

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

Diego Fonseca Silva

**ANÁLISE DA FORMAÇÃO E DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE
REVESTIMENTOS DE AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO OBTIDOS POR
FRICTION SURFACING**

Belo Horizonte

2024

Diego Fonseca Silva

**ANÁLISE DA FORMAÇÃO E DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE
REVESTIMENTOS DE AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO OBTIDOS POR
FRICTION SURFACING**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. –Ing. Pedro Paiva Brito

Belo Horizonte

2024

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

S586a	Silva, Diego Fonseca Análise da formação e da resistência à corrosão de revestimentos de aço inoxidável austenítico obtidos por <i>Friction Surfacing</i> / Diego Fonseca Silva. Belo Horizonte, 2024. 125 f. : il. Orientador: Pedro Paiva Brito Tese (Doutorado) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica 1. Aço inoxidável. 2. Aço-carbono. 3. Difusão. 4. Recristalização (Metalurgia). 5. Metais - Tratamento térmico. 6. Metais - Propriedades mecânicas. 7. Revestimentos - Processos. 8. Corrosão - Resistência. I. Brito, Pedro Paiva. II. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título. SIB PUC MINAS CDU: 620.193
-------	---

Ficha catalográfica elaborada por Fabiana Marques de Souza e Silva - CRB 6/2086

Diego Fonseca Silva

**ANÁLISE DA FORMAÇÃO E DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE
REVESTIMENTOS DE AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO OBTIDOS POR
FRICTION SURFACING**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Prof. Dr. – Ing. Pedro Paiva Brito (Orientador) – PUC Minas

Prof. Dr. – Gilmar Cordeiro da Silva (Examinador interno) – PUC Minas

Prof. Dr. – Klaus Higor dos Santos Silva (Examinador interno) – PUC Minas

Prof. Dr. – Pedro Henrique Rodrigues Pereira (Examinador externo) – UFMG

Prof. Dr. – Vanessa de Freitas Cunha Lins (Examinadora externa) – UFMG

Belo Horizonte, 16 de agosto de 2024

AGRADECIMENTOS

À Deus que iluminou o desenvolvimento deste trabalho, por meio da intercessão da Virgem Maria, mãe de Jesus, no título de Nossa Senhora do Perpétuo Socorro (ícone bizantino) usado nas orações diárias do Santo Terço, ao longo de todo o doutorado.

À minha mãe, que me deu apoio financeiro e psicológico, ao longo de todo o doutorado, sendo sua ajuda fundamental para eu conseguir concluir o curso.

Ao Prof. Dr. Ing. Pedro Paiva Brito, pela a sua orientação ao longo do curso, que contribuiu para o desenvolvimento da tese e a publicação dos resultados obtidos em periódicos científicos.

Ao Prof. Dr. Gilmar Cordeiro da Silva e ao técnico de laboratório Ítalo Bruno dos Santos pelo o apoio no desenvolvimento da matriz de cisalhamento e suporte didático na execução dos experimentos.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da PUC Minas pelo apoio didático e pela a utilização da infraestrutura do programa.

Ao suporte financeiro da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) no desenvolvimento da pesquisa – Número do Projeto PPM-00662-18.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

RESUMO

A fabricação de revestimentos bimetálicos combinando aços estruturais e aços resistentes à corrosão pode auxiliar a redução de custos de materiais em aplicações que envolvem meios agressivos, portanto, o comportamento frente à corrosão dos revestimentos produzidos pelo processo *Friction Surfacing* foi avaliado em meio ácido (0,5M H₂SO₄) e salino (0,6M NaCl), para investigar a influência da microestrutura obtida na união dissimilar de aço carbono e aço inoxidável sobre a resistência à corrosão. No trabalho, os revestimentos foram fabricados em um centro de usinagem CNC, equipamento não-dedicado, com a velocidade de avanço constante (190 mm/min) e variando apenas a velocidade de rotação da haste consumível de 1300 rpm à 2100 rpm, com incremento de 200 rpm. A recristalização dinâmica durante o processo é investigada por meio da relação existente entre o parâmetro Zener-Hollomon (Z) e o tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}). Nesse estudo, o revestimento produzido com a velocidade de rotação de 1500 rpm, apresentou o maior valor do parâmetro Z ($9,03 \times 10^{18} \text{ s}^{-1}$), o menor tamanho de grão recristalizado dinamicamente e a distribuição mais homogênea ($25,1 \pm 4,19 \text{ }\mu\text{m}$), o que favoreceu a sua passivação durante os ensaios de corrosão eletroquímica e a obtenção de valores de dureza mais homogêneo em sua superfície de topo. Em relação a dureza ao longo da espessura dos revestimentos, avaliada em sua seção transversal, não houve valores de dureza elevados que pudessem estar associados com possíveis transformações de fase da austenita. De acordo com as análises EDS feitas ao longo de sua espessura pode considerar que o revestimento é praticamente homogêneo em termos de composição química. A partir dos perfis de rugosidades obtidos na região da interface, foi possível avaliar a influência dos intertravamentos mecânicos sobre a adesão, que, por sua vez, não foram os responsáveis pelo o aumento significativo na resistência mecânica dos revestimentos. Análises EDS em linha foram feitas em sua seção transversal para determinar o seu coeficiente de difusão e o seu gradiente de concentração na região da interface. Ao analisar os resultados, verificou-se que a resistência ao cisalhamento é diretamente proporcional ao gradiente de concentração, ou seja, variando o gradiente de concentração no experimento provocou um ganho na resistência mecânica dos revestimentos.

Palavras-chave: Friction surfacing; aço-inoxidável; aço-carbono; difusão; recristalização dinâmica; resistência à corrosão; propriedades mecânicas.

ABSTRACT

The manufacture of bimetallic coatings combining structural steels and corrosion-resistant steels can help reduce material costs in applications involving aggressive media. Therefore, the corrosion behavior of the coatings produced by the Friction Surfacing process was evaluated in acidic (0.5M H₂SO₄) and saline (0.6M NaCl) media, to investigate the influence of the microstructure obtained in the dissimilar union of carbon steel and stainless steel on corrosion resistance. In this work, the coatings were manufactured on a CNC machining center, non-dedicated equipment, with a constant feed speed (190 mm/min) and varying only the rotation speed of the consumable rod from 1300 rpm to 2100 rpm, with an increment of 200 rpm. The dynamic recrystallization during the process is investigated through the relationship between the Zener-Hollomon parameter (Z) and the dynamically recrystallized grain size (d_{DRX}). In this study, the results revealed that the sample produced with the rotation speed of 1500 rpm had the highest Z value ($9.03 \times 10^{18} [s^{-1}]$), the smallest dynamically recrystallized grain size and the grain size distribution more homogeneous ($25.1 \pm 4.19 \mu m$), which favored its passivation during the electrochemical corrosion tests and the obtaining of more homogeneous hardness values on its top surface. Regarding the hardness throughout the thickness of the coatings, evaluated in their cross section, there were no high hardness values that could be associated with possible phase transformations of the austenite. According to the EDX analyses carried out throughout its thickness, it can be considered that the coating is practically homogeneous in terms of chemical composition. From the roughness profiles obtained in the interface region, it was possible to evaluate the influence of mechanical interlocks on adhesion, which, in turn, were not responsible for the significant increase in the mechanical resistance of the coatings. EDX analyses in line were performed on the cross section of the samples, to determine diffusion coefficient and concentration gradient of the majority elements of alloy 316L (Fe and Cr). When analyzing the results, it was found that the shear strength is directly proportional to the concentration gradient, that is, varying the concentration gradient in the experiment caused a gain in the mechanical strength of the coatings.

Keywords: Friction surfacing, stainless-steel, carbon-steel, diffusion, dynamic recrystallization, corrosion resistance, mechanical properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estágios do Processo (FS).....	24
Figura 2 – Efeito da força axial na aderência	25
Figura 3 – Efeito da velocidade de rotação na largura e rugosidade	26
Figura 4 – Efeito da velocidade de avanço na espessura e largura.....	27
Figura 5 – Efeito da velocidade de avanço na resistência mecânica (aderência)	27
Figura 6 – Crescimento da junção	29
Figura 7 – Contato de asperezas durante o deslizamento	30
Figura 8 – Intertravamento mecânico	32
Figura 9 – Perfil de rugosidade da interface.....	32
Figura 10 – A evolução microestrutural durante a recristalização dinâmica	35
Figura 11 – Tamanho de grão em função do parâmetro (Z).....	38
Figura 12 – Grãos equiaxiais ao longo do revestimento	39
Figura 13 – Efeito da recristalização dinâmica sobre a microestrutura.....	41
Figura 14 – Fenômenos termomecânicos	44
Figura 15 – Distribuição de temperatura durante o processo FS.....	45
Figura 16 – Lado de avanço e recuo da ferramenta (haste consumível)	46
Figura 17 – Perfil térmico durante o processo FS	48
Figura 18 – Macroestrutura típica	50
Figura 19 – Microestrutura da junta dissimilar	50
Figura 20 – Transferência de átomos entre os materiais	52
Figura 21 – Espectro (DRX) da junta dissimilar	52
Figura 22 – Dureza na região paralela à interface (banda dura).....	53
Figura 23 – Análise EDS na interface dos revestimentos	54
Figura 24 – Eletrodo de ferro	58
Figura 25 – Dupla camada elétrica	60
Figura 26 – Circuito elétrico equivalente	61
Figura 27 – Pilha eletroquímica.....	62
Figura 28 – Eletrodo normal de hidrogênio	63
Figura 29 – Representação esquemática da polarização anódica e catódica	64
Figura 30 – Representação esquemática da célula de polarização	65
Figura 31 – Curva de polarização sem passivação do metal	66

Figura 32 – Curva de polarização anódica com passivação do metal	67
Figura 33 – Polarização potenciodinâmica.....	68
Figura 34 – Espectroscopia de impedância eletroquímica	70
Figura 35 – Equipamento usado	73
Figura 36 – Informações termográficas do processo (FS).....	74
Figura 37 – Microscopia ótica no topo do revestimento	75
Figura 38 – Matriz de cisalhamento	79
Figura 39 – Ensaio de cisalhamento	79
Figura 40 – Interface (revestimento/substrato).....	80
Figura 41 – Geometria dos revestimentos em função da velocidade de rotação.....	83
Figura 42 – Ciclo térmico do processo (FS) em função da velocidade de rotação	84
Figura 43 – Microestrutura da haste consumível	85
Figura 44 – Desenvolvimento microestrutural do processo (FS).....	86
Figura 45 – Evolução microestrutural de 1300 rpm para 2100 rpm.....	87
Figura 46 – Variação microestrutural do processo (FS).....	88
Figura 47 – Espectroscopia de Raios-X por Dispersão em Energia (EDS).....	89
Figura 48 – Variação dos teores de (Cr, Ni e Mo) ao longo do revestimento	90
Figura 49 – Recristalização dinâmica durante o processo FS	92
Figura 50 – Perfis de dureza da haste nos sentidos “x-x” e “y-y”	93
Figura 51 – Perfis de dureza no sentido longitudinal dos revestimentos (topo).....	94
Figura 52 – Tamanho de grão e dureza em função da velocidade de rotação	94
Figura 53 – Perfil de dureza no sentido transversal do revestimento (topo)	95
Figura 54 – Perfis de dureza ao longo da seção transversal dos revestimentos	96
Figura 55 – Amostra cisalhada	97
Figura 56 – Comportamento mecânico das amostras	98
Figura 57 – Perfis de concentração da amostra 1900 rpm.....	99
Figura 58 – Perfis de concentração da amostra 1900 rpm com ajustes de curva	100
Figura 59 – Tensão de cisalhamento média em função do gradiente de concentração (G) e do coeficiente de difusão (D).....	101
Figura 60 – Perfis de rugosidade na interface do revestimento.....	102
Figura 61 – Parâmetros de rugosidade Ra, Rq e Rz	103
Figura 62 – Curvas de polarização potenciodinâmica das amostras ensaiadas.....	105
Figura 63 – Parâmetros eletroquímicos em função do tamanho de grão.....	107
Figura 64 – Resultados das medições EIS em função do tamanho de grão	108

Figura 65 – Curvas de polarização potenciodinâmica das amostras ensaiadas	110
Figura 66 – Parâmetros eletroquímicos em função do tamanho de grão.....	112
Figura 67 – Resultados das medições EIS em função do tamanho de grão	113

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região ativa).....	69
Tabela 2 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região passiva).....	69
Tabela 3 – Parâmetros de impedância (EIE)	71
Tabela 4 – Composição química dos materiais (%)	72
Tabela 5 – Parâmetros do processo FS	73
Tabela 6 – Parâmetro Z em função da velocidade de rotação	91
Tabela 7 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região ativa).....	105
Tabela 8 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região passiva)....	106
Tabela 9 – Parâmetros EIS das amostras ensaiadas	108
Tabela 10 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região ativa).....	111
Tabela 11 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região passiva)..	111
Tabela 12 – Parâmetros EIS das amostras ensaiadas	114

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AISI – American Iron and Steel Institute;

ASTM – American Society for Testing and Materials;

CFC – Cubo de face centrada;

CNC – Controle numérico computadorizado;

cps – Contagem por segundo;

DRX – Discontinuous dynamic recrystallization;

DRX – X-Ray Diffraction;

EBSD – Electron Backscatter Diffraction;

EDS – Espectroscopia de Raios-X por Dispersão em Energia;

EIS – Espectroscopia de Impedância Eletroquímica;

FS – Friction surfacing;

HAZ – Heat affected zone;

HV – Dureza Vickers;

HRC – Dureza Rockwell C;

MEV – Microscópio eletrônico de varredura;

MO – Microscópio ótico;

OCP – Potencial de circuito aberto;

PP – Polarização potenciodinâmica;

rpm – Rotação por minuto.

LISTA DE SÍMBOLOS

A_{cis} – Área de cisalhamento real;

Ag/AgCl – Prata-cloreto de prata;

A_{inicial} – Área inicial;

A_1 – Concentração (%) do revestimento;

A_2 – Concentração (%) do substrato;

b_a – Inclinação anódica de Tafel;

b_c – Inclinação catódica de Tafel;

C – Carbono;

C_d – Capacitor dielétrico;

CH_3COOH – Ácido acético;

Cl^- – Íon cloreto;

Cr – Cromo;

C_x – Representa a concentração a uma profundidade “x” após um tempo “t”;

C_1 – É a composição dos elementos em (%Wt);

C_1 – Concentração (%) do revestimento;

C_2 – Concentração (%) do substrato;

$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ – Glicerol;

D – Coeficiente de difusão;

d – Tamanho médio de grão;

d_{DRX} – Tamanho de grão recristalizado dinamicamente;

D_0 – Tamanho de grão inicial;

D_R – Tamanho de grão recristalizado;

$\vec{d}_x$ – Deslocamento na coordenada x;

$\vec{d}_z$ – Deslocamento na coordenada z;

E – Potencial do eletrodo que depende da corrente aplicada;

e – Elétrons;

E_{corr} – Potencial de corrosão;

E_{cp} – Potencial de passivação completa;

E_i – Valores em [cps] que serão convertidos;

E_0 – Potencial do eletrodo para o fluxo nulo de corrente;

E_p – Potencial de passivação;

E_{pite} – Potencial de pite;

E_{pp} – Potencial de princípio de passivação;

E_{tp} – Potencial de transpassivação;

$E_{1,\text{média}}$ – Valor médio do patamar (em relação ao revestimento);

$E_{2,\text{média}}$ – Valor médio do patamar (em relação ao substrato);

F – Força axial exercida sobre o substrato;

Fe – Ferro;

Fe^{2+} – Íon ferro;

$F_{\text{máx}}$ – Carga máxima cisalhante resistida por cada amostra;

F_t – Força tangencial que define um ponto de escoamento no interior do metal;

G – Gradiente de concentração;

H_{ads} – Hidrogênio absorvido;

HCl – Ácido clorídrico;

HNO_3 – Ácido nítrico;

H_2 – Hidrogênio;

H_2O – Água;

H_2SO_4 – Ácido sulfúrico;

H^+ – Íon hidrogênio;

i_{crit} – Densidade de corrente de crítica;

i_{pass} – Densidade de corrente de passivação;

i_a – Corrente anódica;

i_c – Corrente catódica;

i_{corr} – Densidade de corrente de corrosão;

$\bar{L}$ – Comprimento do intercepto médio linear;

L_e – Profundidade efetiva da zona recristalizada dinamicamente (espessura do revestimento [mm]);

l_e – Comprimento da amostragem;

l_m – Linha média (média das ordenadas dos pontos);

L_T – Comprimento total da linha;

M – Metal;

M – Mol;

M – Aumento;

Mn – Manganês;

M^{n+} – Íon do metal;

Mo – Molibdênio;

N – Número de grãos ou contornos de grãos interceptados pela linha;

n – Número de pontos avaliados no perfil de rugosidade;

NaCl – Cloreto de sódio;

ne – número de elétrons;

Ni – Níquel;

N_L – Número de interceptos por unidade de comprimento;

O₂ – Oxigênio;

OH⁻ – Hidróxido;

P – Fósforo;

P – O plano externo de Helmholtz;

p_0 – Tensão normal;

Q – Energia de ativação para deformação a quente [kJ/mol];

Q – O plano interno de Helmholtz;

Q – Elemento de fase constante introduzido no circuito equivalente;

Q_C – Elemento de fase constante para o filme de óxido;

Q_{DL} – Elemento de fase constante para a dupla camada elétrica;

R – Constante universal dos gases [J/mol.K];

R_a, R_z, R_t e R_q – Parâmetros de rugosidade;

R_{ct} – Resistência à transferência de carga da dupla camada elétrica;

R_{cp} – Resistência de polarização da interface óxido/eletrólito;

R_e – Resistência do eletrólito;

r_e – Raio efetivo da zona recristalizada dinamicamente (metade da largura do revestimento [mm]);

R_m – Taxa média de fluxo de material (metade da velocidade de rotação da haste [rps]);

R_p – Resistência de polarização da interface metal/eletrólito;

R_s – Impedância da solução;

S – Enxofre;

SO₄²⁻ – Íon Sulfato;

T – Temperatura de deformação [K];

t – Tempo de deposição;

$T_{Média}$ – Temperatura média na fase de deposição;

V – Velocidade de avanço no sentido longitudinal do revestimento;

$\vec{V}_{fx}$ – Velocidade de avanço na coordenada x;

$\vec{V}_{fz}$ – Velocidade de avanço nas coordenadas xz;

$\vec{V}_z$ – Velocidade de avanço na coordenada z;

$\vec{V}_{fz,final}$ – Velocidade de avanço final na coordenada z;

$\vec{V}_{fz,inicial}$ – Velocidade de avanço inicial na coordenada z;

W – Impedância de Warburg;

W – Carga normal que define um ponto de escoamento no interior do metal;

%Wt – Porcentagem em peso;

y_i – Ordenada do ponto no perfil de rugosidade;

Z – Parâmetro Zener-Hollomon;

Z_i – Rugosidade parcial;

α – Ferrita alfa;

γ – Austenita gama;

δ – Ferrita delta;

Δx – Espaçamento;

$\dot{\epsilon}$ – Taxa de deformação [s^{-1}];

η – Grau de polarização (sobrevoltagem ou sobrepotencial);

σ – Intermetálico, rico em cromo e bastante duro;

τ – Tensão de cisalhamento;

Ω – Velocidade de rotação da haste consumível;

| – A barra vertical simboliza interface entre o metal M e a solução contendo íons M^{n+} ;

→ – A seta apontada para o lado direito simboliza a transformação na reação química.’

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	11
LISTA DE SÍMBOLOS	12
1 INTRODUÇÃO	18
1.1 Objetivo geral	22
1.2 Objetivos específicos	22
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
2.1 Revestimento por fricção	23
2.1.1 Princípio de funcionamento	23
2.1.2 Principais variáveis do processo	25
2.1.3 Atrito na interface	28
2.2 Recristalização dinâmica	33
2.2.1 Conceito	33
2.2.2 Evolução microestrutural	34
2.2.3 Parâmetro Zener-Hollomon (Z)	36
2.2.4 Comportamento no processo FS	38
2.3 FS dissimilar: aço inoxidável em aço carbono	43
2.3.1 Características	43
2.3.2 Pré-aquecimento do substrato	47
2.3.3 Microestrutura	49
2.3.4 Propriedades	54
2.4 Princípios de Corrosão eletroquímica	56
2.4.1 Conceito de corrosão	56
2.4.2 Corrosão uniforme e puntiforme (por pite)	57
2.4.3 Formação da dupla camada elétrica	58
2.4.4 Pilha eletroquímica	61
2.4.5 Potencial de eletrodo	62
2.4.6 Polarização	63
2.4.7 Resistência à corrosão	68
3 METODOLOGIA	72
3.1 Materiais	72

3.2 Procedimento de deposição	72
3.3 Medição de temperatura	74
3.4 Análise metalográfica	75
3.5 Parâmetro Zener-Hollomon (Z).....	77
3.6 Análise de microdureza	78
3.7 Ensaio de cisalhamento	78
3.8 Análise da rugosidade na região da interface	80
3.9 Ensaio de corrosão eletroquímica.....	82
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	83
4.1 Geometria dos revestimentos	83
4.2 Ciclo térmico	84
4.3 Metalografia.....	85
4.4 Tamanho de grão (d_{DRX}) em função do parâmetro (Z).....	90
4.5 Microdureza.....	92
4.6 Resistência ao cisalhamento	96
4.7 Difusão entre os materiais	98
4.8 Rugosidade da interface.....	102
4.9 Resistência à corrosão em H_2SO_4	104
4.9 Resistência à corrosão em NaCl	109
5 CONCLUSÃO.....	115
6 PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS.....	118
REFERÊNCIAS	119

1 INTRODUÇÃO

O processo *Friction Surfacing* (FS) basicamente consiste em depositar camadas de revestimentos sobre um substrato. O material depositado pode ser similar ou diferente do substrato. Durante o processo a haste consumível girando em alta velocidade de rotação é pressionada contra o substrato, o atrito na interface dos materiais combinado com a pressão axial exercida pela haste sobre o substrato, gera o aporte térmico necessário para promover a formação de um fluxo de material visco-plástico na ponta da haste, e, ao longo do processo, esse material visco-plástico é transferido da ponta da haste para a superfície do substrato, formando assim as camadas de revestimentos (PRABHAKAR *et al.*, 2022; RANJAN; DAS, 2022).

O processo é considerado um tratamento termomecânico à quente que ocorre inteiramente no estado sólido, ou seja, a temperatura na região da interface, atinge valores superiores ao da temperatura de recristalização do material da haste, porém, é sempre inferior ao seu ponto de fusão (GANDRA *et al.*, 2014; ÖZCAN, 2022). Dessa forma, não apresenta os inconvenientes relacionados à fusão de materiais, como diluição, porosidade, inclusões de escória, trincas induzidas pela solidificação, distorção e tensões residuais (GUO; KWOK; CHAN, 2019b; PADHY; WU; GAO, 2018).

O material da haste durante o processamento sofre transformações metalúrgicas bastante complexas, tanto na deformação quanto no interior do fluxo de material visco-plástico, que, por sua vez, ainda não foram totalmente compreendidas (SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021). Além disso, deve considerar que no processo FS ocorre deformação plástica severa à altas temperaturas que provoca a interdifusão na interface dos materiais (DAMODARAM *et al.*, 2021; PIRHAYATI; JAMSHIDI AVAL; LOUREIRO, 2022). Devido a interdifusão, normalmente, a ligação metálica formada apresenta excelente adesão metalúrgica (GEORGE SAHAYA NIXON; SATHISH; MOHANTY, 2018).

Os parâmetros principais do processo são força axial, velocidade de avanço e velocidade de rotação, no momento, existem várias investigações que estão otimizando estes parâmetros para melhorar as propriedades obtidas nos revestimentos (AGIWAL; YEOM; ROSS; *et al.*, 2022; RETHNAM *et al.*, 2021). O processo FS normalmente produz revestimentos com propriedades mecânicas, anticorrosivas e antidesgaste superiores às técnicas convencionais, devido a granulação mais fina e homogênea obtida na microestrutura dos revestimentos assim produzidos (AGIWAL; YEOM; POCQUETTE; *et al.*, 2022; GUO *et al.*, 2021; SAHOO, DILLIP K. *et al.*, 2020).

A taxa de deformação, a temperatura de processamento e as suas interações desempenham papéis cruciais durante o revestimento por fricção FS, pois influenciam diretamente a recristalização dinâmica do processo, e, conseqüentemente, na microestrutura obtida nos revestimentos (BARARPOUR; JAMSHIDI AVAL; JAMAATI, 2021; BARATI; ABBASI; ABEDINI, 2019). A recristalização dinâmica durante o processo é considerada a responsável pelo o refinamento de grãos que define a microestrutura final dos revestimentos, que, por sua vez, na maioria dos casos, após o processamento, apresentam uma granulação bastante fina e homogênea (GUO; KWOK; CHAN, 2019a; PULI; JANAKI RAM, 2012b). Vale a pena ressaltar que a recristalização dinâmica é o mecanismo de recuperação mais importante durante a deformação à quente da austenita, que é o caso particular das ligas usadas neste trabalho, aços inoxidáveis austeníticos (DEHGHAN-MANSHADI; BARNETT; HODGSON, 2008). Em metais com estrutura cúbica de face centrada (CFC), os processos de recuperação são lentos, como aqueles com energias de falha de empilhamento baixas ou médias, para que a recristalização dinâmica ocorra, é necessário que uma condição crítica de deformação seja atingida para dar início ao processo (ROLLETT; ROHRER; HUMPHREYS, 2017; SAKAI *et al.*, 2014).

No revestimento por fricção FS, o comportamento da recristalização dinâmica, depende da energia de falha de empilhamento do material da haste consumível, com isso, varia de acordo com o material a ser processado, no caso particular dos aços inoxidáveis austeníticos, sob condições de parâmetro Zener-Hollomon (Z) moderada, é referida como recristalização dinâmica descontínua (GEORGE SAHAYA NIXON; MOHANTY; SATHISH, 2018; HUANG; LOGÉ, 2016). É bem conhecido que para a recristalização dinâmica descontínua convencional, o tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}) não muda durante o progresso da recristalização dinâmica, e, além do mais, o comportamento pode ser considerado como uma lei de potência do parâmetro Zener-Hollomon (Z) (DEHGHAN-MANSHADI; BARNETT; HODGSON, 2008).

Com o propósito de ampliar o emprego do processo FS em escala industrial, várias investigações estão sendo realizadas em equipamentos não-dedicados (DA SILVA, MÁRCIO MACIEL *et al.*, 2018; TROYSI *et al.*, 2019), sendo comum o emprego de centros de usinagem CNC convencionais, como é o caso do presente do trabalho. Com esse tipo de máquina não se tem o controle da força axial exercida sobre o substrato, como ocorre em equipamentos dedicados, portanto, a pressão na região da interface (haste/substrato) é controlada pela a taxa de alimentação vertical da haste. Em vários

estudos, empregando esse tipo de equipamento, os revestimentos produzidos estão apresentando propriedades satisfatórias de acordo com a junta usada nos experimentos (SILVA, A. P. *et al.*, 2022; SILVA, K. H.S. *et al.*, 2020).

Até o momento, o revestimento por fricção FS é empregado para modificar ou reparar superfícies, ou seja, conferir propriedades ou características superficiais que o metal base não tem originalmente, ou senão, restituir propriedades ou características superficiais para prolongar a vida útil da peça já usada. Sendo assim, é usado para recuperação de eixos, recuperação de materiais estruturais envelhecidos em usinas nucleares e recuperação de componentes de aço, de uma forma geral. Além disso, também tem aplicações como revestimento protetor, em equipamentos agrícolas, ferroviários, petrolíferos e em turbinas industriais (PRABHAKAR *et al.*, 2022; RANJAN; DAS, 2022; SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021).

Outro aspecto importante, relacionado ao emprego do processo FS, é o uso demasiado em juntas dissimilares, que tem por objetivo melhorar as suas propriedades mecânicas, anticorrosivas e antidesgaste (NIXON; MOHANTY, 2018; SAHOO, DILLIP KUMAR *et al.*, 2020). O processo modifica as propriedades superficiais da junta, através de alterações em sua microestrutura e em sua composição química (PIRHAYATI; JAMSHIDI AVAL; LOUREIRO, 2022). Na composição da junta pode ser empregado tanto metais ferrosos quanto metais não ferrosos, o que amplia ainda mais o campo de aplicação do processo na indústria (RANJAN; DAS, 2022).

Na deposição de revestimentos pelo o processo FS usando uma junta dissimilar, deve ser levado em consideração, que a união de materiais dissimilares é mais complexa que a união de materiais similares, devido às diferenças nas composições químicas, microestruturas e propriedades dos materiais envolvidos (GANDRA *et al.*, 2014). Entretanto, essa união dissimilar de aço inoxidável em aço carbono, que é o caso do presente trabalho, por exemplo, combina resistência mecânica e resistência à corrosão, com um custo bem menor comparado ao uso apenas de aço inoxidável, o que torna o processo viável, em termos de custo/benefício (GUO; KWOK; CHAN, 2019b).

Em relação ao melhoramento das propriedades anticorrosivas da junta, vale a pena ressaltar, que as características microestruturais obtidas nos revestimentos, como ausência de α -ferrita, granulação fina e homogênea, contribuem com a resistência à corrosão da junta (GUO *et al.*, 2021; GUO; KWOK; CHAN, 2018, 2019b; SINGH; REDDY; RAO, 2015), além disso, a taxa de resfriamento do processo é bastante alta o que evita a sensitização (precipitação de carbonetos de cromo nos contornos de grãos), e,

consequentemente, problemas com corrosão intergranular, que por sua vez, é considerada a mais danosa para o metal (TRENT; GOODS; BRADSHAW, 2016).

Para compreender melhor o comportamento frente à corrosão dessa junta dissimilar, no trabalho as amostras são submetidas ao ensaio de corrosão eletroquímica em meio ácido (0,5M H₂SO₄) e em meio salino (0,6M NaCl), para avaliar a influência da microestrutura obtida sobre os parâmetros eletroquímicos. É bem conhecido que o aço inoxidável austenítico nesses meios tende a formar um filme passivo em sua superfície, o que favorece a sua resistência à corrosão, no entanto, o propósito deste trabalho é melhorar a formação e estabilidade desse filme passivo, com base em alterações na microestrutura processada, de acordo com a variação dos parâmetros do processo (PULI; JANAKI RAM, 2012a).

Além da resistência à corrosão da junta, vale a pena mencionar, o aumento considerável de dureza na superfície de topo dos revestimentos, apresentando valores elevados com um certo grau de homogeneidade, esse fato é normalmente atribuído ao refinamento de grãos severo que o material é submetido durante a recristalização dinâmica do processo, que por sua vez, tende a desenvolver uma microestrutura fina e homogênea, especialmente, na superfície de topo dos revestimentos (AGIWAL; YEOM; ROSS; *et al.*, 2022; GUO; KWOK; CHAN, 2019a).

Na deposição de aço inoxidável sobre a aço carbono, a difusão é citada em diversos trabalhos, como sendo o mecanismo de ligação dominante, porém, até o momento, nenhuma investigação elucidou os fatos, mostrando claramente a influência da difusão sobre a adesão. Normalmente, a ligação por difusão depende do aporte térmico fornecido para a junta, que, por sua vez, determina o nível de plasticidade da ponta da haste consumível (DAMODARAM *et al.*, 2021).

Em relação a influência da difusão sobre a adesão da junta, no trabalho a resistência ao cisalhamento é correlacionada com o coeficiente de difusão, D, e gradiente de concentração, G, obtidos dos perfis de concentração avaliados ao longo da seção transversal. Outra variável que deve ser considerada nessa análise, é a contribuição dos intertravamentos mecânicos da interface sobre a adesão dos revestimentos, para esse fim, perfis de rugosidade na seção transversal e longitudinal dos revestimentos foram obtidos. (STEGMUELLER; GRANT; SCHINDELE, 2019; TROYSI *et al.*, 2019).

Neste contexto, por meio do presente trabalho é realizada uma investigação sistemática do comportamento de revestimentos de aço inoxidável austenítico AISI 316L sobre substratos de aço carbono, pelo processo de *friction surfacing*. A pesquisa tem um

caráter exploratório, por meio da qual se objetiva alcançar uma contribuição com a compreensão atual do comportamento de materiais metálicos submetidos ao processo de *friction surfacing*. Especificamente, pretende-se analisar os efeitos da taxa de deformação durante o processo na microestrutura formada, na sua resistência à corrosão e nas suas propriedades mecânicas, incluindo-se aqui a adesão com o substrato metálico.

1.1 Objetivo geral

Avaliar a resistência à corrosão, microestrutura e as propriedades mecânicas (dureza e resistência ao cisalhamento) dos revestimentos de aço inoxidável AISI 316L em aço carbono AISI 1020, obtidos pelo o processo FS.

1.2 Objetivos específicos

- ✓ O comportamento da recristalização dinâmica durante o processo FS, é avaliado por meio da relação existente entre o parâmetro Zener-Hollomon (Z) e o tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX});
- ✓ A microestrutura austenítica (fase γ) obtida no topo dos revestimentos é analisada em termos de sua granulação (tamanho de grão e distribuição), o que impacta diretamente na dureza obtida e na resistência à corrosão.
- ✓ A composição química dos revestimentos, ao longo de sua espessura, em sua seção transversal, é avaliada, em termos dos teores de cromo (Cr), níquel (Ni) e molibdênio (Mo), obtidos por meio de análises EDS;
- ✓ A resistência ao cisalhamento dos revestimentos é avaliada por meio do ensaio compressão-cisalhamento, combinada com o coeficiente de difusão, D, e gradiente de concentração, G, obtidos a partir dos perfis de concentração na região da interface, é possível elucidar a relação existente entre a difusão e a adesão dos revestimentos. Além disso, é necessário também considerar a contribuição dos intertravamentos mecânicos sobre a adesão, para esse fim, os perfis de rugosidade obtidos na interface são avaliados em termos de parâmetros de rugosidade;
- ✓ A resistência à corrosão das amostras é avaliada na superfície de topo dos revestimentos, por meio da exposição a solução de 0,5M H_2SO_4 e 0,6M NaCl, para verificar a influência da microestrutura (tamanho de grão e distribuição) sobre o comportamento eletroquímico.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Revestimento por fricção

2.1.1 Princípio de funcionamento

No processo FS (*Friction Surfacing*) uma haste girando em alta velocidade de rotação é forçada sobre o substrato, conforme é ilustrado esquematicamente nas Figuras 1a e 1b, os materiais ao entrar em contato, geram forças de atrito na região da interface, que, por sua vez, fornecem o aporte térmico necessário para a junta. À medida que a temperatura na interface aumenta, a força de escoamento na ponta da haste é reduzida, o que provoca uma intensa deformação plástica e o desenvolvimento de um fluxo de material visco-plástico, esse fenômeno normalmente é acompanhado pela formação de uma rebarba (*flash*) na ponta da haste (PRABHAKAR *et al.*, 2022), conforme é mostrado na Figura 1c.

Após um certo intervalo de tempo, o movimento relativo entre a haste e o substrato leva à formação de um depósito longitudinal, conforme pode ser observado na Figura 1d. Pode-se esperar que o processo envolva, como no caso da soldagem por fricção, transientes e gradientes na deformação, na taxa de deformação e na temperatura (PULI; JANAKI RAM, 2012b). O calor dissipado durante a fricção dos materiais na região da interface, sempre tende a zero, quando o material se aproxima da sua temperatura de fusão, ou seja, a temperatura máxima alcançada na zona processada, é fisicamente limitada pela temperatura de fusão, sendo assim é impossível ocorrer a fusão dos materiais (GANDRA *et al.*, 2014).

Esse calor, por sua vez, é conduzido ao longo da haste, e estabelece um gradiente de temperatura que determina o nível de deformação do processo. É baseado em tal gradiente, que o material amolece gradualmente e se deforma plasticamente, durante a torção e a compressão que é submetido no processamento (SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021). Desse modo, a temperatura na interface, normalmente, atinge valores superiores ao da temperatura de recristalização, porém, é sempre inferior à temperatura de fusão, sendo assim, o processo FS é considerado um trabalho à quente no estado sólido (RANJAN; DAS, 2022).

Esse fato é bastante interessante, em termos de processamento, pois tende a facilitar a deformação plástica dos materiais envolvidos e também tende a contribuir para

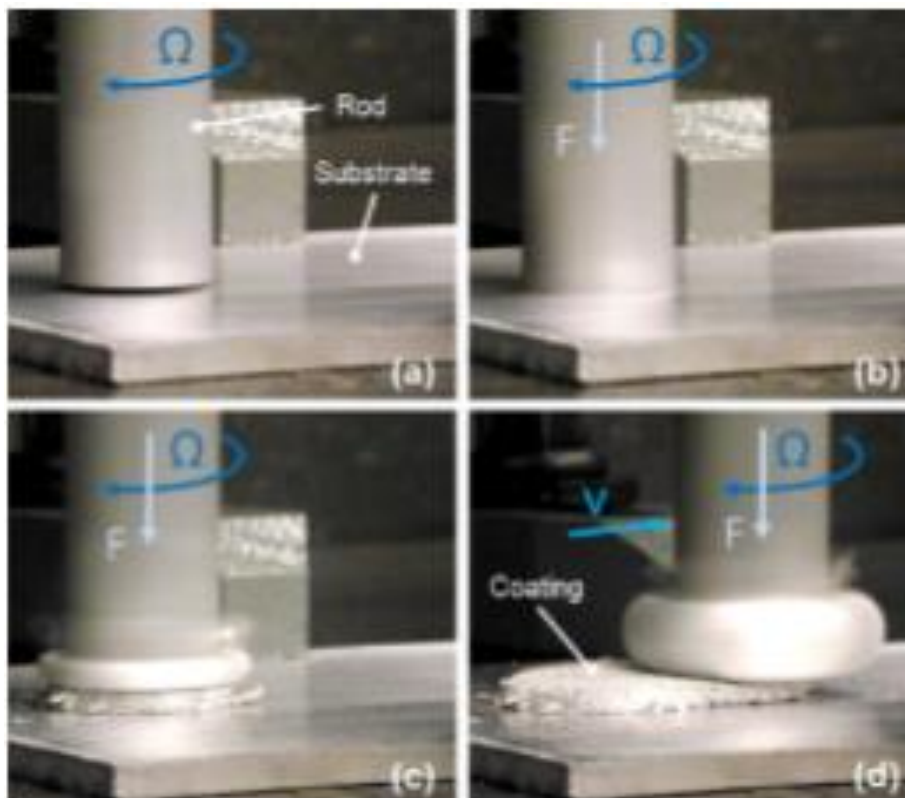
o desenvolvimento do fluxo de material visco-plástico, que será processado, por sua vez, em uma nova forma e condições metalúrgicas (AGIWAL; YEOM; ROSS; *et al.*, 2022).

O processo FS é um tratamento termomecânico que envolve transformações metalúrgicas complexas, durante a deformação do material da haste e, posteriormente, no interior do fluxo de material visco-plástico. Embora, o material da haste permaneça no estado sólido, este por sua vez, apresenta um padrão de fluxo tridimensional, o que permite a sua união no substrato (DAMODARAM *et al.*, 2021).

Os fenômenos termomecânicos envolvidos, ainda não foram totalmente compreendidos, porém, é bem conhecido na literatura, a influência da recristalização dinâmica sobre a microestrutura dos revestimentos, está, por sua vez, sofre um refinamento de grãos durante o processamento, que impacta diretamente nas propriedades obtidas nos revestimentos, como por exemplo, resistência mecânica, resistência à corrosão e resistência ao desgaste (GUO; KWOK; CHAN, 2019a).

Figura 1 – Estágios do Processo (FS)

a) Rotação, b) Contato, c) Deformação, d) Deposição



Legenda:

Rod: Haste consumível; Substrate: Substrato; Coating: Revestimento.

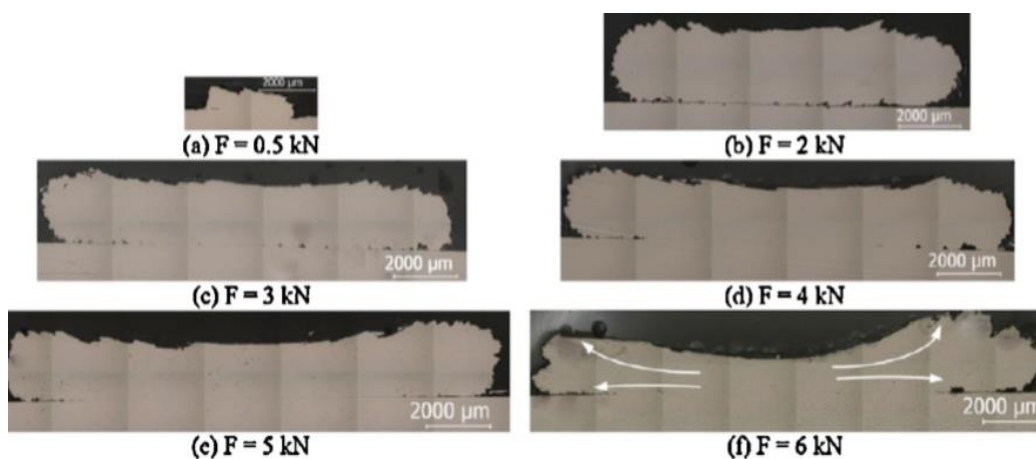
Fonte: (GANDRA *et al.*, 2014).

2.1.2 Principais variáveis do processo

De acordo com a Figura 1d, as principais variáveis do processo são: velocidade de rotação da haste consumível (Ω), velocidade de avanço (V) no sentido longitudinal do revestimento e a força axial (F) exercida sobre o substrato (GANDRA *et al.*, 2014). Essas variáveis, por sua vez, impactam diretamente as propriedades obtidas nos revestimentos (GUO; KWOK; CHAN, 2019a; NIXON; MOHANTY; BHASKAR, 2018).

Em geral, a força axial (F) tem influência significativa na adesão dos revestimentos. Porém, o excesso de força provoca deposição não-uniforme, com depressões no centro do depósito enquanto níveis de força insuficientes resultam em interface mal consolidada (SAKIHAMA; TOKISUE; KATOH, 2003). Outro aspecto importante, que deve ser mencionado sobre o uso de forças elevadas durante o processo FS, é a possibilidade de ocorrer uma zona termicamente afetada (HAZ) mais profunda, como já foi observado em revestimentos de aço inoxidável sobre aço carbono (GANDRA; MIRANDA; VILAÇA, 2012; ÖZCAN, 2022). Na Figura 2 é ilustrado esquematicamente o efeito da força axial sobre a adesão dos revestimentos ao substrato.

Figura 2 – Efeito da força axial na aderência



Fonte: (GANDRA *et al.*, 2012).

Na maioria dos casos, a velocidade de rotação (Ω) está diretamente relacionada com o acabamento superficial obtido nos revestimentos e com a sua largura. Com valores baixos de rotação até certos valores medianos, é possível produzir revestimentos com uma qualidade superficial (rugosidade) adequada, que atenda aos requisitos de projeto e fabricação. Porém, com valores elevados de rotação, além de atender esses requisitos,

podem também contribuir para reduzir a largura e a dimensão da zona termicamente afetada (HAZ) (KHALID RAFI *et al.*, 2010; NIXON; MOHANTY; BHASKAR, 2018). De acordo com a Figura 3, altas velocidades de rotação, tende a produzir revestimentos mais planos e regulares.

Figura 3 – Efeito da velocidade de rotação na largura e rugosidade



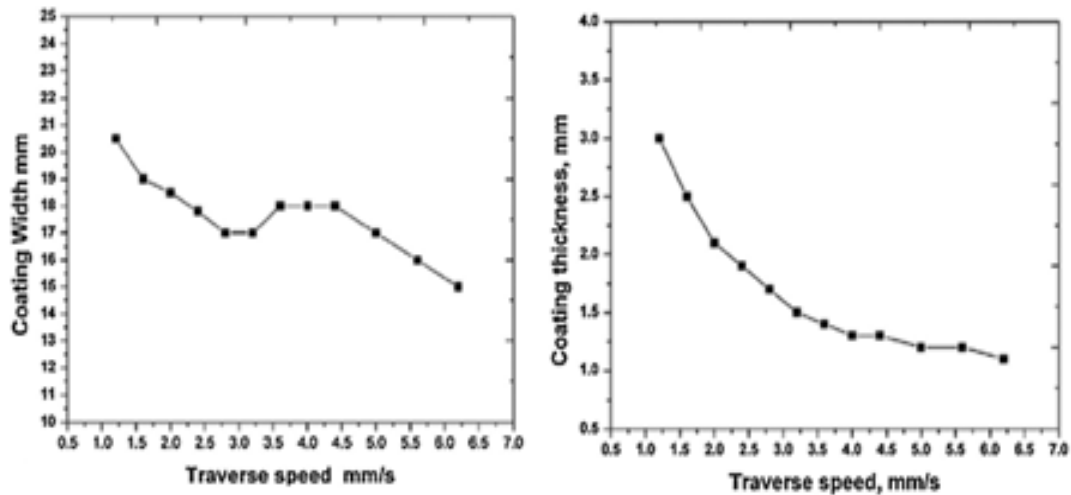
Fonte: (RAFI *et al.*, 2010).

