimentos analisados. Na Figura 65, é exibido o diagrama de dispersão dos coeficientes de desgaste e da espessura média dos revestimentos de FeNbC. Verifica-se uma tendência de que quanto maiores as espessuras dos revestimentos, menores são os coeficientes de desgaste abrasivo alcançados. É preciso destacar, ainda, que o coeficiente de correlação de Pearson entre espessura e coeficiente de desgaste abrasivo foi de 0,61, denotando uma correlação moderada.

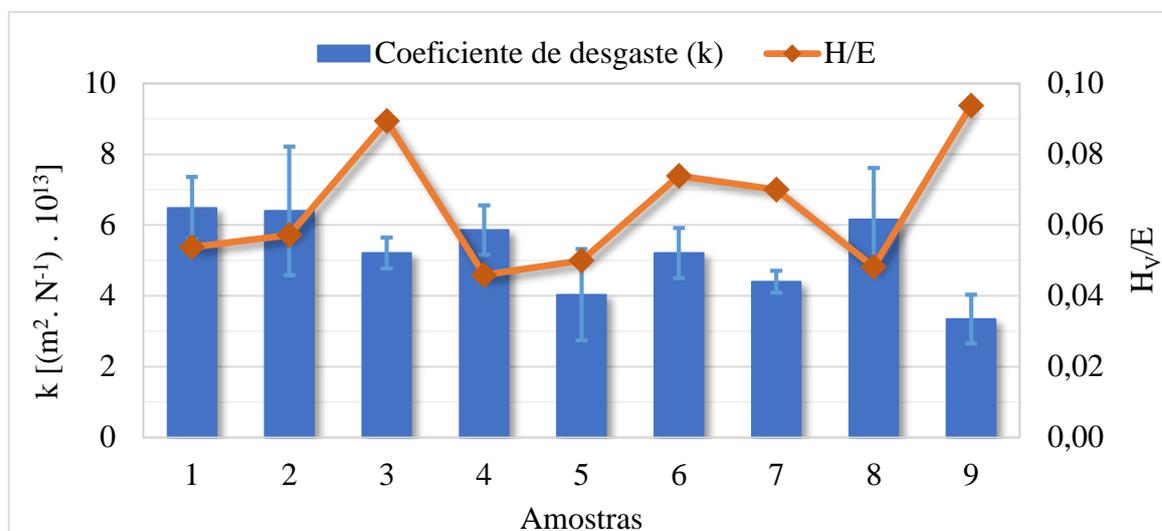
Figura 65 – Diagrama de dispersão dos coeficientes de desgaste abrasivo (k) e das espessuras médias dos revestimentos de FeNbC.



Fonte: Autora.

Os resultados apresentados por alguns dos revestimentos de FeNbC indicaram que maiores as maiores razões  $H_V/E$  estão relacionadas à maior resistência ao desgaste abrasivo. O coeficiente de correlação de Pearson, de - 0,58, indicou uma correlação moderada entre os coeficientes de desgaste abrasivo e as razões  $H_V/E$ . Na Figura 66, é possível observar que, com exceção da condição 5, todos os revestimentos que apresentaram razão  $H_V/E$  inferior a 0,06 obtiveram os maiores valores de coeficiente de desgaste, ou seja, menor resistência ao desgaste abrasivo. A amostra 9, em contrapartida, demonstrou a maior resistência ao desgaste, bem como a maior razão  $H_V/E$  dentre todas as condições avaliadas. Comportamento semelhante pode ser observado nas amostras 3, 6 e 7, que apresentaram valores da razão  $H_V/E$  superiores à 0,07, além de menores valores de k. O melhor desempenho em desgaste de materiais com maiores valores de razão  $H_V/E$ , ou seja, de maior fragilidade, está relacionado a capacidade de resistirem melhor ao desgaste abrasivo por mecanismos plásticos.

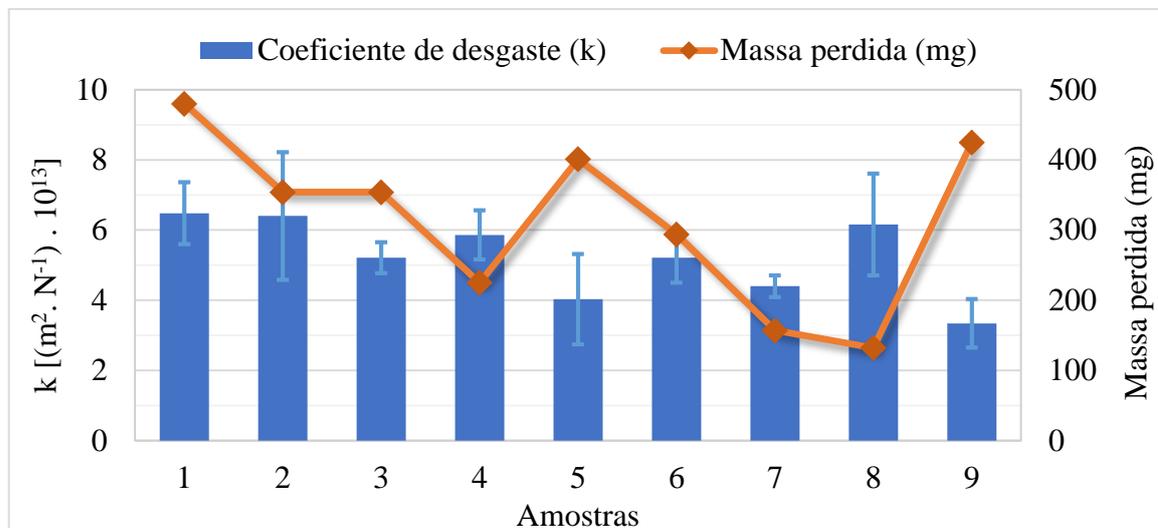
Figura 66 – Comparação entre os coeficientes de desgaste abrasivo ( $k$ ) e as razões  $H_V/E$  dos revestimentos de FeNbC.



Fonte: Autora.

Os resultados obtidos nos ensaios de microabrasão são apresentados na Figura 67, assim como os dados de massa perdida gerados em ensaios de desgaste do tipo roda de borracha realizados por Bonetti [3]. É possível observar discrepâncias no comportamento em desgaste abrasivo dos revestimentos de FeNbC quando ensaiados sob diferentes métodos. As maiores diferenças ocorreram nas condições 8 e 9, em que a primeira apresentou a maior resistência ao desgaste abrasivo no ensaio roda de borracha e, em contrapartida, obteve o terceiro maior coeficiente de desgaste nos ensaios de microabrasão. Já a segunda, por sua vez, demonstrou a maior resistência ao desgaste nos ensaios de microabrasão, mas obteve a segunda maior perda de massa no ensaio roda de borracha. Além disso, não houve boa correlação entre os resultados dos dois ensaios, considerando que o coeficiente de Pearson apresentou valor próximo a zero.

Figura 67 – Comparação entre os coeficientes de desgaste abrasivo (k) e os dados de massa perdida nos ensaios de roda de borracha realizados por Bonetti [3].



Fonte: Autora. Massa perdida de [3].

Embora ambos os ensaios avaliem o desgaste abrasivo, existem diferenças significativas entre os dois métodos, principalmente com relação a escala em que ocorrem. O tamanho dos abrasivos utilizados no ensaio roda de borracha é da ordem de 200 micrometros [3]. Nos ensaios de microabrasão, por sua vez, o tamanho dos abrasivos utilizados foi da ordem de 5 micrometros, ou seja, cerca de 40 vezes menor. Sendo assim, o ensaio de microabrasão permite a análise do desgaste abrasivo em microescala, diferentemente do desgaste avaliado no ensaio de roda de borracha. Além disso, destaca-se que o micromecanismo de desgaste predominante nos ensaios de roda de borracha foi o rolamento [3]. Nos ensaios de microabrasão, por sua vez, o micromecanismo de desgaste abrasivo por riscamento foi dominante. Dessa forma, reitera-se que não é razoável uma comparação direta entre os resultados de ambos os ensaios.

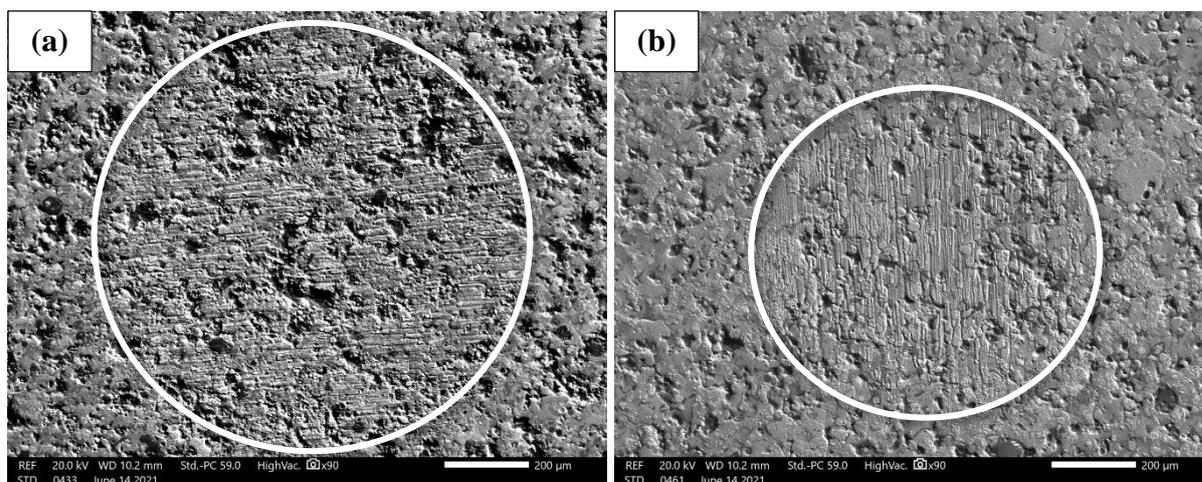
O desgaste não representa uma propriedade intrínseca de um material, mas depende dos elementos do tribossistema específico. De maneira geral, o comportamento em desgaste dos materiais depende de sua microestrutura, dos seus processos de produção, dos métodos de avaliação, além da interação entre os elementos do tribossistema [64]. Nesse sentido, mesmo que a análise do desgaste abrasivo seja sobre revestimentos de um mesmo material, produzidos sob os mesmos parâmetros de processo, ainda existem diversos outros elementos atuando sobre o tribossistema e, com isso, promovendo comportamentos em desgaste destoantes.