Em relação a velocidade de avanço (V), esse parâmetro tem influência significativa na espessura e largura obtidas nos revestimentos. Aumentando-se a velocidade de avanço, tende a reduzir a espessura e a largura dos revestimentos, como pode ser observado na Figura 4. De acordo com (KHALID RAFI *et al.*, 2010), o aumento da velocidade de avanço até um certo valor, pode também contribuir para aumentar a resistência mecânica dos revestimentos, como pode ser observado na Figura 5. Na Figura 5, também é mostrado a transição dos modos de falha em função da velocidade de avanço.

De acordo com as Figuras 2 à 5, os parâmetros do processo (velocidade de avanço e rotação, força axial) influenciam diretamente nas propriedades geométricas obtidas nos revestimentos e, também, em sua adesão ao substrato (NIXON; MOHANTY; BHASKAR, 2018; ÖZCAN, 2022). Porém, é bem conhecido na literatura, que outras variáveis do processo, podem também influenciar nas propriedades obtidas nos revestimentos, como por exemplo, a espessura do substrato que determina a taxa de

resfriamento da junta, o acabamento superficial da haste e substrato que determinam o grau de rugosidade na interface e o diâmetro da haste e suas propriedades, que influenciam diretamente no nível de fricção das superfícies (GANDRA *et al.*, 2014).

Figura 4 – Efeito da velocidade de avanço na espessura e largura

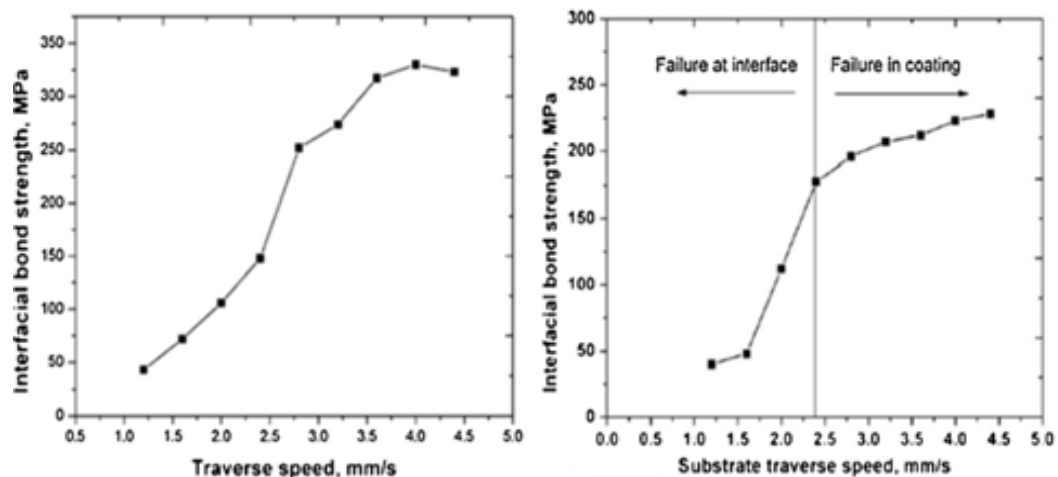


Legenda:

Coating width: Largura do revestimento;
Coating thickness: Espessura do revestimento;
Traverse speed: Velocidade de avanço.

Fonte: (RAFI *et al.*, 2010).

Figura 5 – Efeito da velocidade de avanço na resistência mecânica (aderência)



Legenda:

Failure at interface: Falha na interface, após ensaio mecânico;
Failure in coating: Falha no revestimento, após ensaio mecânico;
Interfacial bond strength: Força de ligação interfacial (resistência ao cisalhamento).

Fonte: (RAFI *et al.*, 2010).

2.1.3 Atrito na interface

No revestimento por fricção FS, o atrito é gerado pelo contato íntimo entre as superfícies da haste consumível e do substrato que estão deslizando entre si. A força axial aplicada sobre o substrato e as velocidades de avanço e rotação promovem a interação entre as superfícies durante o processamento, fornecendo assim o aporte térmico necessário para a junta (RANJAN; DAS, 2022). Sendo assim, o atrito determina a energia térmica que é fornecida para deformar plasticamente o material da haste (DAMODARAM *et al.*, 2021). Vale a pena ressaltar, que a energia térmica fornecida à junta, impacta diretamente na microestrutura obtida nos revestimentos, e, consequentemente, em suas propriedades mecânicas e anticorrosivas (GUO *et al.*, 2021).

É bem conhecido na literatura, que quando duas superfícies sólidas são colocadas juntas, o contato geralmente ocorre apenas em partes isoladas da área nominal de contato, mas, precisamente, nas regiões das asperezas. Essas asperezas que são as responsáveis por suportar a carga normal na superfície e por gerar quaisquer forças de atrito que atuem entre elas (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017). Nesse caso, o sistema tribológico do processo FS, pode ser influenciado por várias variáveis, como, por exemplo, as propriedades dos materiais da junta, a temperatura de processamento, a pressão exercida pela haste sobre o substrato e, claro, pelas as velocidades de avanço e/ou rotação empregadas (SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021).

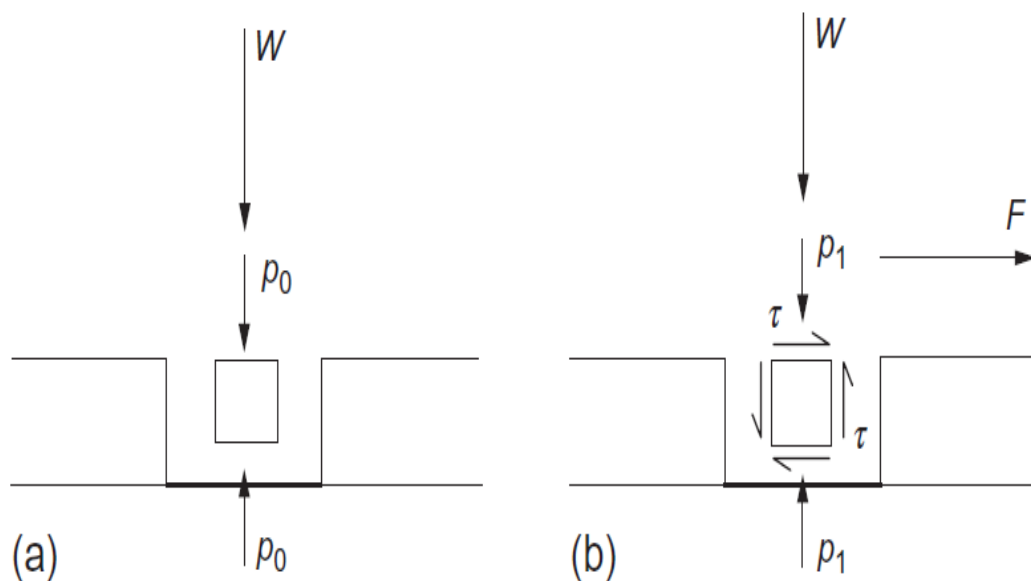
Nesse sentido, deve ser considerado, que o comportamento do atrito em uma junta dissimilar, é bastante distinto do comportamento obtido em uma junta similar, por questões de composição química, estrutura cristalina, microestrutura e possíveis transformações de fase que o material pode sofrer durante o seu processamento (GEORGE SAHAYA NIXON; MOHANTY; SATHISH, 2018). Dessa forma, é esperado que quanto maior for o coeficiente de atrito na região da interface, maior será o aporte térmico fornecido à junta, e, consequentemente, maior será a temperatura de processamento (KALLIEN *et al.*, 2020).

Conforme (NATHAN *et al.*, 2023), no processo FS o atrito e a rugosidade superficial (ou textura primária) estão intimamente relacionados, portanto, é esperado que o coeficiente de atrito da superfície “lisa” seja maior que ao da superfície “rugosa”, esse fato é justificado pelo aumento na área de contato real (somatório de junções), ao melhorar o acabamento superficial na região da interface. Sendo assim, a superfície lisa, com os parâmetros de rugosidade (R_a , R_z , R_t e R_q) bem menores, em comparação aos

valores obtidos em uma superfície rugosa, apresentaria um melhor nivelamento entre os picos de asperezas, e, conseqüentemente, maior número de asperezas em contato durante o deslizamento (STEGMUELLER; GRANT; SCHINDELE, 2019).

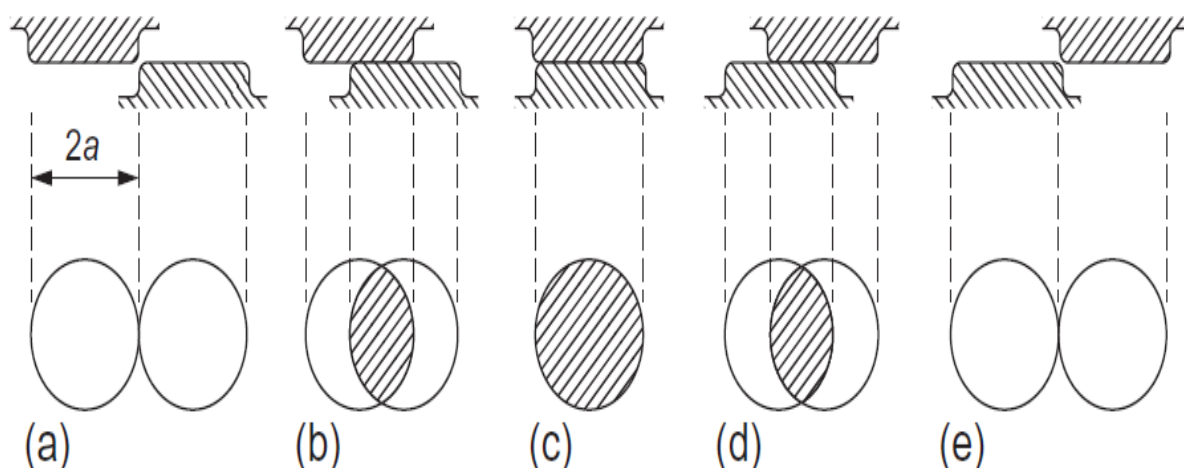
O crescimento dessas junções, normalmente, ocorre no regime plástico dos metais, sendo limitado pela sua ductilidade e/ou presença de uma camada de óxidos. Na Figura 6 é ilustrado esquematicamente o crescimento da junção, onde a carga normal W e a força tangencial F , define um ponto de escoamento no interior do metal. Inicialmente, o elemento está sujeito apenas a compressão uniaxial, devido a tensão normal (p_0), conforme é mostrado na Figura 6a. Após a aplicação da tensão de cisalhamento (τ), para o material permanecer no ponto de escoamento, a tensão normal sobre o elemento deve ser reduzida a (p_1), se a carga normal W permanecer constante, então a área de contato deve crescer, conforme é mostrado na Figura 6b. Se o metal vai fluir plasticamente ou não, isto é determinado por um critério de escoamento, que leva em consideração a ação das tensões normais e de cisalhamento atuantes (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Figura 6 – Crescimento da junção



Fonte: (HUTCHINGS, I., 2017).

Para melhor compreender esse fenômeno, na Figura 7 é ilustrado, esquematicamente, um único contato de aspereza, com o raio igual à (a), em vários estágios de evolução durante o deslizamento, à medida que duas asperezas se movem uma sobre a outra, conforme pode ser observado, comparando as letras (a) à (e) da Figura 7.

Figura 7 – Contato de asperezas durante o deslizamento

Fonte: (HUTCHINGS, I., 2017).

Na junta dissimilar de aço inoxidável austenítico e aço carbono, obtida pelo o processo FS, verificou-se que a rugosidade do substrato exerceu um papel fundamental sob a resistência mecânica dos revestimentos (adesão), que foi avaliada por meio de ensaio de cisalhamento. Entretanto, nas propriedades geométricas, largura e espessura, não exerceu uma influência significativa (TROYSE *et al.*, 2019).

Com base nessa investigação, quanto menor for o valor do parâmetro de rugosidade (R_a) da superfície do substrato, maior é a resistência ao cisalhamento obtida no revestimento, ou seja, melhor é a sua adesão. Portanto, para o valor de $R_a = 2,95 \mu\text{m}$ a resistência média foi de 5,8 kN, enquanto para o valor de $R_a = 0,66 \mu\text{m}$ a resistência média foi de 10,6 kN, como pode ser observado, o valor da resistência mecânica praticamente dobrou, ao melhorar a qualidade da superfície.

O impacto positivo na adesão com valores baixos de rugosidade do substrato, pode estar relacionado com o aumento da área de contato real na região da interface. Nessa junta dissimilar, vale a pena mencionar, que a dureza da haste foi bem menor que a do substrato. Portanto, a presença de maiores asperezas sobre a superfície do substrato, pode ter contribuído para a formação de vários pontos de ancoragem, que, por sua vez, forneceram maior intertravamento mecânico da junta, melhorando assim a sua adesão ao substrato (TROYSE *et al.*, 2019).

Na Figura 8 é ilustrado esquematicamente uma interface com um certo grau de intertravamento mecânico, que foi produzida pelo o processo FS, usando uma junta de aço inoxidável austenítico e alumínio. Na Figura 8a, é apresentada a seção transversal

longitudinal do revestimento, na Figura 8b, é mostrada a conversão para uma imagem de 8 bits com escala cinza, na Figura 8c, é mostrado a extração da linha da interface, na Figura 8d, é mostrado a geração de um gráfico (y,x) com esses dados obtidos na região da interface e, por fim, na Figura 8 (e), é mostrado os valores extraídos para as coordenadas x-y dos pontos (STEGMUELLER; GRANT; SCHINDELE, 2019).

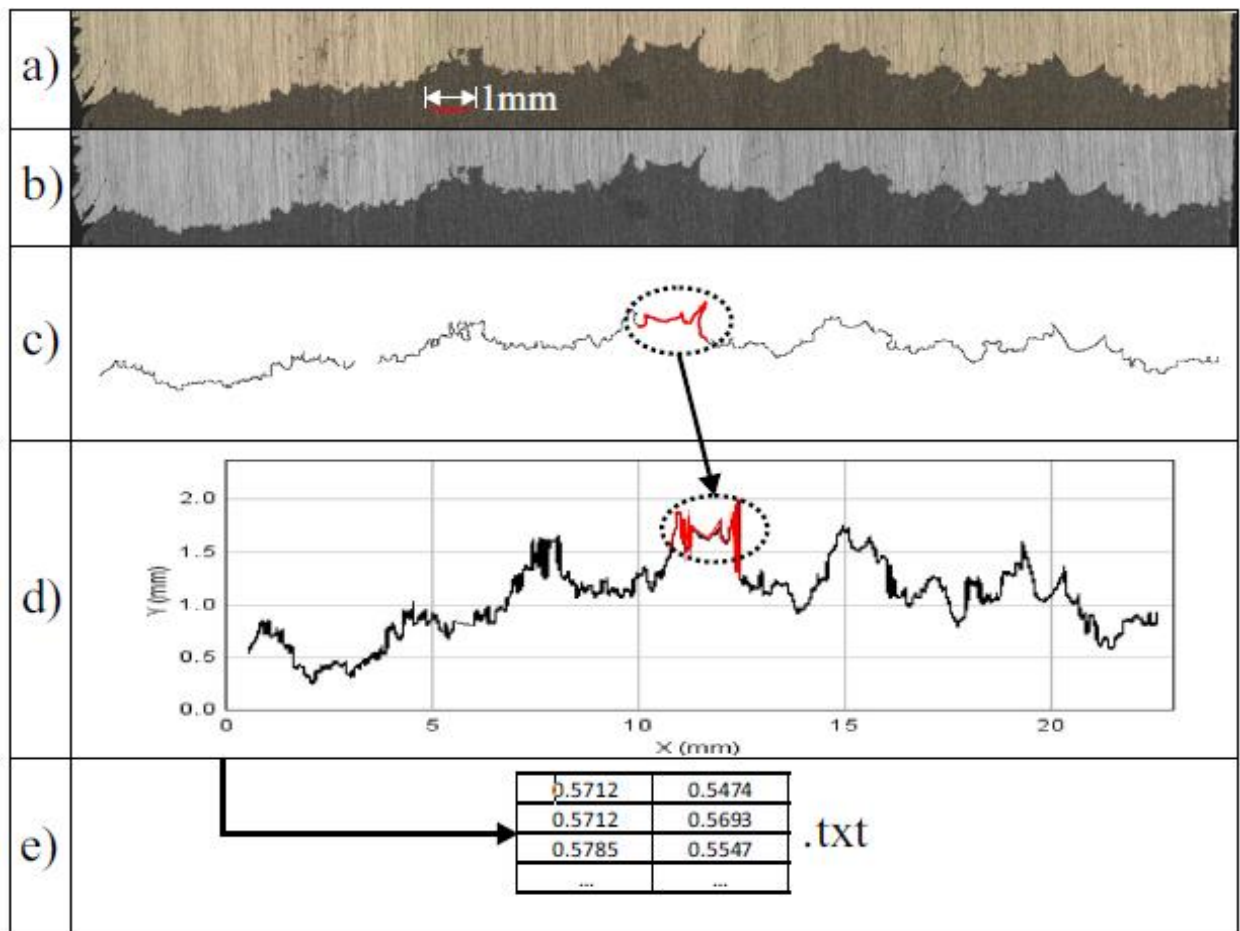
Com o método apresentado na Figura 8, as regiões de ancoragem que provocam o intertravamento mecânico só podem ser identificadas pela sua profundidade de penetração no substrato, e não pelo seu grau de intertravamento dentro do substrato ou da camada revestida. Nesse método a interpolação linear foi empregada pelo software nos locais onde a linha interfacial era descontínua.

Quanto à forma dessas regiões de intertravamento mecânico, que foi a responsável pelo elevado grau de intertravamento em algumas secções, não pode ser representada por um perfil de rugosidade da superfície do substrato, apesar deste influenciar diretamente na adesão dos revestimentos. Nesse caso é necessário obter o perfil de rugosidade na interface do revestimento, conforme é ilustrado na Figura 9, após um tratamento de dados adequado (STEGMUELLER; GRANT; SCHINDELE, 2019).

Em relação a adesão da junta dissimilar de aço inoxidável austenítico e aço carbono, usada no presente trabalho, a difusão é o mecanismo de ligação dominante, porém, os intertravamentos mecânicos na superfície do substrato podem também contribuir para melhorar a adesão, conforme já foi discutido pelas as investigações anteriores (STEGMUELLER; GRANT; SCHINDELE, 2019; TROYSE *et al.*, 2019). Vale a pena mencionar, que a ligação por difusão depende do aporte térmico fornecido para a junta, ou seja, está intimamente relacionada com o fenômeno do atrito na região da interface (DAMODARAM *et al.*, 2021; NIXON; MOHANTY, 2018).

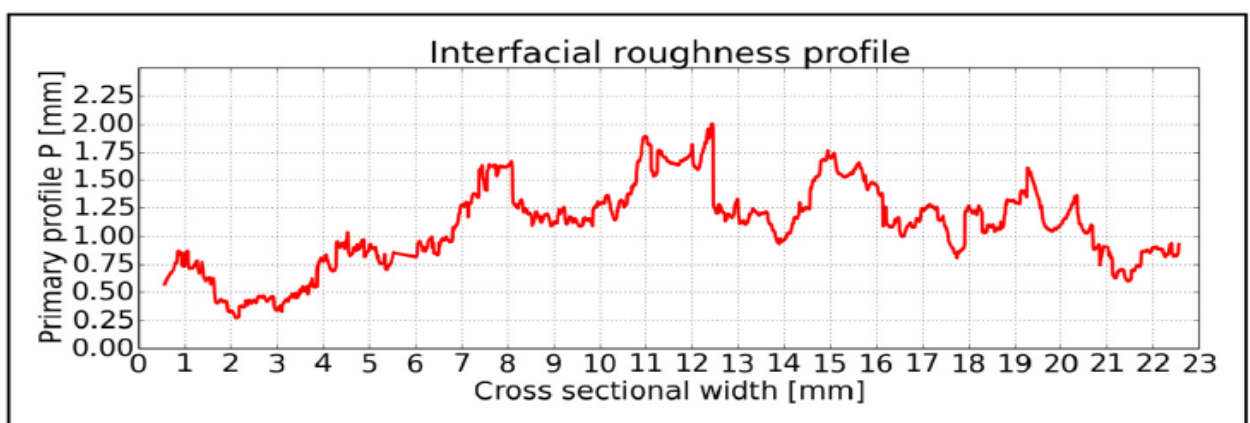
Nesse sentido, uma investigação sistemática com o monitoramento de temperatura durante todo o processo FS é fundamental para avaliar o comportamento do atrito na região da interface, claro, que deve ser levado em consideração a textura superficial do substrato e da haste, pois a rugosidade dessas superfícies tende a alterar bastante o comportamento do atrito, o que impacta diretamente na geração de calor do processo. De acordo com as leis do atrito, normalmente, o coeficiente de atrito é independente da carga normal, da área aparente de contato e da velocidade de deslizamento, na maioria dos casos, o coeficiente de atrito estático é maior do que o coeficiente de atrito dinâmico. Em situações extremas, o coeficiente de atrito dinâmico pode diminuir com o aumento da velocidade de deslizamento (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Figura 8 – Intertravamento mecânico



Fonte: (STEGMUELLER *et al.*, 2019).

Figura 9 – Perfil de rugosidade da interface



Legenda:

Interfacial roughness profile: Perfil de rugosidade da interface;
 Primary profile P: Perfil primário P;
 Cross sectional width: Largura da seção transversal.

Fonte: (STEGMUELLER *et al.*, 2019).

2.2 Recristalização dinâmica

2.2.1 Conceito

No revestimento por fricção FS, a recristalização dinâmica é a responsável pelo desenvolvimento microestrutural durante o processamento (BARARPOUR; JAMSHIDI AVAL; JAMAATI, 2021). De acordo com (ROLLETT; ROHRER; HUMPHREYS, 2017), a recristalização dinâmica é um processo contínuo de deformação, nucleação de grãos e subsequente migração para os contornos de grãos, deixando os novos grãos livres de discordâncias o que tende a proporcionar maior deformação no material ao ser processado.

Ao atingir uma condição crítica de deformação, novos grãos se originam nos contornos de grãos e começam a crescer, mas conforme o material se deforma, a densidade de discordâncias dos novos grãos aumenta, com isso param de crescer rapidamente, devido à redução na força motriz responsável pelo seu crescimento (HUANG; LOGÉ, 2016). Outro fator adicional, que pode limitar o crescimento dos novos grãos é a nucleação de outros grãos nos contornos de grãos existentes. Independentemente do mecanismo de nucleação, a condição para que ocorra o crescimento de um grão recristalizado dinamicamente depende da distribuição e densidade de discordâncias (SAKAI *et al.*, 2014).

A recristalização dinâmica varia de acordo com o material a ser processado, no caso particular da liga (316L), é muitas vezes, referida como recristalização dinâmica descontínua, que envolve estágios de nucleação de grãos e crescimento bem claros, e além do mais, não ocorre a rotação progressiva da rede, como é verificado na recristalização contínua (AGIWAL; YEOM; ROSS; *et al.*, 2022; GUO; KWOK; CHAN, 2019a). Vale a pena ressaltar, que a recristalização dinâmica é o mecanismo de recuperação mais importante durante a deformação à quente da austenita, o que afeta a sua microestrutura final e, conseqüentemente, as propriedades obtidas no material deformado (DEHGHAN-MANSHADI; BARNETT; HODGSON, 2008). No entanto, a recuperação desempenha um papel significativo apenas em estruturas ligeiramente deformadas ou durante os estágios iniciais de restauração.

O comportamento da recristalização dinâmica durante a deformação a quente, na maioria dos casos, depende da energia de falha de empilhamento do material. Em materiais com baixa energia de falha de empilhamento, como é o caso do aço inoxidável

austenítico, cobre e o níquel, essa recuperação é lenta e a densidade de discordância aumenta até um certo valor crítico necessário para que a recristalização dinâmica ocorra (HUANG; LOGÉ, 2016; SAKAI *et al.*, 2014). A energia de falha de empilhamento está associada à falha de empilhamento determinada por um par de discordâncias dissociadas, sendo assim, a baixa energia refere às discordâncias dissociadas afastadas por grandes distâncias, e com isso possui menor mobilidade no sistema de escorregamento (DAS, 2016).

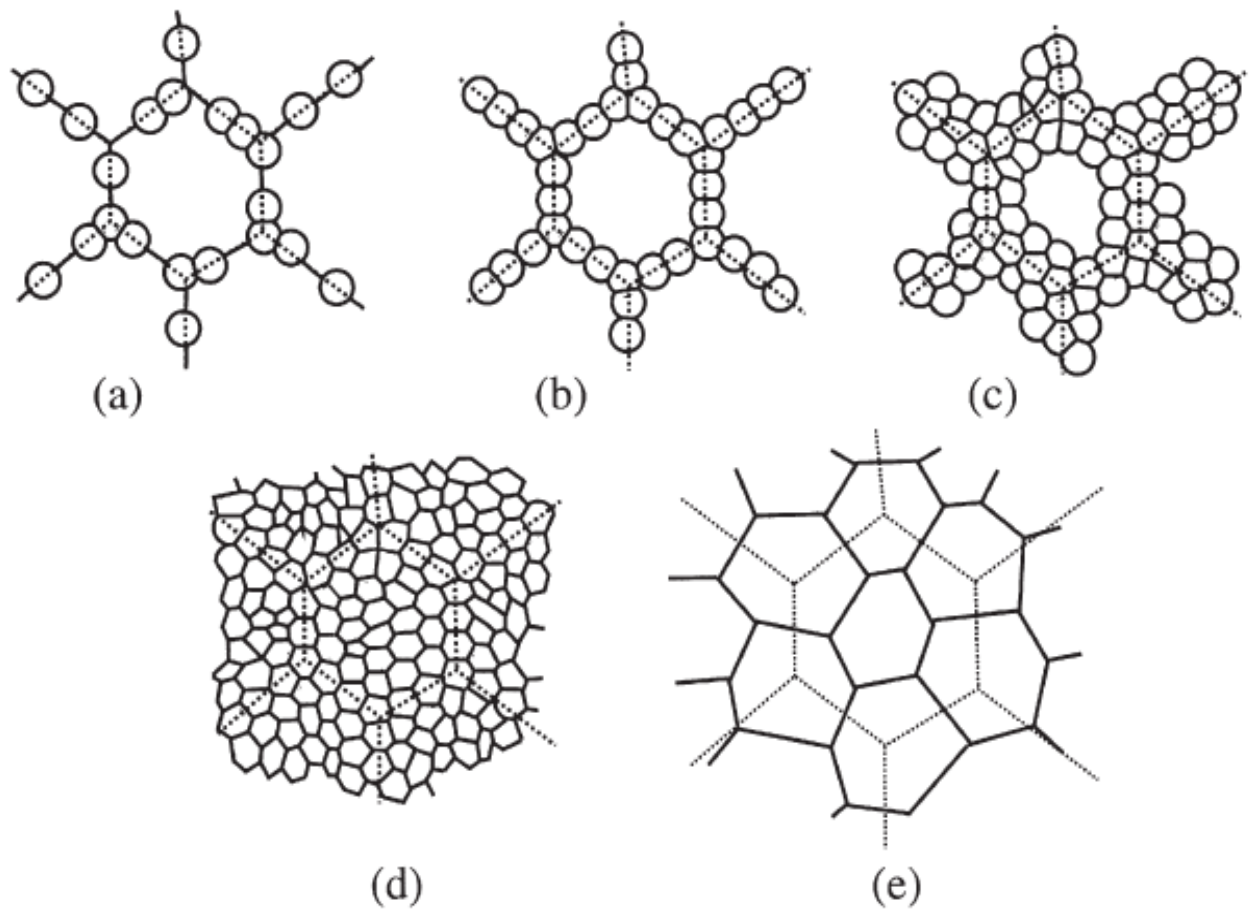
2.2.2 Evolução microestrutural

Na Figura 10 é apresentado esquematicamente o desenvolvimento microestrutural durante a recristalização dinâmica (ROLLETT; ROHRER; HUMPHREYS, 2017). Na Figura 10a é ilustrado o início da recristalização dinâmica que começa geralmente nos contornos de grãos. Sendo assim, novos grãos são subsequentemente nucleados nos contornos dos grãos em crescimento, conforme é mostrado na Figura 10b, e dessa forma, uma faixa de grãos recristalizados é formada, conforme está sendo apresentado na Figura 10c. Se houver uma grande diferença entre o tamanho de grão inicial (D_0) e o tamanho de grão recristalizado (D_R), então uma estrutura de 'colar' de grãos pode ser formada, conforme é ilustrado nas Figuras 10b e 10c. Na Figura 10d é ilustrado a recristalização completa do material. A granulação fina obtida pelo processo de recristalização dinâmica é ilustrada na Figura 10e.

No caso particular do revestimento por fricção FS, o refinamento de grãos durante a recristalização dinâmica do processo, normalmente, resulta em uma microestrutura fina e homogênea nos revestimentos, que, na maioria dos casos, tende a proporcionar uma melhoria significativa nas propriedades obtidas nos revestimentos, como, por exemplo, aumento acentuado de dureza, ganho de resistência ao cisalhamento e maior resistência à corrosão quando expostos em meios agressivos (RANJAN; DAS, 2022).

A formação de grãos finos equiaxiais em revestimentos obtidos pelo processo FS, tende a melhorar as suas propriedades, pois a maioria das propriedades é sensível ao tamanho de grão e à sua distribuição (DAMODARAM *et al.*, 2021). Sendo assim, é fundamental um controle adequado da taxa de deformação do processo e da temperatura de processamento, pois são variáveis que impactam diretamente na evolução microestrutural durante a recristalização dinâmica do processo (BARATI; ABBASI; ABEDINI, 2019).

Figura 10 – A evolução microestrutural durante a recristalização dinâmica



Fonte: (HUMPHREYS *et al.*, 2017).

No processo FS, usando os aços inoxidáveis austeníticos, além dos processos de recuperação e recristalização citados, pode também ocorrer transformações de fases da austenita durante a deformação a quente, que, normalmente tende a provocar um aumento acentuado de dureza na região da interface, como é o caso da liga 304 (CHEN *et al.*, 2012). Entretanto, no caso da liga 316L, usada neste trabalho, nenhuma investigação, até o momento, verificou transformações de fase da austenita na região da interface, que levasse ao aumento acentuado de dureza da região, portanto, a austenita é considerada a única fase presente nos revestimentos produzidos pelo processo FS (GEORGE SAHAYA NIXON; MOHANTY; SATHISH, 2018).

2.2.3 Parâmetro Zener-Hollomon (Z)

De uma forma geral, as mudanças que ocorrem na microestrutura durante os tratamentos termomecânicos normalmente apresentam uma relação direta com os parâmetros do processo. A taxa e a temperatura de deformação podem ser integradas em um único parâmetro, conhecido como parâmetro Zener-Hollomon (Z), que relaciona o efeito combinado da taxa de deformação e temperatura com o desenvolvimento microestrutural durante a deformação a quente (GUO; KWOK; CHAN, 2019b). O parâmetro (Z) é calculado por meio da Equação (1).

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

Onde,

Q – Energia de ativação para deformação a quente [kJ/mol];

T – Temperatura de deformação [K];

R – Constante universal dos gases [J/mol.K];

$\dot{\epsilon}$ – Taxa de deformação [s^{-1}].

Em baixas temperaturas e altas taxas de deformação (alto valor do parâmetro (Z)), o fator dominante é a geração de discordâncias associada ao fenômeno de encruamento, enquanto que em altas temperaturas e baixas taxas de deformação (baixo valor do parâmetro (Z)) a recuperação dinâmica que é o fator dominante. De acordo com o parâmetro (Z), a variação da taxa e/ou temperatura de deformação provoca um efeito oposto no tamanho de grão (ROLLETT; ROHRER; HUMPHREYS, 2017).

No caso do parâmetro (Z) alto, ocorre um refinamento de grãos severo e com isso obtém grãos bem mais finos, em comparação, com os grãos obtidos para valores baixos do parâmetro (Z), no qual as altas temperaturas favorecem o crescimento de grãos. Sendo assim, as altas faixas de temperaturas potencializam o crescimento de grãos, enquanto as altas taxas de deformação reduzem o tamanho dos grãos (DEHGHANI; CHABOK, 2011).

(DEHGHAN-MANSHADI; BARNETT; HODGSON, 2008), estuda a recristalização dinâmica descontínua do aço inoxidável austenítico 304 durante a torção a quente. A relação existente entre o parâmetro (Z) e o tamanho de grão recristalizado

dinamicamente (d_{DRX}) é mostrada no gráfico da Figura 11, através de uma reta contínua para os valores de Z baixo à moderado ($10^{13} \leq Z \leq 10^{18}$), e uma reta tracejada para os valores de Z alto ($Z > 10^{18}$).

Conforme pode ser observado na Figura 11, para os valores de Z muito altos, a relação linear não é mais respeitada, com isso ocorre um desvio. Abaixo deste desvio, a relação entre o tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}) e o parâmetro (Z) pode ser expressa pela Equação (2), que leva em consideração, que o material processado apresenta uma distribuição homogênea do tamanho de grão.

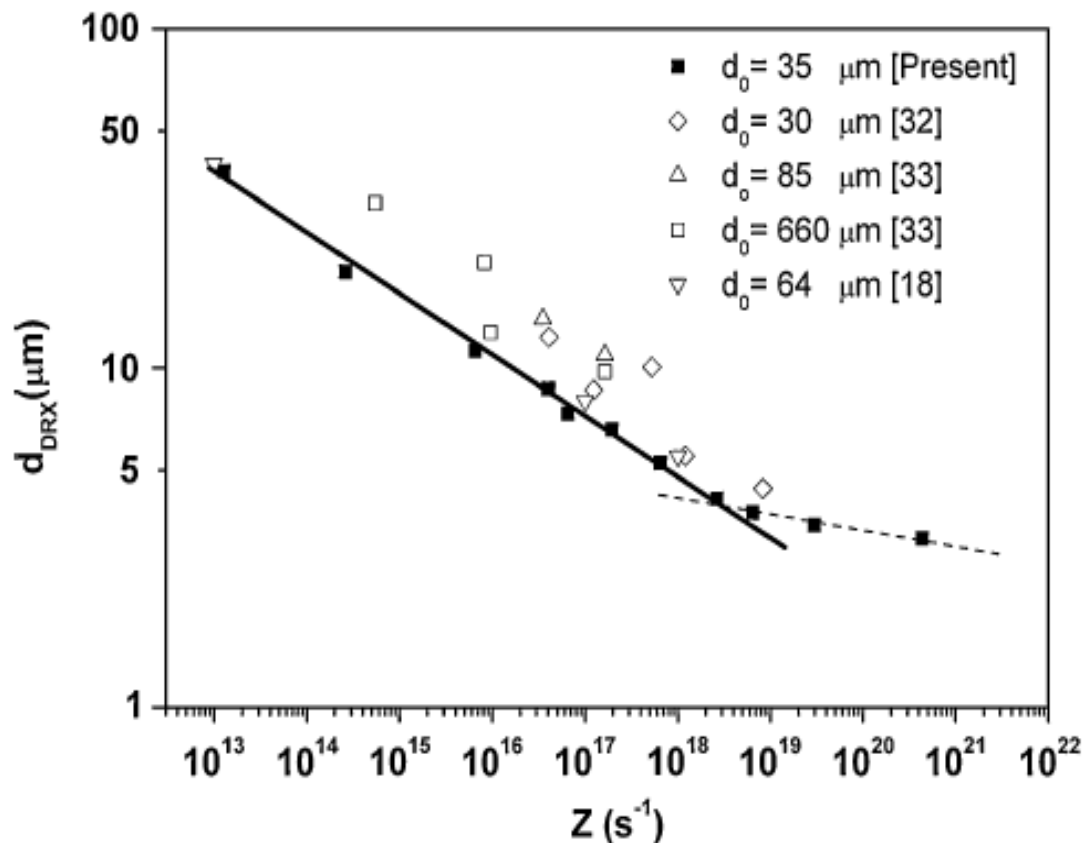
$$d_{DRX}(\text{in } \mu\text{m}) = 5.2 \times 10^3 (Z)^{-0.17} \quad (2)$$

No gráfico mostrado na Figura 11, a ordenada do gráfico representa o tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}), medido pelo método de interceptação linear, porém, para comparar os resultados com os valores obtidos na literatura, foi necessário que os valores médios de interceptação linear fossem multiplicados por 1,68 ($d = 1,68 \times L$). A abcissa do gráfico representa o parâmetro Zener-Hollomon (Z) obtido para o ensaio de torção a quente.

Para o parâmetro (Z) baixo, a distribuição do tamanho de grão não é homogênea e alguns grãos muito grandes foram misturados entre grãos muito pequenos. Este tipo de distribuição de tamanho de grãos pode estar relacionado com o crescimento de grãos durante a deformação a quente, ou seja, grãos que durante a recristalização dinâmica se formaram mais cedo, crescerão muito rapidamente, com isso dificulta o crescimento de grãos adjacentes (GUO; KWOK; CHAN, 2019a; HUANG; LOGÉ, 2016).

Para o parâmetro (Z) moderado à elevado, o atraso que ocorre no início do processo de recristalização dinâmica pode ter causado um alto nível de encruamento. Portanto, quando o encruamento atinge um valor crítico, novos grãos irão nuclear, porém o seu crescimento será limitado, sendo assim os grãos obtidos não apresentarão grandes dimensões e a sua distribuição será praticamente homogênea (GUO; KWOK; CHAN, 2019a; HUANG; LOGÉ, 2016). Nesse experimento, vale a pena ressaltar, que o tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}) não sofreu alteração durante a recristalização dinâmica do processo (DEHGHAN-MANSHADI; BARNETT; HODGSON, 2008).

Figura 11 – Tamanho de grão em função do parâmetro (Z)



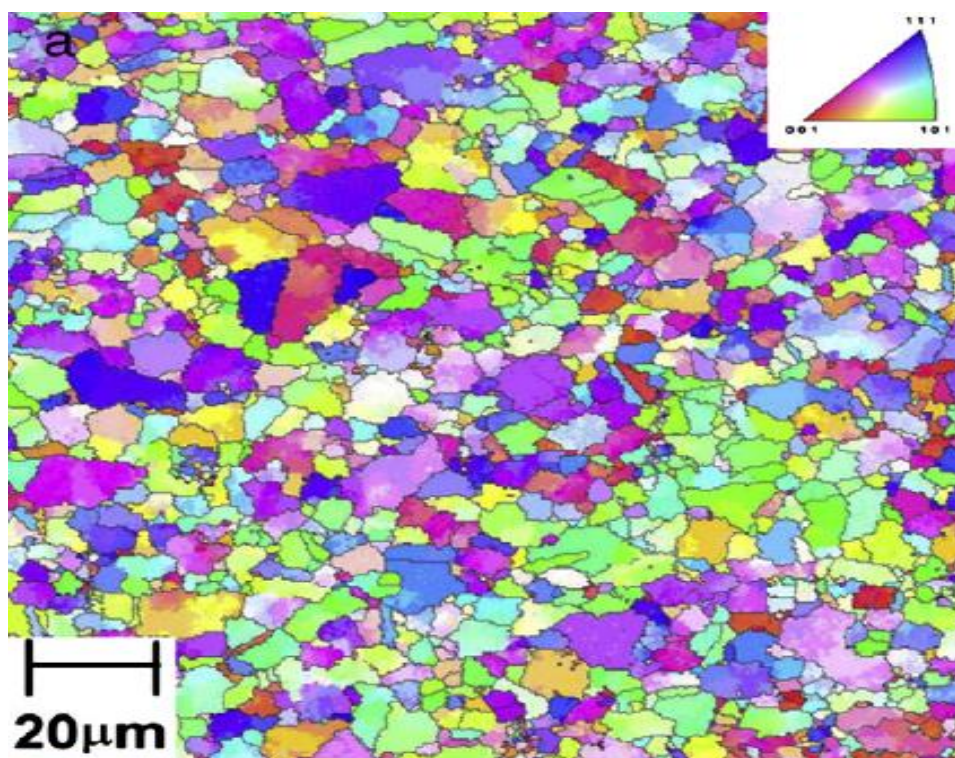
Fonte: (MANSHADI *et al.*, 2008).

2.2.4 Comportamento no processo FS

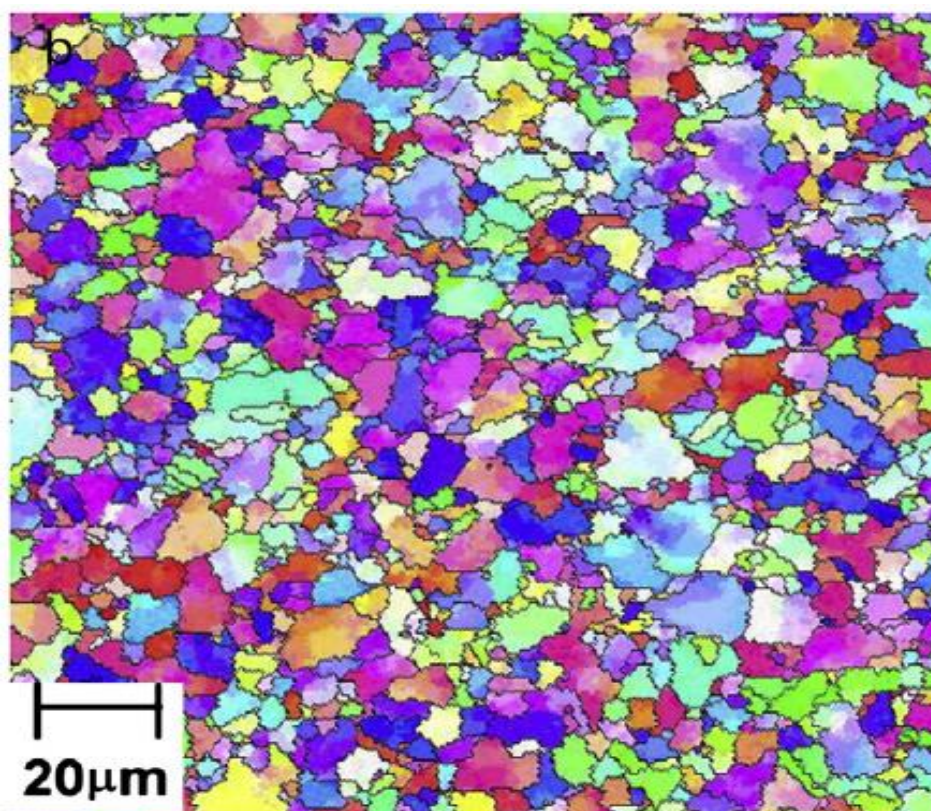
(PULI; JANAKI RAM, 2012b) investiga o comportamento da recristalização dinâmica durante a deposição de aço inoxidável sobre aço carbono pelo processo FS. Os revestimentos, de uma forma geral, apresentaram grãos equiaxiais muito finos ao longo de toda a sua espessura, apesar da granulação grosseira do material da haste, porém, estudos de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) revelaram um aumento no tamanho de grão médio ao longo da espessura dos revestimentos, conforme é mostrado na Figura 12, com os valores obtidos para a interface ($4,8 \pm 1,5 \text{ } \mu\text{m}$), meio ($6,4 \pm 2,3 \text{ } \mu\text{m}$) e topo ($9,4 \pm 3,2 \text{ } \mu\text{m}$).

Esses resultados são esperados, devido à diminuição da taxa de resfriamento que ocorre da interface para o topo do revestimento. No entanto, a distribuição do tamanho de grão foi mais ou menos homogênea dentro de uma determinada região de varredura e também não desenvolveu nenhuma textura cristalográfica, conforme pode ser observado na Figura 12.