Dependendo dos parâmetros de um tribossistema, diferentes mecanismos de desgaste podem ocorrer. Esses mecanismos descrevem as interações energéticas e materiais entre os elementos

de um tribossistema. As características do movimento relativo entre os corpos em contato podem ser usadas para classificar diferentes processos de desgaste, enquanto a aparência das superfícies desgastadas em um tribossistema pode ser um indicativo dos mecanismos de desgaste atuantes [64].

Na Figura 68 são apresentadas micrografias das calotas de desgaste resultantes dos ensaios de microabrasão nos revestimentos de FeNbC. As circunferências brancas evidenciam e delimitam a área da calota de desgaste, aproximadamente esférica. A calota de desgaste gerada no revestimento da condição 1, apresentada na Figura 68 (a), possui maior diâmetro que a calota formada na amostra 9, exposta na Figura 68 (b). A diferença nas dimensões das superfícies desgastadas reflete justamente o comportamento distinto das duas amostras, em que a condição 1 apresentou o maior coeficiente de desgaste e, portanto, menor resistência, enquanto a condição 9 demonstrou a maior resistência ao desgaste abrasivo.

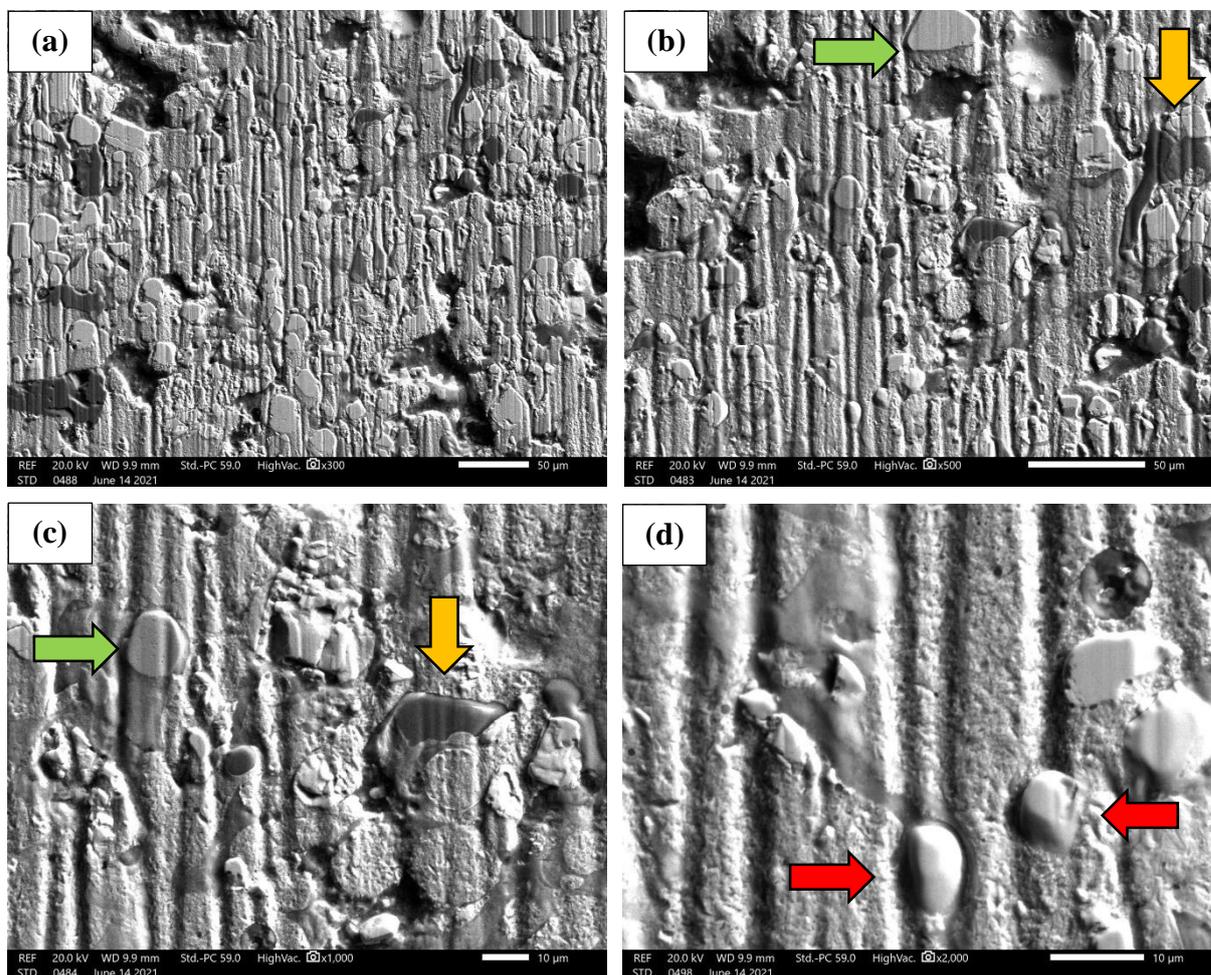
Figura 68 – Micrografias de MEV das calotas de desgaste dos revestimentos de FeNbC geradas nos ensaios de microabrasão: (a) Amostra 1; (b) Amostra 9. Imagem de BSE. Aumento original de 90x. Abrasivo SiO<sub>2</sub>.



Fonte: Autora.

A análise das micrografias de MEV, apresentadas na Figura 69, permite inferir que o micromecanismo de desgaste predominante, em todas as condições de estudo dos revestimentos de FeNbC, foi o desgaste abrasivo por riscamento, também chamado de desgaste a dois corpos. Este ocorre quando as partículas de SiO<sub>2</sub> ficam embutidas na superfície da esfera de aço e passam a atuar como indentadores, formando os sulcos de desgaste [73]. Observa-se, na Figura 69 (a), a região central das calotas de desgaste, na qual é possível verificar a presença de riscos unidirecionais característicos do micromecanismo de riscamento.

Figura 69 – Micrografias de MEV da região central da calota de desgaste do revestimento de FeNbC. Aumento original: (a) 300x; (b) 500x; (c) 1000x; (d) 2000x. Imagem de BSE. Abrasivo SiO<sub>2</sub>. Setas amarelas indicam óxidos, enquanto as setas verdes e vermelhas indicam carbonetos.



Fonte: Autora.

A presença de riscos bem definidos e paralelos, evidenciada na Figura 69 (a), indica que a remoção de material ocorreu predominantemente por microcorte. A Figura 69 (a) apresenta uma imagem de MEV de uma calota de desgaste em menor aumento, de 300x, em que apenas o desgaste abrasivo por riscamento é facilmente observado. As Figuras 69 (b) - (d), por sua vez, apresentam imagens da região central da mesma calota de desgaste em ampliações maiores, nas quais é possível observar a presença de microindentações no interior dos sulcos de desgaste. É possível que esse mecanismo secundário de remoção de material ocorra devido a presença de partículas abrasivas de tamanhos distintos atuando no contato, conforme evidenciado pela distribuição granulométrica da SiO<sub>2</sub>. As partículas de maior tamanho médio, além de indentarem a superfície ensaiada e promoverem a abertura de um sulco de desgaste, também suportam a carga aplicada, mantendo uma distância entre a esfera e a amostra. Os sulcos

abertos, tornam-se o caminho preferencial para as partículas menores, que não conseguem promover o riscamento da superfície. Essas, por sua vez, passam a ter um movimento de rolamento dentro dos sulcos causando as microindentações observadas [79, 122].

Cozza, Tanaka e Souza [79] observaram comportamento semelhante ao realizarem ensaios de microabrasão em aços-ferramenta. Às microindentações na superfície e entre os sulcos de desgaste, os autores deram o nome de *micro-rolling abrasion*. A ocorrência desse mecanismo secundário de desgaste é atribuída não só a diferença de tamanhos dos abrasivos, mas também a uma redução na carga suportada pelas partículas abrasivas com o decorrer do ensaio. Nos ensaios conduzidos sob carga normal constante, a área da calota de desgaste aumenta com o tempo de ensaio, o que resulta em uma diminuição contínua da pressão. Ou seja, com o aumento da área da calota desgastada é possível supor que uma maior quantidade de partículas abrasivas esteja entre a esfera e a amostra, e que assim, a carga normal que atua sobre cada partícula diminua, favorecendo o mecanismo de desgaste abrasivo por rolamento [79].

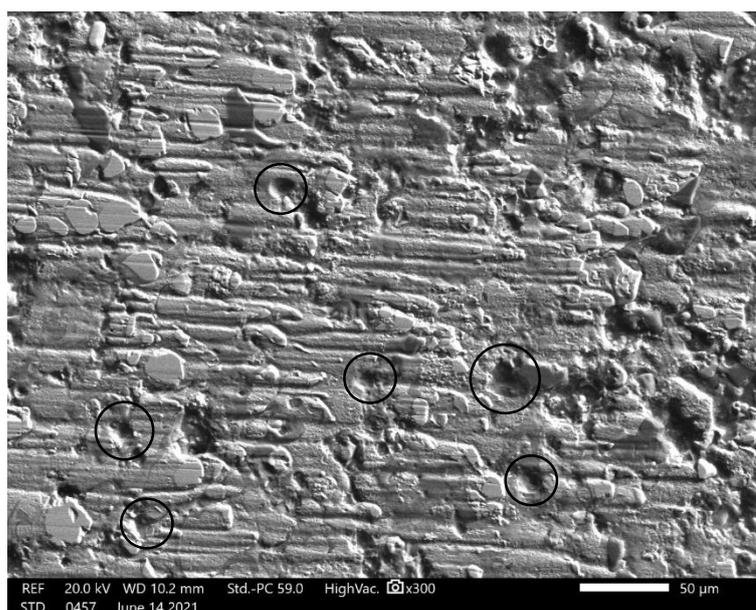
Nas Figuras 69 (b) e (c), são indicados pelas setas verdes e amarelas, respectivamente, carbonetos e óxidos, nos quais não se observam microindentações como no restante da matriz. As partículas abrasivas de  $\text{SiO}_2$  não foram capazes de indentar as fases duras, provavelmente devido ao menor valor de dureza do abrasivo em comparação com os carbonetos e óxidos. Na Figura 69 (d) é possível notar, a partir da direção dos sulcos de desgaste, que as partículas abrasivas mudam sua trajetória quando em contato com os carbonetos, indicados pelas setas em vermelho. Como as partículas de  $\text{SiO}_2$  possuem dureza menor que os carbonetos, a intensidade do desgaste observada nessas fases duras foi menor do que aquele observado na matriz mais dúctil [82, 94].

A perda de material por desgaste abrasivo tende a ser maior à medida que a razão entre a dureza do abrasivo ( $H_A$ ) e a dureza da superfície ( $H_S$ ) desgastada supera a unidade. O desgaste é considerado moderado quando  $H_A/H_S < 1,2$  e severo quando  $H_A/H_S > 1,2$  [64, 65]. Nesse sentido, destaca-se a dureza dos carbonetos de nióbio, que apresentam valores entre 17 e 22 GPa, enquanto os valores de dureza da  $\text{SiO}_2$  encontram-se na faixa de 7 a 12 GPa [55, 65]. Assim, a razão  $H_A/H_S$  entre a partícula abrasiva e o carboneto de nióbio é aproximadamente 0,5 indicando, portanto, pouca remoção de material. Ao considerar o valor médio de microdureza Vickers dos revestimentos de FeNbC, de aproximadamente 8 GPa, obtém-se uma razão de  $H_A/H_S \approx 1,2$  entre a partícula abrasiva e o revestimento. Tendo em vista que o valor de microdureza Vickers dos revestimentos é resultado da contribuição tanto da matriz mais dúctil

quanto das fases duras, pode-se inferir que essa razão seria ainda maior se considerada apenas a dureza da matriz, caracterizando, dessa forma, o desgaste abrasivo mais severo.

O principal mecanismo de desgaste abrasivo do revestimento de FeNbC foi o riscamento, preferencialmente de regiões mais dúcteis, entre as fases mais duras do revestimento. É possível que a perda primária e gradual dessa matriz entre as partículas de carbonetos tenha enfraquecido sua ligação e, assim, propiciado o arrancamento dessas partículas de fase dura da superfície do revestimento [123, 124]. Essas partículas duras podem, então, atuar como abrasivos promovendo o desgaste. Na Figura 70, os vazios denotados por círculos pretos podem indicar regiões onde ocorreu o arrancamento de partículas duras, todavia, também é possível que essas regiões representem poros pré-existentes que se tornaram evidentes com o desgaste.

Figura 70 – Micrografias de MEV da calota de desgaste do revestimento de FeNbC. Imagem de BSE. Aumento original de 300x. Abrasivo SiO<sub>2</sub>. Círculos pretos indicam regiões de possível arrancamento de partículas duras.

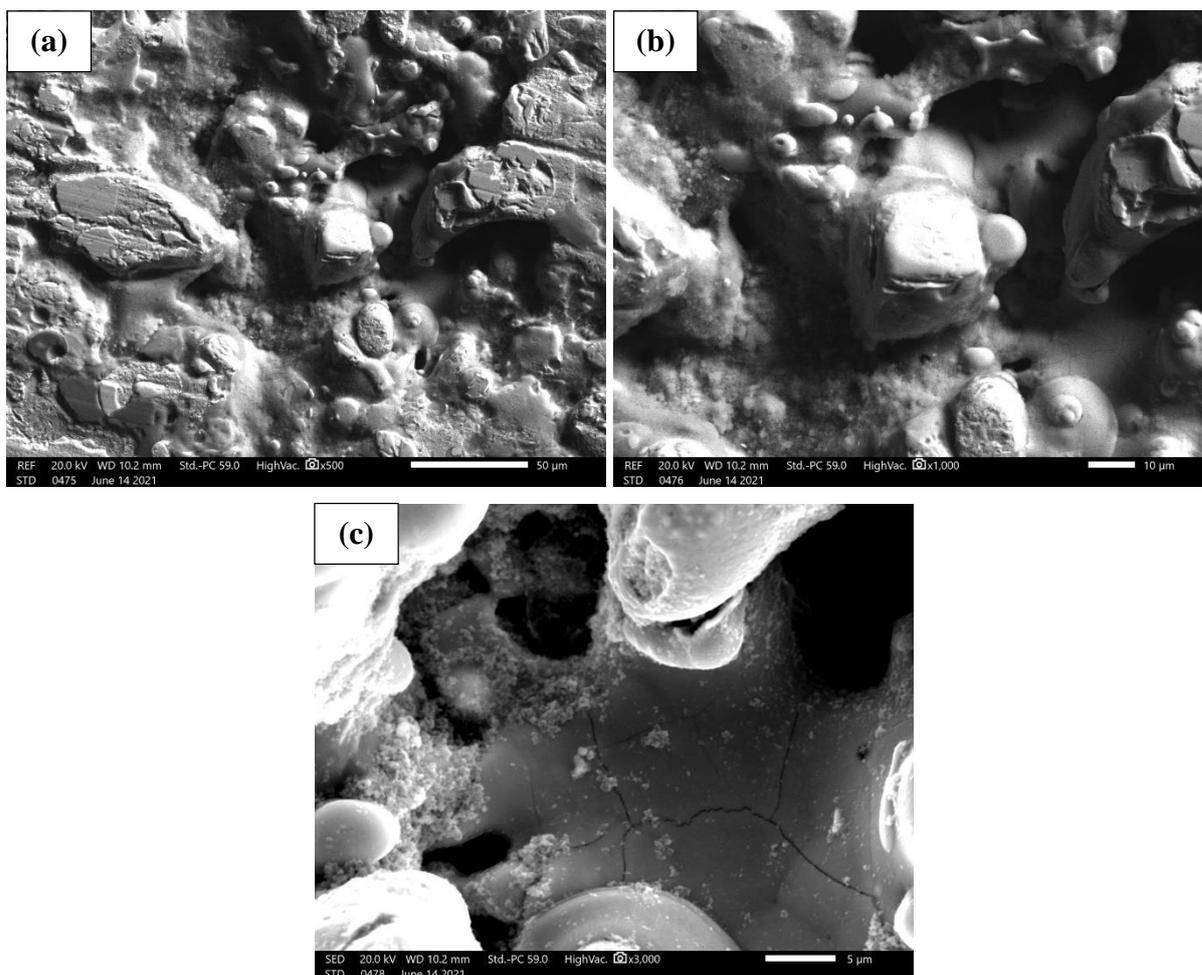


Fonte: Autora.

A partir da análise das calotas de desgaste foi possível observar que também ocorreram mecanismos frágeis de remoção de material com a presença de microtrincas, conforme apresentado na Figura 71. A fragilidade envolvendo a microestrutura dos revestimentos de FeNbC, decorrente da presença de poros e trincas, quando associada à ação das partículas abrasivas de SiO<sub>2</sub>, propiciou a propagação de microtrincas entre as lamelas. Dessa forma, a deformação plástica, decorrente do movimento das partículas abrasivas sobre a superfície do

revestimento, resultou, não só nos sulcos de desgaste e nas microindentações, mas também na nucleação de microtrincas, bem como na propagação daquelas pré-existentes na microestrutura. Essas, por sua vez, acarretaram a remoção total ou parcial das lamelas menos aderidas ao revestimento [73, 123, 124].

Figura 71 – Micrografias de MEV da calota de desgaste do revestimento de FeNbC: (a) Aumento original de 500x, imagem de BSE; (b) Aumento original de 1000x, imagem de BSE; (c) Aumento original de 3000x, imagem de SE. Abrasivo SiO<sub>2</sub>.



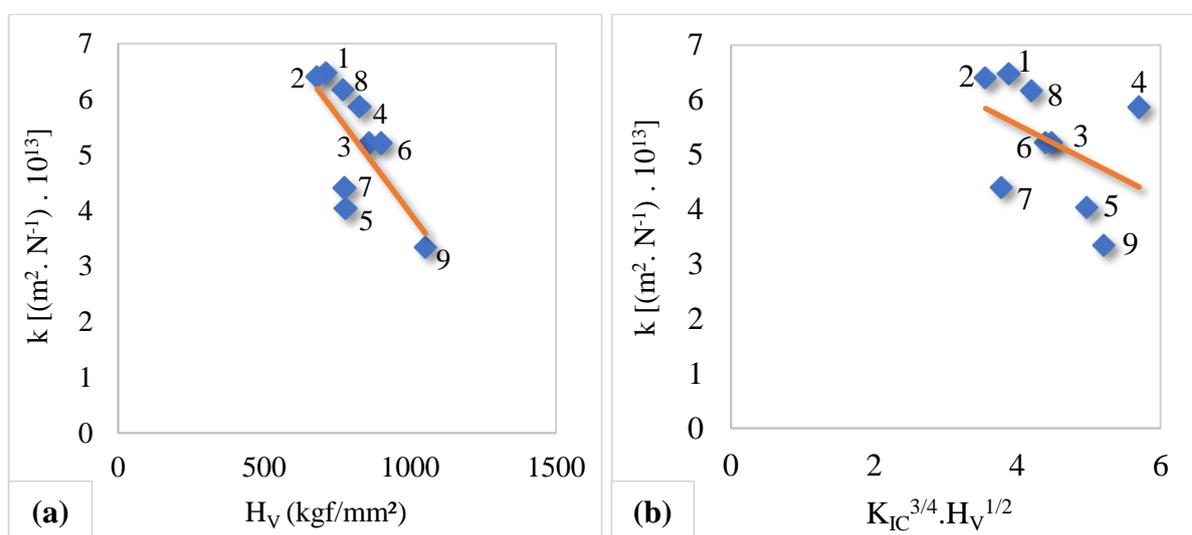
Fonte: Autora.