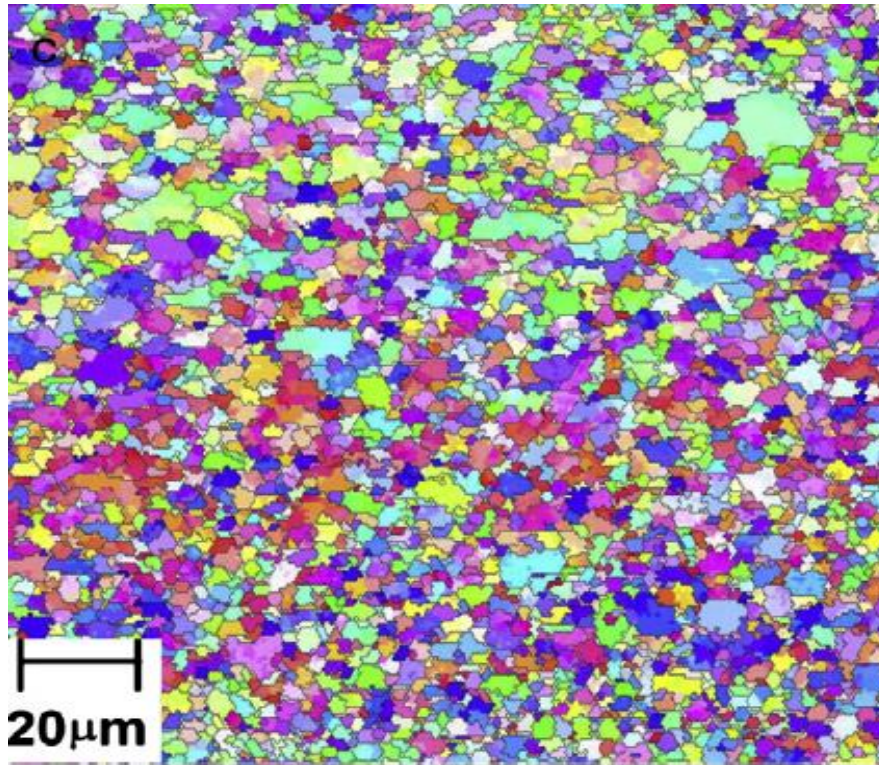
Figura 12 – Grãos equiaxiais ao longo do revestimento



a) Topo do revestimento ($9,4 \pm 3,2 \mu\text{m}$).



b) Meio do revestimento ($6,4 \pm 2,3 \mu\text{m}$).



c) Interface revestimento/substrato ($4,8 \pm 1,5 \mu\text{m}$).

Fonte: (PULI *et al.*, 2012).

Na Figura 13 é ilustrado esquematicamente o impacto da recristalização dinâmica sobre a microestrutura do revestimento (PULI; JANAKI RAM, 2012b). Na Figura 13a é mostrado uma célula bem desenvolvida, ou seja, com aumento considerado no tamanho de grão. Na Figura 13b é mostrado um contorno de grão em desenvolvimento, cortando as falhas de empilhamento. A Figura 13c apresenta a formação de novos grãos, a partir da união de subgrãos. Nesse estudo verificou-se que a densidade de discordâncias varia de grão para grão, ou seja, não é homogênea, como pode ser observado na Figura 13d, grãos com diferentes densidades de discordâncias. Essas observações demonstram a heterogeneidade da evolução microestrutural durante a recristalização dinâmica do processo FS.

As taxas de deformação durante o processo FS são muito altas e, na maioria das vezes, difíceis de determinar experimentalmente. Uma estimativa razoável, pode ser obtida a partir da Equação (3), que foi utilizada em investigações anteriores para estimar as taxas de deformação do processo.

$$\dot{\varepsilon} = \frac{R_m \cdot 2\pi r_e}{L_e} \quad (3)$$

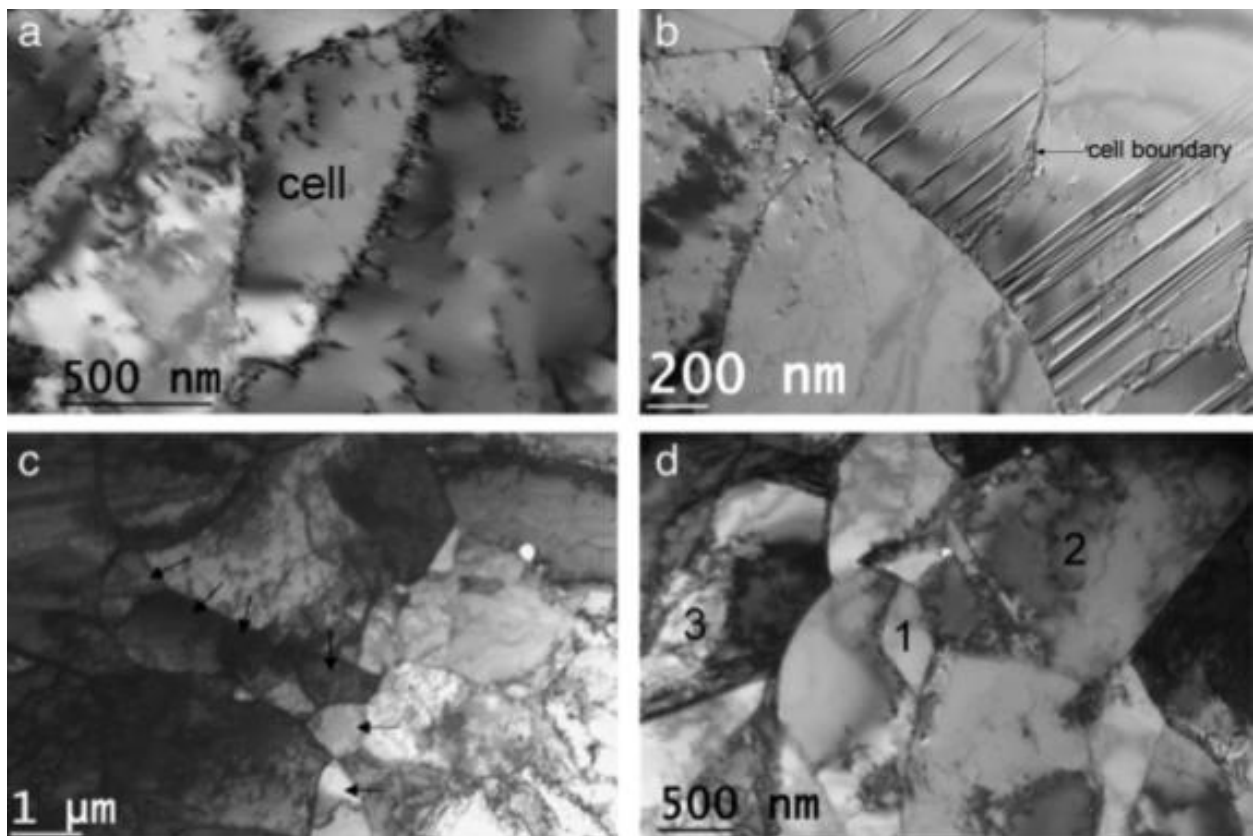
Onde,

R_m – Taxa média de fluxo de material (metade da velocidade de rotação da haste [rps]);

r_e – Raio efetivo da zona recristalizada dinamicamente (metade da largura do revestimento [mm]);

L_e – Profundidade efetiva da zona recristalizada dinamicamente (espessura do revestimento [mm]).

Figura 13 – Efeito da recristalização dinâmica sobre a microestrutura



Fonte: (PULI *et al.*, 2012).

Com base nos valores ($R_m = 10$ rps, $r_e = 8$ mm e $L_e = 1,2$ mm) obtidos para o experimento (PULI; JANAKI RAM, 2012b), a taxa de deformação foi calculada usando a Equação (3), obtendo-se o valor de ($\dot{\epsilon} = 418 \text{ s}^{-1}$). Em seguida, o valor da taxa de deformação combinado com a energia de ativação para deformação a quente (460 kJ/mol para a liga 316L), temperatura de deformação ($T = 1473$ K) e constante universal dos gases ($R = 8,314 \text{ J/mol.K}$) foi usado na Equação (1) para calcular o parâmetro Zener-Hollomon (Z) do processo. Substituindo esses valores na Equação (1), obtém-se o valor do parâmetro (Z) igual a $8,6 \times 10^{18} \text{ s}^{-1}$.

De acordo com o valor obtido no experimento ($Z = 8,6 \times 10^{18} \text{ s}^{-1}$), esse valor é considerado moderado para o parâmetro (Z), conforme pode ser observado no gráfico da Figura 11, para o ensaio de torção a quente. Portanto, ocorreu a recristalização dinâmica descontínua no processo FS, o que resultou em uma distribuição de tamanho de grão homogênea ao longo de toda a espessura do revestimento, conforme pode ser observado na Figura 12, especialmente na região da interface ($4,8 \pm 1,5 \mu\text{m}$), que apresentou uma granulação mais homogênea, em relação as demais regiões.

A Equação (2) empregada para a liga (304) no ensaio de torção a quente, foi usada também nesse experimento para a liga (316L). Segundo (PULI; JANAKI RAM, 2012b), até o momento, não existe na literatura, essa relação para a liga (316L), mas é improvável que seja muito diferente. Com base na Equação (2), o tamanho médio de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}) foi determinado igual à $3,2 \mu\text{m}$, esse valor está razoavelmente próximo ao tamanho de grão determinado na região da interface ($4,8 \pm 1,5 \mu\text{m}$), usando difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

Segundo (PULI; JANAKI RAM, 2012b), o tamanho de grão da haste pode influenciar no tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}) obtido na microestrutura do revestimento. Por isso seria interessante investigar em trabalhos futuros a relação existente entre o tamanho de grão da haste com o tamanho de grão obtido no revestimento, usando várias hastes com diferentes tamanhos de grão.

No processo FS, a temperatura de deformação (na fase de deposição) exerce um papel fundamental sobre o comportamento da recristalização dinâmica, influenciando diretamente no valor obtido para o parâmetro (Z), e, claro, na microestrutura final obtida nos revestimentos. Sendo assim, o seu controle na região da interface durante o processamento torna-se essencial para compreender o desenvolvimento microestrutural durante o processo (KALLIEN *et al.*, 2020).

Estudos recentes mostram que a temperatura máxima alcançada na fase de espera, na maioria dos casos, está acima de 0,8 da temperatura homóloga do material da haste, embora ocorre uma variação considerável nessas temperaturas relatadas por vários pesquisadores (MADHU; BALASUBRAMANIAN; SIVAKESAN, 2016; PRASAD RAO *et al.*, 2012). Normalmente, a temperatura na interface é praticamente constante durante todo o processo de deposição, apresentando apenas pequenas variações ao longo do experimento (KHALID RAFI *et al.*, 2011).

2.3 FS dissimilar: aço inoxidável em aço carbono

2.3.1 Características

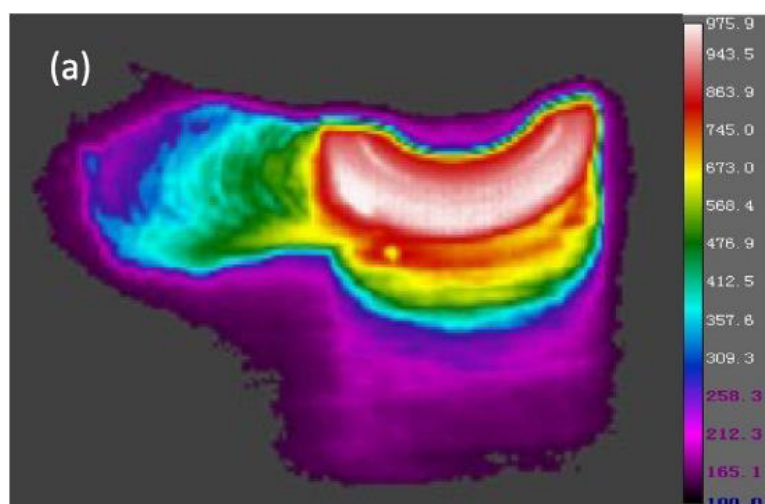
O processo FS apresenta um grande potencial para ser empregado em juntas dissimilares de aço inoxidável em aço carbono devido a microestrutura fina e homogênea obtida nos revestimentos após o seu processamento, que, na maioria dos casos, tende a melhorar consideravelmente a sua resistência à corrosão (GUO; KWOK; CHAN, 2019a; RANJAN; DAS, 2022). Além disso, a repetibilidade e a confiabilidade do processo torna-se interessante em aplicações que exigem um certo nível de qualidade, como é o caso dos meios agressivos (SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021).

A relação existente entre os parâmetros do processo e a sua microestrutura deve ser investigada, pois essa influencia diretamente nas propriedades obtidas nos revestimentos (GUO *et al.*, 2021). No processo FS, normalmente, as propriedades são sensíveis às variações na microestrutura (tamanho de grão e distribuição), porém, pode também ocorrer transformações de fases durante o processamento (TROYSE *et al.*, 2019). Portanto, o entendimento dos fenômenos termomecânicos que impactam a recristalização dinâmica durante o processo é fundamental para otimizar as propriedades obtidas nos revestimentos (PRABHAKAR *et al.*, 2022).

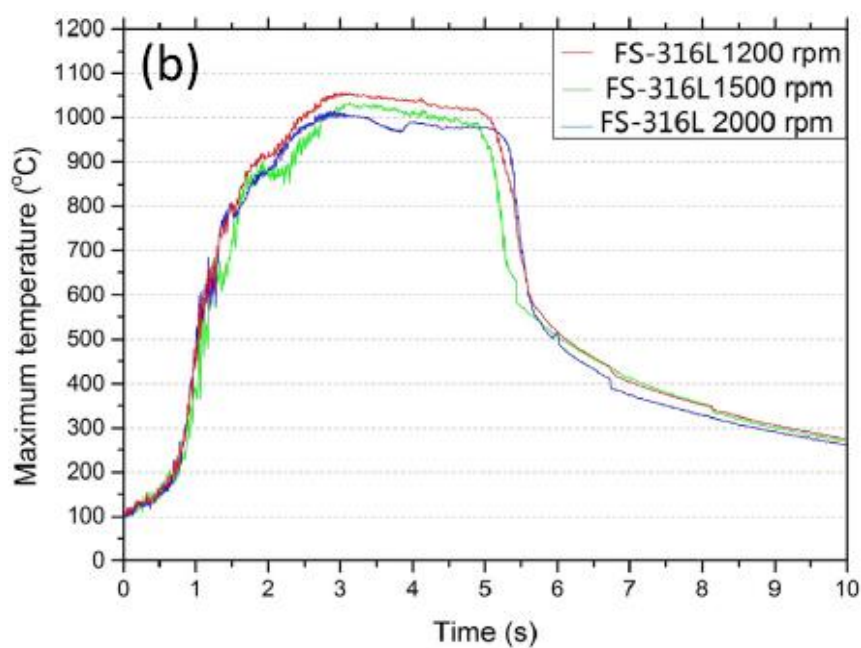
Na Figura 14 é ilustrado esquematicamente os fenômenos termomecânicos envolvidos no processo, destacando as regiões elastoplástica e viscoplástica, as interfaces de cisalhamento I e II e as zonas de difusão e termicamente afetada. Segundo (GUO; KWOK; CHAN, 2019a), na região viscoplástica, o material sofre deformação plástica severa, e com o auxílio da alimentação contínua da haste consumível, é possível manter o fluxo de material contínuo durante a deposição, porém, é bem conhecido na literatura, que existe um material redundante na parte inferior da haste, que sem confinamento lateral, tende a fluir lateralmente para fora da haste, devido ao efeito do fluxo plástico.

Como a capacidade de fluxo de material próximo da interface de cisalhamento (ponto a) é maior do que no (ponto c), próximo da periferia da haste, o material em excesso tende a fluir para cima, e assim o *flash* é formado, conforme pode ser observado na Figura 14. De acordo com a Figura 14, durante o processo FS, a interface de cisalhamento primária (I) apresenta uma curvatura convexa para cima (cor vermelha), e o processo difusional (na zona de difusão) é o responsável pela união do material depositado no substrato, apresentando uma zona termicamente afetada. Ao longo do

Figura 15 – Distribuição de temperatura durante o processo FS



a) Imagem térmica



b) Ciclo térmico do processo em função da velocidade de rotação

Fonte: (GUO *et al.*, 2019).

Na Figura 16 é mostrado o lado de avanço e recuo da ferramenta com base nos vetores de velocidade de avanço e rotação. A deposição geralmente apresenta um deslocamento do centro da haste em direção ao lado de avanço, sendo assim é o resultado da combinação dos vetores de velocidade de avanço e rotação (STEGMUELLER; GRANT; SCHINDELE, 2019). No lado que ocorre o avanço da ferramenta, os vetores de velocidade de avanço e rotação estão no mesmo sentido (concordante), porém, no lado

que ocorre o recuo da ferramenta, os vetores de velocidade de avanço e rotação estão em sentido opostos (discordante), conforme pode ser observado na Figura 16.

Figura 16 – Lado de avanço e recuo da ferramenta (haste consumível)



Fonte: (STEGMUELLER *et al.*, 2019).

(SAHOO, DILLIP KUMAR *et al.*, 2020) registra a temperatura da interface tanto no lado de avanço quanto no lado de recuo da ferramenta, verifica-se que a temperatura no lado de avanço é mais alta que do lado de recuo, e observa também que quando a temperatura na interface atinge o seu valor máximo, o processo torna-se estacionário, e, ocorre uma diminuição no torque da máquina.

Esse fato, está intimamente relacionado com a plastificação da camada da interface, que por sua vez, reduz a energia necessária para processar o material. Essa energia, normalmente, depende da pressão (força axial) empregada, da velocidade de rotação usada e das características da máquina, em especial, o seu torque.

Normalmente, para dar início ao processo FS, é necessário variar a velocidade de rotação da haste por um determinado tempo, denominado fase de espera, esse tempo vai depender das propriedades dos materiais, podendo variar de 5 a 10 segundos. Quando o calor na interface atinge um nível desejado, a haste consumível deve ser movida com velocidade linear adequada, para depositar o revestimento sobre o substrato (AKINLABI; MAHAMOOD, 2020).

Até o momento, a maioria das investigações sobre o processo FS, trata-se principalmente da otimização dos parâmetros do processo, da avaliação microestrutural e das propriedades (mecânicas e geométricas) obtidas nos revestimentos (NIXON;

MOHANTY; BHASKAR, 2018; ÖZCAN, 2022). Existem, até alguns estudos, voltados para a modelagem do processo, que determinam as melhores condições de deposição para as diferentes combinações de revestimento/substrato (RETHNAM *et al.*, 2021).

2.3.2 Pré-aquecimento do substrato

(SAHOO, DILLIP KUMAR *et al.*, 2020) estuda a influência do pré-aquecimento do substrato sobre as propriedades obtidas nos revestimentos de aço inoxidável austenítico. Durante os experimentos, uma unidade de indução com potência de 5 kW foi usada para aquecer o substrato, e, após, atingir a temperatura desejada, iniciou-se o processo de deposição. Três diferentes faixas de temperatura, 200 °C, 400 °C e 600 °C, respectivamente, foram selecionadas para o aquecimento do substrato de aço carbono, com base na temperatura de recristalização do material da haste (AISI 316).

O principal objetivo do aquecimento é garantir temperatura uniforme ao longo de toda a superfície da interface. Após o aquecimento, os parâmetros elementares do processo, tais como, força axial, velocidade de rotação e velocidade de avanço foram selecionados e variados ao longo dos experimentos. No início da deposição, mas especificamente, durante o tempo de espera, houve a transição do atrito à seco para o atrito lubrificado, e, em seguida, ocorreu a plastificação do material da haste.

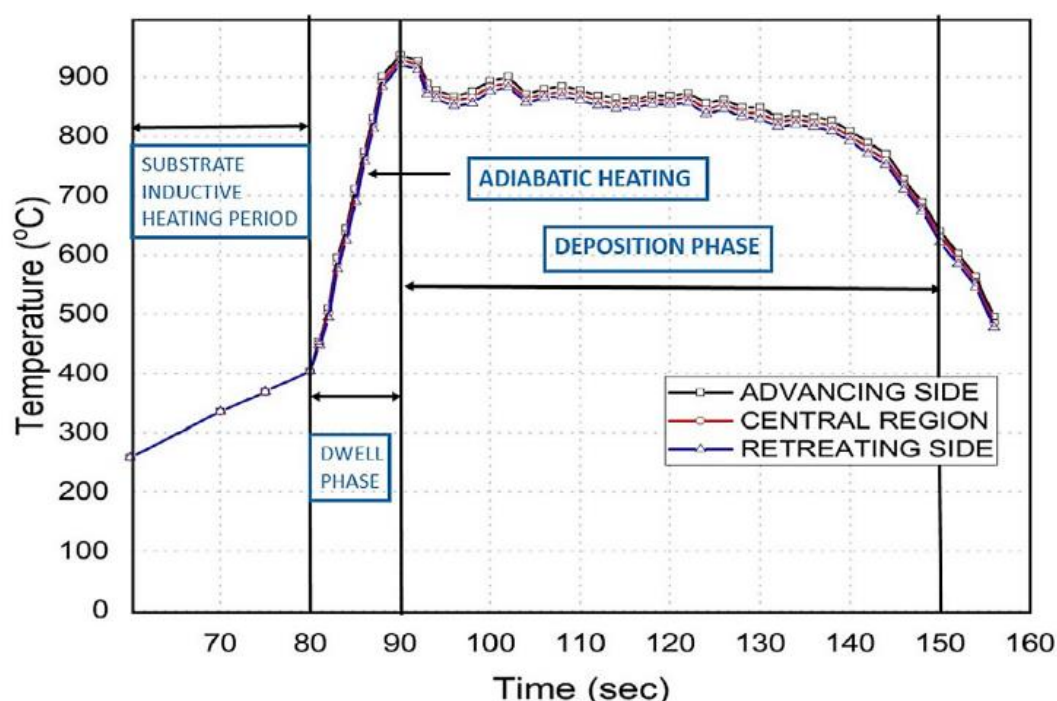
Na Figura 17 é apresentado o ciclo térmico que o revestimento foi submetido durante o processo FS, destacando as curvas referentes ao lado de avanço, lado de recuo e a região central. Na Figura 17, ainda é possível observar, o período de pré-aquecimento do substrato ($t = 80$ s), a fase de espera ($t = 10$ s) e a fase de deposição ($t = 60$ s). Durante a fase de espera, o processo é considerado adiabático, ou seja, sem perda de calor para o meio ambiente (SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021).

Ao analisar as taxas de consumo e deposição do processo FS, com e sem pré-aquecimento, verificou-se que houve um aumento considerável nas taxas de consumo e deposição de material, em torno de 12,8% e 10,72%, respectivamente, em relação as taxas obtidas para o processo convencional (sem pré-aquecimento). Esse aumento nas taxas de consumo e deposição de material, proporcionou em uma melhoria significativa nas propriedades geométricas e mecânicas dos revestimentos.

A largura e a espessura máxima obtidas, com pré-aquecimento de 600°C, foram 13,96 mm e 1,78 mm, respectivamente, esses valores são superiores aos valores obtidos pelo processo convencional, 13,58 mm e 1,68 mm, respectivamente. O valor médio de

dureza, com e sem pré-aquecimento, foi de 271 HV e 260 HV, respectivamente, observa-se que houve um ganho de dureza devido ao pré-aquecimento, esse resultado pode ser atribuído a uma melhor formação de microestrutura e um intertravamento molecular em alta temperatura na região do substrato. A resistência máxima ao cisalhamento, com e sem pré-aquecimento, foi de 389 MPa e 337 MPa, respectivamente, verifica-se que houve também um ganho considerável em resistência mecânica.

Figura 17 – Perfil térmico durante o processo FS



Legenda:

Substrate inductive heating period: Período de aquecimento indutivo do substrato;

Dwell phase: Fase de espera;

Adiabatic heating: Aquecimento adiabático;

Deposition phase: Fase de deposição;

Advancing side/central region/retreating side: lado de avanço/região central/ lado de recuo.

Fonte: (SAHOO *et al.*, 2020).

Esses resultados demonstram claramente que o pré-aquecimento do substrato provocou um aumento significativo na geração de calor por atrito na região da interface, quando comparado ao processo convencional, sem pré-aquecimento. Vale a pena ressaltar, que a formação de calor por atrito é diretamente proporcional à temperatura do substrato durante o processo FS. Porém, deve ser levado em consideração, que o aquecimento do substrato com temperaturas elevadas, sem controle, pode levar a

formação de óxidos na interface, e com isso acarretar em trincas e poros nos revestimentos, comprometendo assim a sua finalidade.

(SAHOO, DILLIP K. *et al.*, 2020), em outro estudo, usando a mesma junta (AISI 316/aço carbono), aumentou a temperatura de pré-aquecimento do substrato para 800 °C. Durante os experimentos, verificou-se que as transformações termoquímicas na interface, provocaram uma diminuição no tamanho de grão da haste, e influenciaram no processo de difusão entre os materiais. O aumento de calor na interface, provocado pelo o pré-aquecimento do substrato, além dos benefícios já citados, foi observado também que a composição química do material do substrato sofre uma mudança considerável.

Em relação ao teor de cromo do substrato, antes do processo FS, o teor de cromo do substrato era de 1,2%, após o processo FS, foi notado que o teor de cromo teve um aumento de aproximadamente de 7,44%, em relação ao seu valor original. Em termos de resistência à corrosão da junta, isso é bastante benéfico, pois pode contribuir para o seu aumento. Esse fato, pode ser explicado pela a precipitação de cromo que são assentados no fundo do depósito devido a sua maior massa molar.

2.3.3 Microestrutura

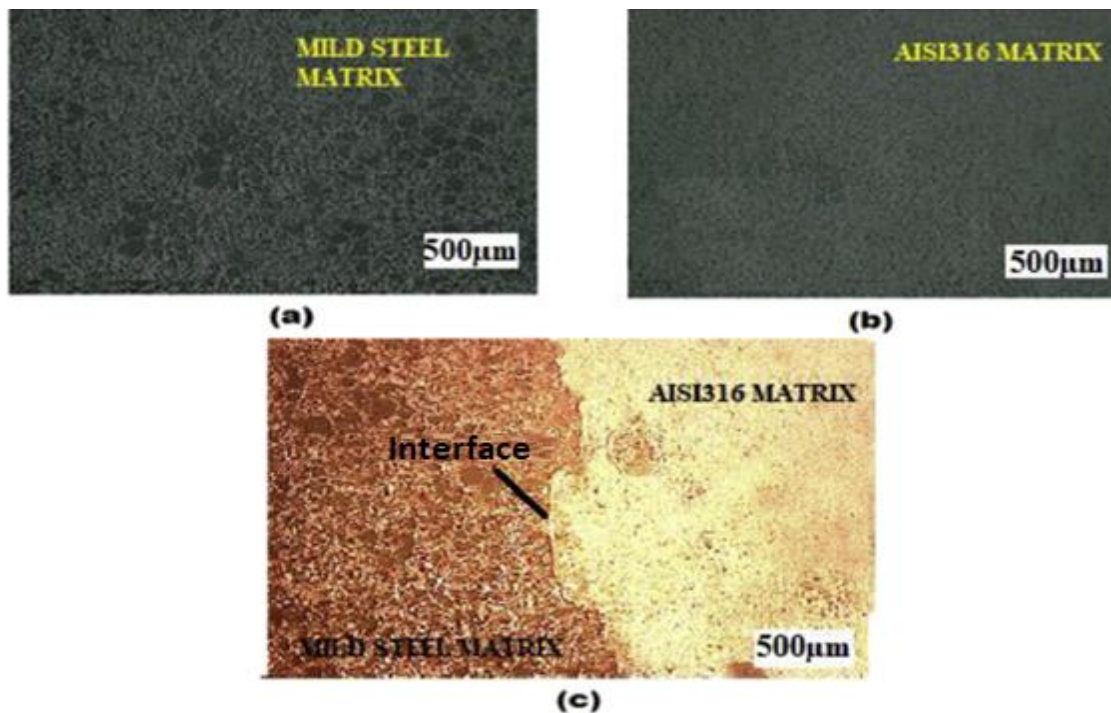
Na Figura 18 é mostrado a macroestrutura típica de revestimentos de aço inoxidável austenítico sobre aço carbono, destacando a região de interface entre os materiais. Conforme apontam estudos anteriores (GUO; KWOK; CHAN, 2019a; NIXON; MOHANTY, 2018; PULI; JANAKI RAM, 2012b), a microestrutura obtida na junta dissimilar é o resultado do refinamento de grãos que o material é submetido durante a recristalização dinâmica do processo, que por sua vez, impacta diretamente nas propriedades obtidas nos revestimentos.

(GEORGE SAHAYA NIXON; MOHANTY; SATHISH, 2018) estuda o desenvolvimento microestrutural, ao longo da espessura do revestimento, na junta dissimilar (AISI 316/aço carbono), conforme é mostrado na Figura 19. Antes do processo FS, a microestrutura do aço inoxidável é composta por austenita, ferrita delta e uma pequena quantidade de perlita na matriz de ferrita, devido a precipitação de cromo-n. Após o processo FS, a microestrutura é composta por ferrita eutética e perlita.

No aço carbono é observado grãos de ferrita e perlita, próximo à zona afetada pelo calor (ZTA), também foi visualizado uma granulação fina com um pouco de martensita com grãos deformados. Na interface, no lado do aço inoxidável, é observado uma

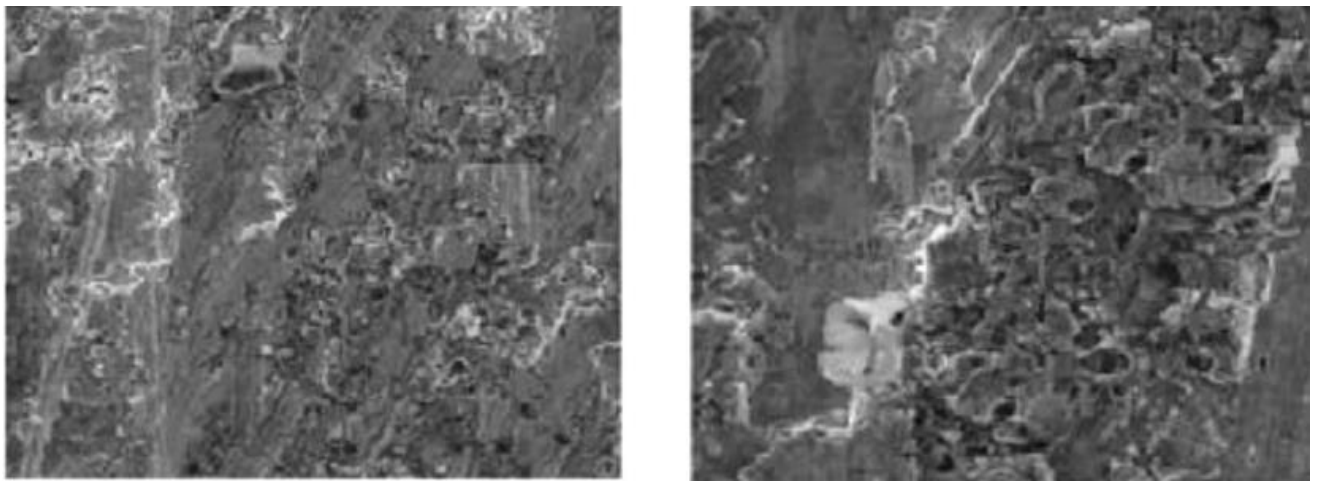
microestrutura martensítica muito fina, semelhante àquela observada no aço carbono. A enorme força exercida no aço inoxidável durante o experimento, pode ter perturbado a sua matriz austenítica, ainda mais que, a temperatura gerada no processo foi inferior à 1200 °C, para formar a fase austenítica na interface, conforme pode ser observado nas Figuras 19 (a) e (b), uma microestrutura martensítica intergranular fina foi formada na matriz austenítica, após o processo FS.

Figura 18 – Macroestrutura típica

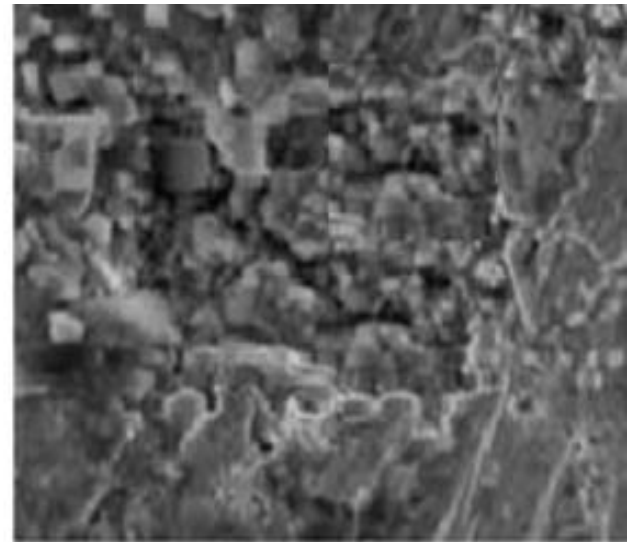
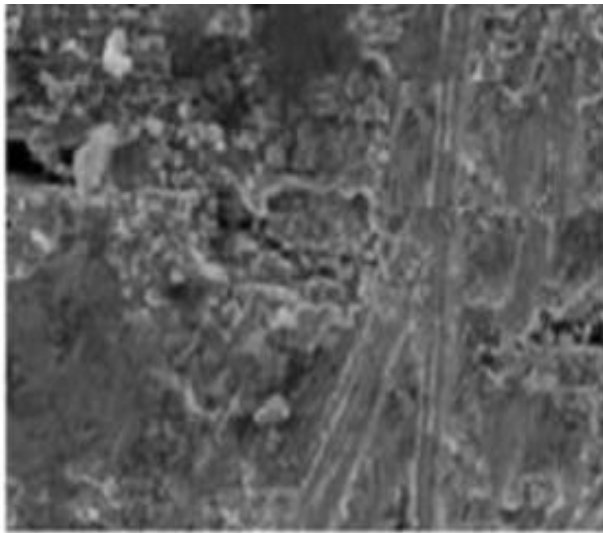


Fonte: (NIXON *et al.*, 2018).

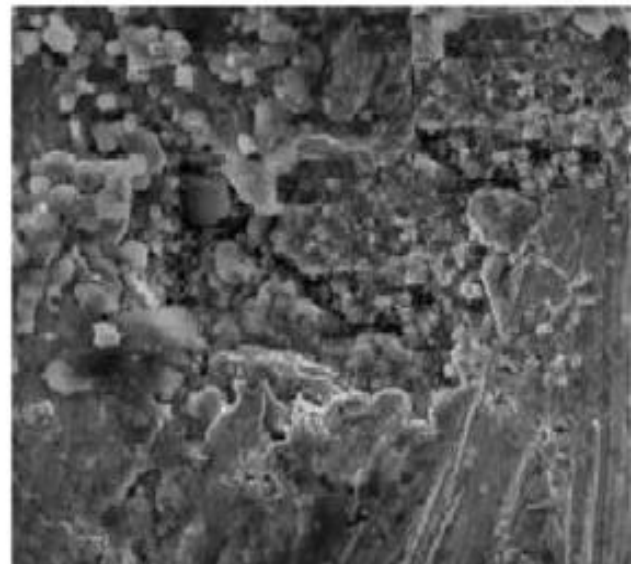
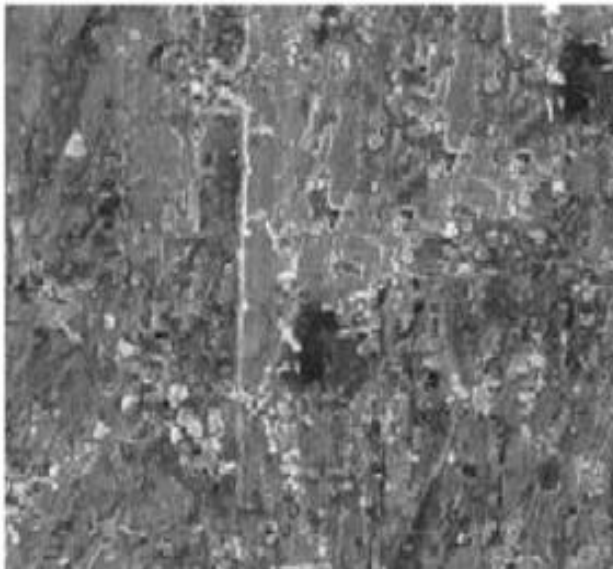
Figura 19 – Microestrutura da junta dissimilar



a) Interface (AISI 316/aço carbono).



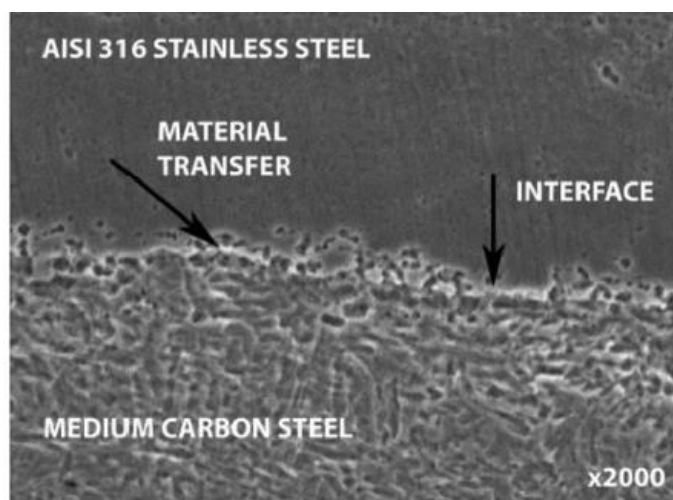
b) Revestimento (AISI 316).



c) Metal base (aço carbono).

Fonte: (NIXON *et al.*, 2018).

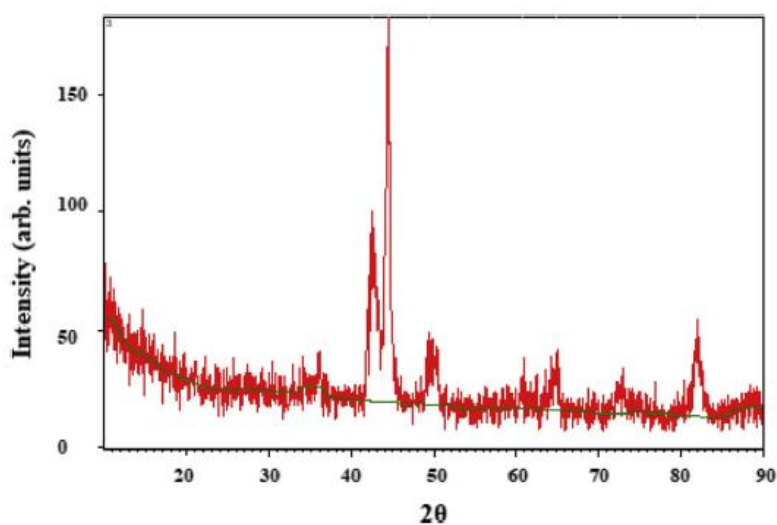
Durante o processo FS, a transferência de átomos entre os materiais da interface ocorre por meio de mecanismos de difusão (DAMODARAM *et al.*, 2021; KUMAR *et al.*, 2017), conforme é ilustrado na Figura 20. (GEORGE SAHAYA NIXON; MOHANTY; SATHISH, 2018) em seus experimentos, verificou-se que a quantidade de calor gerada no processo FS para a liga (AISI 316) é superior aos valores obtidos com outros tipos de aços, e além do mais, o padrão de difusão da junta dissimilar é mais denso.

Figura 20 – Transferência de átomos entre os materiais**Legenda:**

AISI 316 stainless steel / medium carbon steel: Aço inoxidável AISI 316 / Aço carbono;
Material transfer / Interface: Transferência de material / Interface.

Fonte: (SAHOO *et al.*, 2020).

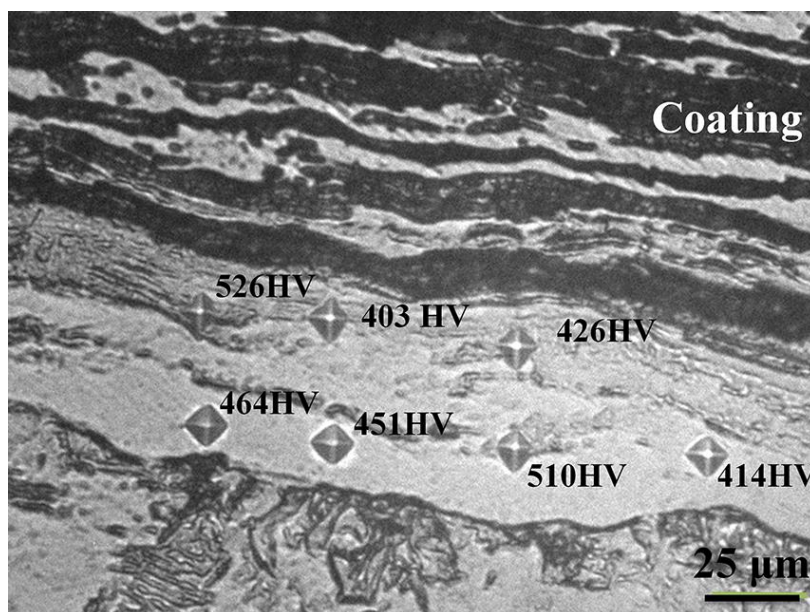
A partir da análise de difração de Raios-X (DRX) na junta (AISI 316/aço carbono), foi verificado a ausência de α -ferrita e a presença de martensita induzida por deformação (GEORGE SAHAYA NIXON; MOHANTY; SATHISH, 2018), conforme pode ser observado na Figura 21. A ausência de α -ferrita, pode contribuir para melhorar a resistência à corrosão dos revestimentos, conforme já foi abordado na literatura por outros autores (RANJAN; DAS, 2022).

Figura 21 – Espectro (DRX) da junta dissimilar

Fonte: (NIXON *et al.*, 2018).

(TROYSI *et al.*, 2019) apontam estruturas com bandas duras paralelas à interface da junta dissimilar AISI 304/AISI 1020, mais precisamente, na lateral dos revestimentos. Entretanto, a superfície dos revestimentos continua apresentando a mesma composição de fase do material da haste, com grãos finos equiaxiais. Essas bandas observadas próximo à interface, apresentam valores elevados de dureza, conforme é mostrado na Figura 22, a dureza variou entre (403-526 HV), em contrapartida, na região da interface no lado do aço inoxidável, a dureza variou entre (210-260 HV).

Figura 22 – Dureza na região paralela à interface (banda dura)



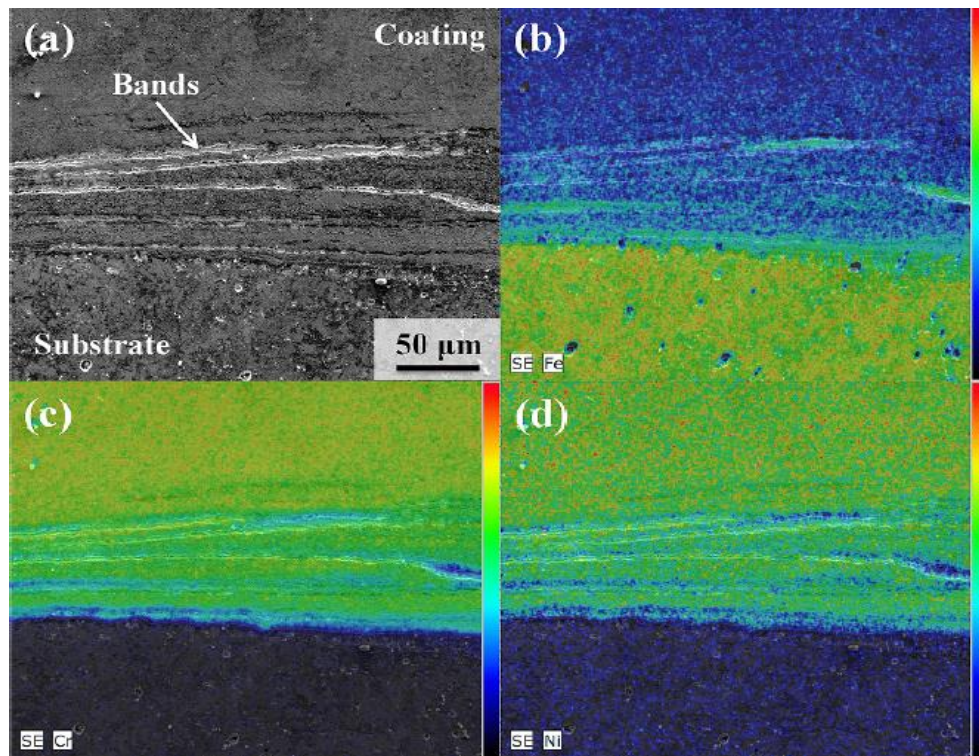
Fonte: (TROYSI *et al.*, 2018).

Segundo (CHEN *et al.*, 2012; PARK *et al.*, 2003), a formação de bandas duras, normalmente, está associada às transformações de fase da austenita. Um exemplo típico dessa situação, seria a formação da fase σ durante o processo FS, devido a precipitação de ferrita delta δ . A fase σ é um intermetálico, bastante duro e rico em cromo, que é indesejável, devido reduzir a tenacidade e a resistência à corrosão dos revestimentos.