Os micromecanismos de desgaste resultantes dos ensaios de microabrasão dos revestimentos de FeNbC foram predominantemente plásticos, em concordância, portanto, com a melhor correlação entre resistência ao desgaste abrasivo e dureza. Ainda que tenha sido observada remoção de material por mecanismos frágeis, essa mostrou-se circunstancial e, com isso, a tenacidade à fratura do revestimento não se manifesta determinante na resistência ao desgaste

abrasivo. Para indicar o desempenho dessas propriedades no comportamento em desgaste abrasivo, foram utilizados, não somente os dados de microdureza Vickers ( $H_V$ ), como também o produto da tenacidade à fratura pela dureza ( $K_{IC}^{3/4} \cdot H_V^{1/2}$ ), definido para mecanismos frágeis de remoção de material. A maior influência da dureza sobre o comportamento em microabrasão dos revestimentos de FeNbC, quando comparada com a tenacidade à fratura, torna-se evidente na análise dos coeficientes de correlação de Pearson, iguais a - 0,70, entre  $k$  e a microdureza  $H_V$ , indicando uma forte correlação, e - 0,43, entre  $k$  e o produto  $K_{IC}^{3/4} \cdot H_V^{1/2}$ , demonstrando uma correlação moderada.

Na Figura 72 são apresentados os diagramas de dispersão dos coeficientes de desgaste abrasivo com relação aos dados de microdureza Vickers ( $H_V$ ) e aos dados do produto da tenacidade à fratura pela dureza ( $K_{IC}^{3/4} \cdot H_V^{1/2}$ ). É possível observar que um aumento nos valores de microdureza, assim como do produto  $K_{IC}^{3/4} \cdot H_V^{1/2}$ , tende a reduzir os coeficientes de desgaste, ou seja, a aumentar a resistência ao desgaste abrasivo em microescala. Entretanto, essa tendência é mais significativa com relação a microdureza dos revestimentos.

Figura 72 – Diagramas de dispersão dos coeficientes de desgaste abrasivo ( $k$ ) dos revestimentos de FeNbC e dos dados: (a) de microdureza Vickers ( $H_V$ ) e; (b) do produto da tenacidade à fratura pela dureza ( $K_{IC}^{3/4} \cdot H_V^{1/2}$ ).



Fonte: Autora.

## 6 CONCLUSÕES

Neste trabalho, foram objeto de estudo revestimentos de FeNbC depositados sobre substrato de aço SAE 1020 pelo processo de aspersão térmica chama a pó com variação da granulometria dos pós, da distância de aspersão, da taxa de alimentação e do pré-aquecimento do substrato. As análises objetivaram o melhor desempenho em desgaste do revestimento, de tal forma que, com base nos resultados apresentados e discutidos são possíveis algumas inferências.

A caracterização microestrutural evidenciou uma microestrutura heterogênea, composta por lamelas (*splats*) e defeitos como poros, trincas, óxidos e partículas não fundidas. As lamelas consistiam de partículas duras, possivelmente carbeto de nióbio, em uma matriz de ferro.

Os maiores valores de microdureza Vickers foram alcançados pelos revestimentos depositados na distância de aspersão de 250 mm. Embora tenham apresentado elevada dureza, houve grande variabilidade dos resultados em decorrência da heterogeneidade microestrutural e da imprecisão nas medições das indentações muito pequenas.

A relação entre dureza e módulo de elasticidade indicou a fragilidade dos revestimentos em comparação ao substrato. Em consonância, os revestimentos apresentaram valores de tenacidade à fratura semelhantes aos das cerâmicas, os quais possuem relação com a presença de vazios na microestrutura. Os maiores valores de  $K_{IC}$ , por sua vez, demonstraram relação com o aumento da coesão entre as lamelas, assim como a menor porosidade.

Os revestimentos mais espessos apresentaram maior resistência à falha adesiva e ao desgaste abrasivo. Além disso, os menores coeficientes de desgaste abrasivo demonstraram relação com as maiores razões  $H_v/E$ , sugerindo o aumento da resistência ao desgaste abrasivo com a redução da plasticidade dos revestimentos.

A remoção de material ocorreu predominantemente por mecanismos plásticos. O micromecanismo de desgaste abrasivo por riscamento foi dominante em todos os revestimentos. A presença de microindentações nos sulcos de desgaste estabeleceu o micromecanismo de desgaste secundário por rolamento.

A resistência ao desgaste abrasivo dos revestimentos de FeNbC apresentou uma melhor correlação com a dureza, em conformidade com os mecanismos plásticos envolvidos na remoção de material.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Reavaliar as propriedades e o comportamento do revestimento após realizar tratamentos térmicos de recozimento, objetivando o aumento da aderência com a redução da porosidade e das tensões residuais;
- Avaliar a influência das tensões residuais sobre a aderência e a resistência ao desgaste, considerando uma possível relação com a espessura dos revestimentos;
- Produzir revestimentos com diferentes espessuras, definindo esta como um fator de controle, para então avaliar sua influência sobre a aderência e o comportamento em desgaste dos revestimentos;
- Analisar o módulo de elasticidade e a tenacidade à fratura por meio de outras técnicas, como a dureza instrumentada;
- Avaliar a tenacidade à fratura da interface entre revestimento/substrato;
- Realizar a deposição dos pós de FeNbC utilizando outros processos de aspersão térmica, como o HVOF e, assim, avaliar o desempenho do revestimento com relação aos diferentes métodos utilizados.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] GOBIND, Jwala Parshad; GROVER, Dr NeelKanth. Modern Proficiency in Thermal Spray Coatings to Enhance Wear Resistance of Material". **IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering**, p. 2278-1684.
- [2] ZHANG, Limin; SUN, Dongbai; YU, Hongying. Effect of niobium on the microstructure and wear resistance of iron-based alloy coating produced by plasma cladding. **Materials Science and Engineering: A**, v. 490, n. 1-2, p. 57-61, 2008.
- [3] BONETTI, I. **Desenvolvimento e caracterização de revestimento a base de FeNbC depositado por aspensão térmica chama a pó sobre o aço AISI 1020**, 2019. 165 p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade do Estado de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Joinville.
- [4] DAVIS, J. R. **Thermal Spray Processes**. Handbook of Thermal Spray Technology. p. 54-76, 2004.
- [5] LIMA, C. C.; TREVISAN, R. **Aspensão Térmica: fundamentos e aplicações**. 2ª ed. São Paulo: Artliber Editora, 2007.
- [6] VENCL, A. AROSTEGUIB, S. FAVARO, G. ZIVIC, F. MRDAK, M. Mitrovic, S. Popovic, V. Evaluation of adhesion/cohesion bond strength of the thick plasma spray coatings by scratch testing on coatings cross-sections. **Tribology International**, v. 44, p. 1281-1288, 2011.
- [7] MING ANG, A. S.; BERNDT, C. C. A review of testing methods for thermal spray coatings. **International Materials Reviews**, v. 59, p. 179-223, 2014.
- [8] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 27307:2015**. Thermal spraying: Evaluation of adhesion/cohesion of thermal sprayed ceramic coatings by transverse scratch testing. 2015.
- [9] PAWLOWSKI, Lech. **The science and engineering of thermal spray coatings**. John Wiley & Sons, 2008.
- [10] MUŠÁLEK, Radek; KOVÁŘÍK, Ondřej; MATĚJČEK, Jiří. In-situ observation of crack propagation in thermally sprayed coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 205, n. 7, p. 1807-1811, 2010.

- [11] BERNDT, C. C.; LIN, C. K. Measurement of adhesion for thermally sprayed materials. **Journal of Adhesion Science and technology**, v. 7, n. 12, p. 1235-1264, 1993.
- [12] BOZZI, A. C.; MELLO, J. D. B. Wear resistance and wear mechanisms of WC – 12 % Co thermal sprayed coatings in three-body abrasion. **Wear**, v. 233-235, p. 575–587, 1999.
- [13] BOSE, K.; WOOD, R. J. K. Optimum tests conditions for attaining uniform rolling abrasion in ball cratering tests on hard coatings. **Wear**, v. 258, n. 1-4, p. 322-332, 2005.
- [14] GANT, A. J.; GEE, M. G. A review of micro-scale abrasion testing. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 44, n. 7, p. 073001, 2011.
- [15] HOLMBERG, Kenneth; ERDEMIR, Ali. Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions. **Friction**, v. 5, n. 3, p. 263-284, 2017.
- [16] DAVIS, Joseph R. (Ed.). **Surface engineering for corrosion and wear resistance**. ASM international, 2001.
- [17] RICKERBY, D. S. A review of the methods for the measurement of coating-substrate adhesion. **Surface and coatings technology**, v. 36, n. 1-2, p. 541-557, 1988.
- [18] SIEGMANN, Stephan; ABERT, Christoph. 100 years of thermal spray: About the inventor Max Ulrich Schoop. **Surface and Coatings Technology**, v. 220, p. 3-13, 2013.
- [19] SOBOLEV, V. V. et al. Development of substrate-coating adhesion in thermal spraying. **International materials reviews**, v. 42, n. 3, p. 117-136, 1997.
- [20] SUCHARSKI, Gustavo Bavaresco. **Deposição de revestimentos tipo barreira térmica por aspersão térmica**. 2012, 164 p. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Paraná, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Curitiba.
- [21] DUCOS, Maurice; DURAND, Jean-Pierre. Thermal coatings in Europe: a business perspective. **Journal of Thermal Spray Technology**, v. 10, n. 3, p. 407, 2001.
- [22] FUKUMOTO, Masahiro. The current status of thermal spraying in Asia. **Journal of Thermal Spray Technology**, v. 17, n. 1, p. 5-13, 2008.
- [23] FST, Flame Spray Technologies. **Thermal Spray Systems**. Disponível em: <<https://www.fst.nl/thermal-spray-equipment/modular-thermal-spray-systems.html>> Acesso em: 23 de julho de 2021.
- [24] TUCKER JR, R. C. Praxair Surface Technologies, Inc. (1994), “Thermal Spray Coating”, **J. Surface Engineering**, v. 5, p. 497-509.

- [25] BERNDT, Marita L.; BERNDT, Christopher C. Thermal spray coatings. **Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection**, v. 13, p. 803-813, 2003.
- [26] FAUCHAIS, Pierre; MONTAVON, Ghislain; BERTRAND, Ghislaine. From powders to thermally sprayed coatings. **Journal of thermal spray technology**, v. 19, n. 1-2, p. 56-80, 2010.
- [27] JIANSIRISOMBOON, S. et al. Low pressure plasma-sprayed  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposite coatings from different feedstock powders. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 23, n. 6, p. 961-976, 2003.
- [28] SAREMI, M.; VALEFI, Z. The effects of spray parameters on the microstructure and thermal stability of thermal barrier coatings formed by solution precursor flame spray (spfs). **Surface and Coatings Technology**, v. 220, p. 44-51, 2013.
- [29] SONG, Eun Pil et al. Effects of critical plasma spray parameter and spray distance on wear resistance of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -8 wt.%  $\text{TiO}_2$  coatings plasma-sprayed with nanopowders. **Surface and Coatings Technology**, v. 202, n. 15, p. 3625-3632, 2008.
- [30] REDJDAL, O. et al. Characterization of thermal flame sprayed coatings prepared from FeCr mechanically milled powder. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 213, n. 5, p. 779-790, 2013.
- [31] BACIU, M. A. et al. Influence of the Process Parameters on the Properties of Diamax Deposits Obtained by Flame Thermal Spray. In: **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**. IOP Publishing, 2017.
- [32] JIANG, Xiangyang et al. Role of condensates and adsorbates on substrate surface on fragmentation of impinging molten droplets during thermal spray. **Thin solid films**, v. 385, n. 1-2, p. 132-141, 2001.
- [33] BLANCHI, L. et al. Comparison of plasma-sprayed alumina coatings by RF and DC plasma spraying. **Journal of thermal spray technology**, v. 4, n. 1, p. 59-66, 1995.
- [34] FAUCHAIS, P. Understanding plasma spraying. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 37, n. 9, p. R86-R108, 2004.
- [35] HERMAN, Herbert; SAMPATH, Sanjay; MCCUNE, Robert. Thermal spray: current status and future trends. **MRS bulletin**, v. 25, n. 7, p. 17-25, 2000.

- [36] LEIGH, Sang-Ha; BERNDT, Christopher C. Modelling of elastic constants of plasma spray deposits with ellipsoid-shaped voids. **Acta Materialia**, v. 47, n. 5, p. 1575-1586, 1999.
- [37] MCPHERSON, R. The relationship between the mechanism of formation, microstructure and properties of plasma-sprayed coatings. **Thin Solid Films**, v. 83, n. 3, p. 297-310, 1981.
- [38] PAREDES, R. S. C. **Estudo de revestimentos de alumínio depositados por três processos de aspersão térmica para a proteção do aço contra a corrosão marinha**. 1998. Tese (doutorado). Universidade Federal De Santa Catarina, Florianópolis, SC.
- [39] MOTA, F. P. **Propriedades de revestimentos de nióbio obtidos por aspersão térmica a plasma sobre aço API 5L X65**. 2011. Dissertação (mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalurgia e Materiais. Porto Alegre.
- [40] WOOD, Robert JK. Tribology of thermal sprayed WC-Co coatings. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 28, n. 1, p. 82-94, 2010.
- [41] ANDERSON, Ted L. **Fracture mechanics: fundamentals and applications**. CRC press, 2005.
- [42] BERNDT, Christopher C. **The Adhesion of Flame and Plasma Spray Coatings**. 1980. Thesis. Victoria, Australia: Monash University.
- [43] LAWN, Brian R.; EVANS, A. G<sup>†</sup>; MARSHALL, D. B. Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 63, n. 9-10, p. 574-581, 1980.
- [44] QUINN, George D. et al. Fracture toughness of ceramics by the Vickers indentation crack length method: a critical review. In: **Ceramic engineering and science proceedings**. American Ceramic Society, p. 45, 2007.
- [45] PONTON, Clive B.; RAWLINGS, Rees D. Vickers indentation fracture toughness test Part 1 Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations. **Materials science and technology**, v. 5, n. 9, p. 865-872, 1989.
- [46] CHANTIKUL, PGRBR et al. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II, strength method. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 64, n. 9, p. 539-543, 1981.

- [47] MARSHALL, David B. et al. The compelling case for indentation as a functional exploratory and characterization tool. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 98, n. 9, p. 2671-2680, 2015.
- [48] HERMAN, Herbert; SAMPATH, Sanjay; MCCUNE, Robert. Thermal spray: current status and future trends. **MRS bulletin**, v. 25, n. 7, p. 17-25, 2000.
- [49] HERMAN, Herbert; SAMPATH, S. Thermal spray coatings. In: **Metallurgical and ceramic protective coatings**. Springer, Dordrecht, 1996. p. 261-289.
- [50] HADAD, M. et al. Adhesion tests for thermal spray coatings: correlation of bond strength and interfacial toughness. **Surface engineering**, v. 23, n. 4, p. 279-283, 2007.
- [51] INGHAM, H. S. Adhesion of flame-sprayed coatings. In: **Adhesion Measurement of Thin Films, Thick Films, and Bulk Coatings**. ASTM International, 1978.
- [52] LOPEZ, E.; BELTZUNG, F.; ZAMBELLI, G. Measurement of cohesion and adhesion strengths in alumina coatings produced by plasma spraying. **Journal of materials science letters**, v. 8, n. 3, p. 346-348, 1989.
- [53] HUANG, S. G. et al. Influence of WC addition on the microstructure and mechanical properties of NbC–Co cermets. **Journal of alloys and compounds**, v. 430, n. 1-2, p. 158-164, 2007.
- [54] BRANDOLT, Cristiane de Souza et al. Niobium and niobium-iron coatings on API 5LX 70 steel applied with HVOF. **Materials Research**, v. 17, p. 866-877, 2014.
- [55] WOYDT, Mathias et al. Niobium carbide for wear protection—tailoring its properties by processing and stoichiometry. **Metal Powder Report**, v. 71, n. 4, p. 265-272, 2016.
- [56] SU, Yean Lang; CHEN, K. Y. The influence of niobium, chromium, molybdenum and carbon on the sliding wear behavior of nickel-base hardfacing alloys. **Wear**, v. 209, n. 1-2, p. 160-170, 1997.
- [57] HUANG, S. G. et al. Densification and tribological profile of niobium oxide. **Wear**, v. 352, p. 65-71, 2016.
- [58] NTP, National Toxicology Program. Toxicology Studies of Cobalt Metal (CASRN 7440-48-4) in F344/N Rats and B6C3F1/N Mice and Toxicology and Carcinogenesis Studies of Cobalt Metal in F344/NTac Rats and B6C3F1/N Mice (Inhalation Studies). **Technical Report**,

v. 581. Division of the National Toxicology Program, National Institute of Environmental Health Sciences, Research Triangle Park, North Carolina, USA, 2014.

[59] EISENBARTH, E. et al. Biocompatibility of  $\beta$ -stabilizing elements of titanium alloys. **Biomaterials**, v. 25, n. 26, p. 5705-5713, 2004.

[60] BRAIC, M. et al. Preparation and characterization of biocompatible Nb–C coatings. **Thin Solid Films**, v. 519, n. 12, p. 4064-4068, 2011.

[61] BATCHELOR, Andrew W.; STACHOWIAK, Gwidon W. Tribology in materials processing. **Journal of materials processing technology**, v. 48, n. 1-4, p. 503-515, 1995.

[62] STACHOWIAK, Gwidon; BATCHELOR, Andrew W. **Engineering tribology**. Butterworth-Heinemann, 2013.

[63] HOLMBERG, Kenneth; MATTHEWS, Allan. **Coatings tribology: properties, mechanisms, techniques and applications in surface engineering**. Elsevier, 2009.

[64] ZUM GAHR, K. H. **Microstructure and wear of materials**. Elsevier, 1987.

[65] HUTCHINGS, Ian; SHIPWAY, Philip. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. Butterworth-Heinemann, 2017.

[66] MISRA, Ambrish; FINNIE, Iain. A classification of three-body abrasive wear and design of a new tester. **Wear**, v. 60, n. 1, p. 111-121, 1980.

[67] BURWELL JR, John T. Survey of possible wear mechanisms. **Wear**, v. 1, n. 2, p. 119-141, 1957.

[68] ZUM GAHR, K.-H. Wear by hard particles. **Tribology International**, v. 31, n. 10, p. 587-596, 1998.

[69] BOWDEN, Frank Philip; TABOR, David. **The Friction and Lubrication of Solids-Part II**. Oxford, England, University Press, 1964.

[70] GREENWOOD, James A.; WILLIAMSON, JB Pl. Contact of nominally flat surfaces. Proceedings of the royal society of London. Series A. **Mathematical and physical sciences**, v. 295, n. 1442, p. 300-319, 1966.

[71] RABINOWICZ, E.; DUNN, L. A.; RUSSELL, P. G. A study of abrasive wear under three-body conditions. **Wear**, v. 4, n. 5, p. 345-355, 1961.

[72] KASSMAN, Åsa et al. A new test method for the intrinsic abrasion resistance of thin coatings. **Surface and coatings technology**, v. 50, n. 1, p. 75-84, 1991.