Nesse sentido, foram feitas análises (EDS) na interface dos revestimentos, conforme é mostrado na Figura 23. Na Figura 23a é mostrado as regiões de bandas duras, que estão situadas próximo a interface dos revestimentos. Nas Figuras 23b, 23c e 23d é mostrado os mapas de ferro, cromo e níquel, respectivamente, obtidos pela a análise de composição química da região. As análises (EDS) revelaram que essas bandas duras apresentam uma quantidade de Cr menor que a do aço inoxidável, porém, possuem

quantidades elevadas de Fe, o que sugere que elas podem ter sido formadas por partículas removidas do substrato e, em seguida, incorporadas ao revestimento (TROYSI *et al.*, 2019). Tais partículas, por sua vez, durante o processo FS, foram enriquecidas em Cr (em comparação ao aço carbono), o que favoreceu a formação de martensita no resfriamento, e, conseqüentemente, aumento de dureza da região.

Figura 23 – Análise EDS na interface dos revestimentos



Legenda:

Coating: Revestimento;
Bands: Bandas duras;
Substrate: Substrato.

Fonte: (TROYSI *et al.*, 2018).

2.3.4 Propriedades

As propriedades obtidas nos revestimentos estão intimamente relacionadas com a microestrutura desenvolvida ao longo do processo, isto é, com o refinamento de grãos que o material é submetido durante a recristalização dinâmica (PRABHAKAR *et al.*, 2022). Sendo assim, na maioria dos casos, as propriedades são sensíveis a variação no

tamanho de grão e a sua distribuição, que, por sua vez, sofrem alterações durante o processamento (RETHNAM *et al.*, 2021).

Portanto, é fundamental o controle das variáveis do processo, para obter propriedades satisfatórias. A relação existente entre os parâmetros do processo e as propriedades obtidas nos revestimentos, é amplamente discutida na literatura, porém essa relação ainda é pouco compreendida, por isso existe várias investigações tentando elucidar os fatos, e, com isso correlacionar as variáveis do processo, de acordo com a propriedade desejada (ÖZCAN, 2022; RETHNAM *et al.*, 2021).

Segundo (GUO; KWOK; CHAN, 2019a), a dureza e a resistência ao cisalhamento são significativamente melhoradas por causa do refinamento de grãos durante o processo. A dureza, na maioria dos casos, é avaliada no topo dos revestimentos para obter o ganho de dureza. Com os perfis de dureza é possível avaliar o impacto da recristalização dinâmica sobre a microestrutura, verificando a uniformidade dos valores de dureza por meio dos desvios padrão.

O endurecimento dos revestimentos obtidos pelo processo FS, normalmente, é determinado pela composição química do material da haste, principalmente, o seu teor de carbono. Outro fator importante, que também deve ser considerado, é a taxa de resfriamento do processo, pois, dependendo da taxa de resfriamento, o resfriamento pode ocorrer em questão de segundos, e, assim produzir revestimentos com granulação mais fina e homogênea que, por sua vez, tende a melhorar a dureza obtida nos revestimentos (SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021).

A resistência ao cisalhamento dos revestimentos é usada para avaliar a sua adesão ao substrato. A difusão na região da interface influencia na adesão dos revestimentos, porém, ainda nenhuma investigação elucidou os fatos. Durante o processo FS, o calor gerado pelo atrito combinado com a pressão axial, proporciona uma condição favorável para a interdifusão na interface, o que causa uma excelente adesão metalúrgica dos revestimentos (NIXON; MOHANTY, 2018). A difusão é o mecanismo de ligação dominante para as juntas aço inoxidável/aço carbono, porém, o intertravamento mecânico pode também contribuir para o aumento da resistência ao cisalhamento dessas juntas (STEGMUELLER; GRANT; SCHINDELE, 2019; TROYSI *et al.*, 2019).

Em relação as propriedades anticorrosivas dos revestimentos, vale a pena mencionar, que as características microestruturais obtidas nos revestimentos, tais como, ausência de α -ferrita, granulação fina e homogênea, melhoram consideravelmente a sua resistência à corrosão (GUO *et al.*, 2021; GUO; KWOK; CHAN, 2018, 2019b; SINGH;

REDDY; RAO, 2015), além do mais, a taxa de resfriamento do processo é bastante alta o que evita a sensitização (precipitação de carbonetos de cromo nos contornos de grãos), e, conseqüentemente, problemas com corrosão intergranular, que por sua vez, é considerada a mais danosa para o metal (TRENT; GOODS; BRADSHAW, 2016).

2.4 Princípios de Corrosão eletroquímica

2.4.1 Conceito de corrosão

Segundo (GENTIL, 2003), pode-se definir a corrosão como a deterioração de um material, frequentemente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente aliada ou não a esforços mecânicos. A deterioração causada pela interação físico-química entre o material e o seu meio operacional representa alterações prejudiciais indesejáveis, sofridas pelo material, tais como desgaste, variações químicas ou modificações estruturais, tornando-o inadequado para o uso. A corrosão, em geral, é um processo espontâneo. A corrosão pode ocorrer sob diversas formas, e o conhecimento das mesmas é muito importante no estudo dos processos corrosivos. Assim, pode-se ter corrosão segundo:

- **A morfologia:** uniforme, por placas, alveolar, puntiforme ou por pite, intergranular (ou intercristalina), intragranular (ou transgranular), filiforme, por esfoliação, grafítica, dezincificação, em torno de cordão de solda e empolamento pelo hidrogênio;
- **As causas ou mecanismos:** por aeração diferencial, eletrolítica ou por corrente de fuga, galvânica, associada a solicitações (corrosão sob tensão), em torno de cordão de solda, seletiva (grafítica e dezincificação), empolamento ou fragilização pelo hidrogênio;
- **Os fatores mecânicos:** sob tensão, sob fadiga, por atrito, associada a erosão;
- **O meio corrosivo:** atmosfera, pelo solo, induzida por microrganismos, pela água do mar, por sais fundidos;
- **A localização do ataque:** por pite, uniforme, intergranular, transgranular.

2.4.2 Corrosão uniforme e puntiforme (por pite)

Na morfologia uniforme, a corrosão se processa em toda a extensão da superfície, ocorrendo perda uniforme de espessura. É chamada, por alguns, de corrosão generalizada, mas essa terminologia não deve ser usada só para corrosão uniforme, pois pode-se ter, também, corrosão por pite ou alveolar generalizada, isto é, em toda a extensão da superfície corroída. Na morfologia puntiforme ou por pite, a corrosão se processa em pontos ou em pequenas áreas localizadas na superfície metálica produzindo pites, que são cavidades que apresentam o fundo em forma angulosa e profundidade geralmente maior do que seu diâmetro.

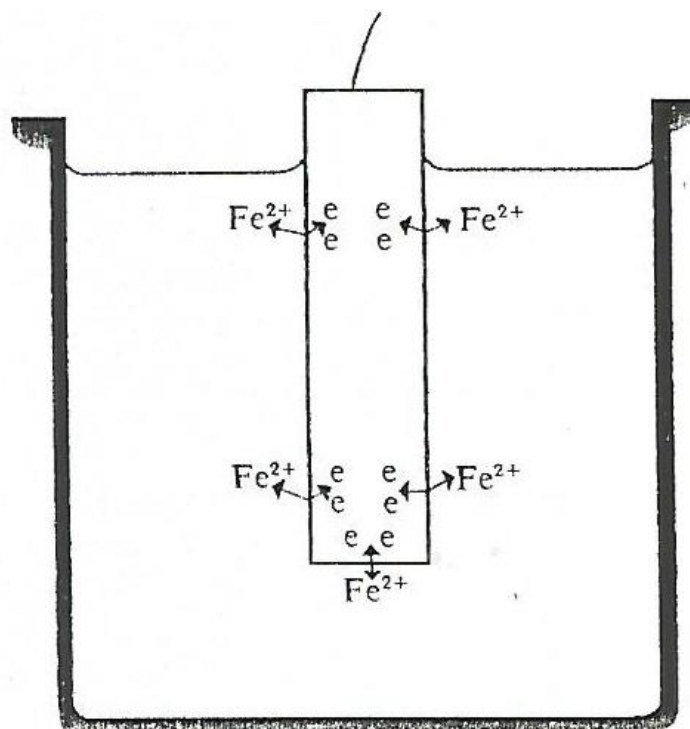
A composição química do meio ou do material metálico pode influenciar bastante no ataque por pite. Assim, a presença de cloreto Cl^- no meio corrosivo acelera a formação de pites no aço inoxidável. O íon cloreto Cl^- penetrando na película de passivação, com rede cristalina de óxido na superfície do material metálico, aumenta a condutividade iônica da película e ocasiona o ataque anódico localizado com formação de pite. O íon é adsorvido na interface (película de passivação óxido – solução), baixando a energia interfacial, ocorrendo fraturas da película ou deslocamento da mesma. Essa ação resulta numa pilha eletroquímica ativa-passiva, sendo a região do pite anódica (ativa) e a vizinhança em torno do pite catódica (passiva).

Conforme (PUNCKT *et al.*, 2004), os aços inoxidáveis são projetados para serem resistentes à corrosão, porém podem sofrer uma corrosão localizada, devido a formação de pites na superfície do material que provocam rapidamente sua falha. Na camada de óxido protetora, ou filme passivo, a corrosão localizada é precedida pelo surgimento de pites metaestáveis, que causam o enfraquecimento do filme protetor. Nos ensaios eletroquímicos, os aços inoxidáveis são submersos em uma solução contendo o sal NaCl (cloreto de sódio), cada pite produz corrosão em pequenas áreas da superfície, através das reações anódicas que ocorrem em seu interior. Corrosão por pite apresenta um crescimento acentuado na taxa de corrosão quando ocorre pequenas variações no potencial aplicado, nas concentrações corrosivas ou na temperatura. A taxa local de geração de pites sobre a superfície do metal depende da concentração da espécie agressiva no eletrólito próximo da superfície, do dano no filme protetor e do potencial local. No início, a formação do pite é lenta, mas, uma vez formado, há um processo autocatalítico que produz condições para um contínuo crescimento do pite.

2.4.3 Formação da dupla camada elétrica

A imersão de um metal, sob a forma de lâmina, placa, bastão, fio, tela, nas soluções eletrolíticas, determina o estabelecimento de uma diferença de potencial entre as duas fases, a sólida e a líquida. Esta diferença de potencial é, simultaneamente, de natureza elétrica e de natureza química, e por isso se denomina diferença de potencial eletroquímico. De uma maneira mais específica, o eletrodo é o sistema formado pelo metal e pela solução eletrolítica vizinha ao metal (GENTIL, 2003). Assim, para o caso do ferro pode-se representar como se vê na Figura 24.

Figura 24 – Eletrodo de ferro



Fonte: (GENTIL, V., 2003).

O eletrodo constituído por um metal puro, imerso numa solução que contém os íons deste metal num estado de oxidação bem definido, é classificado como eletrodo de primeira espécie e representado por $M|M^{n+}$. A barra vertical simboliza interface entre o metal M e a solução contendo íons M^{n+} . Quando necessário, indica-se entre parênteses a concentração ou atividade dos íons metálicos, e os outros íons presentes são separados por vírgulas, como no exemplo em que a concentração do íon M^{n+} é 0,02 molar.



A vírgula entre os dois íons indica que eles estão na mesma fase e numa região de mesmo potencial elétrico. A concentração para fins práticos é expressa em termos de molaridade. O sistema constituído pelo metal e pela solução tende a evoluir espontaneamente de modo a atingir um estado de equilíbrio. Este equilíbrio eletroquímico, que ocorre nos eletrodos de primeira espécie, é normalmente representado por:



ou



Assim estabelece uma diferença de potencial entre as camadas de cargas elétricas de sinais contrários, que existem na interface metal solução, esse fenômeno é representado pelo modelo da *dupla camada elétrica* (GENTIL, 2003). Essa teoria admite que, num determinado momento, o metal pode apresentar uma carga elétrica numa região de sua superfície que apresente deficiência ou excesso de elétrons.

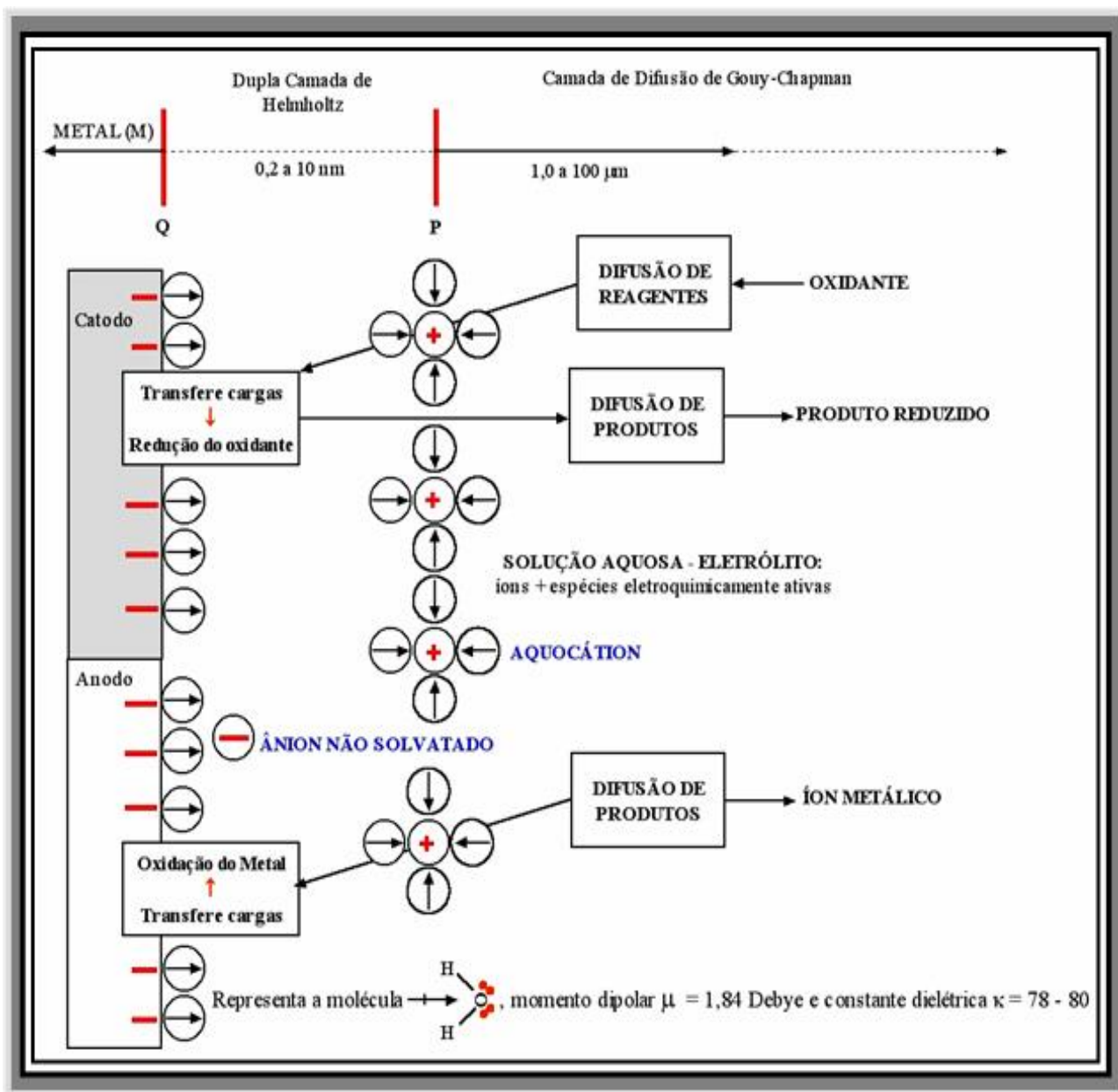
A região da interface, que pertence à solução, contém moléculas do eletrólito que apresentam dipolos. Estes dipolos se orientam na interface de acordo com o sinal da carga existente na superfície metálica e nela ficam adsorvidos. Na superfície metálica ficam também adsorvidos alguns íons existentes na solução, seja do metal ou do solvente. Alguns íons do metal existentes na solução, que não estão adsorvidos, ficam solvatados, isto é, ficam envolvidos pelas moléculas polares do solvente e se situam em regiões mais afastadas da superfície metálica. Conforme (GENTIL, 2003), o arranjo ordenado de cargas elétricas na interface metal-solução, é o que constitui a *dupla camada elétrica*.

Na Figura 25 é mostrada a corrosão eletroquímica na região de interface entre o metal e o eletrólito, denominada de *dupla camada elétrica* (PEDROSO DA SILVA *et al.*, 2017). Na Figura 25 são ilustrados os fenômenos físico-químicos na corrosão do metal (M), em meio aquoso, e a estrutura da dupla camada elétrica com o plano interno de Helmholtz – Q e o plano externo de Helmholtz – P.

Conforme (WOLYNEC, 2013), a dupla camada elétrica recebe este nome, devido à separação entre cargas positivas (cátions em solução) e negativas (elétrons no metal), atuando como um capacitor dielétrico (C_d). Este capacitor da dupla camada elétrica é

considerado como um capacitor verdadeiro, pois apresenta uma distribuição de cargas no espaço, separadas por um dielétrico. O dielétrico não é um isolante absoluto e permite passagem de corrente elétrica, o que é representado por uma resistência faradaica (R_p) que é a resistência de polarização.

Figura 25 – Dupla camada elétrica

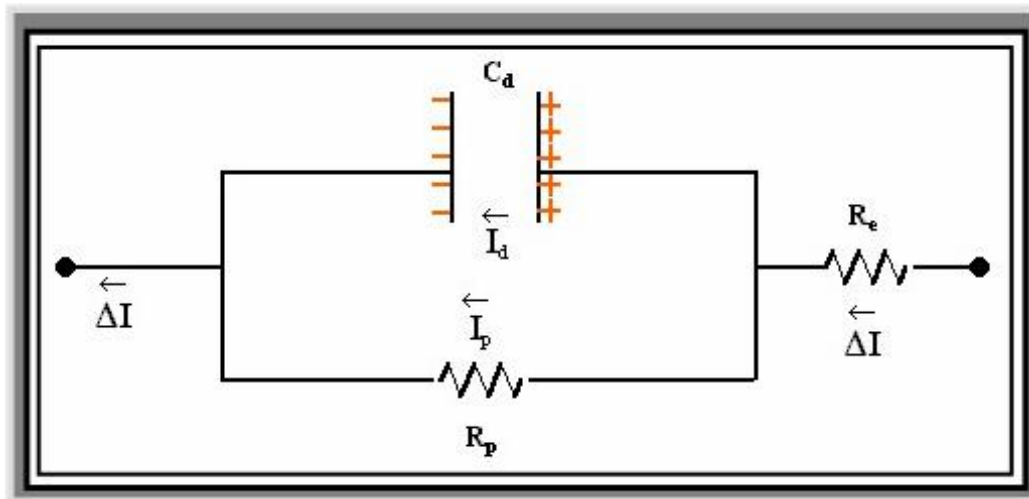


Fonte: (SILVA, S., 2017).

O circuito elétrico equivalente da interface metal/eletrólito é mostrado na Figura 26 (PEDROSO DA SILVA *et al.*, 2017). O capacitor (C_d) representa a capacitância da dupla camada, com unidade de [farad/cm^2]. A resistência de polarização (R_p) é a

resistência elétrica devida à reação eletroquímica, e é também designada por *Resistência Faradaica* ou *Resistência de Corrosão*, com unidade de $[\Omega]$. A resistência do eletrólito (R_e) é a resistência elétrica associada com a queda de potencial, $\Delta E = IR$, criada pela separação (d) entre os eletrodos de teste e o eletrodo de referência (calomelano ou prata-cloreto de prata). É também chamada de *Resistência ôhmica*, com unidade de $[\Omega]$.

Figura 26 – Circuito elétrico equivalente

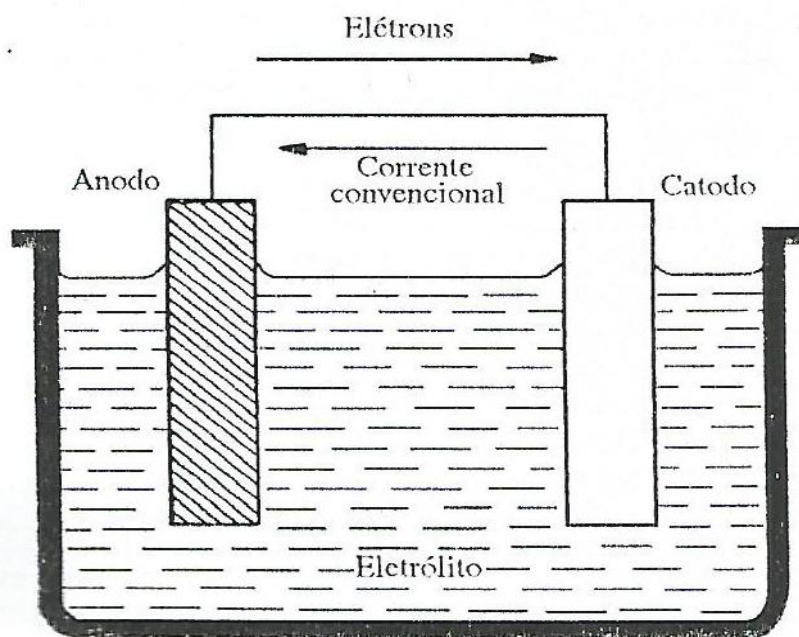


Fonte: (SILVA, S., 2017).

2.4.4 Pilha eletroquímica

Conforme (GENTIL, 2003), ao estudar os processos corrosivos, as pilhas eletroquímicas formadas são de grande importância para compreender a corrosão. O esquema de uma pilha eletroquímica é ilustrado na Figura 27. Basicamente a pilha eletroquímica é composta por anodo, catodo, eletrólito e circuito metálico:

- **Anodo:** eletrodo em que há oxidação (corrosão) e onde a corrente elétrica, na forma de íons metálicos positivos, entra no eletrólito;
- **Eletrólito:** condutor (usualmente um líquido) contendo íons que transportam a corrente elétrica do anodo para o catodo;
- **Catodo:** eletrodo onde a corrente elétrica sai do eletrólito ou o eletrodo no qual as cargas negativas (elétrons) provocam reações de redução;
- **Circuito metálico:** ligação metálica entre o anodo e o catodo por onde escoam os elétrons, no sentido anodo-catodo.

Figura 27 – Pilha eletroquímica

Fonte: (GENTIL, V., 2003).

2.4.5 Potencial de eletrodo

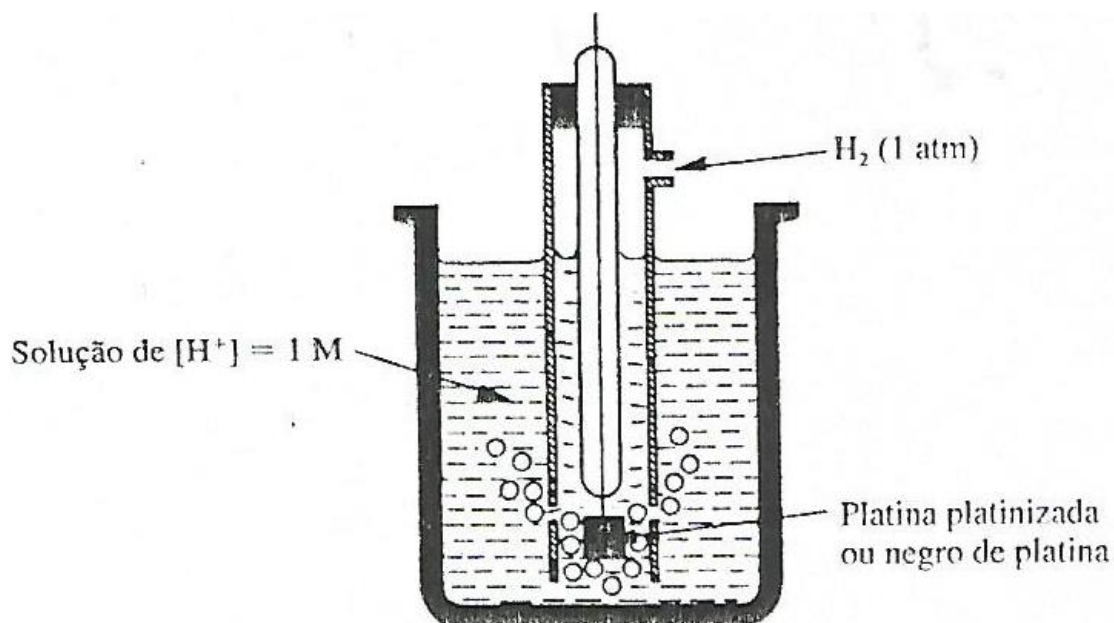
O potencial de eletrodo mostra a tendência de uma reação se passar no eletrodo. Para se determinar o potencial, fixou-se uma concentração dos íons para todas as medidas, pois o potencial varia com a concentração. A concentração fixada como padrão é 1 molal (1 m), usando para fins práticos, contudo, uma solução 1 molar (1 M). O potencial, medido em volt, desenvolvido em um metal imerso em uma solução 1 M de seus íons, é chamado potencial padrão ou potencial normal.

Evidentemente, a medida de um potencial não pode ser realizada sem um valor de referência ou de um potencial padrão. Pode-se medir o potencial de um eletrodo ligando-o a um voltímetro e tomando um segundo eletrodo como referência. Assim, valores relativos de potenciais podem ser determinados experimentalmente usando-se o eletrodo padrão ou normal de hidrogênio que foi escolhido como referência e, arbitrariamente, fixado como tendo potencial zero.

Conforme (GENTIL, 2003), o eletrodo normal de hidrogênio mostrado na Figura 28 é constituído de um fio de platina coberto com platina finamente dividida (negro de platina) que adsorve grande quantidade de hidrogênio. Esse eletrodo é imerso em uma solução 1 M de íons hidrogênios.

O potencial de eletrodo padrão de um elemento é, então, a diferença de potencial expressa em volt entre o elemento e uma solução 1 M de seus íons em relação ao eletrodo normal de hidrogênio. Os potenciais de eletrodo de vários metais foram medidos diretamente, como já explicado, ou calculados a partir de dados termodinâmicos. Esses valores são relacionados na tabela de potenciais de eletrodos padrão.

Figura 28 – Eletrodo normal de hidrogênio



Fonte: (GENTIL, V., 2003).

2.4.6 Polarização

Conforme (MCCAFFERTY, 2010), a polarização eletroquímica, geralmente referida simplesmente como polarização, é a técnica de variar o potencial do eletrodo através da passagem de corrente. Existem três tipos de polarização:

- **Polarização por concentração:** é a polarização causada pela mudança de concentração nos reagentes ou produtos próximos da superfície do eletrodo;
- **Polarização por ativação:** é a polarização causada pela reação catódica lenta do eletrodo, ocorre uma barreira energética à transferência eletrônica;
- **Polarização ôhmica:** é a polarização causada por meio muito resistivo ou quando o anodo está recoberto com óxido.

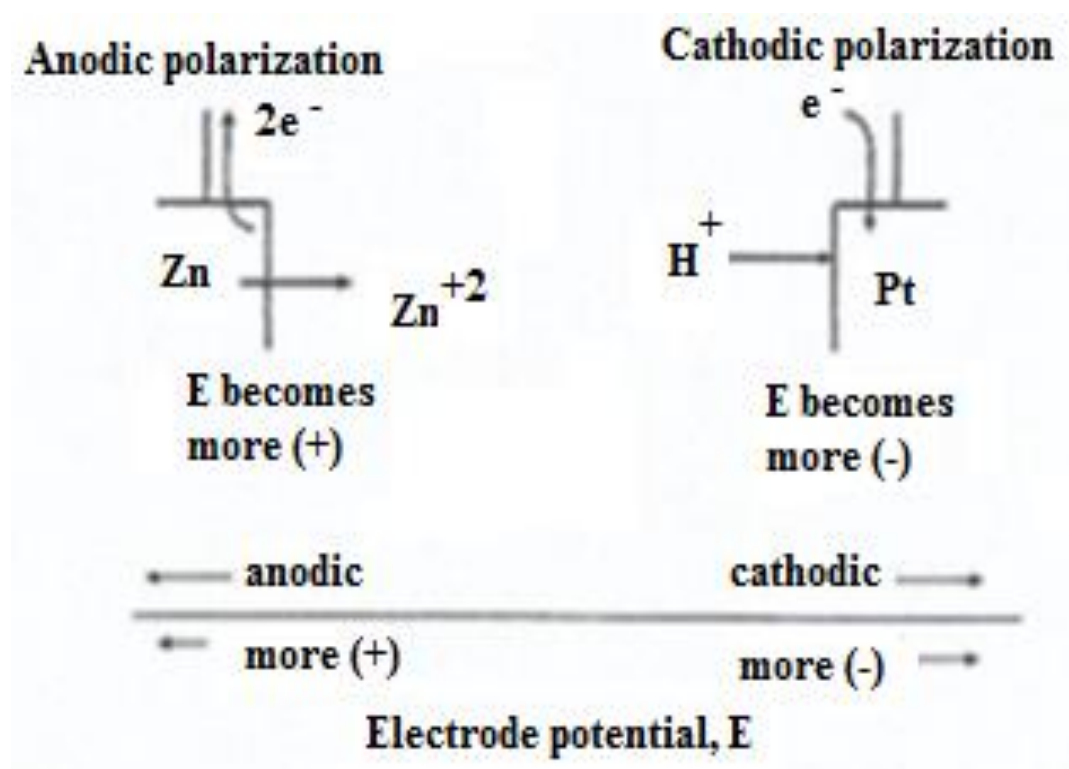
O grau de polarização é definido como sobrevoltagem (ou sobrepotencial) é representado por η :

$$\eta = E - E_0 \quad (7)$$

Onde E é o potencial do eletrodo que depende da corrente aplicada e E_0 é o potencial do eletrodo para o fluxo nulo de corrente (também chamado de potencial de circuito aberto, potencial de corrosão ou potencial de equilíbrio).

De acordo com (MCCAFFERTY, 2010), a polarização anódica é o deslocamento do potencial do eletrodo na direção positiva e a polarização catódica é o deslocamento do potencial do eletrodo na direção negativa, no metal pode ocorrer polarização anódica ou catódica, conforme é mostrado na Figura 29.

Figura 29 – Representação esquemática da polarização anódica e catódica



Legenda:

- Anodic polarization (polarização anódica): Deslocamento do potencial do eletrodo na direção positiva. Potencial do eletrodo (E) tornar-se mais (+);
- Cathodic polarization (polarização catódica): Deslocamento do potencial do eletrodo na direção negativa. Potencial do eletrodo (E) tornar-se mais (-).

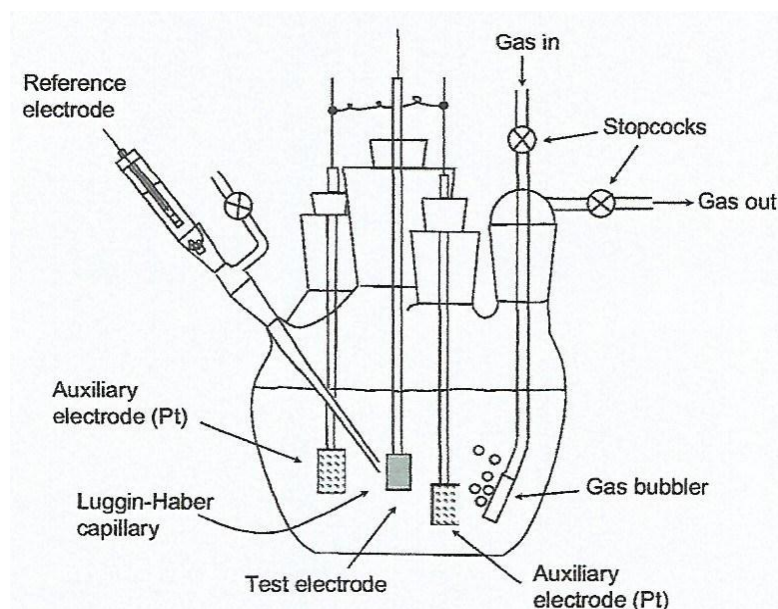
Fonte: (MCCAFFERTY, E., 2010).

O produto $\eta \times i$ é a força que afasta um sistema eletroquímico de um estado de repouso ou equilíbrio. Esse produto será sempre positivo de modo que, quando o potencial varia, o valor do sobrepotencial criado define o comportamento do metal. Se o sobrepotencial η for positivo, circulará pela interface metal-solução uma corrente positiva (corrente anódica), e o metal se corroerá através de uma reação de oxidação. Se o sobrepotencial η for negativo, isto é, se $E < E_0$, uma corrente catódica se estabelecerá, provocando uma reação de redução.

Conforme (GENTIL, 2003), a polarização consiste em realizar uma eletrólise, o corpo-de-prova do material a ser estudado e o meio (eletrólito) em que será feito o ensaio são colocados na chamada célula de polarização, mostrada esquematicamente na Figura 30, na célula procura reproduzir, tanto quanto possível, as condições encontradas na prática.

O ensaio pode ser conduzido a potenciais de eletrodo controlados (medindo-se os valores de corrente em função do potencial aplicado), ou então à corrente de eletrólise controlada (anotando-se os valores de potencial em função da corrente). Representando graficamente a relação $E = f(I)$ ou $I = f(E)$, obtém-se uma curva de polarização.

Figura 30 – Representação esquemática da célula de polarização



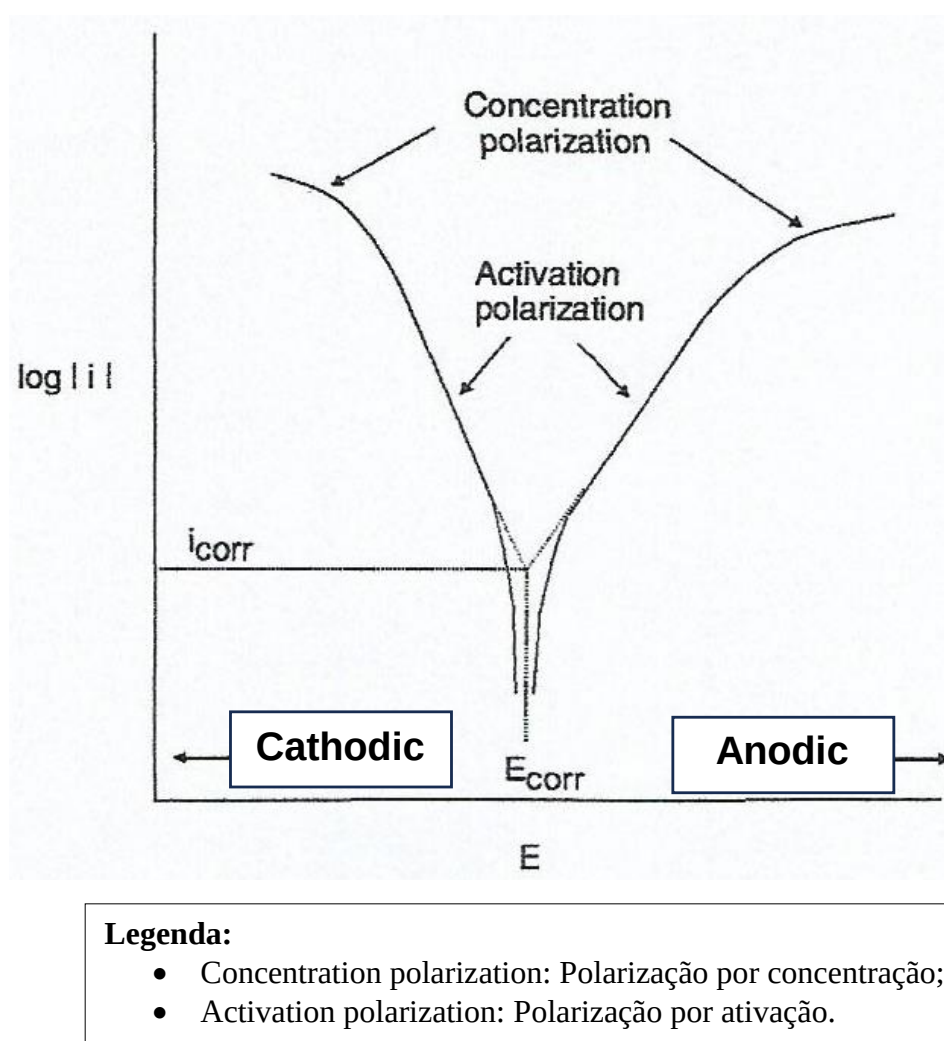
Legenda:

- Reference electrode / Auxiliary electrode: Eletrodo de referência / Eletrodo auxiliar (Pt);
- Luggin-Haber capillary / Test electrode: Capilar / Eletrodo de teste;
- Gas bubbler/ Gas in / Gas out: Borbulhador de gás / Entrada de gás / Saída de gás.

Fonte: (MCCAFFERTY, E., 2010).

Na Figura 31 é ilustrada a curva de polarização sem passivação do metal conforme (MCCAFFERTY, 2010). Através da análise de Tafel, obtém-se o ponto de interseção das duas regiões de Tafel das curvas de polarização, determinando o potencial de corrosão E_{corr} e a corrente de corrosão i_{corr} , neste ponto o sistema está em equilíbrio com o fluxo de corrente mensurável igual a zero ($i_a = |i_c|$). Se há sobretensão anódica a partir do equilíbrio, o fluxo de corrente anódica i_a será aumentado e tornar-se bastante superior à corrente i_c predominando assim a reação anódica (oxidação). No caso de sobretensão catódica, o fluxo de corrente catódica i_c conduz à reação catódica (redução).

Figura 31 – Curva de polarização sem passivação do metal

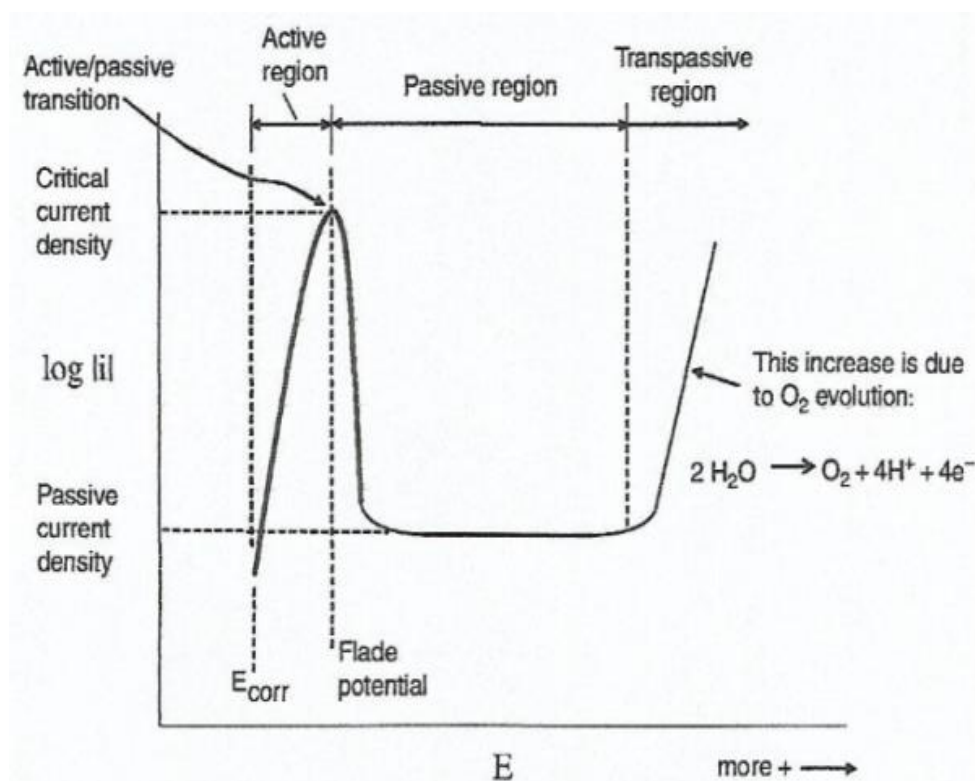


Fonte: (MCCAFFERTY, E., 2010).

Na Figura 32, é ilustrada a curva de polarização com passivação do metal conforme (MCCAFFERTY, 2010). O metal sofre uma transição da região ativa para a região passiva, esse fenômeno é uma característica dos aços inoxidáveis que oxidam

formando uma película protetora de óxido de cromo. Inicia-se com o potencial de corrosão e move na direção anódica (ramo anódico). Quando o potencial correspondente a corrente crítica é atingido, neste ponto ocorre a transição ativa-passiva. Na região passiva a corrente de passivação tende a formar na superfície do metal uma camada protetora de óxido, que com o aumento do potencial vai atingindo o potencial de transpassivação. Na região de transpassivação, o filme de óxido formado durante a passivação do metal será destruído e ocorre o aumento acentuado da corrente elétrica. O potencial de transpassivação também é conhecido como potencial de pite, ou seja, potencial que representa a atividade do pite no metal, caso ocorra destruição da camada passiva devido à ocorrência de pites.

Figura 32 – Curva de polarização anódica com passivação do metal



Legenda:

- Active / passive transition: Transição região ativa / passiva;
- Active region: Região ativa;
- Passive region: Região passiva;
- Transpassive region: Região de transpassivação;
- Critical current density: Densidade de corrente crítica;
- Passive current density: Densidade de corrente passiva;
- Flade potential: Potencial de passivação primária.

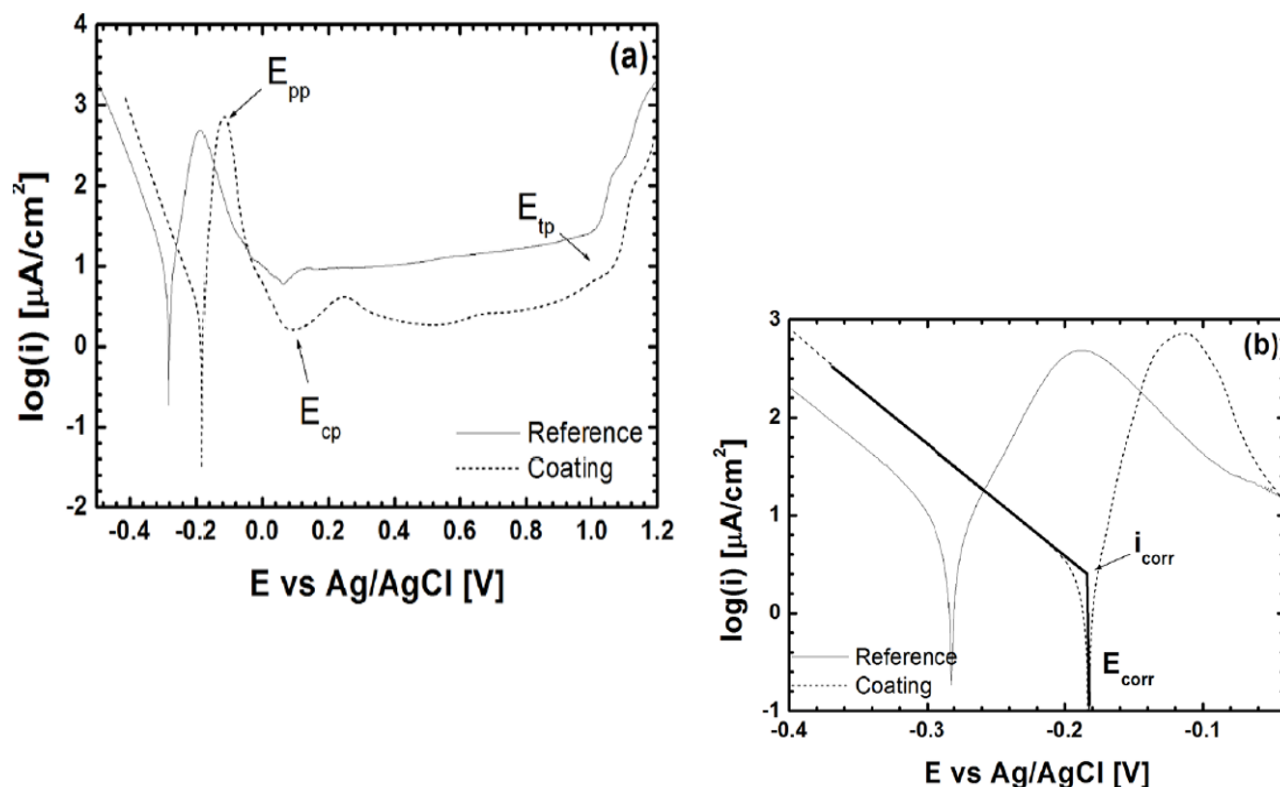
Fonte: (MCCAFFERTY, E., 2010).

2.4.7 Resistência à corrosão

(TROYSI *et al.*, 2019) avalia o comportamento eletroquímico de revestimentos de aço inoxidável austenítico (AISI 304) em solução de H_2SO_4 0,5M, comparando o comportamento eletroquímico do material da haste (antes do processamento) com o comportamento obtido no revestimento produzido.