- [73] MATAACHE, Gheorghe; PARASCHIV, Alexandru; PUSCASU, Cristian. An Investigation of the Thermal Sprayed Molybdenum Coatings Behaviour to Micro-abrasion Wear. In: **Applied Mechanics and Materials**. Trans Tech Publications Ltd, 2016. p. 15-20.
- [74] GÜNEN, Ali. Micro-abrasion wear behavior of thermal-spray-coated steel tooth drill bits. **Acta physica polonica A**, v. 130, 2016.
- [75] CHEN, H. et al. Micro-scale abrasive wear behaviour of HVOF sprayed and laser-remelted conventional and nanostructured WC–Co coatings. **Wear**, v. 258, n. 1-4, p. 333-338, 2005.
- [76] RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M. A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. **Surface and Coatings Technology**, v. 79, n. 1-3, p. 231-239, 1996.
- [77] GEE, M. G. et al. Progress towards standardisation of ball cratering. **Wear**, v. 255, n. 1-6, p. 1-13, 2003.
- [78] STACHOWIAK, G. B.; STACHOWIAK, G. W.; BRANDT, J. M. Ball-cratering abrasion tests with large abrasive particles. **Tribology International**, v. 39, n. 1, p. 1-11, 2006.
- [79] COZZA, Ronaldo Câmara; TANAKA, D. K.; SOUZA, R. M. Friction coefficient and wear mode transition in micro-scale abrasion tests. **Tribology International**, v. 44, n. 12, p. 1878-1889, 2011.
- [80] ADACHI, K.; HUTCHINGS, I. M. Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test. **Wear**, v. 255, n. 1-6, p. 23-29, 2003.
- [81] RABINOWICZ, E.; MUTIS, A. Effect of abrasive particle size on wear. **Wear**, v. 8, n. 5, p. 381-390, 1965.
- [82] ADACHI, K.; HUTCHINGS, I. M. Sensitivity of wear rates in the micro-scale abrasion test to test conditions and material hardness. **Wear**, v. 258, n. 1-4, p. 318-321, 2005.
- [83] TREZONA, R. I.; ALLSOPP, D. N.; HUTCHINGS, I. M. Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test. **Wear**, v. 225, p. 205-214, 1999.
- [84] ALLSOPP, D. N.; TREZONA, R. I.; HUTCHINGS, I. M. The effects of ball surface condition in the micro-scale abrasive wear test. **Tribology Letters**, v. 5, n. 4, p. 259-264, 1998.
- [85] ANTONY, Jiju; ANTONY, Frenie Jiju. Teaching the Taguchi method to industrial engineers. **Work study**, 2001.

- [86] FIGUEIREDO FILHO, Dalson Britto; SILVA JÚNIOR, José Alexandre. Desvendando os Mistérios do Coeficiente de Correlação de Pearson (r). **Revista Política Hoje**, v. 18, n. 1, p. 115-146, 2009.
- [87] LIMA, M. M. et al. Toughness evaluation of HVOF WC–Co coatings using non-linear regression analysis. **Materials Science and Engineering: A**, v. 357, n. 1-2, p. 337-345, 2003.
- [88] LIMA, M. M. et al. Coating fracture toughness determined by Vickers indentation: an important parameter in cavitation erosion resistance of WC–Co thermally sprayed coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 177, p. 489-496, 2004.
- [89] NIIHARA, Koichi; MORENA, Robert; HASSELMAN, D. P. H. Evaluation of  $K_{IC}$  of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios. **Journal of materials science letters**, v. 1, n. 1, p. 13-16, 1982.
- [90] PONTON, C. B.; RAWLINGS, R. D. Vickers indentation fracture toughness test Part 2 Application and critical evaluation of standardised indentation toughness equations. **Materials Science and Technology**, v. 5, n. 10, p. 961-976, 1989.
- [91] MARSHALL, David B.; NOMA, Tatsuo; EVANS, Anthony G. A simple method for determining elastic-modulus-to-hardness ratios using Knoop indentation measurements. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 65, n. 10, p. c175-c176, 1982.
- [92] LEIGH, Sang-Ha; LIN, Chung-Kwei; BERNDT, Christopher C. Elastic response of thermal spray deposits under indentation tests. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 80, n. 8, p. 2093-2099, 1997.
- [93] MARQUES, F. et al. Influence of heat treatments on the micro-abrasion wear resistance of a superduplex stainless steel. **Wear**, v. 271, n. 9-10, p. 1288-1294, 2011.
- [94] MARQUES, Flávio Parreiras et al. Microabrasion of three experimental cobalt-chromium alloys: Wear rates and wear mechanisms. **Wear**, v. 390, p. 176-183, 2017.
- [95] HERMAN, Herbert. Plasma-sprayed coatings. **Scientific American**, v. 259, n. 3, p. 112-117, 1988.
- [96] MARIANO, Carolina. **Obtenção de revestimentos de nióbio depositados por aspersão térmica para proteção à corrosão marinha**. 2008. Tese de Doutorado. Dissertação, Universidade Federal do Paraná, CURITIBA.

- [97] FACTOR, Michael; ROMAN, Itzhak. Vickers microindentation of WC–12% Co thermal spray coating: Part 1: statistical analysis of microhardness data. **Surface and Coatings Technology**, v. 132, n. 2-3, p. 181-193, 2000.
- [98] LEE, C. H.; MIN, K. O. Effects of heat treatment on the microstructure and properties of HVOF-sprayed Ni–Cr–W–Mo–B alloy coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 132, n. 1, p. 49-57, 2000.
- [99] BRADAI, Mohand Amokrane et al. Study of microstructure, phases and microhardness of metallic coatings deposited by flame thermal spray. **Journal of materials processing technology**, v. 200, n. 1-3, p. 410-415, 2008.
- [100] LIMA, R. S.; KUCUK, A.; BERNDT, C. C. Evaluation of microhardness and elastic modulus of thermally sprayed nanostructured zirconia coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 135, n. 2-3, p. 166-172, 2001.
- [101] WU, Yuping et al. Microstructure and microhardness characterization of a Fe-based coating deposited by high-velocity oxy-fuel thermal spraying. **Journal of alloys and compounds**, v. 481, n. 1-2, p. 719-724, 2009.
- [102] QUINN, J. B.; QUINN, G. Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach. **Journal of Materials Science**, v. 32, n. 16, p. 4331-4346, 1997.
- [103] FACTOR, Michael; ROMAN, Itzhak. Microhardness as a simple means of estimating relative wear resistance of carbide thermal spray coatings: Part 1. characterization of cemented carbide coatings. **Journal of thermal spray technology**, v. 11, n. 4, p. 468-481, 2002.
- [104] CARRASQUERO, Edwain et al. Sliding wear performance of thermally sprayed Ni-Cr based alloy deposited on SAE 1045 steel. **MRS Advances**, v. 4, n. 57-58, p. 3113-3122, 2019.
- [105] LAWN, Brian R.; HOWES, V. R. Elastic recovery at hardness indentations. **Journal of Materials Science**, v. 16, n. 10, p. 2745-2752, 1981.
- [106] LAWN, Brian R.; COOK, Robert F. Probing material properties with sharp indenters: a retrospective. **Journal of Materials Science**, v. 47, n. 1, p. 1-22, 2012.
- [107] LEYLAND, A.; MATTHEWS, A. On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behaviour. **Wear**, v. 246, n. 1-2, p. 1-11, 2000.

- [108] NI, Wangyang et al. Effects of the ratio of hardness to Young's modulus on the friction and wear behavior of bilayer coatings. **Applied physics letters**, v. 85, n. 18, p. 4028-4030, 2004.
- [109] LI, J. et al. Mechanical and tribological properties of plasma-sprayed Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr, WC-Co, and Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings. **Journal of thermal spray technology**, v. 7, n. 2, p. 242-246, 1998.
- [110] DYKHUIZEN, R. C. Review of impact and solidification of molten thermal spray droplets. **Journal of Thermal Spray Technology**, v. 3, n. 4, p. 351-361, 1994.
- [111] MELLALI, M.; FAUCHAIS, P.; GRIMAUD, A. Influence of substrate roughness and temperature on the adhesion/cohesion of alumina coatings. **Surface and coatings technology**, v. 81, n. 2-3, p. 275-286, 1996.
- [112] ZHAO, Lidong et al. Influence of spray parameters on the particle in-flight properties and the properties of HVOF coating of WC-CoCr. **Wear**, v. 257, n. 1-2, p. 41-46, 2004.
- [113] SHIN, Sumin et al. The influence of process parameters on deposition characteristics of a soft/hard composite coating in kinetic spray process. **Applied surface science**, v. 254, n. 8, p. 2269-2275, 2008.
- [114] BARBHUIYA, Salim; CHOUDHURY, Iqbal. Characterization of mechanical properties and the abrasive wear of thermal spray coatings. In: **Thermal Sprayed Coatings and their Tribological Performances**. IGI Global, 2015. p. 328-359.
- [115] GREVING, D. J.; SHADLEY, J. R.; RYBICKI, E. F. Effects of coating thickness and residual stresses on the bond strength of ASTM C633-79 thermal spray coating test specimens. **Journal of Thermal Spray Technology**, v. 3, n. 4, p. 371, 1994.
- [116] KESLER, O. et al. Measurement of residual stress in plasma-sprayed metallic, ceramic and composite coatings. **Materials Science and Engineering: A**, v. 257, n. 2, p. 215-224, 1998.
- [117] GODOY, C. et al. Correlation between residual stresses and adhesion of plasma sprayed coatings: effects of a post-annealing treatment. **Thin Solid Films**, v. 420, p. 438-445, 2002.
- [118] MITTAL, K. L. Adhesion measurement: Recent progress, unsolved problems, and prospects. **Adhesion measurement of thin films, thick films, and bulk coatings**, 1978.
- [119] LI, C.-J.; OHMORI, A. Relationships between the microstructure and properties of thermally sprayed deposits. **Journal of thermal spray technology**, v. 11, n. 3, p. 365-374, 2002.