As curvas de polarização potenciodinâmica obtidas para as amostras são apresentadas na Figura 33, destacando as regiões ativa e passiva do material ensaiado. O potencial de princípio de passivação (E_{pp}), potencial de passivação completa (E_{cp}) e o potencial de transpassivação (E_{tp}) são indicados na Figura 33a, para facilitar a comparação dos resultados na região passiva. O potencial de corrosão (E_{corr}) e a densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) são indicados na Figura 33b, para ilustrar o método de obtenção dos mesmos, e, também, para comparar o comportamento das amostras na região ativa (Tafel).

Figura 33 – Polarização potenciodinâmica



Legenda:

- Reference: Haste consumível (AISI 304);
- Coating: Revestimento.

Fonte: (TROYSI *et al.*, 2019).

Nas Tabelas 1 e 2 é apresentado os parâmetros extraídos das curvas de polarização potenciodinâmica mostradas na Figura 33, para a amostra de referência e o revestimento, respectivamente. Com base nesses resultados, foi possível notar que o comportamento do revestimento foi um pouco mais nobre do que o obtido na amostra de referência, apesar de não apresentar diferenças significativas na taxa de corrosão (i_{corr}), o seu comportamento passivo foi bem superior.

Tabela 1 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região ativa)

(E_{corr} – Potencial de corrosão; i_{corr} – Densidade de corrente de corrosão;
 b_c – Inclinação catódica de Tafel; b_a – Inclinação anódica de Tafel).

Sample	E_{corr} (V/Ag-AgCl)	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	b_c (V/dec)	b_a (V/dec)
Reference	-0.28 (0.07)	17.5 (9.3)	-0.095 (0.01)	0.036 (0.008)
Coating	-0.18 (0.01)	7.0 (9.5)	-0.093 (0.01)	0.030 (0.014)

Fonte: (TROYSI *et al.*, 2019)

Tabela 2 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região passiva)

(E_{pp} – Potencial de princípio de passivação; i_{crit} – Densidade de corrente de crítica;
 E_{cp} – Potencial de passivação completa; i_{pass} – Densidade de corrente de passivação;
 E_{tp} – Potencial de transpassivação).

Sample	E_{pp} (V/Ag-AgCl)	i_{crit} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	E_{cp} (V/Ag-AgCl)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	E_{tp} (V/Ag-AgCl)
Reference	-0.20 (0.08)	660 (200)	0.03 (0.06)	12.3 (1.0)	1.00 (0.10)
Coating	-0.10 (0.02)	530 (250)	0.01 (0.04)	4.6 (2.6)	1.00 (0.10)

Fonte: (TROYSI *et al.*, 2019)

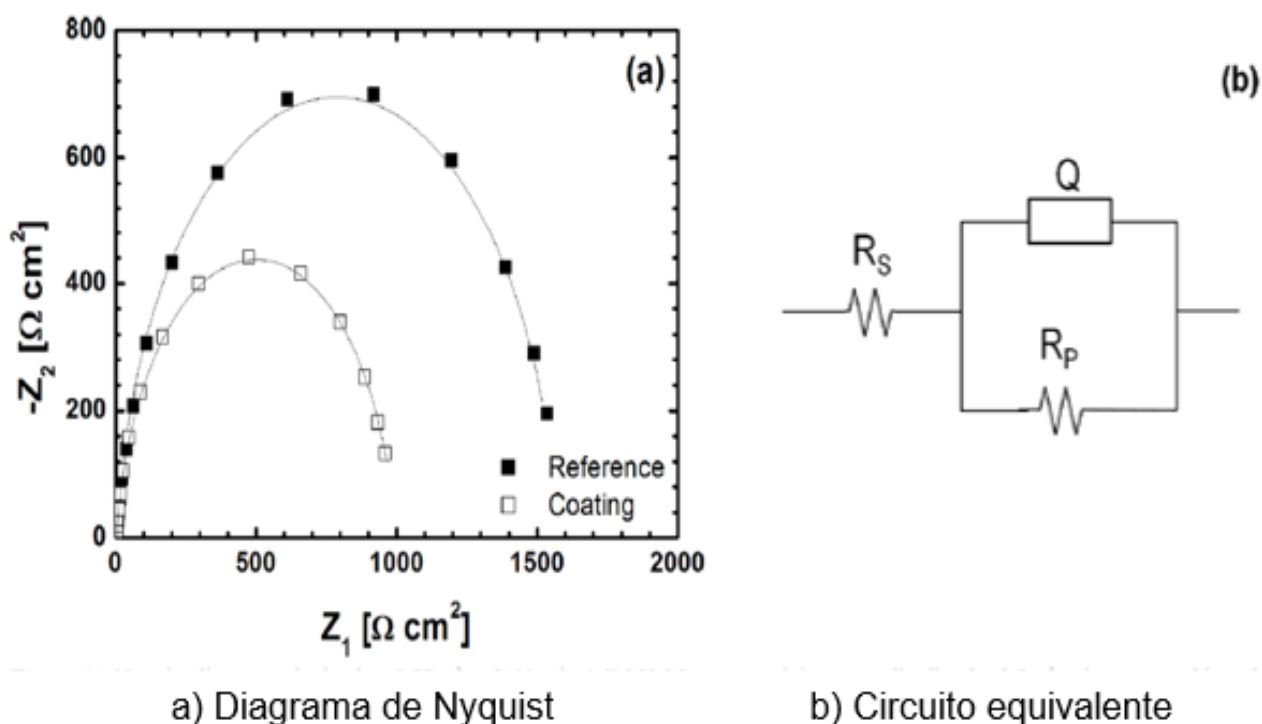
As amostras apresentaram faixas de passividade bem semelhantes, porém, o revestimento apresentou valor mais baixo para a densidade de corrente passiva (i_{pass}) em comparação com a amostra de referência, conforme pode ser observado na Tabela 2. Essa diferença na densidade de corrente passiva indica que um filme passivo mais compacto e denso foi formado no revestimento em comparação com a amostra de referência.

Esse comportamento eletroquímico dos revestimentos está intimamente relacionado com a sua microestrutura, que, normalmente, apresenta grãos finos com distribuição homogênea. De acordo com (GOLLAPUDI, 2012; RALSTON; BIRBILIS,

2010), durante a passivação, o tamanho de grão menor tende a aumentar as taxas de difusão ao longo dos contornos de grãos, formado filmes passivos mais compactos.

Os resultados obtidos nos testes de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS) são apresentados na Figura 34, por meio do Diagrama de Nyquist, juntamente com o modelo de circuito equivalente usado. No circuito equivalente mostrado, R_s é a impedância da solução, R_p é a resistência de polarização e Q é um elemento de fase constante (CPE) introduzido no circuito. O valor obtido para cada um desses parâmetros é mostrado na Tabela 3, para a amostra de referência e o revestimento, respectivamente.

Figura 34 – Espectroscopia de impedância eletroquímica



Fonte: (TROYSI *et al.*, 2019)

Segundo (MCCAFFERTY, 2010), com o valor obtido para a resistência de polarização (R_p) juntamente com as inclinações da reta catódica e anódica na região de Tafel, (b_c) e (b_a), respectivamente, é possível determinar a taxa de corrosão (i_{corr}), usando a Equação 8. Portanto, obtém-se um segundo valor de taxa de corrosão para a amostra de referência ($13,5 \pm 8 \mu A/cm^2$) e o revestimento ($17,0 \pm 8 \mu A/cm^2$). Comparando esses resultados com os valores obtidos na polarização potenciodinâmica, verifica-se uma tendência inversa, ou seja, o valor obtido para o revestimento foi maior que o valor obtido para a amostra de referência, porém, esses valores ainda estão bem próximos.

$$i_{\text{corr}} = \frac{1}{2,303 \times R_p \times \left(\frac{1}{b_a} + \frac{1}{|b_c|} \right)} \quad (8)$$

Onde,

i_{corr} – Densidade de corrente de corrosão;

R_p – Resistência de polarização;

b_a – Inclinação da reta anódica na região ativa (Tafel);

b_c – Inclinação da reta catódica na região ativa (Tafel).

Tabela 3 – Parâmetros de impedância (EIE)

(R_s – Impedância da solução; R_p – Resistência de polarização).

Sample	R_s [Ωcm^2]	R_p [Ωcm^2]	Q [$\times 10^{-4} \text{Fs}^{n-1} \text{cm}^{-2}$]	n
Reference	7.8(1.6)	850(500)	3.7(1.8)	0.94(0.06)
Coating	4.1(1.4)	700(400)	2.1(0.3)	0.88(0.04)

Fonte: (TROYSI *et al.*, 2018)

Conforme apontam estudos anteriores (BARATI; ABBASI; ABEDINI, 2019; GUO *et al.*, 2021; RANJAN; DAS, 2022), o comportamento eletroquímico dos revestimentos é muito sensível à variação do tamanho de grão, portanto, os parâmetros empregados no processo FS influenciam diretamente em sua resistência à corrosão. Segundo (GUO; KWOK; CHAN, 2019a), a resistência à corrosão dos revestimentos pode ser melhorada otimizando a velocidade de rotação usada nos experimentos.

Outras investigações, também estão alinhadas com (TROYSI *et al.*, 2019), apontando que quanto mais fina e homogênea for a granulação obtida na microestrutura dos revestimentos, essa favorece a passivação dos mesmos em ensaios eletroquímicos (usando H_2SO_4 ou NaCl), pois melhora a estabilidade do filme passivo formado sob a superfície dos revestimentos e produz filmes cada vez mais compactos (GUO; KWOK; CHAN, 2018; PULI; JANAKI RAM, 2012a; SINGH; REDDY; RAO, 2015). Esse comportamento associado a microestrutura dos revestimentos é justificado, em vários estudos, pelo o aumento nas taxas de difusão ao longo dos contornos de grãos quando reduz o tamanho de grão (GOLLAPUDI, 2012; RALSTON; BIRBILIS, 2010; RALSTON; FABIJANIC; BIRBILIS, 2011).

3 METODOLOGIA

3.1 Materiais

Os materiais do presente trabalho são chapas de aço carbono (AISI 1020) de 200 x 100 x 8 mm, e barras circulares de aço inoxidável austenítico (AISI 316L) com 12,7 mm de diâmetro e 90 mm de comprimento. A composição química dos materiais é apresentada na Tabela 4.

Tabela 4 – Composição química dos materiais (%)

Material	C	Mn	Cr	Ni	Mo	P	S	Fe
AISI 316L	0.02	1.27	17.1	9.45	1.71	0.03	0.01	bal.
AISI 1020	0.19	0.53	0.03	0.01	0.00	0.02	0.02	bal.

Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2 Procedimento de deposição

O centro de usinagem de controle numérico computadorizado (CNC), ROMI Discover 560, com potência de 11 kW e rotação máxima de 10000 rpm, é usado para produzir os revestimentos de aço inoxidável sobre aço carbono, conforme é ilustrado na Figura 35. Devido se tratar de um equipamento não-dedicado, não há controle da força axial exercida sobre o substrato durante o processamento, ou seja, é possível apenas variar a velocidade de avanço e rotação durante os experimentos.

Com base na investigação de (TROYSE *et al.*, 2019), usando esse mesmo equipamento, depositando aço inoxidável austenítico sobre aço carbono, os parâmetros do processo FS do presente trabalho foram definidos, conforme é mostrado na Tabela 5. Antes do processamento, a haste é faceada no torno mecânico e o substrato é faceado na fresadora, para obter uma condição superficial adequada para o processo FS. De acordo com os parâmetros do processo apresentados na Tabela 5, os revestimentos foram fabricados. Para produzir revestimentos com espessura mais uniforme ao longo do seu comprimento, foi adotado um incremento de deposição em rampa, conforme pode ser observado na Tabela 5. Em todas as condições de processamento, os revestimentos foram produzidos ao longo da direção de laminação da chapa do substrato.

Figura 35 – Equipamento usado



Fonte: Acervo do autor.

Tabela 5 – Parâmetros do processo FS

1° Etapa: Fase de espera (aquecimento da haste com a formação da rebarba (<i>Flash</i>))				
$\vec{V}_{fz, inicial}$	2,5 mm/min (velocidade de avanço constante)			
2° Etapa: Deposição (aço inoxidável sobre aço carbono)				
Velocidade de rotação usada no experimento:				
1300 rpm	1500 rpm	1700 rpm	1900 rpm	2100 rpm
$\vec{V}_{fx}$	$\vec{V}_{fz}$	$\vec{V}_{fzx}$	Velocidade de avanço constante: 190 mm/min	
170	85	190		
$\vec{d}_x$	$\vec{d}_z$	d_z/d_x	Incremento de deposição em rampa: 0,5	
50	25	0,5		
3° Etapa: Após deposição (para facilitar a remoção da haste sem danificar o revestimento)				
$\vec{V}_{fz, final}$	10 mm/min (velocidade de avanço constante)			
$\vec{d}_z$	0,4 mm (deslocamento da haste)			

Fonte: Elaborado pelo autor.

3.3 Medição de temperatura

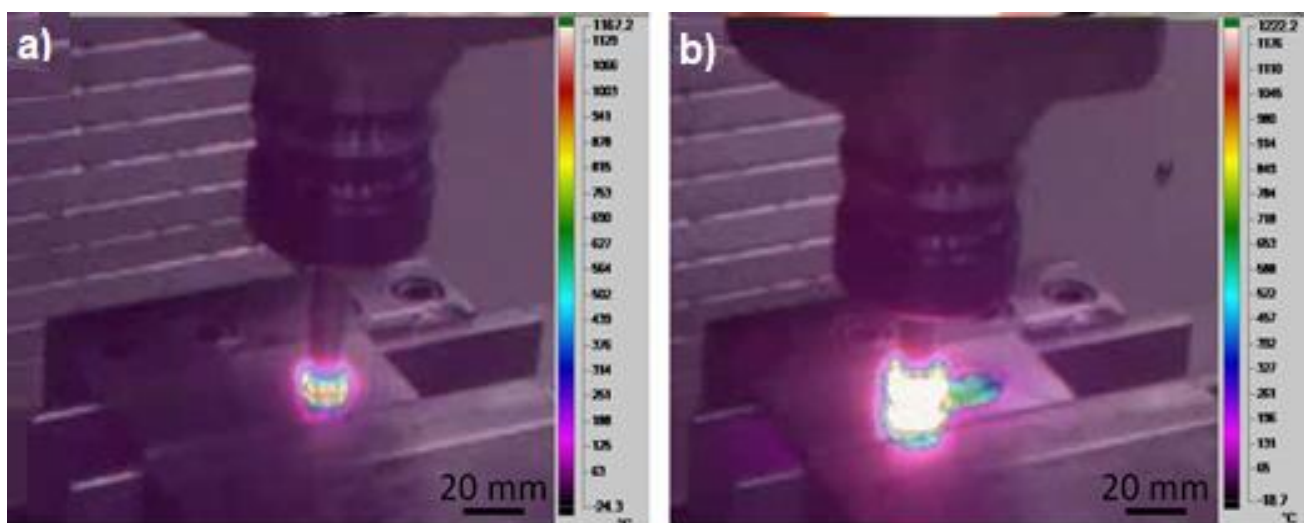
A temperatura durante todo o processo FS foi monitorada utilizando uma câmera termográfica Fluke Ti450 (precisão $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, sensibilidade térmica $\leq 0,03\text{ }^{\circ}\text{C}$ e faixa de temperatura calibrada entre $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$). A câmera durante os experimentos foi fixada em um tripé colocado a uma distância constante de 0,8 m do centro de usinagem CNC, como em investigações anteriores (SILVA, A. P. *et al.*, 2022; SILVA, K. H.S. *et al.*, 2020; TROYSI *et al.*, 2019).

Essa câmera termográfica Fluke Ti450 permite a aquisição de distribuições espaciais de temperatura em todo o seu campo visual, e, a variação de temperatura pode ser acompanhada durante o registro do experimento, conforme é ilustrado na Figura 36, mostrando o aumento de temperatura devido ao contato inicial da haste com o substrato (ver Fig. 36a), e as pequenas variações na temperatura que ocorrem durante a fase de deposição (ver Fig. 36b).

Em todos os experimentos, a temperatura máxima registrada ocorreu na região da interface (haste/substrato), que pode ser considerada a temperatura real de deposição. Com base nessas medições de temperatura, o ciclo térmico que o material é submetido durante o processo FS é obtido para cada velocidade de rotação usada no experimento. Para cada velocidade de rotação do experimento, foi determinado a temperatura média na fase de deposição, denominando-a como temperatura de deformação ($T_{\text{Média}}$).

Figura 36 – Informações termográficas do processo (FS)

a) aumento de temperatura após o contato inicial; b) deposição do revestimento.



Fonte: Câmera termográfica Fluke (Ti450).

3.4 Análise metalográfica

Os revestimentos assim produzidos, são avaliados quanto a sua microestrutura (fase, granulação e homogeneidade). Na Figura 37 é ilustrado a região na qual foi feita a microscopia ótica, trata-se de uma superfície de topo, mais precisamente, na região central do revestimento. Devido a condição superficial obtida no processo, antes da preparação metalográfica, foi necessário realizar uma limpeza superficial das amostras na fresadora.

Figura 37 – Microscopia ótica no topo do revestimento



Fonte: Acervo do autor.

Cada amostra foi submetida ao corte transversal na cortadora metalográfica (TECLAGO/CM 80), em seguida, embutida a quente com baquelite para o processo de lixamento. As amostras foram lixadas sucessivamente com lixas de granulometria cada vez menor, mudando-se de direção (90°) em cada lixa subsequente até desaparecerem os traços da lixa anterior. O processo de lixamento foi manual e úmido, a sequência de lixas usadas no trabalho metalográfico foi 220, 320, 400, 600, 1200 mech, respectivamente. Após o lixamento, realizou-se uma limpeza das amostras com álcool etílico.

O polimento foi feito na politriz (AROTEC/AROPOL 2V), e o agente polidor usado foi a pasta de diamante de (1 μ), em cada amostra foi obtido um acabamento superficial polido e isento de marcas. Após o polimento, cada amostra foi limpa com álcool etílico e seca com o secador, e, em seguida, foi feito o ataque químico para visualizar os contornos de grãos e as diferentes fases na microestrutura.

Na amostra do revestimento foi feito vários ataques químicos, sendo o reagente (10 ml de ácido nítrico (HNO₃), 10 ml de ácido acético (CH₃COOH), 15 ml de ácido

clorídrico (HCl) e duas gotas de glicerol (C₃H₈O₃)), que apresentou o melhor resultado, por meio de imersão de 8 à 15 segundos. Adicionalmente, foi feito também o ataque eletrolítico com Ácido Oxálico 10%, aplicando-se uma corrente de 200 mA com o tempo de exposição variando de 2:30 à 3:00 min.

A amostra atacada foi levada ao microscópio ótico (MO), Carl Zeiss Axion modelo Lab. A1 com o software Axion vision SE 64, para obter as micrografias dos revestimentos, em função da velocidade de rotação usada. Adicionalmente, também é feito uma análise de Espectroscopia de Raios-X por Dispersão em Energia (EDS) ao longo da espessura dos revestimentos em sua seção transversal, por meio do microscópio eletrônico de varredura (MEV), JEOL modelo JSM-IT 300 com o software IT 300, detector (OXFORD/X-Max^N) combinado com o software Aztec, para verificar se houve alguma variação nos teores de (Cr, Ni e Mo) do material da haste, e, por meio de uma análise em linha obter os perfis de concentração dos elementos (Fe, Cr, Ni e Mo). O comprimento da linha foi de 10 µm, com ampliação de 1000x e tempo de aquisição de 8 min, para todas as amostras analisadas.

Com base nas micrografias obtidas, é possível determinar o tamanho médio de grão (d), por meio do método do intercepto (Heyn), no qual é traçado uma linha reta ao longo da fotomicrografia, e, em seguida, é contado o número de grãos ou de contornos de grãos que foram interceptados por essa linha, conforme as Equações 9 e 10 (ASTM INTERNATIONAL, 2010).

$$\bar{L} = \frac{1}{N_L} = \frac{\left(\frac{L_T}{M}\right)}{N} \quad (9)$$

$$d = \frac{\bar{L}_1 + \bar{L}_2 + \bar{L}_3 + \dots \dots \bar{L}_n}{n} \quad (10)$$

Onde,

$\bar{L}$ – Comprimento do intercepto médio linear;

N_L – Número de interceptos por unidade de comprimento;

L_T – Comprimento total da linha;

M – Aumento;

N – Número de grãos ou contornos de grãos interceptados pela linha;

d – Tamanho médio de grão.

3.5 Parâmetro Zener-Hollomon (Z)

Para determinar o valor do parâmetro (Z), em função da velocidade de rotação, é necessário conhecer a taxa e temperatura de deformação do experimento. A taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) é calculada conforme a Equação (11). De acordo com a Equação 11, é necessário determinar a largura e espessura média dos revestimentos e, também, informar a velocidade de rotação usada.

$$\dot{\epsilon} = \frac{R_m \cdot 2\pi r_e}{L_e} \quad (11)$$

Onde,

R_m – Metade da velocidade de rotação da haste [rps];

r_e – Metade da largura média dos revestimentos [mm];

L_e – Espessura média dos revestimentos [mm].

A largura e a espessura dos revestimentos foram avaliadas em sua região central, usando um paquímetro digital (Digimess-100178BL, 300 mm, 0,01 mm), em função da velocidade de rotação do experimento. Dessa forma, obtém-se três valores de largura e espessura para cada revestimento, em seguida, calcula-se a média e aplica-se o valor na Equação 25, para calcular a taxa de deformação do experimento.

Com os dados de temperatura adquiridos na seção 3.3, foi possível determinar a temperatura de deformação do processo, como sendo a temperatura média na fase de deposição ($T_{Média}$). Com a taxa e temperatura de deformação determinadas, considerando que a energia de ativação da liga 316L é igual à 460 [kJ/mol] (MCQUEEN HJ *et al.*, 2002), e a constante universal dos gases é igual à 8,314 [J/mol.K], o parâmetro Zener-Hollomon (Z) do processo foi calculado, usando a Equação (12).

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (12)$$

Onde,

$\dot{\epsilon}$ – Taxa de deformação [s^{-1}];

Q – Energia de ativação para a deformação a quente;

R – Constante universal dos gases;

T – Temperatura de deformação [K].

Com os valores do parâmetro (Z) e os seus respectivos tamanhos de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}), obtidos na seção 3.4, é possível avaliar a influência dos parâmetros do processo sobre a microestrutura obtida, investigando o comportamento da recristalização dinâmica durante o processo.

3.6 Análise de microdureza

O método de preparação da amostra empregado na análise metalográfica para obter um acabamento superficial polido isento de marcas, foi também usado na medição de dureza. A microdureza Vickers foi avaliada nos revestimentos, usando o microdurômetro Shimadzu HMV-2T com carga de 490,3 mN (HV 0,05) e tempo de aplicação de carga de 20 s.

Na superfície de topo dos revestimentos (ver Fig. 37), ao longo do seu sentido longitudinal, foram feitas 10 medições de dureza, com espaçamento de $\Delta x = 1,5$ mm entre as medições. Ao longo do seu sentido transversal, foram feitas 9 medições de dureza, com esse mesmo espaçamento. Na seção transversal dos revestimentos, ao longo de sua espessura, foram feitas 12 medições de dureza, com espaçamento de $\Delta x = 0,1$ mm entre as medições, para verificar possíveis transformações de fases da austenita, que, normalmente, provocam um aumento acentuado de dureza.

Em relação a haste (AISI 316L), como recebido, ao longo de sua seção transversal, foram feitas 13 medições de dureza, com espaçamento de $\Delta x = 1,0$ mm entre as medições, abrangendo as extremidades da barra.

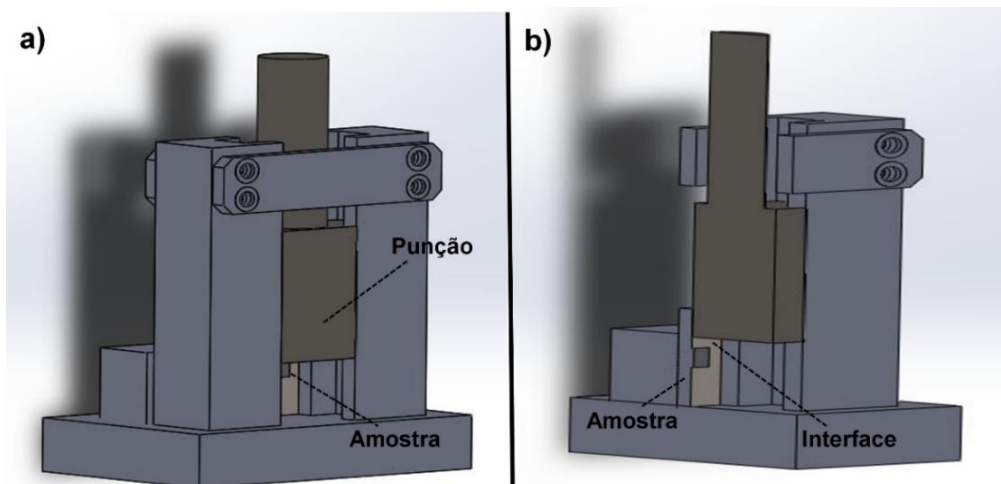
3.7 Ensaio de cisalhamento

Para submeter o revestimento ao cisalhamento puro na região da interface, foi desenvolvida uma matriz de cisalhamento (ver Fig. 38) de acordo com a geometria do revestimento. Essa matriz foi acoplada na máquina de tração convencional (ver Fig. 39a), para que o esforço de compressão induzisse tensões cisalhantes na região da interface das amostras. Um total de três ensaios foram realizados para cada revestimento, obtendo-se assim o diagrama força-deslocamento das amostras, e os respectivos valores da carga máxima cisalhante resistida ($F_{m\acute{a}x.}$).

Devido à espessura dos revestimentos variar bastante com a velocidade de rotação do experimento, foi necessário adotar parafusos de ajustes na matriz de cisalhamento,

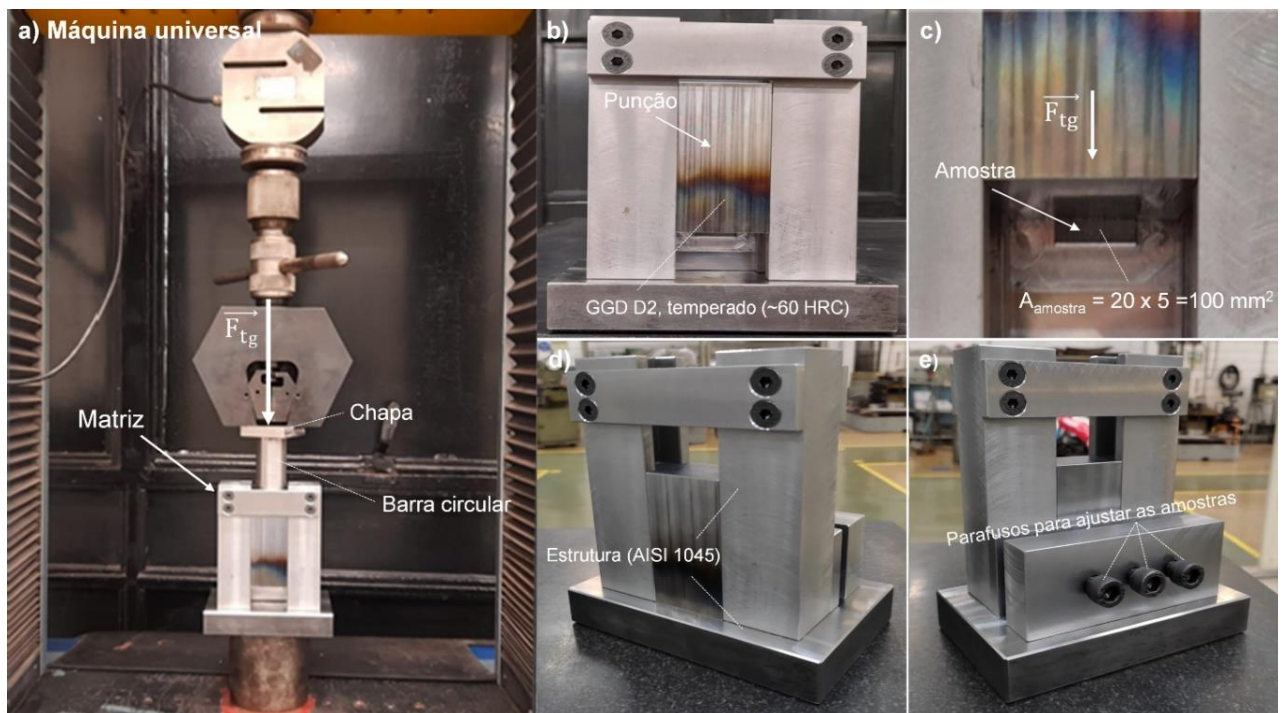
conforme é mostrado na Figura 39e. Na Figura 39c é mostrada a dimensão das amostras para o ensaio de cisalhamento ($20 \times 5 = 100 \text{ mm}^2$), que foi determinada de acordo com a geometria do revestimento e capacidade da máquina. Os materiais usados na fabricação da matriz foram o aço (GGD D2), temperado com dureza de 60 HRC, para o punção (ver Fig. 39b), e o aço (AISI 1045) para a sua estrutura (ver Fig. 39d). De acordo com a norma E8/E8M, a velocidade empregada no ensaio foi de 4,545 mm/min.

Figura 38 – Matriz de cisalhamento



Fonte: Acervo do autor.

Figura 39 – Ensaio de cisalhamento



Fonte: Acervo do autor.

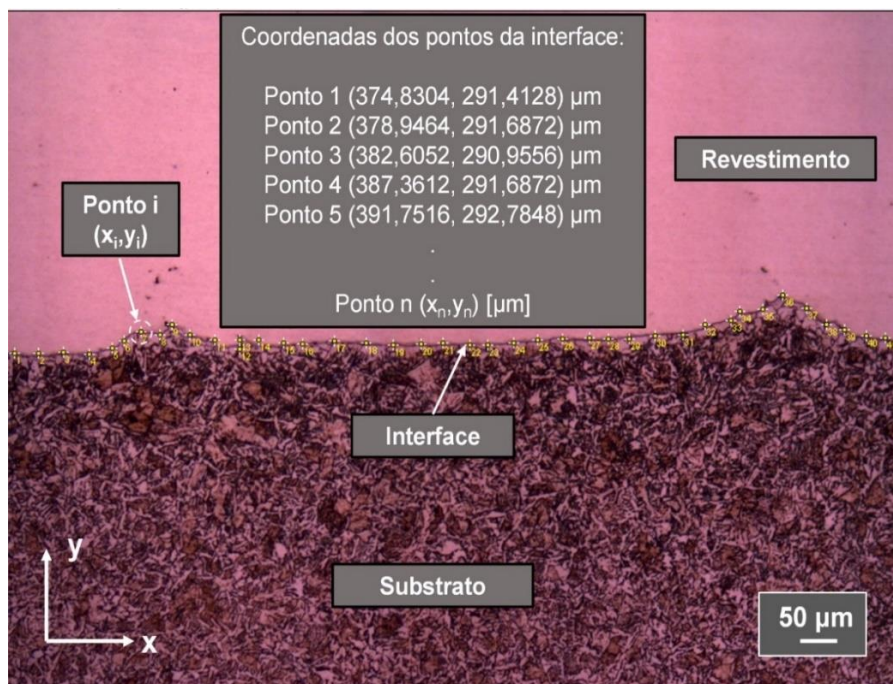
3.8 Análise da rugosidade na região da interface

O procedimento metalográfico descrito no item 3.4, foi adotado na obtenção das amostras, porém, os cortes foram realizados na seção transversal dos revestimentos, com o propósito de investigar o comportamento da região da interface. Para visualizar o contorno da interface foi feito um ataque químico com Nital 2% na região do substrato, lembrando que o aço inoxidável é inerte a esse ataque.

A amostra atacada foi levada ao microscópio ótico (MO), com ampliação de 100x, para obter várias micrografias ao longo da linha da interface. Com a união dessas imagens foi possível descrever o perfil de rugosidade na região da interface, para cada velocidade de rotação usada no experimento.

Na Figura 40 é mostrada a micrografia da amostra produzida com a velocidade de rotação de 1500 rpm, destacando as regiões do revestimento, da interface e do substrato. De acordo com a Figura 40, os pontos em amarelo, descrevem a linha da interface, portanto, obtendo as coordenadas desses pontos, no software gráfico é possível traçar o perfil de rugosidade da interface. As coordenadas dos pontos são referenciadas pelo o sistema de referência (x,y) na extremidade inferior do lado esquerdo da Figura 40.

Figura 40 – Interface (revestimento/substrato)



Fonte: Acervo do autor.

Com os perfis de rugosidade da região da interface, determinou-se os parâmetros de rugosidade Ra, Rq e Rz, conforme as Equações 13, 14 e 15.

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |z - l_m| dx = \frac{1}{n} \sum_{i=0}^n |z_i - l_m| \quad (13)$$

$$Rq^2 = \frac{1}{L} \int_0^L (z - l_m)^2 dx = \frac{1}{n} \sum_{i=0}^n (z_i - l_m)^2 \quad (14)$$

$$Rz = \frac{Z_1 + Z_2 + Z_3 + Z_4 + Z_5}{5} \quad (15)$$

Onde,

n – Número de pontos avaliados no perfil de rugosidade;

y_i – Ordenada do ponto no perfil de rugosidade;

l_m – Linha média (média das ordenadas dos pontos);

Z_i – Rugosidade parcial;

Parâmetro de rugosidade (Ra): É a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas dos afastamentos dos pontos do perfil de rugosidade, em relação a linha média, dentro do percurso de medição l_m ;

Parâmetro de rugosidade (Rq): A raiz quadrada da média dos quadrados das ordenadas do perfil de rugosidade em relação à linha média em um comprimento l de avaliação;

Parâmetro de rugosidade (Rz): É a média aritmética dos 5 valores da rugosidade parcial Z_i . A rugosidade parcial Z_i é definida como a soma dos valores absolutos das ordenadas dos pontos de maiores afastamentos (acima e abaixo da linha média) existentes dentro de um comprimento da amostragem l_e . Graficamente, este valor representa a altura entre os pontos máximo e mínimo do perfil, dentro do comprimento de amostragem l_e .

Analisando graficamente os perfis de rugosidade e as micrografias obtidas, em função da velocidade de rotação usada no experimento, é possível avaliar a influência dos intertravamentos mecânicos da região da interface sobre a adesão dos revestimentos, correlacionando os parâmetros de rugosidade (Ra, Rq e Rz) com a sua resistência ao cisalhamento.

3.9 Ensaio de corrosão eletroquímica

A análise da resistência à corrosão é realizada na superfície de topo dos revestimentos, por meio da exposição à solução de ácido sulfúrico 0,5M H_2SO_4 e cloreto de sódio 0,6M NaCl, usando uma cuba eletrolítica. O propósito é avaliar a influência da microestrutura sobre o comportamento eletroquímico. As amostras a serem analisadas são extraídas na região central dos revestimentos e, em seguida, são embutidas a quente. Em cada amostra é feito um furo no lado oposto da superfície que será exposta durante o ensaio, para soldar o fio que será ligado ao potenciostato. Em seguida, as amostras são lixadas seguindo essa sequência de lixas (220, 320, 400, 600 e 1200 mech), após o lixamento, é feito o polimento na politriz (AROTEC/AROPOL 2V), usando pasta de diamante de (1μ), com o objetivo de remover o efeito da deformação superficial.

O equipamento empregado na realização dos ensaios de corrosão eletroquímica é um potenciostato IVIUM VERTEX, acoplado a um microcomputador e a célula eletroquímica, que, por sua vez, está sendo montada no interior de uma cuba eletrolítica contendo 300 ml da solução de 0,5M H_2SO_4 ou 0,6M NaCl, dependendo do ensaio. A montagem da célula de corrosão é realizada em configuração de três eletrodos, quais sejam: eletrodo de trabalho (amostra), contra-eletrodo (grafita) e eletrodo de referência (Ag/AgCl). A área da amostra exposta ao eletrólito, em cada situação, é registrada por meio de uma fotografia, e, em seguida, essa fotografia será analisada em um software, para quantificar o seu valor.

As análises eletroquímicas, normalmente, têm início com o monitoramento por 1,5 h do potencial de circuito aberto com o tempo. Uma vez estabilizado o comportamento do potencial formado entre a amostra e solução, será realizado o teste de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) à tensão constante (no valor do potencial estabilizado) com varredura de frequências entre 100,000 a 0,01 Hz e amplitude do sinal de excitação de 0,01V. O objetivo dessas medições é modelar as características da dupla camada elétrica formada entre a superfície metálica e o eletrólito, o que pode auxiliar no delineamento dos mecanismos de corrosão dos materiais a serem estudados.

Concluídas as medições, é realizado o teste de polarização potenciodinâmica (PP) com velocidade de varredura igual a 0,2 mV/s com início de varredura de -0,25V em relação ao valor estabilizado do potencial de circuito aberto e final de varredura a ser definido durante a execução dos testes.

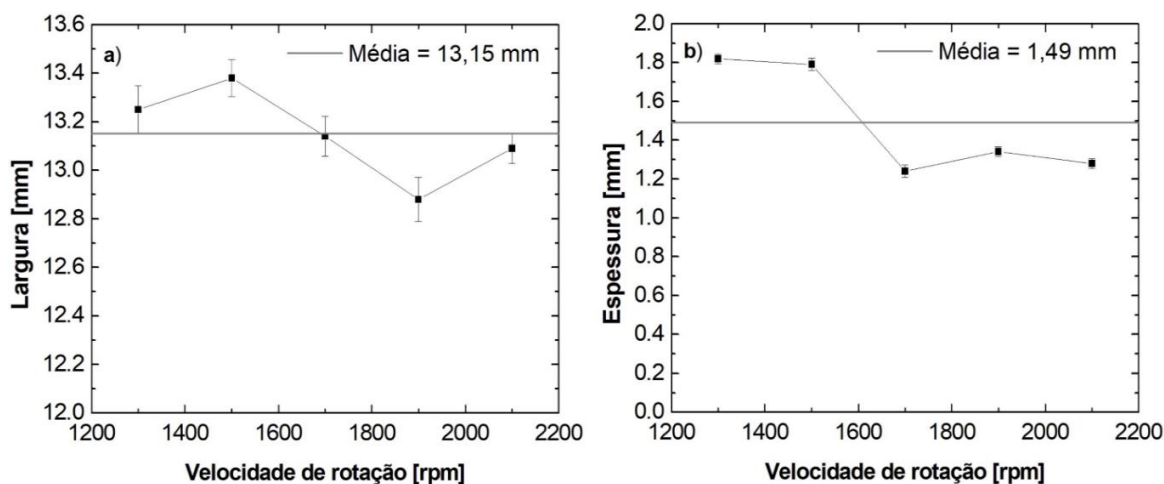
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Geometria dos revestimentos

De acordo com a Figura 41, as propriedades geométricas (espessura e largura) dos revestimentos variaram com o aumento da velocidade de rotação usada no experimento. O aumento na velocidade de rotação resultou em uma redução na largura e espessura média dos revestimentos produzidos, significando uma diminuição na transferência metálica total, pois o volume do revestimento foi reduzido, o que está de acordo com investigações anteriores (RAFI *et al.*, 2010; TROYSI *et al.*, 2019). Vale a pena ressaltar, que em todos os casos, a largura média dos revestimentos excedeu o diâmetro da haste consumível (12,7 mm), conforme pode ser observado na Figura 41a, é bem conhecido na literatura, que a largura do revestimento em relação ao diâmetro da haste consumível depende dos parâmetros usados no processo (PRABHAKAR *et al.*, 2022).

A diminuição da largura do revestimento é explicada com base na redução do plano de contato entre a haste consumível e o substrato em função da velocidade de rotação usada (LIU *et al.*, 2008). Em relação à diminuição da espessura, já pode ser explicada pelo aumento do aporte térmico associado às velocidades de rotação mais elevadas, que, na maioria dos casos, aumenta a temperatura na interface (haste/substrato), levando a um maior efeito de forjamento nos revestimentos (GANDRA *et al.*, 2014; SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021). O aumento da largura, ao variar a velocidade de rotação de 1900 rpm para 2100 rpm, pode ser explicado pela a maior deformação da haste.

Figura 41 – Geometria dos revestimentos em função da velocidade de rotação



Fonte: Elaborado pelo autor.

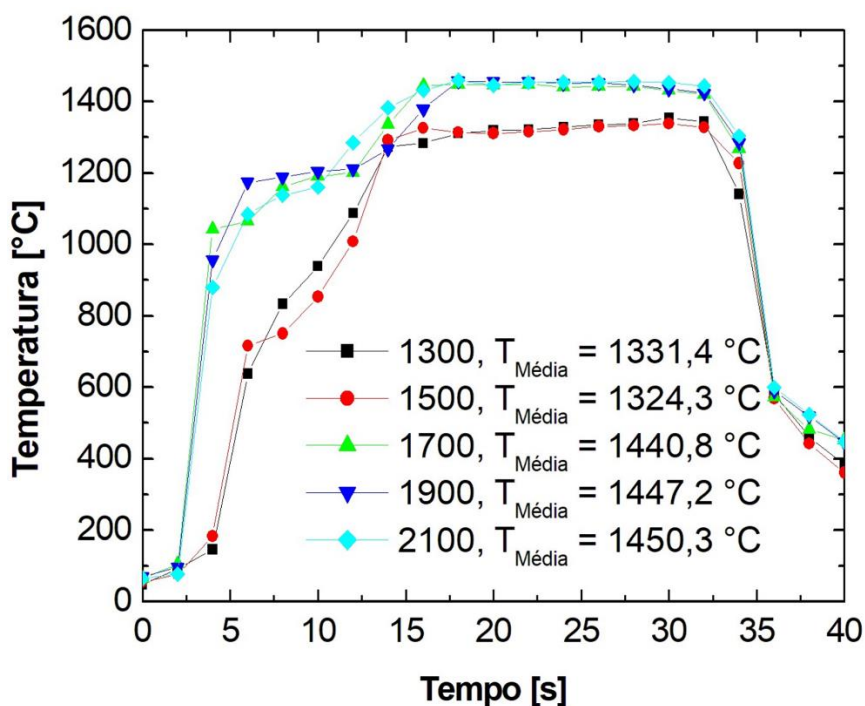
4.2 Ciclo térmico

Na Figura 42 é mostrado o ciclo térmico que o revestimento é submetido durante o processo FS, para cada velocidade de rotação usada no experimento, destacando a temperatura média obtida na fase de deposição, $T_{\text{Média}}$, calculada no intervalo de tempo de 16 a 32 s. Os diagramas mostrados na Figura 42 foram elaborados a partir de dados de temperatura obtidos na região da interface durante o processamento.

Com base na Figura 42, é possível notar que as amostras produzidas com as velocidades de rotação de 1700 rpm, 1900 rpm e 2100 rpm apresentaram maior temperatura de deposição média ($T_{\text{Média}}$), em comparação, com as amostras produzidas com as velocidade de rotação de 1300 rpm e 1500 rpm, evidenciando claramente a influência positiva da velocidade de rotação sobre o aporte térmico durante o processo (FS), o que está de acordo com investigações anteriores (SEIDI; MILLER, 2020).

No processo FS, normalmente, os ciclos térmicos seguem um padrão típico, no qual as temperaturas aumentam rapidamente após o contato inicial da haste consumível com o substrato e formação do *flash* na ponta da haste (ver Fig. 36a e 42), em seguida, com o movimento da haste, evolui para um estado quase estacionário, sem variações significativas de temperatura (ver Fig. 36b e 42) (KALLIEN *et al.*, 2020).

Figura 42 – Ciclo térmico do processo (FS) em função da velocidade de rotação



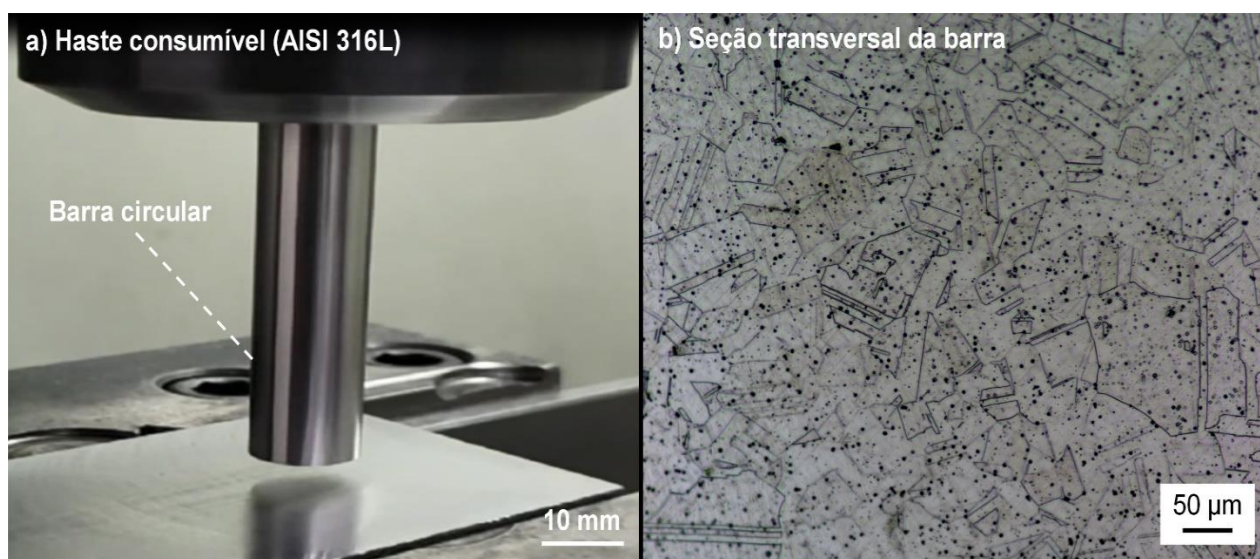
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3 Metalografia

A microestrutura da haste consumível, na condição como recebido, foi analisada na seção transversal da barra, conforme é ilustrado na Figura 43a. Na Figura 43b é mostrado a microestrutura da haste, com o tamanho de grão médio determinado pelo o método do intercepto superior a 50 μm .