- [120] OKSA, Maria et al. Optimization and characterization of high velocity oxy-fuel sprayed coatings: techniques, materials, and applications. **Coatings**, v. 1, n. 1, p. 17-52, 2011.
- [121] SABER-SAMANDARI, S.; BERNDT, C. C. IFTHSE Global 21: heat treatment and surface engineering in the twenty-first century Part 10–Thermal spray coatings: a technology review. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, v. 4, n. 1, p. 7-13, 2010.
- [122] MARQUES, Flávio Parreiras. **Comportamento tribológico de três superligas de cobalto em ensaios de microabrasão**. 2017. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.
- [123] HOUDKOVÁ, Š. et al. Comparative study of thermally sprayed coatings under different types of wear conditions for hard chromium replacement. **Tribology Letters**, v. 43, n. 2, p. 139-154, 2011.
- [124] VILHENA, L. M. et al. Abrasive wear resistance of WC–Co and WC–AISI 304 composites by ball-cratering method. **Wear**, v. 346, p. 99-107, 2016.
- [125] DEHNAD, Khosrow. **Quality control, robust design, and the Taguchi method**. Springer Science & Business Media, 1989.
- [126] PAREDES, R. S. C. **Metodologia e Planejamento Experimental**. UFPR.
- [127] ST, Lars et al. Analysis of variance (ANOVA). **Chemometrics and intelligent laboratory systems**, v. 6, n. 4, p. 259-272, 1989.

## APÊNDICE

A metodologia Taguchi, adotada por Bonetti [3] na produção dos revestimentos, utiliza a relação sinal/ruído (SNR) para a determinação do nível ótimo da resposta e, com isso, busca atender as especificações de um produto ou atingir a robustez de um processo. De acordo com a quantidade de variações que aparecem como resposta, os fatores de controle que contribuem para a redução de variação da qualidade podem ser identificados. A relação sinal/ruído combina repetições em um valor que demonstra o quanto de variação existe, e apresenta três condições: menor é melhor; maior é melhor e; nominal é melhor. Minimizar a perda da qualidade significa maximizar a razão sinal/ruído, ou seja, o nível que apresentar uma maior SNR será considerado o nível ótimo [125].

Os arranjos ortogonais, utilizados na metodologia de Taguchi, podem ser compreendidos como planos de experimentos de múltiplos fatores, onde as colunas correspondem aos níveis de ensaio dos fatores, e as linhas correspondem aos experimentos. As variáveis que afetam as características de qualidade de um produto podem ser classificadas em três categorias: fatores de controle, parâmetros fixos e resposta [126]. Os fatores de controle definidos no processamento dos revestimentos de FeNbC foram a granulometria dos pós, a distância de aspersão, a taxa de alimentação e o pré-aquecimento do substrato. Enquanto os parâmetros fixos foram a rugosidade do substrato, o jateamento abrasivo, o número de passes e a pressão e o fluxo de gás de transporte. No presente trabalho, foram consideradas como resposta: a microdureza Vickers, a razão  $H_V/E$ , a tenacidade à fratura e o coeficiente de desgaste em microabrasão.

O método de Taguchi incentiva o uso da estatística para avaliar o desempenho dos produtos através da análise de variância (ANOVA) e, permite a representação gráfica dos graus de influência dos fatores com relação à propriedade que está sendo avaliada. Sobre o conjunto de dados resultante, aplica-se a ANOVA para determinar o nível de influência de cada um dos fatores em relação à variação das respostas e os respectivos níveis ótimos para a obtenção do melhor desempenho das características de qualidade estudadas. A ANOVA consiste de uma técnica estatística que decompõe origens que justificam a variação total; na metodologia utilizada se reduz a variação total dos valores observados individuais em torno da média [126].

A análise estatística dos resultados com relação aos parâmetros de aspersão térmica chama pó na produção dos revestimentos de FeNbC foi conduzida utilizando os softwares Minitab e

Statística. Para realização da análise estatística foi necessário definir as variações desses fatores como níveis 1, 2 e 3, conforme mostrado na Tabela 13.

Tabela 13 – Parâmetros do processo de FS e seus níveis para análise estatística.

Parâmetro	Nível		
	1	2	3
<b>Granulometria (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	- 53	- 75	+ 53 - 75
<b>Distância de aspersão (mm)</b>	150	200	250
<b>Taxa de alimentação (g/min)</b>	40	50	60
<b>Pré-aquecimento (<math>^{\circ}\text{C}</math>)</b>	50	150	250

Fonte: Autora.

Para avaliar quais parâmetros de FS tiveram efeito significativo, foi realizada análise de variância. Na ANOVA, foram consideradas as seguintes hipóteses:

- $H_{0G}$ : O fator granulometria do pó não é significativo;
- $H_{1G}$ : O fator granulometria do pó é significativo;
- $H_{0D}$ : O fator distância de aspersão não é significativo;
- $H_{1D}$ : O fator distância de aspersão é significativo;
- $H_{0T}$ : O fator taxa de alimentação não é significativo;
- $H_{1T}$ : O fator taxa de alimentação é significativo;
- $H_{0P}$ : O fator pré-aquecimento do substrato não é significativo;
- $H_{1P}$ : O fator pré-aquecimento do substrato é significativo.

Na análise de variância foi utilizado o teste F, representado no quadro ANOVA como valor-f. O teste F é unilateral, uma vez que o objeto do teste é apenas a possibilidade de que as diferenças entre as médias sejam desproporcionalmente grandes quando comparadas as variações dos fatores [127]. O valor-p para cada fator testa a hipótese nula, de que o coeficiente é igual a zero, ou seja, não possui efeito significativo. Como a análise foi conduzida para um intervalo de confiança de 90%, ou seja, um nível de significância de 10%, um valor-p menor que 0,10 indica que é possível rejeitar a hipótese de nulidade. Sendo assim, os fatores que apresentam valor-p menor que 0,10 possuem efeito significativo sobre a resposta. Por outro lado, um valor-p maior

que 0,10 sugere que as mudanças nos parâmetros do processo não estão associadas a mudanças na resposta.

### i. Microdureza Vickers

A Tabela 14 mostra a resposta para as razões sinal/ruído, a partir da qual é possível observar nível de influência de cada parâmetro de FS na dureza dos revestimentos. Conforme mostrado na Tabela 14, o fator de maior influência foi a distância de aspersão, enquanto o pré-aquecimento do substrato foi o parâmetro de menor influência sobre a dureza.

Tabela 14 – Resposta da SNR maior é melhor para dureza dos revestimentos.

<b>Nível</b>	<b>Granulometria</b>	<b>Distância de aspersão</b>	<b>Taxa de alimentação</b>	<b>Pré-aquecimento</b>
<b>1</b>	57,04	57,40	57,47	57,95
<b>2</b>	57,79	57,01	57,98	57,49
<b>3</b>	58,11	58,53	57,49	57,50
<b>Delta</b>	1,07	1,53	0,51	0,46
<b>Influência</b>	2	1	3	4

Fonte: Autora.

Na Tabela 15 é mostrado o quadro ANOVA para a dureza do revestimento, a partir do qual, pode-se observar que a única variável do processo de AT significativa é a distância de aspersão, cujo valor-p é 0,002. Os demais fatores, por sua vez, apresentam valor-p maior que 0,10, indicando que não são significativos para a dureza dos revestimentos.

Tabela 15 – Quadro ANOVA para a dureza do revestimento.

<b>Fonte</b>	<b>Somatório dos quadrados</b>	<b>Graus de liberdade</b>	<b>Quadrados médios</b>	<b>valor-F</b>	<b>valor-p</b>
Granulometria	216635	2	108318	2,28	0,109
<b>Distância de aspersão</b>	<b>661238</b>	<b>2</b>	<b>330619</b>	<b>6,96</b>	<b>0,002</b>
Taxa de alimentação	61508	2	30754	0,65	0,526
Pré-aquecimento	56823	2	28412	0,60	0,552
Erro	3848963	81	47518		
Total	4845167	89			

Fonte: Autora.

Conforme apresentado na Tabela 15, apenas a distância de aspersão mostrou-se significativa dentre os parâmetros avaliados. No entanto, para uma análise estatística mais robusta, foram realizados testes de comparação múltipla de médias por meio do teste de Tukey, cujos resultados são apresentados na Tabela 16. Os dados expostos demonstram que não houve diferença significativa entre os níveis 1 e 2, que apresentaram a menor média. O nível 3, por sua vez, mostrou-se superior e diferente significativamente dos demais, tendo apresentado a maior média. Dessa forma, é possível que a distância de aspersão térmica de 250 mm conduza a um maior valor de dureza Vickers.

Tabela 16 – Resultados do teste de Tukey para a dureza dos revestimentos.

<b>Parâmetros</b>	<b>Nível</b>	<b>Médias</b>	<b>Grupo Tukey</b>
<b>Distância de aspersão (mm)</b>	<b>250</b>	3	938
	<b>150</b>	1	771
	<b>200</b>	2	744

Fonte: Autora.

## ii. Relação $H_v/E$

O nível de influência de cada parâmetro de FS na relação  $H_v/E$  dos revestimentos analisados é demonstrado na Tabela 17, que apresenta a resposta para as razões sinal/ruído. Utilizou-se uma resposta da SNR maior é melhor, tendo como base a necessidade de um revestimento resistente

ao desgaste. Como uma maior relação  $H_V/E$  indica menor plasticidade do material, este provavelmente sofreria menor remoção de material por mecanismos plásticos. Conforme mostrado na Tabela 17, o fator de maior influência foi a granulometria dos pós, enquanto a taxa de alimentação foi o parâmetro de menor influência na redução da razão  $H_V/E$ .

Tabela 17 – Resposta da SNR maior é melhor para razão  $H_V/E$  dos revestimentos.

Nível	Granulometria	Distância de aspersão	Taxa de alimentação	Pré-aquecimento
1	-26,16	-28,36	-27,22	-27,09
2	-30,47	-29,16	-27,86	-25,93
3	-24,77	-23,88	-26,32	-28,38
<b>Delta</b>	5,69	5,28	1,54	2,45
<b>Influência</b>	1	2	4	3

Fonte: Autora.

Na Tabela 18 é mostrado o quadro ANOVA para a razão  $H_V/E$  do revestimento, a partir do qual, verifica-se que a distância de aspersão foi a única variável significativa, cujo valor-p é 0,000. Os demais parâmetros do processo de FS, por sua vez, apresentam valor-p maior que 0,10, indicando que não são significativos para a razão  $H_V/E$  dos revestimentos.

Tabela 18 – Quadro ANOVA para a razão  $H_V/E$  dos revestimentos.

Fonte	Somatório dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	valor-F	valor-p
Granulometria	0,003171	2	0,001586	1,41	0,250
<b>Distância de aspersão</b>	<b>0,020174</b>	<b>2</b>	<b>0,010087</b>	<b>8,97</b>	<b>0,000</b>
Taxa de alimentação	0,001924	2	0,000962	0,86	0,429
Pré-aquecimento	0,000577	2	0,000288	0,26	0,774
Erro	0,091044	81	0,001124		
Total	0,116889	89			

Fonte: Autora.

A partir do quadro ANOVA, foram realizados testes de comparação múltipla de médias por meio do teste de Tukey, cujos resultados são apresentados na Tabela 19. Os dados expostos demonstram o nível 3 mostrou-se diferente significativamente dos demais, tendo apresentado a maior média. Por outro lado, não houve diferença significativa entre os níveis 1 e 2, que apresentaram as menores médias. É possível, portanto, que a distância de aspersão térmica de 250 mm conduza a um valor maior da relação  $H_V/E$ , ou seja, de menor plasticidade.

Tabela 19 – Resultados do teste de Tukey para a razão  $H_V/E$  dos revestimentos.

<b>Parâmetros</b>	<b>Nível</b>	<b>Médias</b>	<b>Grupo Tukey</b>
<b>Distância de aspersão (mm)</b>	<b>250</b>	3	0,085688
	<b>200</b>	1	0,056559
	<b>150</b>	2	0,051828
			B
			C
			C

Fonte: Autora.

### iii. Tenacidade à fratura $K_{IC}$

A Tabela 20 apresenta a resposta da SNR maior é melhor, em que é possível avaliar o nível de influência de cada parâmetro de FS na tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) dos revestimentos analisados. Conforme mostrado na Tabela 20, o fator de maior influência foi a granulometria dos pós, seguido pelo pré-aquecimento do substrato e pela taxa de alimentação, respectivamente. A distância de aspersão, por sua vez, foi o parâmetro que apresentou menor influência sobre o valor de  $K_{IC}$ .

Tabela 20 – Resposta da SNR maior é melhor para o valor de  $K_{IC}$  dos revestimentos.

<b>Nível</b>	<b>Granulometria</b>	<b>Distância de aspersão</b>	<b>Taxa de alimentação</b>	<b>Pré-aquecimento</b>
<b>1</b>	3,763	5,040	4,477	5,278
<b>2</b>	6,149	4,697	5,281	3,522
<b>3</b>	4,384	4,560	4,539	5,496
<b>Delta</b>	2,386	0,480	0,804	1,974
<b>Influência</b>	1	4	3	2

Fonte: Autora.

Na Tabela 21 é mostrado o quadro ANOVA para a tenacidade à fratura dos revestimentos. Verifica-se que três parâmetros do processo de FS apresentaram efeito significativo sobre o valor de  $K_{IC}$ , sendo estes a granulometria dos pós, o pré-aquecimento do substrato e a taxa de alimentação. A distância de aspersão, no entanto, foi o único fator a não afetar significativamente os resultados, considerando o intervalo de confiança adotado de 90%.

Tabela 21 – Quadro ANOVA para o valor de  $K_{IC}$  dos revestimentos.

Fonte	Somatório dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	valor-F	valor-p
<b>Granulometria</b>	<b>1,9379</b>	<b>2</b>	<b>0,96894</b>	<b>8,35</b>	<b>0,001</b>
Distância de aspersão	0,1055	2	0,05274	0,45	0,638
<b>Taxa de alimentação</b>	<b>0,5952</b>	<b>2</b>	<b>0,29762</b>	<b>2,56</b>	<b>0,091</b>
<b>Pré-aquecimento</b>	<b>1,6175</b>	<b>2</b>	<b>0,80877</b>	<b>6,97</b>	<b>0,003</b>
Erro	4,1792	36	0,11609		
Total	8,4353	44			

Fonte: Autora.

A partir do quadro ANOVA, foram realizados testes de comparação múltipla de médias por meio do teste de Tukey para os três parâmetros que apresentaram efeito significativo sobre o valor de  $K_{IC}$ . Os dados apresentados na Tabela 22 demonstram que para o parâmetro granulometria dos pós, o nível 2 mostrou-se superior e diferente significativamente dos demais, tendo apresentado a maior média. Sendo assim, é possível que os revestimentos produzidos com pós de granulometria menor que 75  $\mu\text{m}$  conduzam a um valor maior de  $K_{IC}$ . Com relação ao pré-aquecimento do substrato, nota-se que o nível 2 é diferente significativamente dos demais, entretanto, esse nível apresentou a menor média e, portanto, pode levar a valores menores de  $K_{IC}$ . Por outro lado, o nível 2 da taxa de alimentação proporcionou aumento no valor médio de  $K_{IC}$  similar ao nível 3, mas superior ao nível 1. Além disso, os níveis 1 e 3 mostraram-se semelhantes entre si.

Tabela 22 – Resultados do teste de Tukey para o valor de  $K_{IC}$  dos revestimentos.

Parâmetros	Nível	Médias	Grupo Tukey		
<b>Granulometria</b> ( $\mu\text{m}$ )	+ 53 - 75	2	2,130518	B	
	- 75	3	1,726182	C	
	- 53	1	1,661567	C	
<b>Pré-aquecimento</b> ( $^{\circ}\text{C}$ )	250	3	2,019377	C	
	50	1	1,921579	C	
	150	2	1,577311	B	
<b>Taxa de</b> <b>alimentação</b> (g/min)	50	2	1,984783	B	
	60	3	1,829939	B	C
	40	1	1,703545	C	

Fonte: Autora.

#### iv. Coeficiente de desgaste abrasivo (k)

O nível de influência de cada parâmetro de FS no coeficiente de desgaste abrasivo dimensional (k) dos revestimentos analisados é demonstrado na Tabela 23, que apresenta a resposta para as razões sinal/ruído. Tendo em vista que quanto maior o valor de k, maior será o desgaste abrasivo, utilizou-se uma resposta da SNR menor é melhor. Conforme mostrado na Tabela 23, o fator de maior influência foi a granulometria dos pós, seguido pela taxa de alimentação e pelo pré-aquecimento, enquanto a distância de aspersão foi o parâmetro de menor influência.

Tabela 23 – Resposta da SNR menor é melhor para os valores de k dos revestimentos.

Nível	Granulometria	Distância de aspersão	Taxa de alimentação	Pré-aquecimento
1	-15,70	-14,87	-15,57	-13,14
2	-14,10	-14,98	-14,15	-14,57
3	-13,17	-13,13	-13,25	-15,26
<b>Delta</b>	2,53	1,84	2,32	2,12
<b>Influência</b>	1	4	2	3

Fonte: Autora.

Na Tabela 24 é mostrado o quadro ANOVA para o coeficiente de desgaste abrasivo dos revestimentos. Verifica-se que todos os quatro parâmetros do processo de FS apresentaram efeito significativo sobre o valor de k, considerando o intervalo de confiança adotado de 90%.

Tabela 24 – Quadro ANOVA para o valor de k dos revestimentos.

<b>Fonte</b>	<b>Somatório dos quadrados</b>	<b>Graus de liberdade</b>	<b>Quadrados médios</b>	<b>valor-F</b>	<b>valor-p</b>
<b>Granulometria</b>	<b>28,04</b>	<b>2</b>	<b>14,022</b>	<b>13,14</b>	<b>0,000</b>
<b>Distância de aspersão</b>	<b>17,00</b>	<b>2</b>	<b>8,500</b>	<b>7,97</b>	<b>0,001</b>
<b>Taxa de alimentação</b>	<b>26,61</b>	<b>2</b>	<b>13,306</b>	<b>12,47</b>	<b>0,000</b>
<b>Pré-aquecimento</b>	<b>17,57</b>	<b>2</b>	<b>8,785</b>	<b>8,23</b>	<b>0,001</b>
Erro	76,82	72	1,067		
Total	166,05	80			

Fonte: Autora.

Com base no quadro ANOVA exposto, foram realizados testes de comparação múltipla de médias por meio do teste de Tukey para os quatro parâmetros do processo de FS, tendo em vista que todos apresentaram efeito significativo sobre o valor de k. Os dados apresentados na Tabela 25 demonstram que para o parâmetro granulometria dos pós, o nível 1 mostrou-se diferente significativamente dos demais, tendo apresentado a maior média. Enquanto os níveis 2 e 3 são semelhantes entre si e possivelmente, conduzem a valores menores de coeficiente de desgaste. Com relação a taxa de alimentação, os três níveis são diferentes entre si, no entanto, o nível 3 que conduz ao menor valor médio de k. Análise dos 3 níveis do pré-aquecimento do substrato permitiu avaliar que o nível 1 apresentou-se diferente dos demais, além de ter levado ao menor valor médio de k. Por fim, o nível 3 da distância de aspersão mostrou-se diferente significativamente dos demais, bem como conduziu ao menor valor médio do coeficiente de desgaste abrasivo dos revestimentos.

Tabela 25 – Resultados do teste de Tukey para o valor de k dos revestimentos.

<b>Parâmetros</b>	<b>Nível</b>	<b>Médias</b>	<b>Grupo Tukey</b>
<b>Granulometria (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>- 53</b>	1	6,032593
	<b>+ 53 - 75</b>	2	5,034074
	<b>- 75</b>	3	4,632593
<b>Taxa de alimentação (g/min)</b>	<b>40</b>	1	5,951481
	<b>50</b>	2	5,199630
	<b>60</b>	3	4,548148
<b>Pré-aquecimento (<math>^{\circ}\text{C}</math>)</b>	<b>250</b>	3	5,744444
	<b>150</b>	2	5,337407
	<b>50</b>	1	4,617407
<b>Distância de aspersão (mm)</b>	<b>150</b>	1	5,578889
	<b>200</b>	2	5,534074
	<b>250</b>	3	4,586296

Fonte: Autora.