Com base na Figura 43b, é possível observar que a microestrutura da haste é homogênea (fase γ), com grãos equiaxiais, e apresenta contornos de macla, que estão associados ao seu processo de fabricação, que normalmente consiste em deformação plástica seguido de recozimento, formando assim as maclas de recozimento nos materiais com estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC), que é o caso particular da liga 316L usada no trabalho.

Figura 43 – Microestrutura da haste consumível



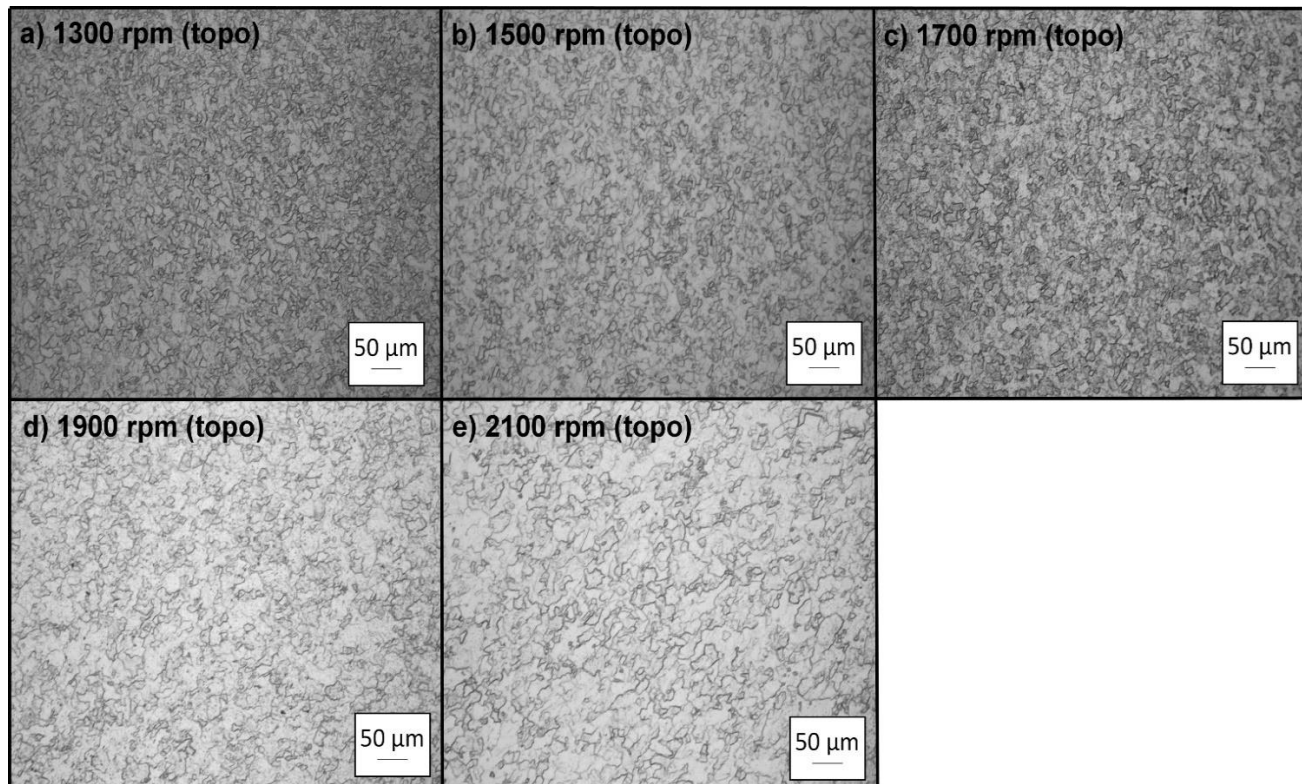
Fonte: Acervo do autor.

Na Figura 44 é mostrado a microestrutura obtida nos revestimentos em função da velocidade de rotação usada. Em todas as amostras analisadas no topo do revestimento, foi possível perceber que a microestrutura obtida apresentou uma granulação mais fina, em comparação, com a granulação do material da haste, conforme pode ser observado comparando as Figuras 43b e 44.

Esse resultado é justificado pelo refinamento de grãos severo que o material é submetido durante a recristalização dinâmica do processo (DAMODARAM *et al.*, 2021; GUO; KWOK; CHAN, 2019a; PULI; JANAKI RAM, 2012b), que, na maioria dos casos,

reduz consideravelmente o tamanho de grão obtido na microestrutura dos revestimentos, conforme pode ser observado, analisando as microestruturas apresentadas na Figura 44.

Figura 44 – Desenvolvimento microestrutural do processo (FS)



Fonte: Acervo do autor.

Em cada amostra, o tamanho médio de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}) foi determinado pelo o método do intercepto, em uma área total de $1,028 \text{ mm}^2$. O número de grãos ou contornos de grãos (N) interceptados pela linha foi superior a 200, para todas as amostras analisadas. O desvio padrão correspondente à determinação do tamanho de grão foi calculado com base na norma ASTM E-112 (ASTM INTERNATIONAL, 2010)

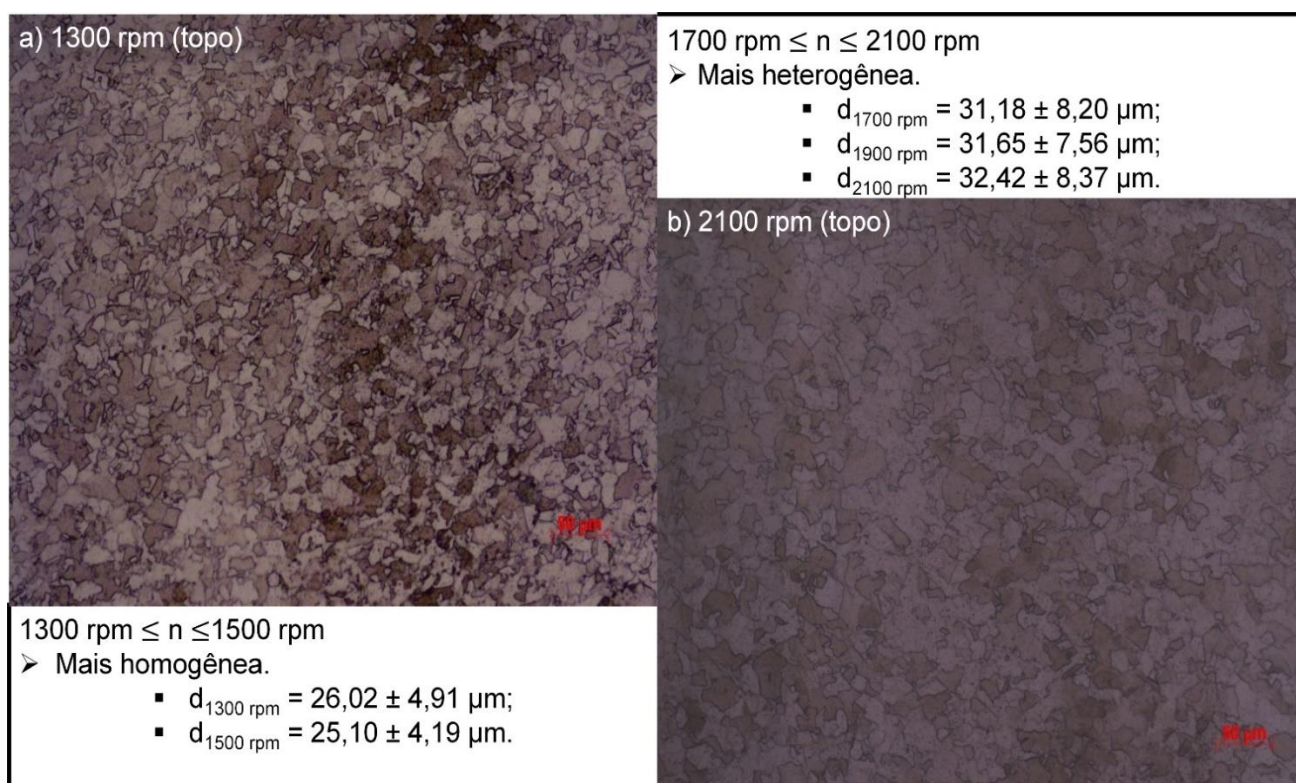
Na Figura 45 é mostrado a evolução microestrutural que ocorre ao variar a velocidade de rotação de 1300 rpm para 2100 rpm, com os seus respectivos tamanho de grão médio, d_{DRX} . De acordo com a Figura 45, o aumento na velocidade de rotação do experimento produziu uma distribuição mais heterogênea no tamanho dos grãos, com grãos relativamente grandes misturados com grãos muito pequenos, o que contribuiu para o aumento no tamanho médio dos grãos.

A heterogeneidade da microestrutura (em relação ao tamanho dos grãos) também foi evidenciada pelo desvio padrão relativamente maior obtido para as amostras 1700

rpm, 1900 rpm e 2100 rpm, respectivamente, que, por sua vez, foram submetidas a um maior aporte térmico, comparado com as amostras de 1300 rpm e 1500 rpm, conforme pode ser observado na Figura 42, o que justifica o crescimento de grãos, devido ao aumento de temperatura.

Portanto, nesse experimento a amostra de 1500 rpm foi a que apresentou a granulação mais fina e homogênea ($25,1 \pm 4,19 \mu\text{m}$), entre as amostras ensaiadas, e a amostra de 1300 rpm apresentou uma microestrutura com características semelhantes, conforme pode ser observado na Figura 45.

Figura 45 – Evolução microestrutural de 1300 rpm para 2100 rpm



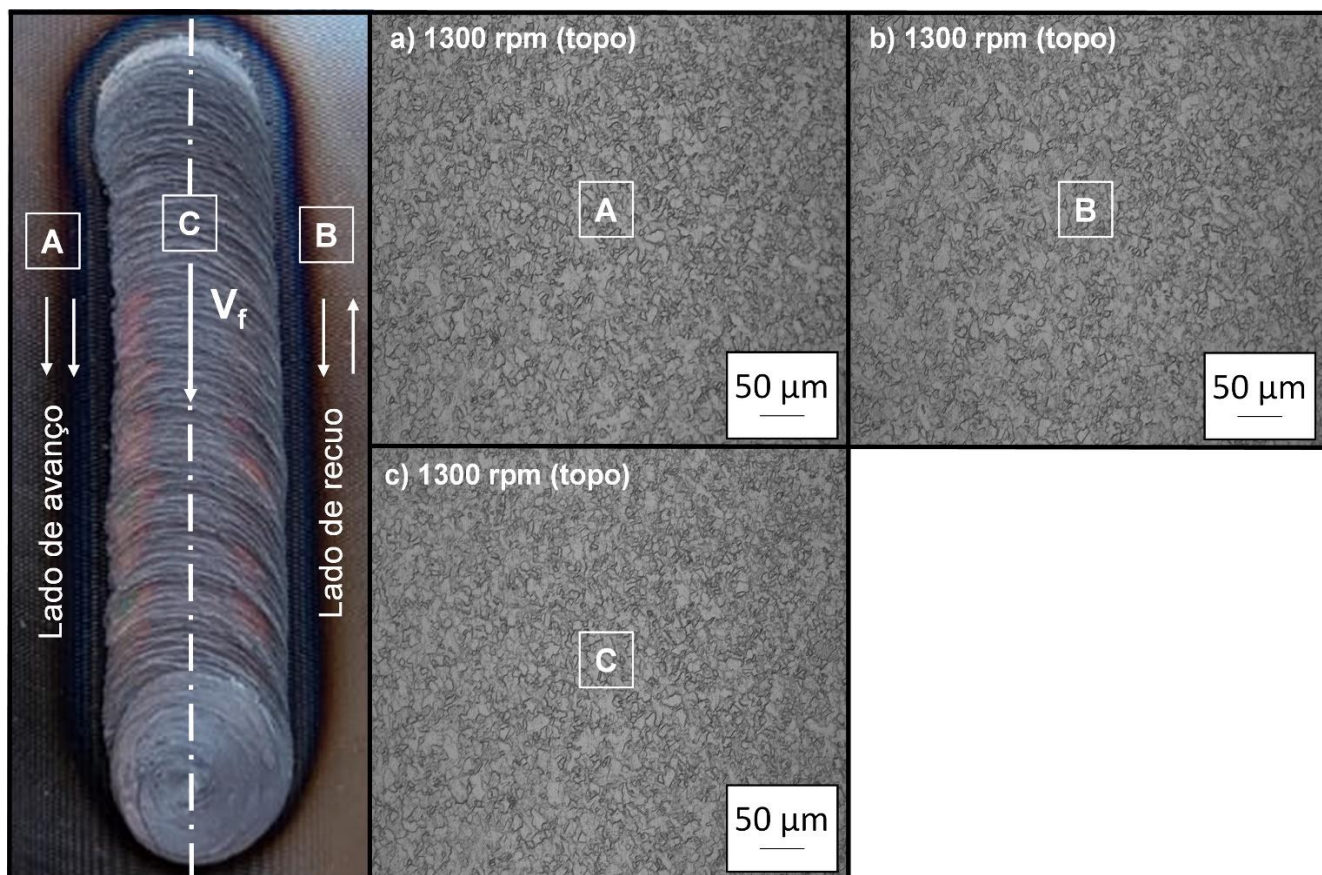
Fonte: Acervo do autor.

Em todas as amostras analisadas na superfície de topo dos revestimentos, ao longo do sentido transversal, foi possível notar uma pequena variação microestrutural entre as regiões de avanço e recuo de ferramenta, em relação a sua região central. Na Figura 46 é ilustrado esquematicamente essa variação microestrutural para a velocidade de rotação de 1300 rpm. A microestrutura obtida na região (A), região (B) e região central (C) são indicadas nas Figuras 46a, 46b e 46c, respectivamente.

A região “A” está associada com o avanço da ferramenta, ou seja, com os vetores de velocidade de avanço e rotação no mesmo sentido (concordante). Já a região “B”, está

associada com o recuo da ferramenta, ou seja, com os vetores de velocidade de avanço e rotação em sentido opostos (discordante), conforme pode ser observado na Figura 46. Portanto, nesse trabalho os estudos foram feitos na região central dos revestimentos, por se tratar de uma região mais homogênea.

Figura 46 – Variação microestrutural do processo (FS)



Fonte: Acervo do autor.

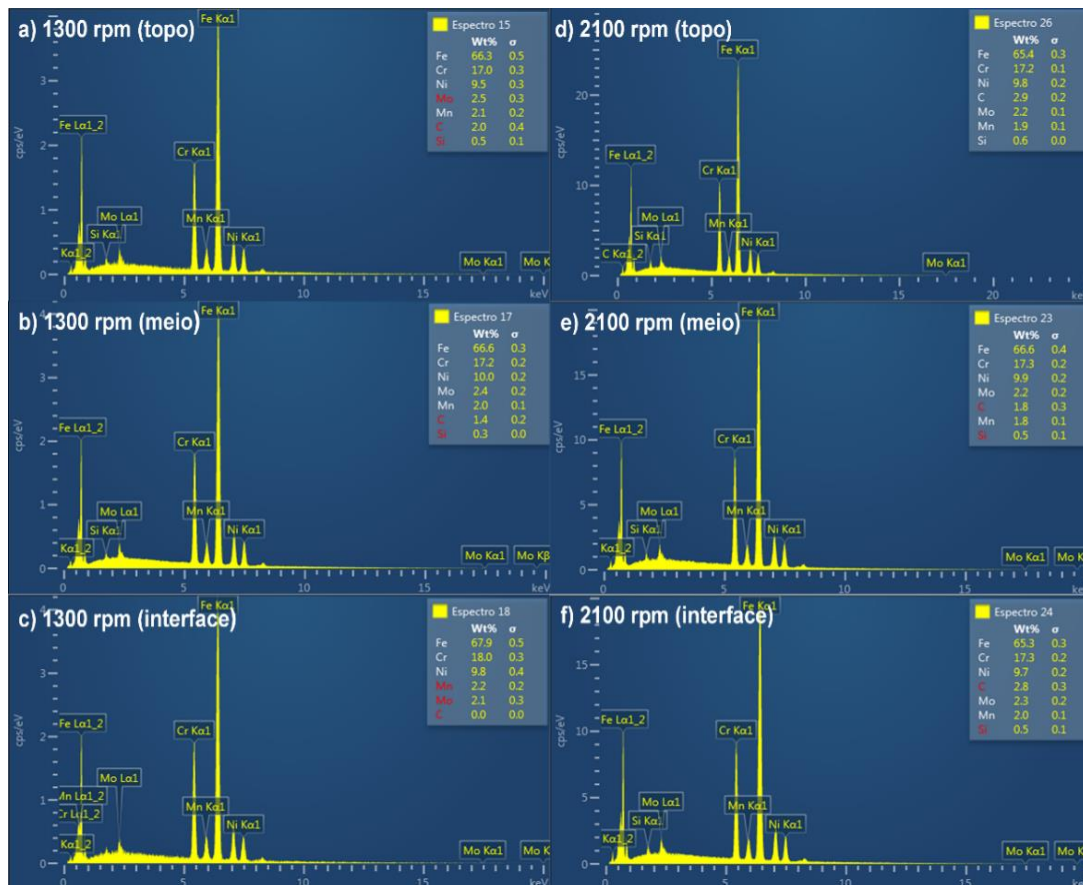
Análises EDS foram realizadas ao longo da espessura do revestimento, em sua seção transversal, para avaliar possíveis variações nos teores de cromo Cr, níquel Ni e molibdênio Mo, elementos químicos presentes na haste consumível (AISI 316L), conforme é mostrado na Figura 47, para as velocidades de rotação de 1300 rpm e 2100 rpm, respectivamente.

Na Figura 48 foi adotada uma escala percentual ao longo da espessura do revestimento, sendo o topo do revestimento ($x = 0\%$), o meio do revestimento ($x = 50\%$) e a interface ($x = 100\%$). A composição química dessas regiões é mostrada nas Figuras 48a e 48b, para as amostras de 1300 rpm e 2100 rpm, respectivamente.

De acordo com os resultados apresentados na Figura 48, o revestimento produzido com a maior velocidade de rotação (2100 rpm) apresentou o menor desvio padrão para os teores de cromo ($17,3 \pm 0,06$), níquel ($9,8 \pm 0,1$) e molibdênio ($2,2 \pm 0,06$), respectivamente, e o revestimento produzido com a menor velocidade de rotação (1300 rpm) apresentou o maior desvio padrão para os teores de cromo ($17,4 \pm 0,53$), níquel ($9,8 \pm 0,25$) e molibdênio ($2,3 \pm 0,21$), respectivamente. Com base nos resultados obtidos, o aumento na velocidade de rotação no experimento, contribuiu para produzir um revestimento mais homogêneo.

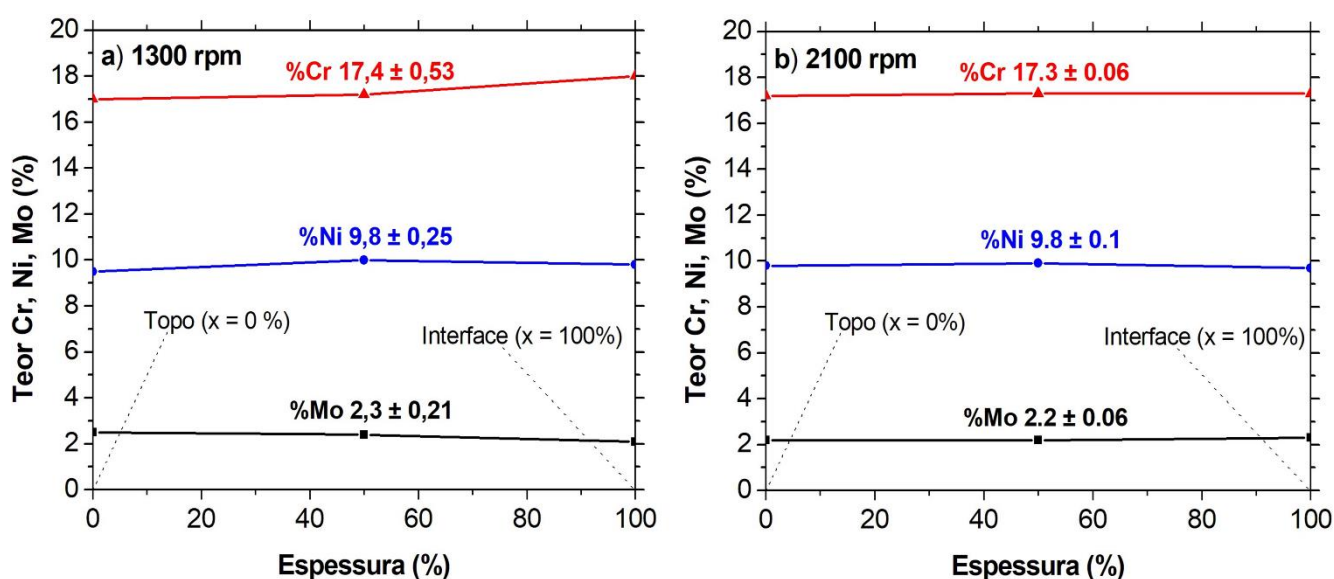
No entanto, essa diferença de composição química observada para as amostras de 1300 rpm e 2100 rpm são insignificantes, portanto, os revestimentos podem ser considerados praticamente homogêneos, em termos de composição química, o que é esperado devido o processo ocorrer inteiramente no estado sólido, sem fusão dos materiais (SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021). Vale ressaltar que esse comportamento foi observado no lado de avanço, no centro e no lado de recuo de cada revestimento analisado.

Figura 47 – Espectroscopia de Raios-X por Dispersão em Energia (EDS)



Fonte: Acervo do autor.

Figura 48 – Variação dos teores de (Cr, Ni e Mo) ao longo do revestimento



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4 Tamanho de grão (d_{DRX}) em função do parâmetro (Z)

Conforme apontam investigações anteriores, usando essa mesma liga (GUO; KWOK; CHAN, 2019a; PULI; JANAKI RAM, 2012b), o desenvolvimento microestrutural discutido no item 4.3, é atribuído à recristalização dinâmica que ocorre durante o processo, que, por sua vez, produz uma granulação fina e homogênea na microestrutura dos revestimentos, devido ao refinamento de grãos severo que o material é submetido durante o processo.

Para avaliar a influência da recristalização dinâmica sobre a microestrutura obtida, é fundamental compreender a relação existente entre o parâmetro (Z) do processo e o seu respectivo tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}), conforme é ilustrado na Figura 49d. De uma forma geral, as mudanças que ocorrem na microestrutura durante os tratamentos termomecânicos normalmente apresentam uma relação direta com os parâmetros do processo (GANDRA *et al.*, 2014).

Na Tabela 6 é apresentado os valores das variáveis (R_m , r_e , L_e , $\dot{\epsilon}$, $T_{Média}$) usados no cálculo do parâmetro Zener-Hollomon (Z), para cada velocidade de rotação usada no experimento, além disso, é também apresentado o tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}), obtido pelo o método do intercepto no item 4.3.

Com base na Figura 49, verifica-se que o aumento da velocidade de rotação no experimento provocou um aumento na taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$), como pode ser observado

na Figura 49a, porém, a temperatura de deformação ($T_{Média}$) também aumentou, conforme é mostrado na Figura 49b. De acordo com a Figura 49c, o parâmetro (Z) do processo não aumentou diretamente com a velocidade de rotação.

Tabela 6 – Parâmetro Z em função da velocidade de rotação

n [rpm]	R_m [rps]	r_e [mm]	L_e [mm]	ε̇ [s ⁻¹]	T_{Média} [K]	Z [s ⁻¹]	d_{DRX} [μm]
1300	10,83	6,62	1,82	248,17	1604,4	6,07E+18	26,02 ± 4,91
1500	12,50	6,69	1,79	294,16	1597,3	9,03E+18	25,10 ± 4,19
1700	14,17	6,57	1,24	472,89	1713,8	3,3E+17	31,18 ± 8,20
1900	15,83	6,44	1,34	479,18	1720,2	2,91E+17	31,65 ± 7,56
2100	17,50	6,55	1,28	560,77	1723,3	1,92E+17	32,42 ± 8,37

n – Velocidade de rotação [rpm];

R_m – Metade da velocidade de rotação [rps];

r_e – Metade da largura do revestimento [mm];

L_e – Espessura do revestimento [mm];

ε̇ – Taxa de deformação [s⁻¹];

T_{Média} – Temperatura média na fase de deposição [K];

Z – Parâmetro Zener-Hollomon [s⁻¹];

d_{DRX} – Tamanho de grão recristalizado dinamicamente [μm].

Fonte: Elaborado pelo autor.

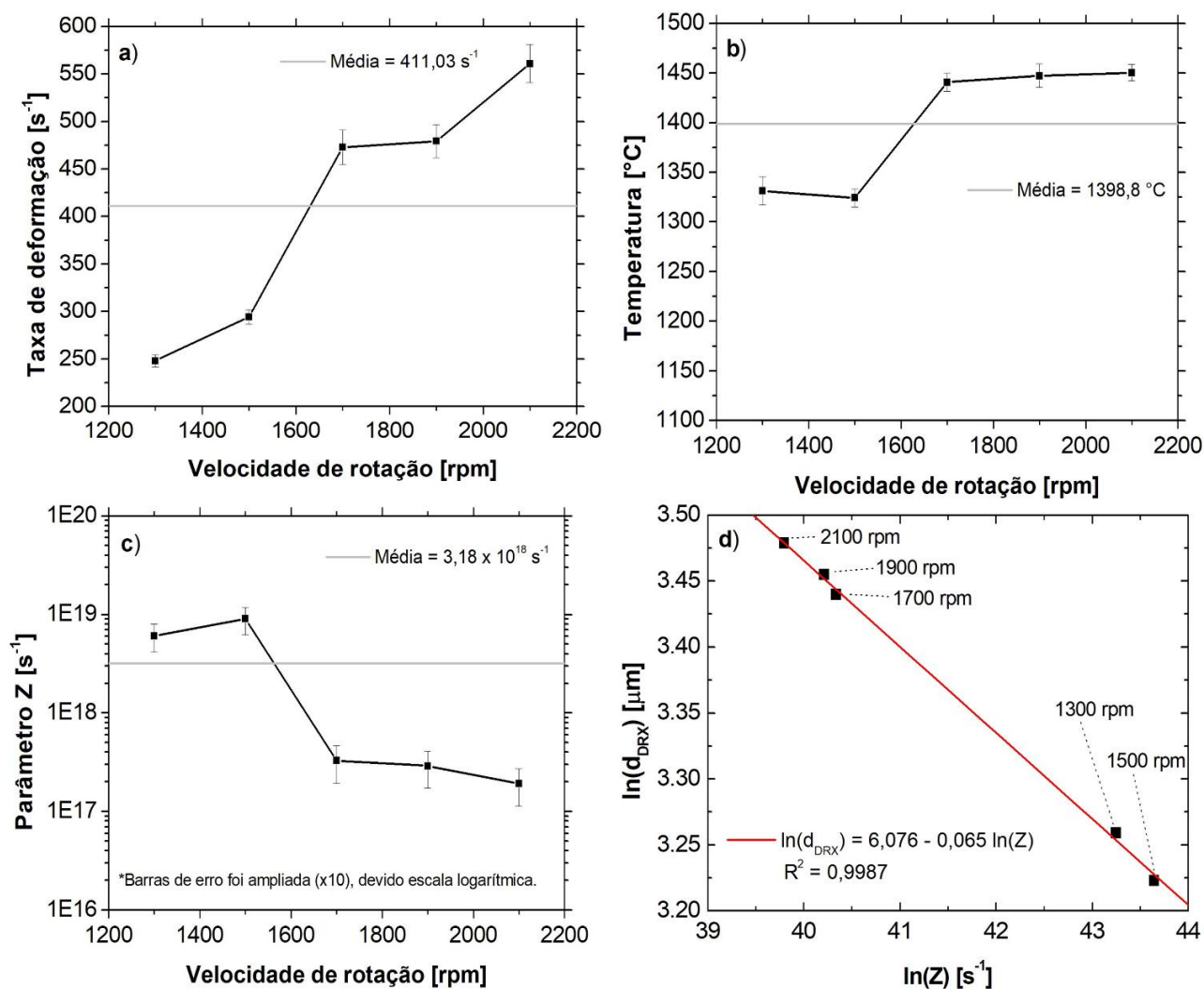
Com ajuste linear ($R^2 = 0,99$) no gráfico apresentado na Figura 49d, verifica-se que o refinamento de grãos durante o processo (FS) é consistente com a recristalização dinâmica. Além disso, conforme observado por Guo et al. (GUO *et al.*, 2021; GUO; KWOK; CHAN, 2019a), para grandes taxas de deformação e temperaturas de processamento ($>1000^\circ\text{C}$), a recuperação dinâmica é suprimida e a recristalização dinâmica é o mecanismo predominante pelo qual a energia armazenada pode ser liberada. Com base nos valores do parâmetro (Z), o tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}) pode ser determinado:

$$d_{DRX}[\text{in } \mu\text{m}] = 435,284(Z)^{-0,065} \quad (16)$$

De acordo com os resultados obtidos, a amostra produzida com a velocidade de rotação de 1500 rpm apresentou o maior valor de Z ($9,03 \times 10^{18} [\text{s}^{-1}]$), o menor tamanho de grão recristalizado dinamicamente e a distribuição de tamanho de grão mais

homogênea ($25,1 \pm 4,19 \mu\text{m}$). A amostra produzida com velocidade de rotação de 1300 rpm apresentou comportamento semelhante. Por outro lado, a amostra produzida com velocidade de rotação de 2100 rpm apresentou o menor valor de Z ($1,92 \times 10^{17} [\text{s}^{-1}]$), o maior tamanho de grão recristalizado dinamicamente e a distribuição de tamanho de grão mais heterogênea ($32,42 \pm 8,37 \mu\text{m}$).

Figura 49 – Recristalização dinâmica durante o processo FS



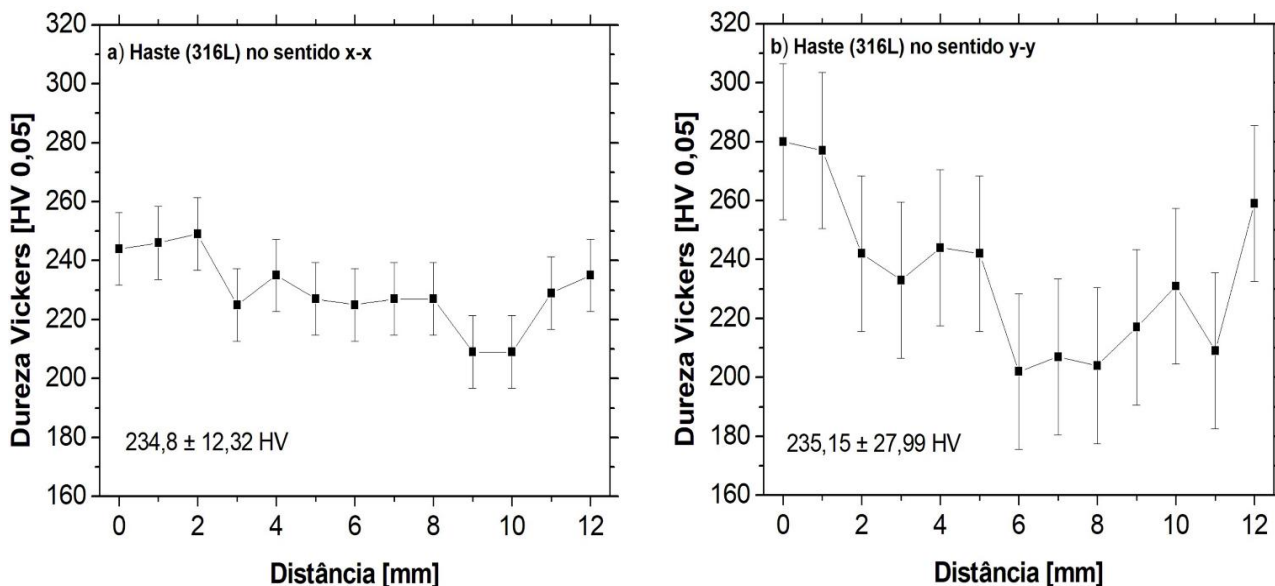
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.5 Microdureza

O perfil de dureza da haste avaliado ao longo de sua seção transversal é mostrado na Figura 50, para os eixos “x-x” e “y-y” da barra, com dureza média na ordem de 235 HV, considerando as extremidades da barra que tende apresentar maior dureza em relação ao seu centro devido ao seu processo de fabricação (laminação). Na Figura 51 é mostrado

os perfis de dureza longitudinais, avaliados no topo dos revestimentos, em função da velocidade de rotação usada no experimento.

Figura 50 – Perfis de dureza da haste nos sentidos “x-x” e “y-y”

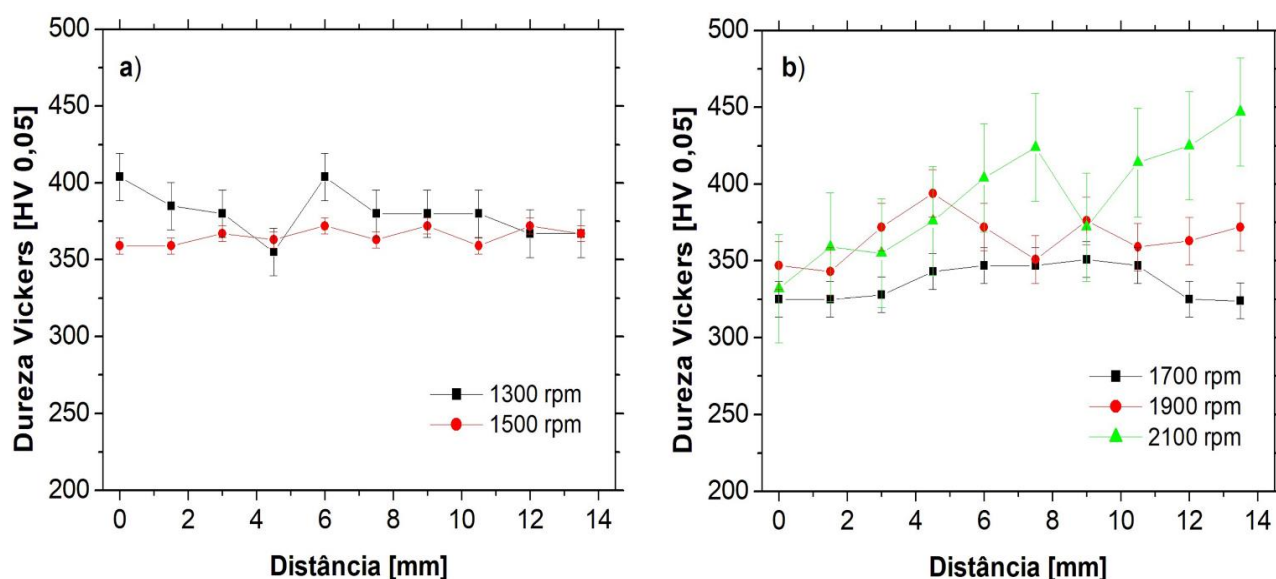


Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 51a foram agrupados os revestimentos produzidos com as velocidades de rotação de 1300 e 1500 rpm, pois apresentaram uma microestrutura mais homogênea, em termos de tamanho de grão e distribuição, que influenciou diretamente no desvio padrão obtido na dureza. Em relação aos demais revestimentos (1700, 1900 e 2100 rpm), foram agrupados na Figura 51b, devido apresentarem uma microestrutura mais heterogênea, provocou um aumento no desvio padrão obtido na dureza.

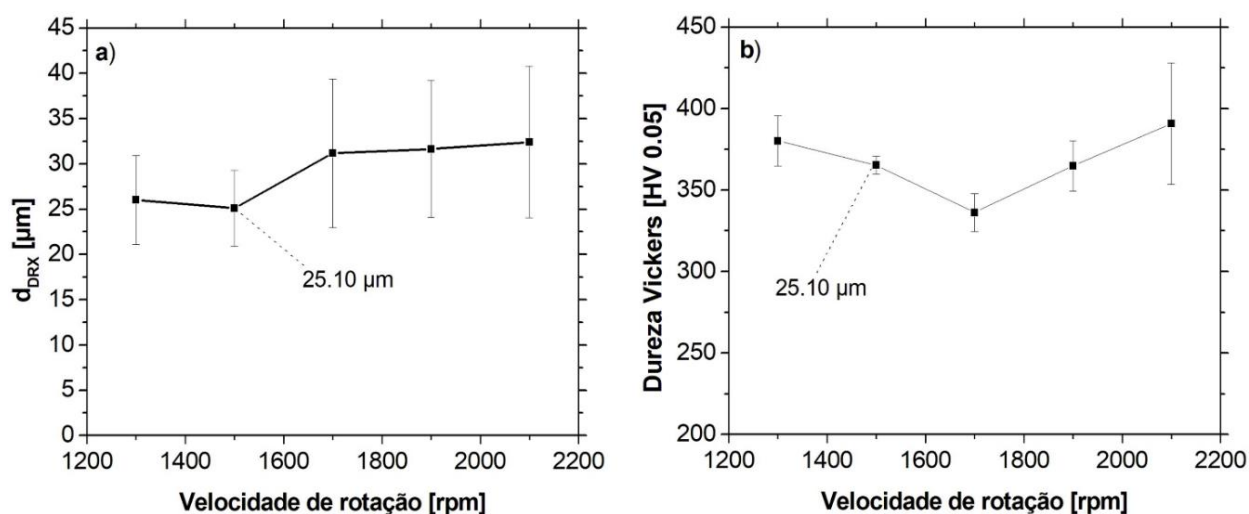
Ao comparar a dureza do material da haste (ver Fig. 50), antes da deposição, com a dureza obtida nos revestimentos (ver Fig. 51), observa-se um ganho de dureza maior que 56% para todas as amostras analisadas. Esse endurecimento é normalmente atribuído ao refinamento de grãos severo que o material sofre durante a recristalização dinâmica do processo (GUO; KWOK; CHAN, 2019a; SEIDI; MILLER; CARLSON, 2021).

Com base na Figura 52, considerando o tamanho de grão e a sua distribuição (ver Fig. 45), pode-se afirmar que a amostra 1500 rpm ($25,1 \pm 4,2 \mu\text{m}$), com o menor tamanho de grão e a distribuição mais homogênea, apresentou o menor desvio padrão no ensaio de dureza ($365 \pm 5 \text{ HV}$). Em contrapartida, a amostra 2100 rpm ($32,4 \pm 8,4 \mu\text{m}$), com o maior tamanho de grão e a distribuição mais heterogênea, apresentou o maior desvio padrão no ensaio de dureza ($391 \pm 35 \text{ HV}$).

Figura 51 – Perfis de dureza no sentido longitudinal dos revestimentos (topo)

Fonte: Elaborado pelo autor.

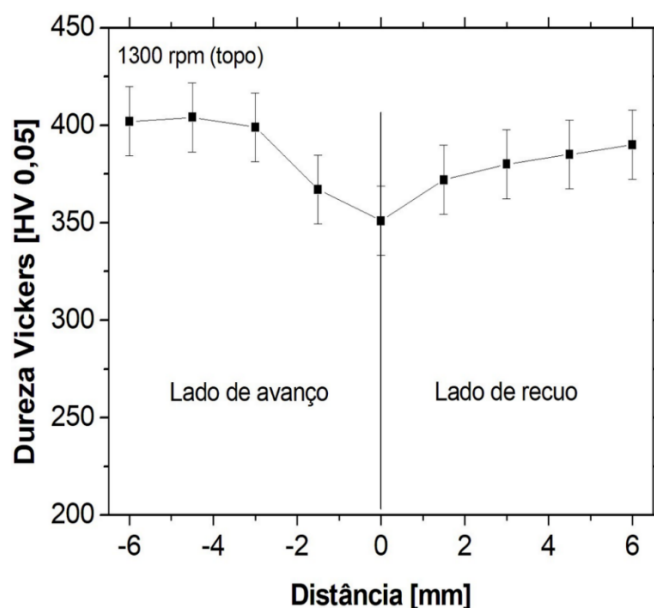
De acordo com as micrografias apresentadas no item 4.3 e os valores de dureza obtidos antes e após a deposição, conclui-se que a microestrutura dos revestimentos é praticamente homogênea, ou seja, foi totalmente recristalizada. Em ambas as análises, a amostra 1500 rpm apresentou o menor desvio padrão, como pode ser observado nas Figuras 52a e 52b. O propósito do trabalho, foi produzir revestimentos com dureza elevada, porém, homogênea, como foi o caso particular da amostra de 1500 rpm. De fato, a dureza obtida para a amostra de 2100 rpm é maior, porém, é mais heterogênea, com grãos relativamente grandes misturados com grãos muito pequenos.

Figura 52 – Tamanho de grão e dureza em função da velocidade de rotação

Fonte: Elaborado pelo autor.

O perfil de dureza da amostra 1300 rpm avaliado no topo do revestimento, ao longo do seu sentido transversal é mostrado na Figura 53. Essa variação de dureza apresentada na Figura 53, também foi observada para as demais amostras (1500, 1700, 1900 e 2100 rpm), e está relacionada com o avanço e recuo da ferramenta durante o processamento, que provocou variação microestrutural ao longo do sentido transversal dos revestimentos, conforme já foi ilustrado na Figura 46.

Figura 53 – Perfil de dureza no sentido transversal do revestimento (topo)



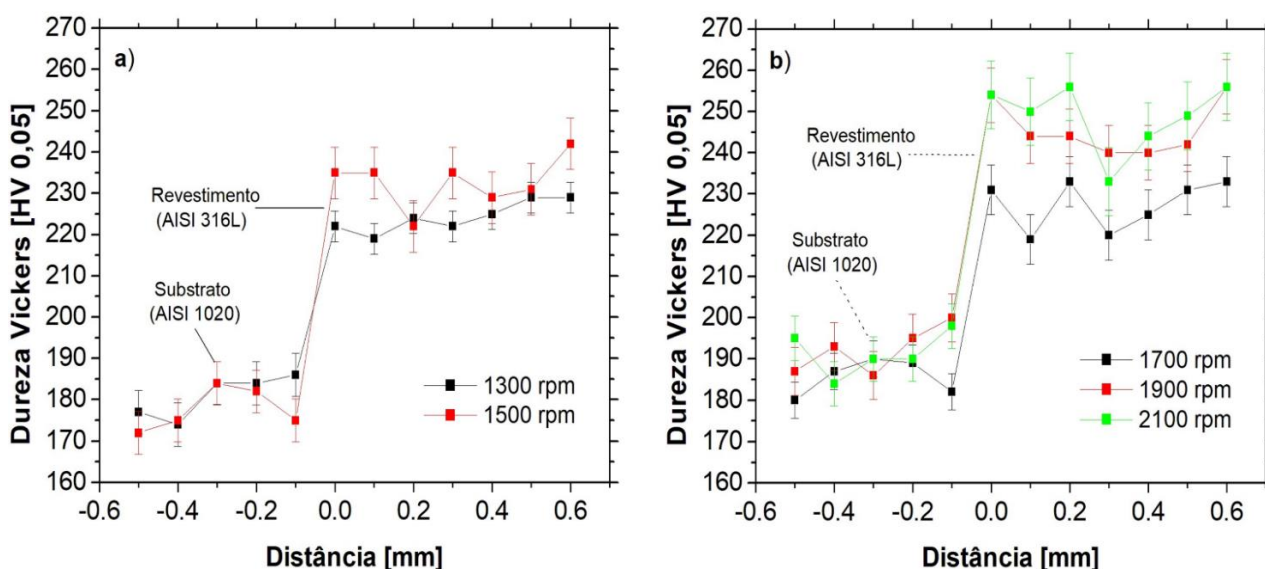
Fonte: Elaborado pelo autor.

Os perfis de dureza ao longo da seção transversal dos revestimentos são mostrados na Figura 54, em função da velocidade de rotação usada no experimento. De acordo com os resultados apresentados na Figura 54 (a, b), a dureza na região da interface para todas as amostras analisadas foi na ordem de 200 HV, o que significa que não houve transformação de fase da austenita durante o processamento.

Os resultados obtidos no experimento são consistentes com investigações anteriores, que utilizaram o mesmo material, e ao analisarem a microestrutura obtida na região de interface, identificou apenas a fase da austenita (GEORGE SAHAYA NIXON; MOHANTY; SATHISH, 2018; GUO; KWOK; CHAN, 2019a; HAJIAN *et al.*, 2015). Quando ocorre a transformação de fase da austenita, é bastante comum ocorrer um aumento acentuado na dureza próximo à região de interface (CHEN *et al.*, 2012; PARK *et al.*, 2003; TROYSI *et al.*, 2019), o que de fato não foi observado no experimento, conforme é mostrado na Figura 54.

Com base nos perfis de dureza obtidos, pode-se afirmar que a dureza no topo dos revestimentos foi bem superior a dureza obtida ao longo de sua seção transversal, o que já é esperado, pois o topo do revestimento foi submetido a um refinamento de grãos bem mais severo comparado com a seção transversal, que, por sua vez, provocou um aumento mais acentuado na dureza dessa região (RETHNAM *et al.*, 2021; STEGMUELLER; GRANT; SCHINDELE, 2019).

Figura 54 – Perfis de dureza ao longo da seção transversal dos revestimentos



Fonte: Elaborado pelo autor.

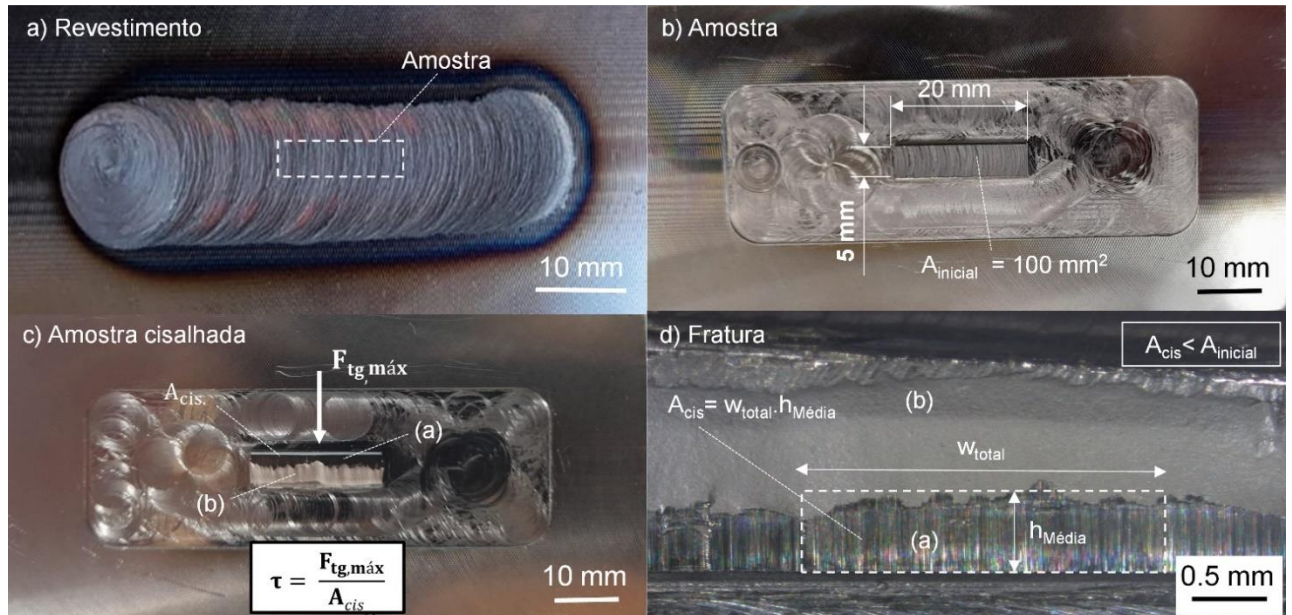
4.6 Resistência ao cisalhamento

A adesão do revestimento ao substrato foi avaliada por meio do ensaio de cisalhamento. O valor obtido para a tensão de cisalhamento no ensaio quantifica a adesão do revestimento ao substrato. Nas Figuras 55a e b é ilustrado esquematicamente a extração das amostras no revestimento para o ensaio de cisalhamento.

No início do ensaio, o esforço realizado pelo o punção sobre a amostra provoca deformação elástica, após ultrapassar a tensão de escoamento, o material sofre deformação plástica (encruamento). Após alguns instantes, a tensão cisalhante forma a zona cisalhada (a), conforme é mostrado nas Figuras 55c e d, neste caso, o modo principal de deformação é o cisalhamento. Com o aumento da sollicitação mecânica durante o ensaio, surge uma trinca na direção da tensão cisalhante máxima, que provoca a separação do material (GUSTAFSSON; OLDENBURG; JANSSEN, 2014; KOLHATKAR;

PANDEY, 2023). A trinca resultante pode ser observada na amostra cisalhada, como uma região rugosa e de formato oblíquo, denominada como zona fraturada (b), conforme é mostrado nas Figuras 55c e d.

Figura 55 – Amostra cisalhada



Fonte: Elaborado pelo autor.

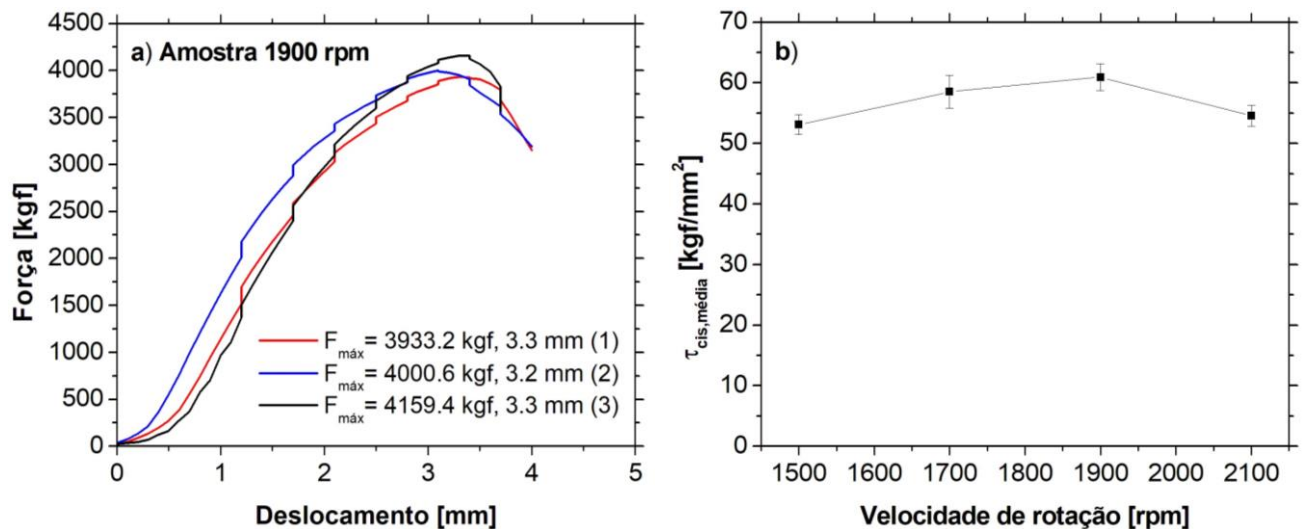
A área cisalhada ($A_{cis.}$) de cada amostra foi definida como sendo a área de um retângulo fictício, com largura (w_{total}) e altura média dos picos ($h_{Média}$), conforme é mostrado na Figura 55d, por meio de uma imagem obtida na lupa. A união das imagens obtidas na lupa descreveu a geometria da área cisalhada (zona cisalhada (a)). Para determinar a área resistente ($A_{res.}$) de cada amostra, foi necessário subtrair a área inicial pela a sua respectiva área cisalhada. Devido ao processo de cisalhamento que a amostra foi submetida durante o ensaio, a área cisalhada tende a ser menor que a área inicial.

Sendo assim, para calcular a tensão de cisalhamento ($\tau_{cis.}$) das amostras, a área resistente ($A_{res.}$) deve ser correlacionada com o pico de carga ($F_{máx}$) obtido no diagrama força-deslocamento (ver Fig. 56a). Com base na Figura 56a, é possível perceber um comportamento dúctil até a ruptura no diagrama força-deslocamento da amostra de 1900 rpm, esse mesmo comportamento também foi observado nas demais amostras (1500, 1700 e 2100 rpm).

Com base nos resultados obtidos, os revestimentos apresentaram boa adesão ao substrato, porém, o comportamento mecânico das amostras variou com a velocidade de

rotação usada no experimento, conforme pode ser observado na Figura 56b. Vale a pena ressaltar, que a amostra produzida com a velocidade de rotação de 1900 rpm apresentou a maior tensão de cisalhamento média do ensaio ($60,94 \pm 2,21 \text{ kgf/mm}^2$), ou seja, ocorreu maior adesão do revestimento no substrato.

Figura 56 – Comportamento mecânico das amostras



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.7 Difusão entre os materiais

Análises EDS em linha foram feitas ao longo da espessura dos revestimentos em sua seção transversal, para avaliar o coeficiente de difusão e o gradiente de concentração dos elementos majoritários da liga 316L (Fe e Cr), conforme é mostrado na Figura 57a, para a amostra de 1900 rpm. Nas Figuras 57 (b, c e d), é mostrado o resultado da análise EDS feita no revestimento (Cr = 18,3%, Ni = 10,1% e Mo = 2,4%). Além disso, também são apresentados os valores médios dos patamares ($E_{1,\text{média}}$ e $E_{2,\text{média}}$), em contagem por segundo (cps), para cada elemento químico analisado.

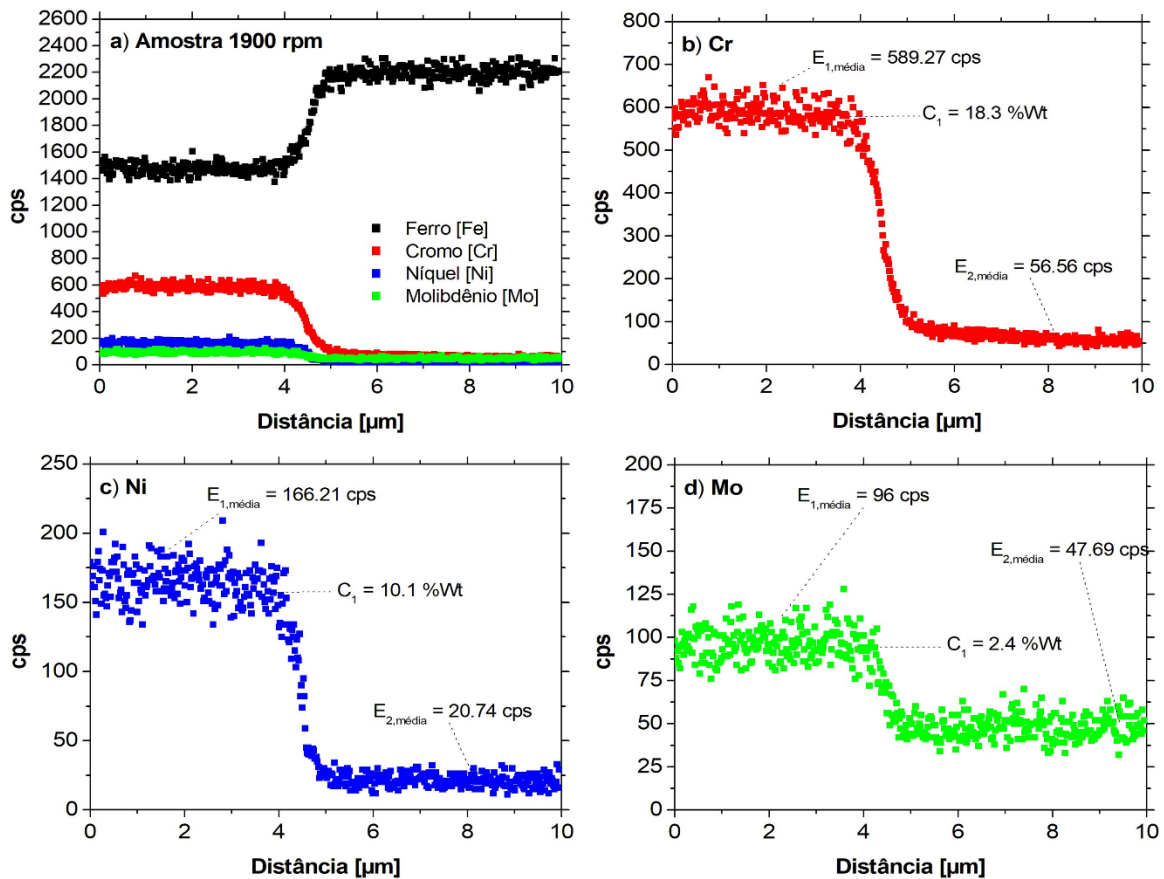
Com base nos valores médios obtidos ($E_{1,\text{média}}$ e $E_{2,\text{média}}$) e na composição química do revestimento (amostra 1900 rpm) foi possível converter os valores em contagem por segundo (cps) para porcentagem em peso (%Wt), usando as Equações 17 e 18. Esse procedimento de conversão foi adotado em todas as amostras analisadas.

$$\frac{E_i - E_{2,\text{média}}}{E_{1,\text{média}} - E_{2,\text{média}}} \times (C_1) \text{ para Cr, Ni e Mo} \quad (17)$$

$$Fe = 1 - (Cr + Ni + Mo) \quad (18)$$

Onde, E_i representa os valores em [cps] que serão convertidos ($i = 1$ a 500), $E_{2,média}$ é o valor médio do patamar (em relação ao substrato), $E_{1,média}$ é o valor médio do patamar (em relação ao revestimento) e C_1 é a composição dos elementos em (%Wt).

Figura 57 – Perfis de concentração da amostra 1900 rpm



Fonte: Elaborado pelo autor.

Nas Figuras 58 (a e c), foi usado o ajuste sigmoidal no software gráfico, para obter os valores de A_1 , A_2 e dx , que serão usados no cálculo do gradiente de concentração “G” do ferro e do cromo, por meio da Equação 19. Nas Figuras 58 (b e d), a função Fick 2 foi inserida no software gráfico para o ajuste de curva, obtendo-se assim o valor de “Dt” para calcular o coeficiente de difusão “D” do ferro e do cromo, por meio da Equação 20. Neste experimento, o tempo de deposição “t” foi o mesmo para todas as amostras ensaiadas ($t = 15,8$ s). A função Fick 2 apresentada na Equação 22, é a solução da segunda lei de Fick (ver Eq. 21) para difusão unidirecional não estacionária (WILLIAN D. CALLISTER;

DAVID G. RETHWISCH, 2018). Esta metodologia de cálculo foi adotada em todas as amostras analisadas.

$$G = \frac{A_2 - A_1}{4dx} \quad [\text{m}^{-1}] \quad (19)$$

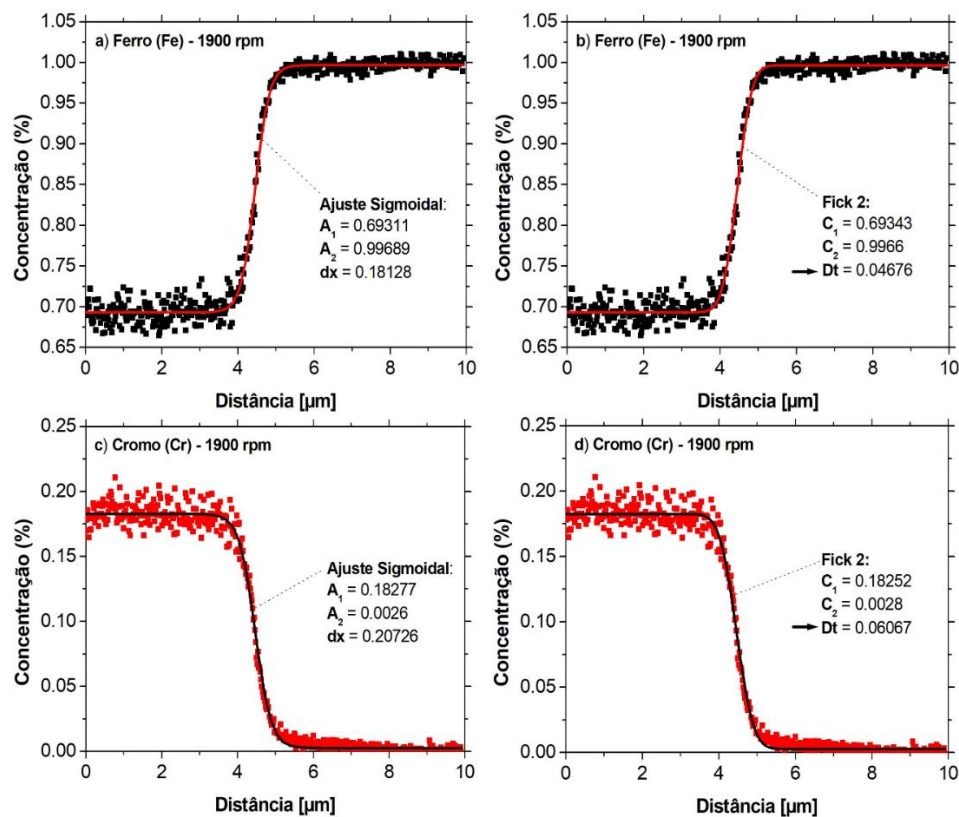
$$D = \frac{Dt}{t} \quad [\text{m}^2/\text{s}] \quad (20)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (21)$$

$$C_x = C_2 + \left(\frac{C_1 - C_2}{2} \right) x \left(1 - \text{erf} \left(\frac{x - x_0}{2\sqrt{Dt}} \right) \right) \quad (22)$$

Onde, A_2 é a concentração (%) do substrato, A_1 é a concentração (%) do revestimento, D é o coeficiente de difusão, t é o tempo de deposição, C_x representa a concentração a uma profundidade x após um tempo t , C_1 é o concentração (%) do revestimento, C_2 é a concentração (%) do substrato, x_0 é o valor da profundidade no meio da liga formada.

Figura 58 – Perfis de concentração da amostra 1900 rpm com ajustes de curva



Fonte: Elaborado pelo autor.

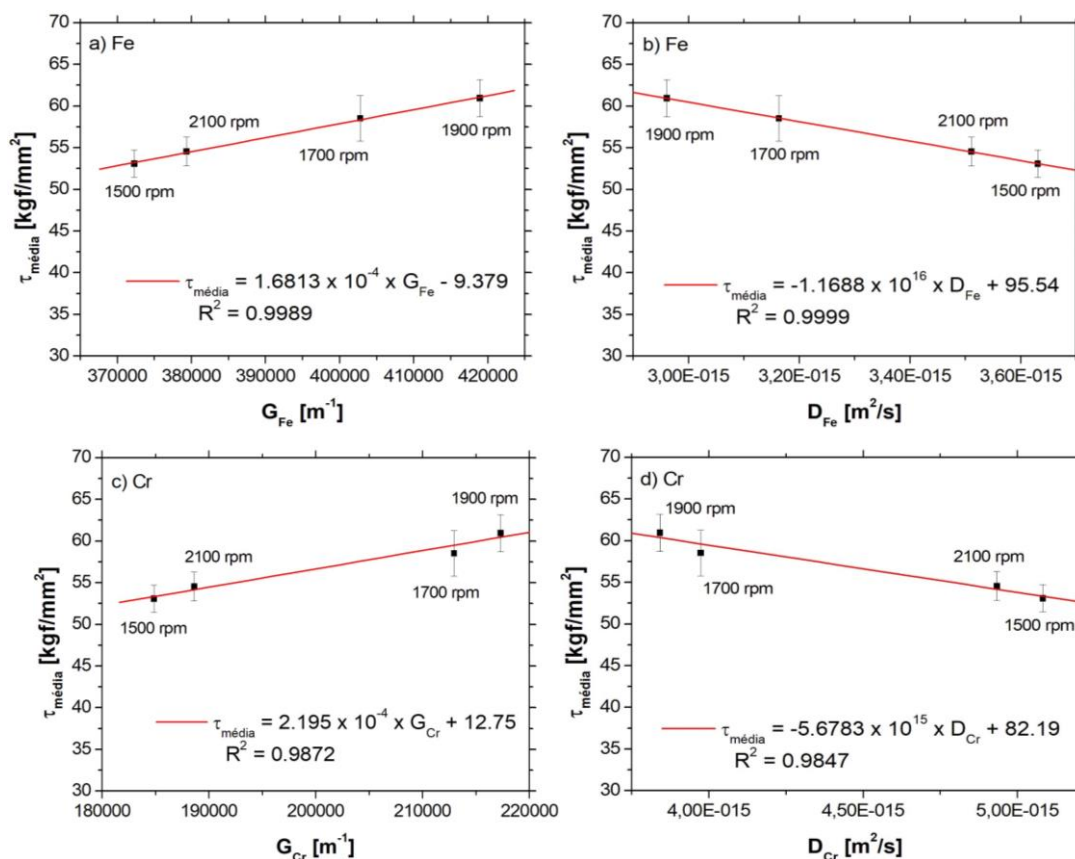
Com os valores do coeficiente de difusão e do gradiente de concentração das amostras ensaiadas foi possível avaliar a influência da difusão sobre a resistência ao cisalhamento, obtida no item 4.6. De acordo com as Figura 59 (a e c), o gradiente de concentração é diretamente proporcional à tensão de cisalhamento média, isso significa que o maior gradiente de concentração leva a maior resistência ao cisalhamento, ou seja, maior adesão do revestimento no substrato. No caso do coeficiente de difusão, o comportamento foi oposto (ver Fig. 59 (b e d)), o que já era esperado.

Um ajuste linear foi feito para o ferro ($R^2 = 0,99$) e para o cromo ($R^2 = 0,98$) nas Figuras 59 (a e c), indicando que a variação no gradiente de concentração provocou um aumento na tensão de cisalhamento. Com base nos valores do gradiente de concentração (G) [m^{-1}], a tensão de cisalhamento média ($\tau_{m\acute{e}dia}$) [kgf/mm^2], pode ser determinada:

$$\tau_{m\acute{e}dia} = 1.6813 \times 10^{-4} \times G_{Fe} - 9,37 \quad (23)$$

$$\tau_{m\acute{e}dia} = 2.195 \times 10^{-4} \times G_{Cr} + 12,75 \quad (24)$$

Figura 59 – Tensão de cisalhamento média em função do gradiente de concentração (G) e do coeficiente de difusão (D)



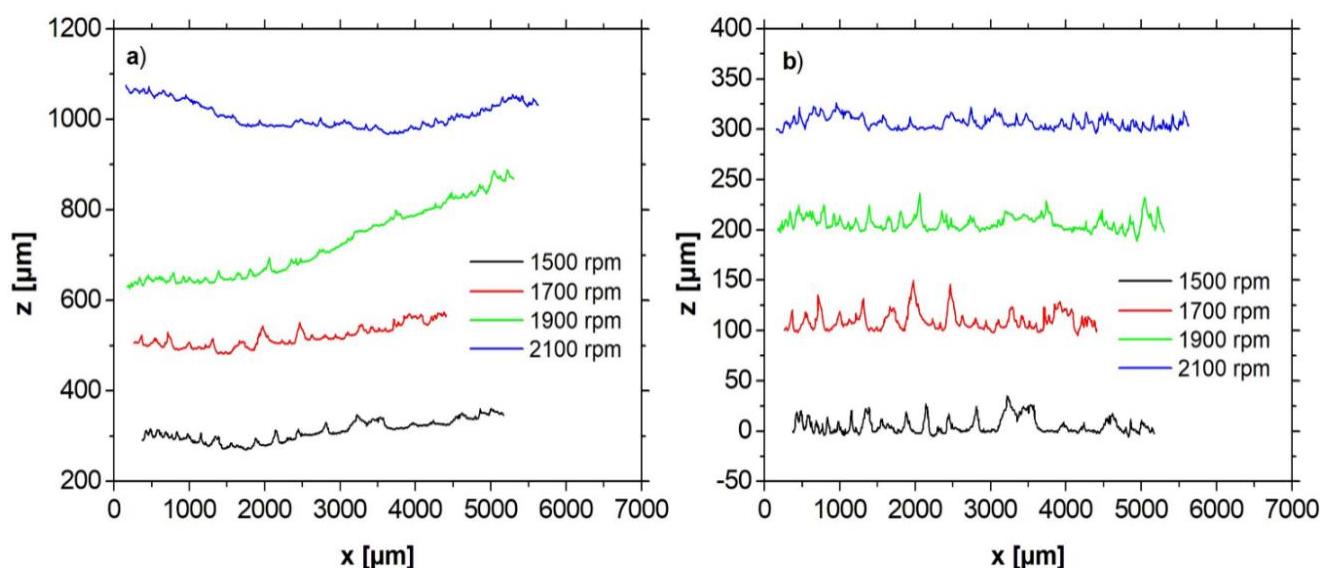
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.8 Rugosidade da interface

De acordo com a Figura 55c, o esforço cisalhante ($F_{tg,máx.}$) foi aplicado ao longo do sentido transversal dos revestimentos, portanto, a análise será feita na seção transversal, considerando o sentido de aplicação da carga. Os perfis de rugosidade obtidos na interface do revestimento, ao longo do seu sentido transversal, são mostrados na Figura 60, em função da velocidade de rotação usada no experimento.

Na Figura 60a, é mostrado os perfis de rugosidade com linha de fundo, obtidos a partir do tratamento de dados, discutido no item 3.8. Para avaliar os parâmetros de rugosidade (R_a , R_q e R_z) foi necessário remover a linha de fundo dos perfis de rugosidade, conforme é mostrado na Figura 60b, usando um software matemático.

Figura 60 – Perfis de rugosidade na interface do revestimento



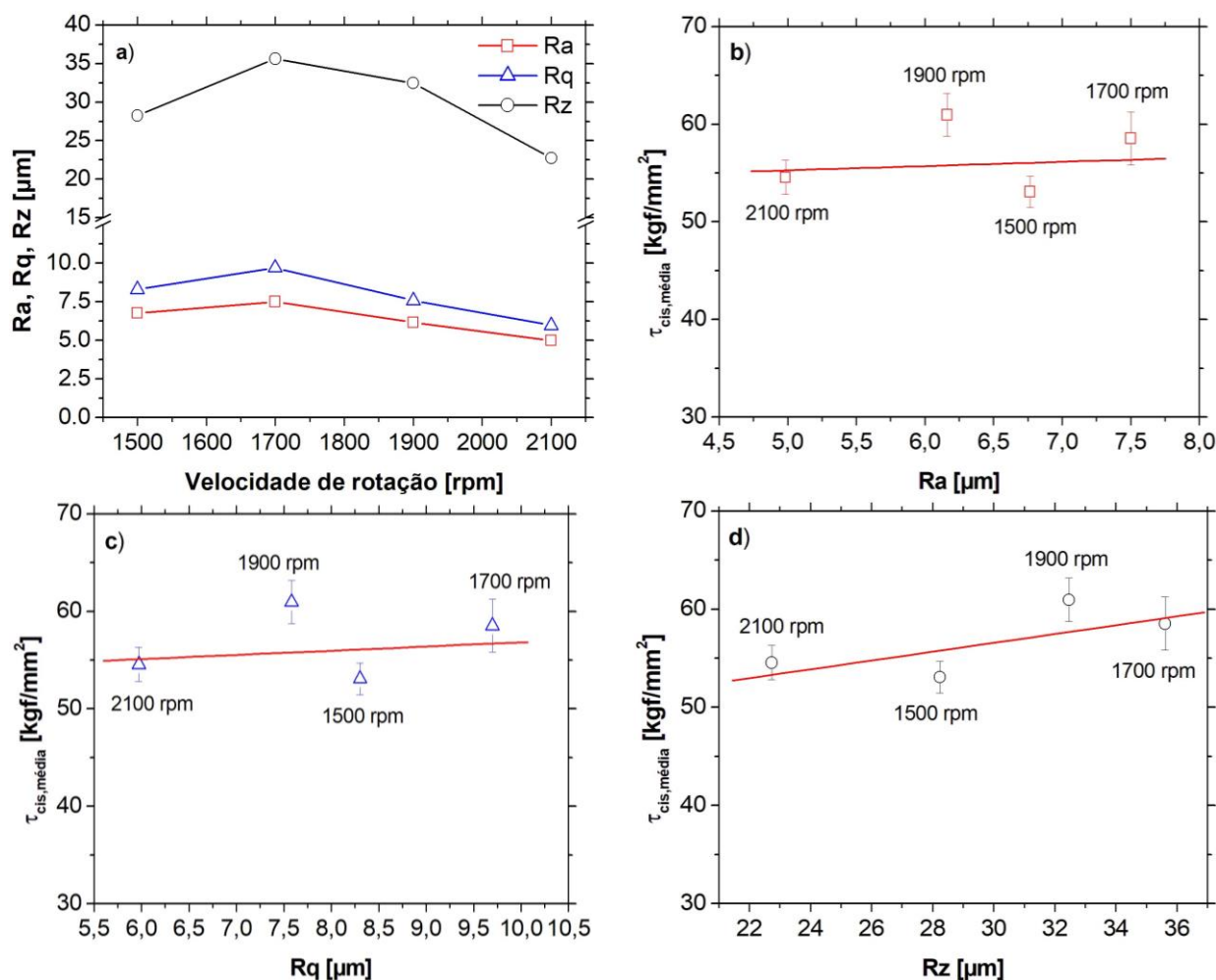
Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com a Figura 56b, ao variar a velocidade de rotação de 1500 rpm a 1900 rpm, houve um aumento na resistência ao cisalhamento dos revestimentos, demonstrando claramente uma relação linear entre a resistência ao cisalhamento e a velocidade de rotação usada no experimento. Na Figura 61a, os parâmetros de rugosidade são apresentados em função da velocidade de rotação usada no experimento, é possível perceber que a redução da velocidade de rotação de 2100 rpm para 1700 rpm, provocou um aumento nos parâmetros de rugosidade (R_a , R_q e R_z). Ao reduzir a velocidade de

rotação de 1700 rpm para 1500 rpm, provocou foi uma redução nos parâmetros de rugosidade (R_a , R_q e R_z).

Ao correlacionar os parâmetros de rugosidade (R_a , R_q e R_z) com a resistência ao cisalhamento ($\tau_{avg.}$), não houve uma dependência linear entre as variáveis, que pudesse descrever claramente o efeito da textura superficial sobre a adesão dos revestimentos, conforme pode ser observado nas Figuras 61b, 61c e 61d, apesar de apresentar uma leve tendência linear.

Figura 61 – Parâmetros de rugosidade R_a , R_q e R_z



Fonte: Elaborado pelo autor.

Com base nas Figuras 61b, 61c e 61d, a redução na velocidade de rotação de 2100 rpm para 1900 rpm, provocou um aumento nos parâmetros de rugosidade e a resistência ao cisalhamento também aumentou. Ao reduzir a velocidade de rotação de 1900 rpm para 1700 rpm, provocou também um aumento nos parâmetros de rugosidade, porém, a

resistência ao cisalhamento reduziu, a partir dessa velocidade de rotação não há uma relação linear direta entre as variáveis.

Ao reduzir a velocidade de rotação de 1700 rpm para 1500 rpm, provocou uma redução nos parâmetros de rugosidade e a resistência ao cisalhamento também reduziu. De acordo com a Figura 61, pode-se afirmar que a rugosidade avaliada no sentido transversal dos revestimentos, não influenciou diretamente em sua adesão, a curva da regressão linear permaneceu praticamente constante, para todos os parâmetros avaliados, conforme pode ser observado nas Figuras 61b, 61c e 61d.

Conforme apontam estudos anteriores (DAMODARAM *et al.*, 2021; KUMAR *et al.*, 2017; PRABHAKAR *et al.*, 2022; STEGMUELLER; GRANT; SCHINDELE, 2019), no caso da junta dissimilar (aço inoxidável/aço carbono), a difusão é o mecanismo de ligação dominante. Em relação, aos intertravamentos mecânicos, que foram avaliados a partir dos perfis de rugosidade obtidos na região da interface, de certa forma, contribuíram para a adesão dos revestimentos, porém, não foram as variáveis determinantes, que causaram uma melhoria significativa em sua adesão.

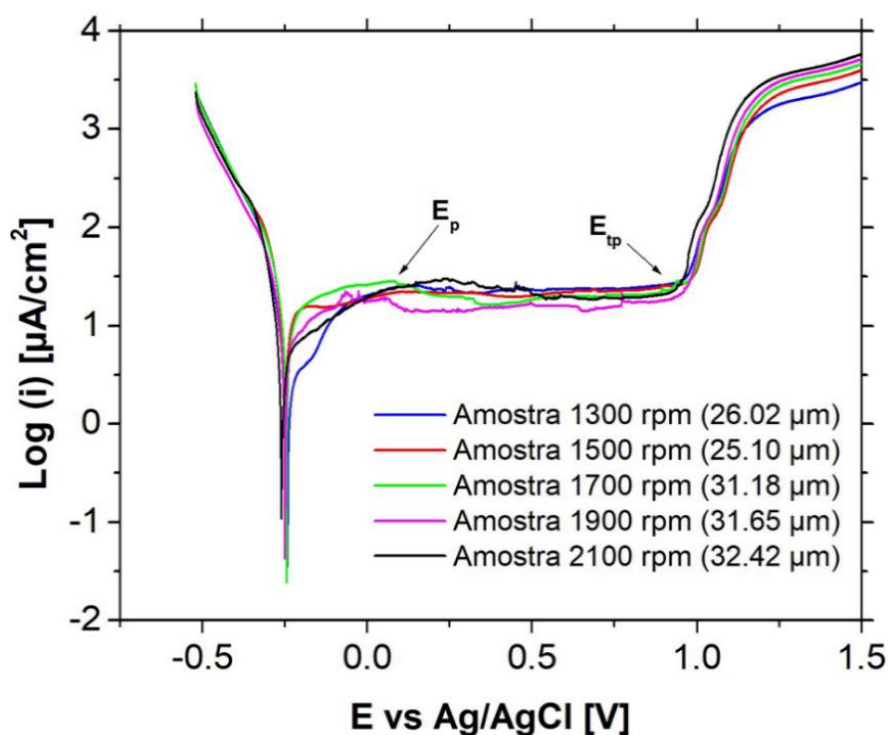
4.9 Resistência à corrosão em H₂SO₄

O comportamento eletroquímico dos revestimentos é avaliado em função do tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}). Os resultados obtidos nos testes de polarização potenciodinâmica das amostras (1300 a 2100 rpm) são apresentados na Figura 62, enquanto os parâmetros extraídos das curvas de polarização potenciodinâmica são apresentados nas Tabelas 7 e 8, respectivamente.

Em relação à corrosão uniforme (na região de Tafel), é possível notar que as amostras apresentaram correlação negativa com o potencial de corrosão (E_{corr}) e o tamanho de grão (d_{DRX}), com valores de E_{corr} mais ativos (negativos) à medida que o tamanho de grão aumenta, conforme é mostrado na Tabela 7 e na Figura 63b.

Na solução de H₂SO₄, os valores de densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) foram determinados por extrapolação das linhas catódicas de Tafel. Em todos os casos, os valores de inclinação catódica (b_c), apresentados na Tabela 7, foram considerados compatíveis com a reação de evolução do hidrogênio com uma única etapa de transferência de elétrons, $H_{ads} + H^+ + e^- \rightarrow H_2$ (MCCAFFERTY, 2010; SILVA, D. F.; BRITO, 2020). O valor teórico de b_c nesse caso é de -120mV/dec, o que está bem próximo dos valores determinados experimentalmente (entre -117 e -121mV/dec).

Figura 62 – Curvas de polarização potenciodinâmica das amostras ensaiadas



Fonte: Elaborado pelo autor.

Em relação à taxa de corrosão, expressa em termos de i_{corr} , a amostra (25,1 μm) apresentou a menor densidade de corrente de corrosão ($i_{\text{corr}} = 21,2 \pm 1,9 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) e a amostra (32,42 μm) apresentou a maior densidade de corrente de corrosão ($i_{\text{corr}} = 29,4 \pm 3,6 \mu\text{A}/\text{cm}^2$), conforme é mostrado na Tabela 7 e na Figura 63a, esse resultado é justificado pelo filme de óxido formado no potencial de circuito aberto (OCP).

Tabela 7 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região ativa)

Amostras	E_{corr} (V/Ag-AgCl)	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	b_c (V/dec)
1300 rpm (26,02 μm)	-0,26 (0,01)	23,3 (1,8)	-0,118 (0,03)
1500 rpm (25,10 μm)	-0,23 (0,04)	21,2 (6,9)	-0,117 (0,03)
1700 rpm (31,18 μm)	-0,26 (0,01)	28,7 (3,8)	-0,117 (0,00)
1900 rpm (31,65 μm)	-0,25 (0,02)	27,8 (1,7)	-0,117 (0,04)
2100 rpm (32,42 μm)	-0,26 (0,02)	29,4 (6,6)	-0,121 (0,02)

E_{corr} – Potencial de corrosão; i_{corr} – Densidade de corrente de corrosão; b_c - inclinação da reta catódica (Tafel). *O desvio padrão de cada parâmetro é dado entre parênteses.

Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com a Figura 62, a liga 316L é passivada em H_2SO_4 . Sendo assim, é necessário considerar as características da região passiva, para avaliar a sua resistência à

corrosão. Na Tabela 8 é apresentado os parâmetros eletroquímicos obtidos na região passiva. Ao analisar os resultados apresentados nas Figuras 62 e 63d, é possível notar que os revestimentos produzidos com diferentes velocidades de rotação apresentaram variações na faixa de passividade.

Neste experimento, a faixa de passividade foi considerada como a diferença entre o potencial de transpassivação (E_{tp}) e o potencial de passivação (E_p). Com base na Figura 62, logo após o final do ramo anódico de Tafel, foi determinado o potencial de passivação (E_p) em cada amostra, e quando a densidade de corrente aumenta acentuadamente na curva de polarização, foi determinado o potencial de transpassivação (E_{tp}).

A densidade de corrente passiva (i_{pass}) foi determinada como a corrente média na faixa de passividade (MCCAFFERTY, 2010). Quanto ao comportamento passivo, as amostras apresentaram pequenas variações na densidade de corrente passiva e na faixa de passividade, conforme é mostrado na Tabela 8 e nas Figuras 63 (c e d), porém, as amostras (25,1 μm e 31,65 μm) apresentaram a menor densidade de corrente passiva ($16,9 \pm 3,1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ e $16,5 \pm 3,5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, respectivamente) e, além disso, a amostra (25,1 μm) também apresentou a maior faixa de passividade ($E_{tp} - E_p = 1,07 \text{ V}$).

Tabela 8 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região passiva)

Amostras	E_p (V/Ag-AgCl)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	E_{tp} (V/Ag-AgCl)
1300 rpm (26,02 μm)	-0,05 (0,05)	30,7 (8,3)	0,96 (0,01)
1500 rpm (25,10 μm)	-0,11 (0,08)	16,9 (3,1)	0,96 (0,01)
1700 rpm (31,18 μm)	-0,13 (0,05)	23,1 (2,8)	0,94 (0,00)
1900 rpm (31,65 μm)	-0,05 (0,10)	16,5 (3,5)	0,94 (0,02)
2100 rpm (32,42 μm)	-0,04 (0,14)	30,4 (11,3)	0,94 (0,02)

E_p – Potencial de passivação; i_{pass} – Densidade de corrente passiva; E_{tp} – Potencial de transpassivação. *O desvio padrão de cada parâmetro é dado entre parênteses.

Fonte: Elaborado pelo autor.

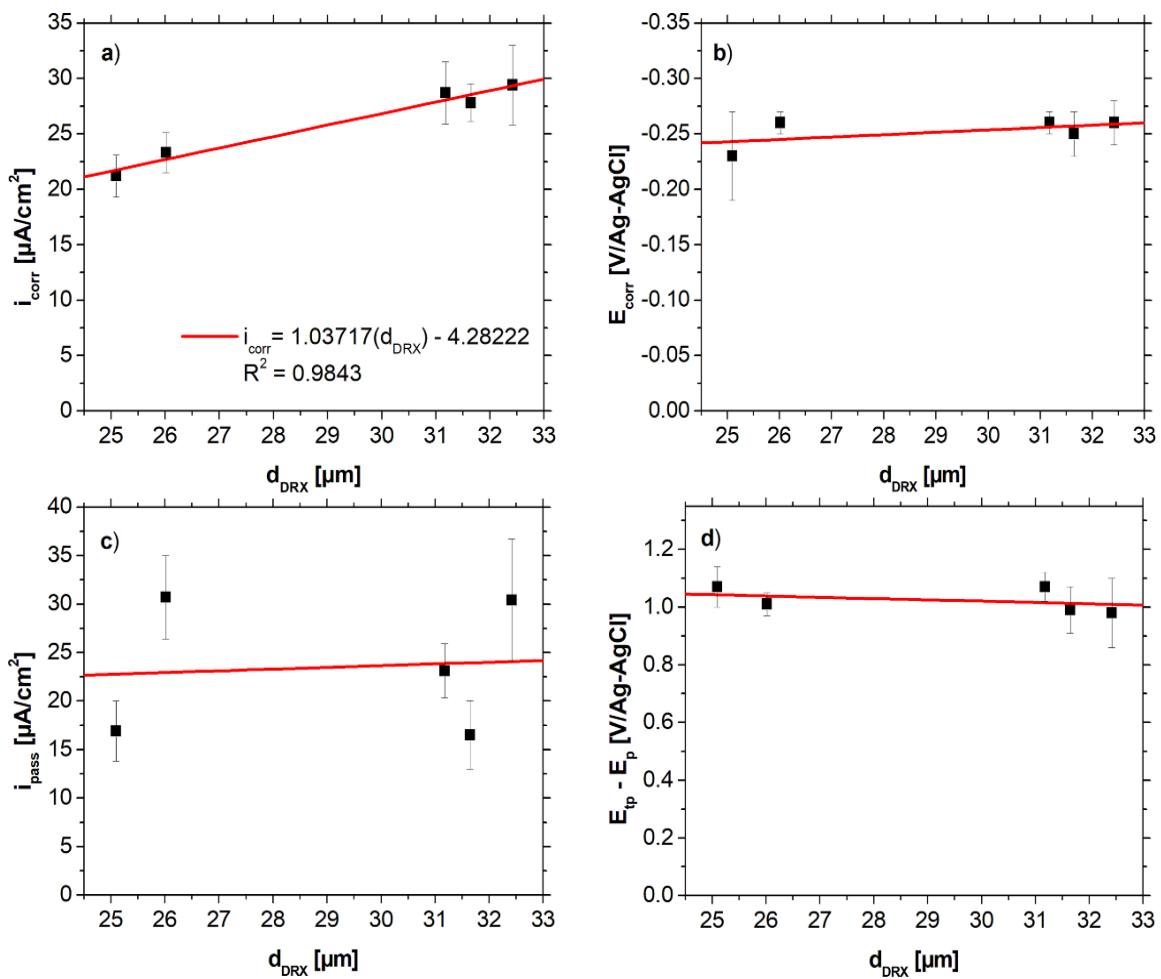
Na Figura 63 são apresentados os parâmetros eletroquímicos (i_{corr} , E_{corr} , i_{pass} e $E_{tp} - E_p$) em função do tamanho de grão (d_{DRX}). De acordo com os resultados apresentados na Figura 63, a amostra (25,1 μm) apresentou a menor taxa de corrosão com potencial de corrosão menos negativo, a maior faixa de passividade com a menor densidade de corrente passiva. Portanto, os resultados indicam que o filme passivo formado na superfície da amostra (25,1 μm) foi mais estável em comparação com as demais amostras.

Estes resultados são consistentes com as considerações de (RALSTON; BIRBILIS, 2010), pois a redução no tamanho de grão tende a melhorar a estabilidade do filme passivo, devido ao aumento nas taxas de difusão ao longo dos contornos de grão, que favorecem a formação de filmes passivos mais compactos.

De acordo com a Figura 63, a taxa de corrosão foi sensível à variação do tamanho de grão. Sendo assim, com ajuste linear ($R^2 = 0,98$) entre o i_{corr} e o tamanho de grão, foi possível avaliar a influência da microestrutura sobre a taxa de corrosão, conforme pode ser observado na Figura 64a, a variação no tamanho de grão provocou um aumento na taxa de corrosão. Com base nos valores de d_{DRX} [μm], o i_{corr} [$\mu\text{A}/\text{cm}^2$] pode ser determinado:

$$i_{\text{corr}} = 1.037(d_{\text{DRX}}) - 4.282 \quad (25)$$

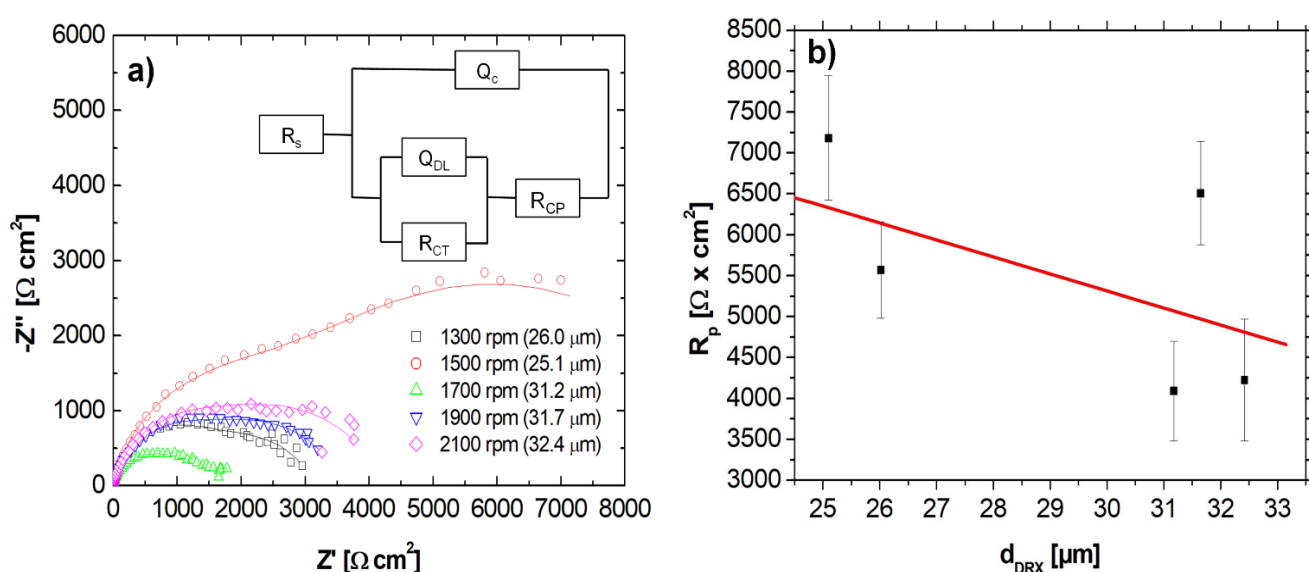
Figura 63 – Parâmetros eletroquímicos em função do tamanho de grão



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os resultados das medições (EIS) são apresentados na Fig. 64, na forma de Diagramas de Nyquist, junto com o modelo de circuito equivalente usado para analisar a interface metal/eletrólito. Os resultados obtidos a partir das análises do modelo de circuito equivalente são apresentados na Tabela 9. A partir dos dados experimentais, ficou evidente que o sistema eletroquímico apresentou duas constantes de tempo, conforme foi revelado pelos arcos capacitivos duplos deprimidos (vistos mais claramente, por exemplo, para a amostra (25,1 μm) na Figura 64a), o que justificou o modelo de circuito equivalente escolhido para as análises.

Figura 64 – Resultados das medições EIS em função do tamanho de grão



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 9 – Parâmetros EIS das amostras ensaiadas

Amostras	R_s [Ωcm^2]	R_{ct} [Ωcm^2]	R_{cp} [Ωcm^2]
1300 rpm (26,02 μm)	3 (0)	1974 (734)	3597 (588)
1500 rpm (25,10 μm)	2 (0)	2338 (998)	4844 (759)
1700 rpm (31,18 μm)	2 (0)	1395 (711)	2695 (609)
1900 rpm (31,65 μm)	2 (1)	2061 (630)	4446 (717)
2100 rpm (32,42 μm)	2 (1)	1105 (743)	3121 (768)

R_s – Impedância da solução; R_{ct} – Resistência à transferência de carga da dupla camada elétrica; R_{cp} – Resistência de polarização da interface óxido/eletrólito.

*O desvio padrão de cada parâmetro é dado entre parênteses.

Fonte: Elaborado pelo autor.

As duas constantes de tempo referem-se à resistência à transferência de carga (R_{ct}) da dupla camada elétrica e à resistência do filme de óxido (R_{cp}) devido à camada passiva de óxido formada na superfície metálica. Portanto, a resistência de polarização (R_p) é igual ao somatório das duas resistências, ou seja, $R_p = R_{ct} + R_{cp}$. As propriedades capacitivas das interfaces eletroquímicas foram modeladas usando um elemento de fase constante (Q_{DL}) para a dupla camada elétrica e (Q_C) para o filme de óxido (STOYNOV, 1990).

Os dados EIS obtidos experimentalmente revelaram certas variações na resistência de polarização (R_p) das amostras ensaiadas. Vale a pena ressaltar, que a resistência de polarização é inversamente proporcional à taxa de corrosão (MCCAFFERTY, 2010; TROYSI *et al.*, 2019), conforme é mostrado na Equação 26.

$$i_{corr} = \frac{1}{2,303 \times R_p \times \left(\frac{1}{b_a} + \frac{1}{|b_c|} \right)} \quad (26)$$

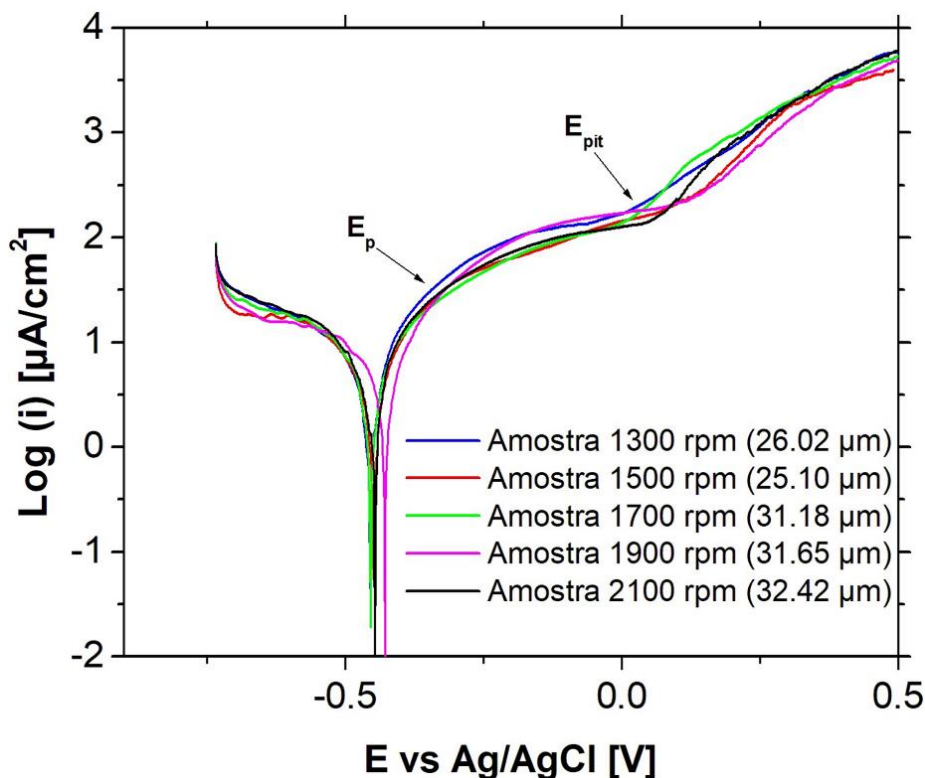
Com base nos valores de R_p , as amostras (26,02 μm , 31,18 μm , e 32,42 μm) apresentaram uma redução na resistência à corrosão uniforme, em comparação a amostra (25,1 μm). Já a amostra (31,65 μm) apresentou um comportamento bem próximo ao da amostra (25,1 μm), conforme é mostrado na Tabela 9 e na Figura 64b, isso ocorreu devido essa amostra apresentar a menor densidade de corrente passiva do ensaio (ver Fig. 63c) e, também, uma alta taxa de corrosão (ver Fig. 63a), o que contribuiu para esse resultado. Além disso, constatou-se também que a impedância devido à presença do filme de óxido (R_{cp}) no potencial de circuito aberto (OCP) foi significativamente maior em comparação a resistência à transferência de carga da dupla camada elétrica (R_{ct}), conforme pode ser observado na Tabela 9.

4.9 Resistência à corrosão em NaCl

Com base nas considerações feitas no item 4.8, para a análise em H_2SO_4 , o comportamento eletroquímico das amostras foi investigado em NaCl. Na Figura 65 são apresentados os resultados obtidos nos testes de polarização potenciodinâmica das amostras (1300 a 2100 rpm), enquanto os parâmetros extraídos das curvas de polarização potenciodinâmica são apresentados nas Tabelas 10 e 11, respectivamente.

Conforme já foi discutido no item 4.8, a liga 316L também é passivada em NaCl, na curva de polarização potenciodinâmica das amostras (ver Fig. 65) é possível notar a transição da região ativa para a região passiva ao variar o potencial no experimento.

Figura 65 – Curvas de polarização potenciodinâmica das amostras ensaiadas



Fonte: Elaborado pelo autor.

Em relação à corrosão uniforme (na região de Tafel), também foi possível notar que as amostras apresentaram correlação negativa com o potencial de corrosão (E_{corr}) e o tamanho de grão (d_{DRX}), com valores de E_{corr} mais ativos (negativos) à medida que o tamanho de grão aumenta, conforme é mostrado na Tabela 10 e na Figura 66b.

Na Tabela 10, vale a pena ressaltar, que a determinação das inclinações catódicas de Tafel (b_c) não foi possível, pois a concentração de oxigênio dissolvido limita a reação catódica, $2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2 + 4\text{e}^- \rightarrow 4\text{OH}^-$ (MCCAFFERTY, 2010).

Em relação à taxa de corrosão, expressa em termos de i_{corr} , a amostra ($25,1 \mu\text{m}$) apresentou a menor densidade de corrente de corrosão ($i_{corr} = 7,7 \pm 0,3 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) e a amostra ($32,42 \mu\text{m}$) apresentou a maior densidade de corrente de corrosão ($i_{corr} = 9,3 \pm 1,6 \mu\text{A}/\text{cm}^2$), conforme é mostrado na Tabela 10 e na Figura 66a. Nesse experimento, os valores de E_{corr} e i_{corr} foram determinados usando a análise de modelo do software IviumSoft.

Tabela 10 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região ativa)

Amostras	E_{corr} (V/Ag-AgCl)	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)
1300 rpm (26,02 μm)	-0.45 (0.01)	8.2 (0.3)
1500 rpm (25,10 μm)	-0.43 (0.03)	7.7 (0.3)
1700 rpm (31,18 μm)	-0,46 (0,02)	9,0 (3,1)
1900 rpm (31,65 μm)	-0,44 (0,03)	9,2 (1,4)
2100 rpm (32,42 μm)	-0,46 (0,00)	9,3 (1,6)

E_{corr} – Potencial de corrosão; i_{corr} – Densidade de corrente de corrosão.

*O desvio padrão de cada parâmetro é dado entre parênteses.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Tabela 11 é apresentado os parâmetros eletroquímicos obtidos na região passiva. De fato, as amostras passivaram em NaCl, conforme é mostrado na Figura 65, porém, os parâmetros eletroquímicos (i_{pass} e ($E_{pite}-E_p$)) obtidos na região passiva, apontam que o comportamento passivo foi bem inferir comparado ao obtido no item 4.8 para as amostras expostas ao H_2SO_4 .

Tabela 11 – Parâmetros da curva de polarização potenciodinâmica (região passiva)

Amostras	E_p (V/Ag-AgCl)	i_{pass} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	E_{pit} (V/Ag-AgCl)
1300 rpm (26,02 μm)	-0,37 (0,03)	64,9 (31,7)	0,03 (0,02)
1500 rpm (25,10 μm)	-0,37 (0,03)	58,8 (32,6)	0,12 (0,04)
1700 rpm (31,18 μm)	-0,40 (0,02)	83,6 (13,6)	0,07 (0,04)
1900 rpm (31,65 μm)	-0,39 (0,03)	60,3 (9,4)	0,11 (0,10)
2100 rpm (32,42 μm)	-0,41 (0,03)	110,9 (40,7)	0,08 (0,03)

E_p – Potencial de passivação; i_{pass} – Densidade de corrente passiva; E_{pite} – Potencial de pite. *O desvio padrão de cada parâmetro é dado entre parênteses.

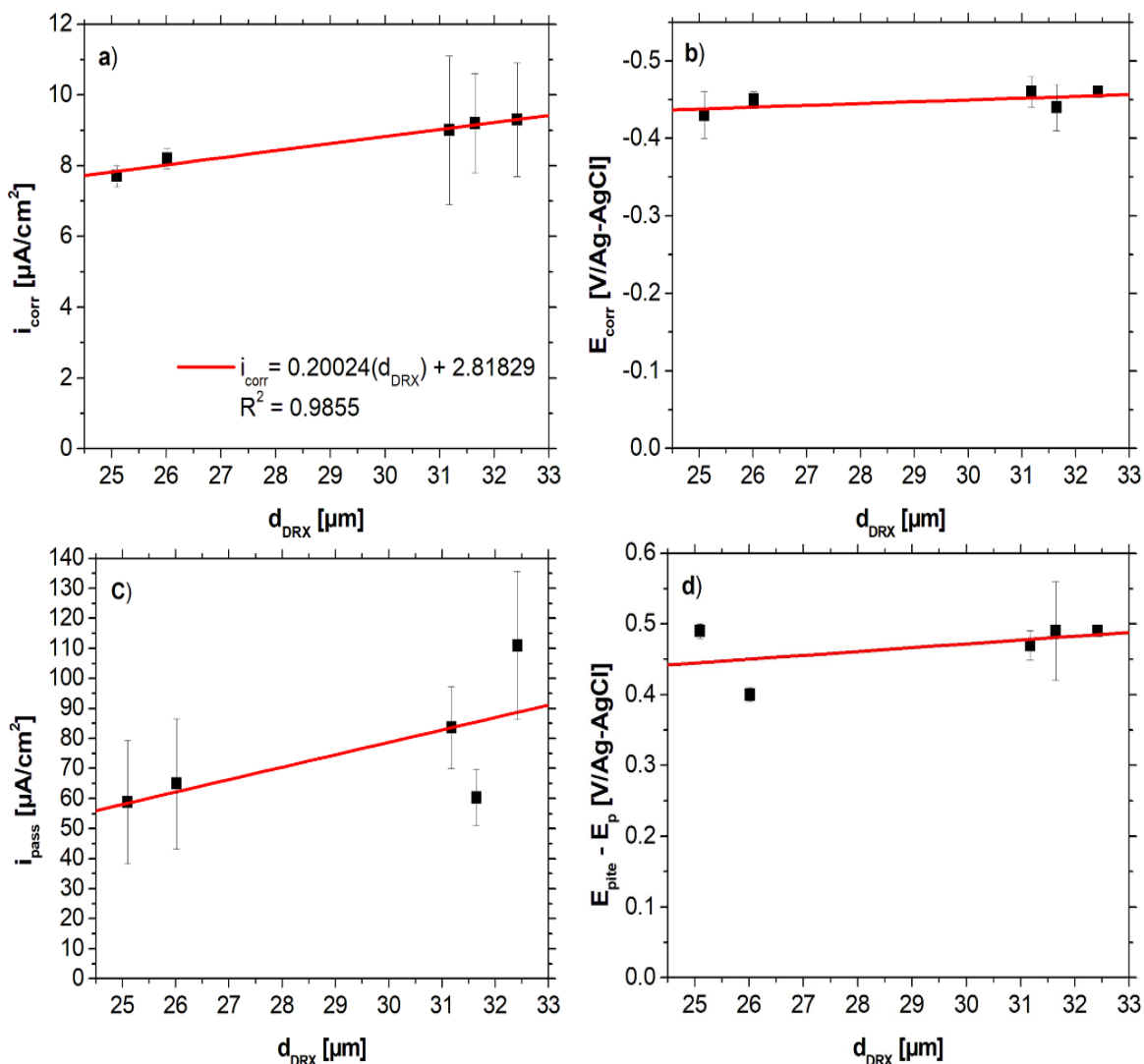
Fonte: Elaborado pelo autor.

Quanto ao comportamento passivo, as amostras apresentaram pequenas variações na faixa de passividade, conforme é mostrado na Figura 66d, porém, a densidade de corrente passiva apresentou uma tendência linear com o aumento do tamanho de grão, como pode ser observado na Figura 66c. As amostras (25,1 μm e 31,65 μm) apresentaram a menor densidade de corrente passiva ($58,8 \pm 20,6 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ e $60,3 \pm 9,4 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, respectivamente) e, além disso, a amostra (25,1 μm) também apresentou a maior faixa de passividade ($E_{pit} - E_p = 0,49 \text{ V}$) do experimento, como pode ser visto na Tabela 11 e nas

Figuras 66c e d. Vale a pena ressaltar, que o comportamento ativo-passivo observado no NaCl é semelhante ao observado no H₂SO₄.

Na Figura 66 são apresentados os parâmetros eletroquímicos (i_{corr} , E_{corr} , i_{pass} e E_{pite} - E_p) em função do tamanho de grão (d_{DRX}). De acordo com os resultados apresentados na Figura 66, a amostra (25,1 μm) apresentou a menor taxa de corrosão com potencial de corrosão menos negativo (mais nobre), a maior faixa de passividade com a menor densidade de corrente passiva. Portanto, novamente, os resultados indicam que o filme passivo formado na superfície da amostra (25,1 μm) foi mais estável em comparação com as demais amostras.

Figura 66 – Parâmetros eletroquímicos em função do tamanho de grão



Fonte: Elaborado pelo autor.

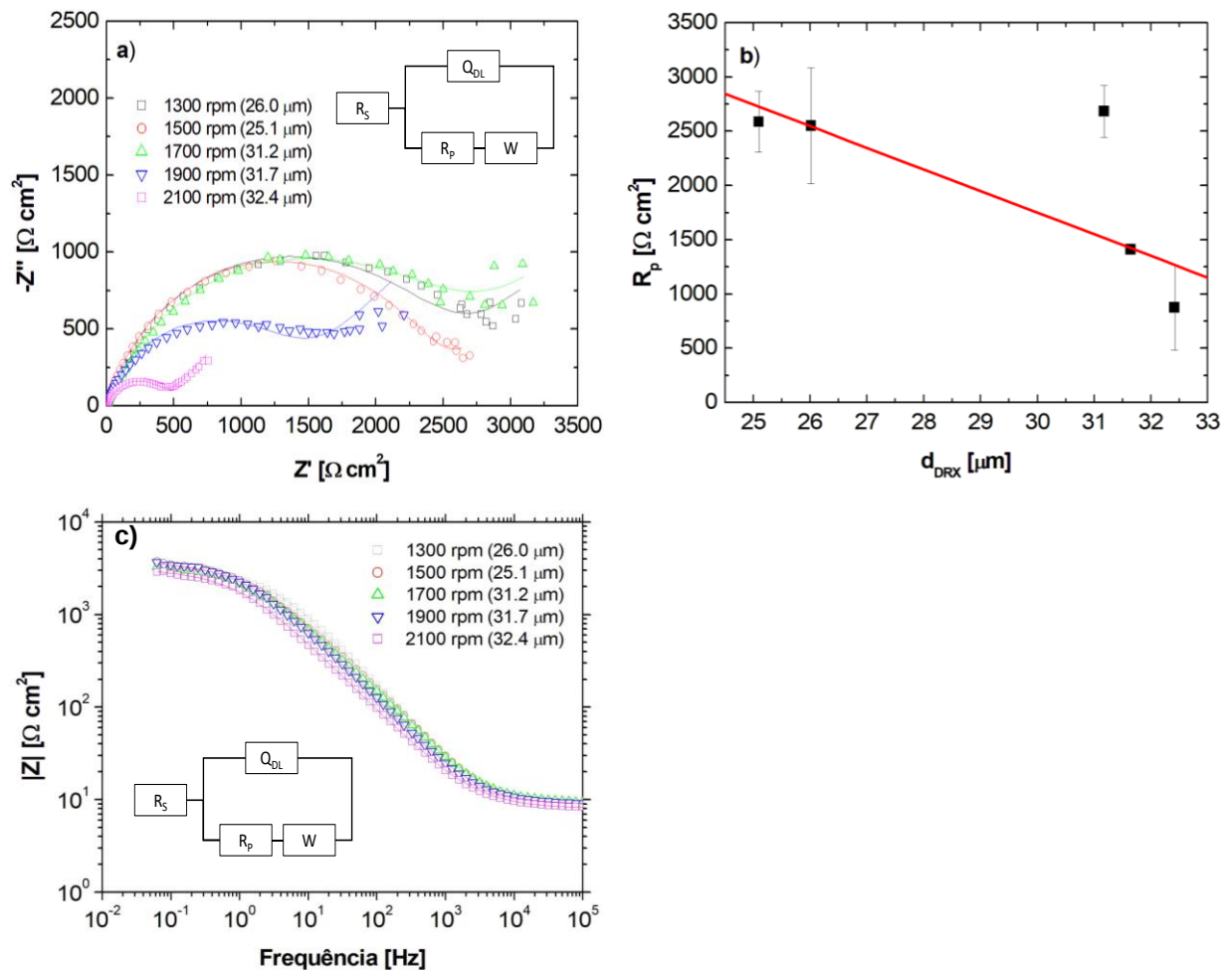
De acordo com a Figura 66, a taxa de corrosão foi sensível à variação do tamanho de grão. Sendo assim, com ajuste linear ($R^2 = 0,98$) entre o i_{corr} e o tamanho de grão, foi

possível novamente avaliar a influência da microestrutura sobre a taxa de corrosão, conforme pode ser observado na Figura 66a, a variação no tamanho de grão provocou um aumento na taxa de corrosão. Com base nos valores de d_{DRX} [μm], o i_{corr} [$\mu\text{A}/\text{cm}^2$] pode ser determinado:

$$i_{corr} = 0.2 (d_{DRX}) + 2.818 \quad (27)$$

Os resultados das medições (EIS) são apresentados na Figura 67, na forma de Diagramas de Nyquist, junto com o modelo de circuito equivalente usado para analisar a interface metal/eletrólito. Os resultados obtidos a partir das análises do modelo de circuito equivalente são apresentados na Tabela 12.

Figura 67 – Resultados das medições EIS em função do tamanho de grão



Fonte: Elaborado pelo autor.

O formato das linhas catódicas nas curvas de polarização potenciodinâmica, mostradas na Figura 65, indicam que ocorreu polarização de concentração nesse meio.

Por esse motivo, a interface eletroquímica foi modelada usando um elemento do tipo Warburg (W) no circuito equivalente mostrado na Figura 67a.

De acordo com a Figura 67a, a amostra produzida com a velocidade de rotação de 1500 rpm, não apresentou uma inclinação de 45° , que é um indicativo para o emprego da impedância de Warburg (W), sendo assim, não está considerando o efeito da difusão no sistema eletroquímico.

Na Figura 67b é mostrado a resistência de polarização (R_p) em função do tamanho de grão (d_{DRX}). Com base nos valores de R_p , as amostras (31,65 μm e 32,42 μm) apresentaram uma redução, em comparação com as amostras (25,1 μm , 26,02 μm e 31,18 μm). A amostra (26,02 μm) apresentou um comportamento bem próximo ao da amostra (25,1 μm), conforme é mostrado na Tabela 12 e na Figura 67b.

A amostra (31,18 μm) apresentou a maior resistência de polarização do experimento, como pode ser observado na Tabela 12 e na Figura 67b. Nesse meio, não posso correlacionar a resistência de polarização R_p com a resistência à corrosão uniforme, pois, com a formação de pites durante os experimentos, não ocorre corrosão uniforme nas amostras ensaiadas.

Tabela 12 – Parâmetros EIS das amostras ensaiadas

Amostras	R_s [Ωcm^2]	R_p [Ωcm^2]
1300 rpm (26,02 μm)	9 (1)	2586 (281)
1500 rpm (25,10 μm)	9 (0)	2549 (533)
1700 rpm (31,18 μm)	9 (1)	2683 (240)
1900 rpm (31,65 μm)	8 (1)	1410 (27,2)
2100 rpm (32,42 μm)	7 (0)	877 (395)

R_s – Impedância da solução; R_p – Resistência de polarização da interface metal/eletrólito; *O desvio padrão de cada parâmetro é dado entre parênteses.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Adicionalmente, os resultados das medições (EIS) são apresentados também, na forma de Diagramas de Bode, conforme é mostrado na Figura 67c, usando o mesmo modelo de circuito equivalente apresentado na Figura 67a, para auxiliar na análise do comportamento da impedância de Warburg (W), que considera os efeitos da difusão no sistema eletroquímico.

5 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados apresentados, foi possível concluir que o processo FS (*Friction Surfacing*) pode ser realizado em um equipamento não-dedicado (centro de usinagem CNC), produzindo revestimentos resistentes à corrosão com propriedades mecânicas satisfatórias. Portanto, as seguintes conclusões elucidam o comportamento dos revestimentos produzidos pelo processo FS:

- i. A recristalização dinâmica é o mecanismo responsável pelo desenvolvimento microestrutural durante o processo FS, determinando a microestrutura obtida nos revestimentos. Portanto, ao variar a velocidade de rotação no experimento, provocou variação na taxa e temperatura de deformação do processo, com isso foi possível estabelecer a relação existente entre o parâmetro Zener-Hollomon (Z) e o tamanho de grão recristalizado dinamicamente (d_{DRX}), por meio de um ajuste linear, com coeficiente de determinação R^2 igual a 0,99.
- ii. Em relação a recristalização dinâmica durante os experimentos, observa-se que as altas temperaturas favorece o crescimento de grão, enquanto as altas taxas de deformação reduz o tamanho de grão, o que está de acordo com a literatura. A amostra produzida com a velocidade de rotação de 1500 rpm apresentou o maior valor de Z ($9,03 \times 10^{18} \text{ s}^{-1}$), o menor tamanho de grão recristalizado dinamicamente, e, conseqüentemente, a microestrutura mais homogênea, em termos, de distribuição do tamanho de grão ($25,1 \pm 4,19 \mu\text{m}$).
- iii. Com base na dureza obtida na superfície de topo dos revestimentos, foi possível perceber que a dureza é sensível a variação no tamanho de grão, quanto mais homogênea for a microestrutura, menor é o desvio padrão obtido nas medições de dureza, o que é o caso particular da amostra produzida com a velocidade de rotação de 1500 rpm. O ganho de dureza nos revestimentos foi maior que 56% para todas as amostras analisadas, demonstrando claramente o endurecimento superficial obtido pelo processo FS.
- iv. Esse aumento de dureza combinado com a redução significativa no tamanho de grão, é um indicativo que ocorreu a recristalização dinâmica durante o processo. Com base nas micrografias obtidas (antes e após o processo FS), e nos perfis de dureza avaliados na superfície de topo dos revestimentos, pode-se afirmar que a microestrutura dos revestimentos foi totalmente recristalizada.

- v. De acordo com os perfis de dureza avaliados ao longo da seção transversal dos revestimentos, não houve aumento acentuado de dureza na região da interface, que pudessem estar associados com possíveis transformações de fase da autenita, o que está consistente com investigações anteriores, que utilizaram o mesmo material, e identificou apenas a fase austenita (γ) em suas micrografias.
- vi. Ao variar a velocidade de rotação de 1300 rpm até 2100 rpm, nota-se que a variação no tamanho de grão na microestrutura dos revestimentos foi menor que 29% para todas as amostras analisadas, demonstrando que o processo é praticamente estável em uma ampla faixa de velocidade de rotação.
- vii. Em ambos os eletrólitos investigados (0,5M H_2SO_4 e 0,6M NaCl), a variação da velocidade de rotação não influenciou significativamente na resistência à corrosão dos revestimentos, portanto, em termos de desempenho eletroquímico, os resultados foram praticamente estáveis, como já era esperado, devido a pequena variação na granulação obtida na microestrutura dos revestimentos.
- viii. Em ambos os meios (0,5M H_2SO_4 e 0,6M NaCl), a amostra de 1500 rpm com o menor tamanho de grão e a microestrutura mais homogênea, apresentou a maior resistência à corrosão do experimento, que foi avaliada em termos dos parâmetros eletroquímicos extraídos das curvas de polarização potenciodinâmica ($i_{\text{pass}} = 16,9$ e $58,8 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, $E_{\text{tp}} = 0,96$ e $E_{\text{pite}} = 0,12 \text{ V}/\text{Ag-AgCl}$) e da análise de espectroscopia de impedância eletroquímica ($R_p = 7182$ e $2549 \Omega\text{cm}^2$). Ao analisar os parâmetros eletroquímicos obtidos, foi constatado que a densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) é sensível às variações no tamanho de grão, com ajuste linear (R^2 igual a 0,98) foi obtido o modelo que descreve essa relação, para ambos os meios.
- ix. Com base nas análises EDS feitas ao longo da espessura dos revestimentos, verificou-se que os teores de cromo (Cr), níquel (Ni) e molibdênio (Mo) variaram muito pouco, podendo considerar a composição química praticamente homogênea, o que é bastante favorável para sua resistência à corrosão. Além disso, observou-se que o aumento na velocidade de rotação do experimento, produziu revestimentos mais homogêneos.
- x. Os revestimentos foram submetidos ao cisalhamento puro na região da interface, por meio de uma matriz de cisalhamento acoplada na máquina de tração. De uma forma geral, os revestimentos apresentaram excelente adesão metalúrgica, com destaque para a amostra produzida com a velocidade de

rotação de 1900 rpm, que apresentou a maior resistência ao cisalhamento do experimento ($60,94 \pm 2,21 \text{ kgf/mm}^2$).

- xi. Análises EDS em linha foram feitas ao longo da seção transversal dos revestimentos, para determinar o seu coeficiente de difusão e o seu gradiente de concentração na região da interface. Ao correlacionar esses dados com a resistência ao cisalhamento dos revestimentos, verificou-se que a resistência ao cisalhamento é diretamente proporcional ao gradiente de concentração do ferro (Fe) e do cromo (Cr), ou seja, no experimento variando o gradiente de concentração desses elementos provocou um ganho na resistência mecânica dos revestimentos, que, por sua vez, está intimamente relacionada com a sua adesão ao substrato. Esse comportamento foi modelado usando um ajuste linear, com coeficiente de determinação R^2 igual a 0,99, para os elementos ferro e cromo, respectivamente.
- xii. Por fim, a influência dos intertravamentos mecânicos sobre a adesão dos revestimentos, foi avaliada por meio dos perfis de rugosidade obtidos na região da interface, que, por sua vez, não apresentaram nenhuma relação linear com a adesão, portanto, pode-se afirmar que a difusão é o mecanismo de ligação dominante para essa junta dissimilar.

6 PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

Investigar a influência da haste consumível sobre o aporte térmico gerado no processo, sobre a microestrutura formada nos revestimentos e sobre as propriedades mecânicas e anticorrosivas obtidas nos revestimentos, variando a geometria da haste e a sua microestrutura (granulação) durante os experimentos.

Investigar o comportamento frente à corrosão das amostras em ambientes contendo sais fundidos, para conhecer a sua cinética de oxidação, a morfologia da camada de óxido formada e a sua composição química. Além disso, pode correlacionar esse estudo com os resultados obtidos na análise de corrosão eletroquímica.

REFERÊNCIAS

AGIWAL, Hemant; YEOM, Hwasung; POCQUETTE, Nicholas; *et al.* Friction surfacing and cold spray deposition for surface crack repair in austenitic stainless steels. *Materials Today Communications*, v. 33, 2022.

AGIWAL, Hemant; YEOM, Hwasung; ROSS, Kenneth A.; *et al.* Leak-tight crack repair for 304L stainless steel using friction surfacing. *Journal of Manufacturing Processes*, v. 79, 2022.

AKINLABI, Esther Titilayo; MAHAMOOD, Rasheedat Modupe. *Solid-State Welding: Friction and Friction Stir Welding Processes*. Cham: Springer International Publishing, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/978-3-030-37015-2>>. (Mechanical Engineering Series).

ASTM INTERNATIONAL. *ASTM E 112-10 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. [S.l: s.n.], 2010.

BARARPOUR, Seyedeh Marjan; JAMSHIDI AVAL, Hamed; JAMAATI, Roohollah. Cellular automaton modeling of dynamic recrystallization in Al-Mg alloy coating fabricated using the friction surfacing process. *Surface and Coatings Technology*, v. 407, 2021.

BARATI, M.; ABBASI, M.; ABEDINI, M. The effects of friction stir processing and friction stir vibration processing on mechanical, wear and corrosion characteristics of Al6061/SiO₂ surface composite. *Journal of Manufacturing Processes*, v. 45, 2019.

CHEN, Y. C. *et al.* Banded structure and its distribution in friction stir processing of 316L austenitic stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, v. 420, n. 1–3, 2012.

DA SILVA, Márcio Maciel *et al.* Application of the friction surfacing process in a CNC machining center: a viability assessment for producing Al-alloy coatings on low carbon steel. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, v. 40, n. 1, jan. 2018.

DAMODARAM, R. *et al.* Friction surfacing: A tool for surface crack repair. *Surface and Coatings Technology*, v. 422, 2021.

DAS, Arpan. Revisiting Stacking Fault Energy of Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 47, n. 2, p. 748–768, 2016.

DEHGHAN-MANSHADI, A.; BARNETT, M. R.; HODGSON, P. D. Hot deformation and recrystallization of austenitic stainless steel: Part I. dynamic recrystallization. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 39 A, n. 6, p. 1359–1370, 2008.

DEHGHANI, Kamran; CHABOK, Ali. Dependence of Zener parameter on the nanograins formed during friction stir processing of interstitial free steels. *Materials Science and Engineering: A*, v. 528, n. 13–14, 2011.

GANDRA, J. *et al.* Friction surfacing - A review. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 214, n. 5, p. 1062–1093, 2014.

GANDRA, J.; MIRANDA, R. M.; VILAÇA, P. Performance analysis of friction surfacing. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 212, n. 8, 2012.

GENTIL, Vicente. *Corrosão*. 4. ed. Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos, 2003.

GEORGE SAHAYA NIXON, R.; MOHANTY, B. S.; SATHISH, R. Friction surfacing of AISI 316 over mild steel: A characteriation study. *Defence Technology*, v. 14, n. 4, p. 306–312, 2018.

GEORGE SAHAYA NIXON, R.; SATHISH, R.; MOHANTY, B. S. Characterization of a friction surfaced stainless steel coating on medium carbon steel. *Transactions of Famena*, v. 42, n. 4, 2018.

GOLLAPUDI, Srikant. Grain size distribution effects on the corrosion behaviour of materials. *Corrosion Science*, v. 62, 2012.

GUO, D. *et al.* Friction surfacing of AISI 904L super austenitic stainless steel coatings: Microstructure and properties. *Surface and Coatings Technology*, v. 408, 2021.

GUO, D.; KWOK, C. T.; CHAN, S. L.I. Fabrication of stainless steel 316L/TiB₂ composite coating via friction surfacing. *Surface and Coatings Technology*, v. 350, 2018.

GUO, D.; KWOK, C. T.; CHAN, S. L.I. Spindle speed in friction surfacing of 316L stainless steel – How it affects the microstructure, hardness and pitting corrosion resistance. *Surface and Coatings Technology*, v. 361, p. 324–341, 2019a.

GUO, D.; KWOK, C. T.; CHAN, S. L.I. Strengthened forced convection – A novel method for improving the pitting corrosion resistance of friction-surfaced stainless steel coating. *Materials and Design*, v. 182, 2019b.

GUSTAFSSON, E.; OLDENBURG, M.; JANSSON, A. Design and validation of a sheet metal shearing experimental procedure. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 214, n. 11, 2014.

HAJIAN, M. *et al.* Microstructure and mechanical properties of friction stir processed AISI 316L stainless steel. *Materials and Design*, v. 67, 2015.

HUANG, K.; LOGÉ, R. E. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials and Design*, v. 111, p. 548–574, 2016.

HUTCHINGS, Ian; SHIPWAY, Philip. *Tribology: Friction and wear of engineering materials: Second Edition*. [S.l: s.n.], 2017.

KALLIEN, Zina *et al.* Experimentally established correlation of friction surfacing process temperature and deposit geometry. *Surface and Coatings Technology*, v. 397, p. 126040, set. 2020.

KHALID RAFI, H. *et al.* Friction surfacing of austenitic stainless steel on low carbon steel: Studies on the effects of traverse speed. 2010, [S.l: s.n.], 2010.

KHALID RAFI, H. *et al.* Thermal profiling using infrared thermography in friction surfacing. 2011, [S.l: s.n.], 2011.

KOLHATKAR, Ashutosh; PANDEY, Anand. Sheet Metal Shearing Process: An Overview. *Transactions of the Indian National Academy of Engineering*, 27 ago. 2023. Disponível em: <<https://link.springer.com/10.1007/s41403-023-00421-y>>.

KUMAR, Ravi *et al.* Characterization of friction surfaced coatings of aisi 316 tool over high-speed-steel substrate. *Transactions of Famena*, v. 41, n. 2, 2017.

LIU, X. M. *et al.* Transferring mechanism of the coating rod in friction surfacing. *Surface and Coatings Technology*, v. 202, n. 9, 2008.

MADHU, S.; BALASUBRAMANIAN, M.; SIVAKESAN, Rathesh. Finite difference modeling on the temperature field of Aluminium and low carbon steel in friction surfacing. *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences*, v. 11, n. 16, 2016.

MCCAFFERTY, E. *Introduction to corrosion science*. [S.l: s.n.], 2010.

MCQUEEN HJ *et al.* Constitutive analysis in hot working. *Mater Sci Eng A* 322, 43-63, 2002.

NATHAN, S. Ragu *et al.* Investigations on microstructure, thermo-mechanical and tribological behavior of graphene oxide reinforced AA7075 surface composites developed via friction stir processing. *Journal of Manufacturing Processes*, v. 90, 2023.

NIXON, R. George Sahaya; MOHANTY, B. S. Characterization of Friction-Surfaced SS316 Overlaid on Medium-Carbon Steel. *Silicon*, v. 10, n. 4, 2018.

NIXON, R. George Sahaya; MOHANTY, B. S.; BHASKAR, G. B. Effect of process parameters on physical measurements of AISI316 stainless steel coating on EN24 in friction surfacing. *Materials and Manufacturing Processes*, v. 33, n. 7, p. 778–785, 2018.

ÖZCAN, Mehmet Erbil. The influence of parameters on the evolution of the friction surfacing method - a review. *Journal of Mechanical Science and Technology*, v. 36, n. 2, 2022.

PADHY, G. K.; WU, C. S.; GAO, S. Friction stir based welding and processing technologies - processes, parameters, microstructures and applications: A review. *Journal of Materials Science and Technology*, v. 34, n. 1, 2018.

PARK, Seung Hwan C. *et al.* Rapid formation of the sigma phase in 304 stainless steel during friction stir welding. *Scripta Materialia*, v. 49, n. 12, 2003.

PEDROSO DA SILVA, Sinval *et al.* Estudo do comportamento eletroquímico do aço inoxidável ABNT 316L nitretado por descargas elétricas, [S.l: s.n.], 2017.

PIRHAYATI, Parisa; JAMSHIDI AVAL, Hamed; LOUREIRO, Altino. Characterization of microstructure, corrosion, and tribological properties of a multilayered friction surfaced Al–Mg–Si–Ag alloy. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, v. 22, n. 4, 2022.

PRABHAKAR, D. A.P. *et al.* A comprehensive review of friction stir techniques in structural materials and alloys: challenges and trends. *Journal of Materials Research and Technology*. [S.l: s.n.], , 2022

PRASAD RAO, K. *et al.* Tool steel and copper coatings by friction surfacing - A thermography study. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 212, n. 2, 2012.

PULI, Ramesh; JANAKI RAM, G. D. Corrosion performance of AISI 316L friction surfaced coatings. *Corrosion Science*, v. 62, 2012a.

PULI, Ramesh; JANAKI RAM, G. D. Dynamic recrystallization in friction surfaced austenitic stainless steel coatings. *Materials Characterization*, v. 74, p. 49–54, 2012b.

PUNCKT, C. *et al.* Sudden onset of pitting corrosion on stainless steel as a critical phenomenon. *Science*, v. 305, n. 5687, 2004.

RAFI, H. Khalid *et al.* Friction surfaced tool steel (H13) coatings on low carbon steel: A study on the effects of process parameters on coating characteristics and integrity. *Surface and Coatings Technology*, v. 205, n. 1, 2010.

RALSTON, K. D.; BIRBILIS, N. Effect of grain size on corrosion: A review. *Corrosion*, v. 66, n. 7, 2010.

RALSTON, K. D.; FABIJANIC, D.; BIRBILIS, N. Effect of grain size on corrosion of high purity aluminium. *Electrochimica Acta*, v. 56, n. 4, p. 1729–1736, 2011.

RANJAN, Rajeev; DAS, Anil Kumar. Enhancement of mechanical and corrosion protection properties of different substrates after friction surfacing: A concise review. *Materials Today: Proceedings*, v. 57, 2022.

RETHNAM, George S.N. *et al.* Parameter study on friction surfacing of aisi316ti stainless steel over en8 carbon steel and its effect on coating dimensions and bond strength. *Materials*, v. 14, n. 17, 2021.

ROLLETT, Anthony; ROHRER, Gregory S.; HUMPHREYS, John. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. [S.l.]: Elsevier, 2017.

SAHOO, Dillip K. *et al.* Multi response optimization and desirability function analysis on friction surfaced deposition of AISI 316 stainless steel over EN8 medium carbon steel. 2020, [S.l: s.n.], 2020.

SAHOO, Dillip Kumar *et al.* Influence of inductive heating on coating geometry during deposition of AISI 316 stainless steel over EN8 carbon steel using friction surfacing process. 2020, [S.l: s.n.], 2020. p. 1641–1650.

SAKAI, Taku *et al.* *Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. Progress in Materials Science*. [S.l: s.n.], , 2014

SAKIHAMA, Hidekazu; TOKISUE, Hiroshi; KATOH, Kazuyoshi. Mechanical properties of friction surfaced 5052 aluminum alloy. *Materials Transactions*, v. 44, n. 12, 2003.

SEIDI, Ebrahim; MILLER, Scott F. A novel approach to friction surfacing: Experimental analysis of deposition from radial surface of a consumable tool. *Coatings*, v. 10, n. 11, 2020.

SEIDI, Ebrahim; MILLER, Scott F.; CARLSON, Blair E. Friction Surfacing Deposition by Consumable Tools. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, v. 143, n. 12, p. 120801, 2021.

SILVA, A. P. *et al.* Dynamic recrystallization in severely plastically deformed iron aluminide coatings obtained by friction surfacing. *Manufacturing Letters*, v. 33, 2022.

SILVA, D. F.; BRITO, P. P. Electrochemical behavior of dissimilar carbon-stainless steel RSW joints. *Welding Journal*, v. 99, n. 1, 2020.

SILVA, K. H.S. *et al.* The behaviour of AISI 4340 steel coatings on low carbon steel substrate produced by friction surfacing. *Surface and Coatings Technology*, v. 399, 2020.

SINGH, Amit Kumar; REDDY, G. Madhusudhan; RAO, K. Srinivas. Pitting corrosion resistance and bond strength of stainless steel overlay by friction surfacing on high

strength low alloy steel. *Defence Technology*, v. 11, n. 3, 2015.

STEGMUELLER, M. J.R.; GRANT, R. J.; SCHINDELE, P. Quantification of the interfacial roughness when coating stainless steel onto aluminium by friction surfacing. *Surface and Coatings Technology*, v. 375, p. 22–33, 2019.

STOYNOV, Z. Impedance modelling and data processing: structural and parametrical estimation. *Electrochimica Acta*, v. 35, n. 10, 1990.

TRENT, M. C.; GOODS, S. H.; BRADSHAW, R. W. Comparison of corrosion performance of grade 316 and grade 347H stainless steels in molten nitrate salt. 2016, [S.l: s.n.], 2016.

TROYSI, Fernanda *et al.* Investigation of austenitic stainless steel coatings on mild steel produced by friction urfacing using a conventional CNC machining center. *Materials Research*, v. 22, n. 2, 2019.

VILCHEZ, Franco *et al.* The effect of laser surface melting of stainless steel grade AISI 316L welded joint on its corrosion performance in molten Solar Salt. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, v. 213, 2020.

WILLIAN D. CALLISTER, JR;; DAVID G. RETHWISCH. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. [S.l: s.n.], 2018.

WOLYNEC, Stephan. *Técnicas Eletroquímicas em Corrosão*. 1. ed. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 2013.

ZHILYAEV, Alexander P.; LANGDON, Terence G. *Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. Progress in Materials Science*. [S.l: s.n.], 2008