

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS  
Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica

Fernanda Christina Teotonio Dias Troysi

**DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA PARA OBTENÇÃO DE ALUMINETOS  
DE FERRO EM SUBSTRATO DE AÇO CARBONO ATRAVÉS DE REVESTIMENTO  
POR FRICÇÃO SEGUIDO DE TRATAMENTO TÉRMICO DE RECOZIMENTO**

Belo Horizonte  
2019

Fernanda Christina Teotonio Dias Troysi

**DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA PARA OBTENÇÃO DE ALUMINETOS  
DE FERRO EM SUBSTRATO DE AÇO CARBONO ATRAVÉS DE REVESTIMENTO  
POR FRICÇÃO SEGUIDO DE TRATAMENTO TÉRMICO DE RECOZIMENTO**

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

Orientador: Prof. Dr. Pedro Paiva Brito

Área de Concentração: Projetos e Fabricação

Belo Horizonte

2019

## FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

T864d Troysi, Fernanda Christina Teotonio Dias  
Desenvolvimento de metodologia para obtenção de aluminetos de ferro em substrato de aço carbono através de revestimento por fricção seguido de tratamento térmico de recozimento / Fernanda Christina Teotonio Dias Troysi. Belo Horizonte, 2019.  
98 f. : il.

Orientador: Pedro Paiva Brito  
Tese (Doutorado) – Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

1. Revestimentos - Processos. 2. Aço - Corrosão. 3. Aço - Propriedades mecânicas. 4. Microestrutura. 5. Metais - Tratamento térmico. 6. Ligas de alumínio. 7. Eletroquímica. I. Brito, Pedro Paiva. II Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título.

SIB PUC MINAS

CDU: 669.14

Ficha catalográfica elaborada por Elizângela Ribeiro de Azevedo– CRB 6/6368

**Fernanda Christina Teotonio Dias Troysi**

**DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA PARA OBTENÇÃO DE ALUMINETOS  
DE FERRO EM SUBSTRATO DE AÇO CARBONO ATRAVÉS DE REVESTIMENTO  
POR FRICÇÃO SEGUIDO DE TRATAMENTO TÉRMICO DE RECOZIMENTO**

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

---

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

---

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

---

Prof. Dr. Luis Henrique Andrade Maia (Examinador interno) – PUC Minas

---

Prof. Dra. Ana Paula de Andrade Manfridini (Examinador externo) – PUC Minas

---

Prof. Dra. Augusta Cerceau Isaac Neta (Examinador externo) – UFMG

Belo Horizonte, 29 de novembro de 2019

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus por ter me proporcionado determinação, sabedoria e fé para superar todos os desafios encontrados pelo caminho.

A meu esposo Victor Troysi pelo apoio e companheirismo constante, e a minha filha Maria Eduarda fonte de força e inspiração na minha caminhada.

Aos meus pais, avos, irmãs, tios, sogros, cunhados e amigos que me apoiaram durante todo o tempo e sempre me ajudaram principalmente com a minha filha.

Ao Prof. Dr. Pedro Paiva Brito, pela orientação nesse trabalho, além do companheirismo constante, sempre pronto a me ajudar e transmitir seus conhecimentos.

Aos amigos e colegas de profissão Oscar Sandoval, Miguel Barrientos, Bryan Caetano, José Arthur Teixeira, Cristiano Brito, Carlos Eduardo dos Santos, Norberto Martins, Jordana Simões, Bruna Nascimento e Klaus Higor pelo apoio e conselhos, enriquecendo o trabalho e a pesquisa.

Aos funcionários do laboratório de processos de fabricação da PUC Minas, pelo apoio e ajuda na parte experimental, especialmente Ítalo, Thaís e Fabiane .

Aos colegas e alunos de iniciação científica Igor e Gabriela por todo auxílio na execução dos experimentos.

Aos professores, Dra. Sara Dafé, Dr. Haroldo Pinto, pelos ensinamentos transmitidos e sempre apresentarem boa vontade em ajudar.

Aos professores Dr. Gilmar Cordeiro, Dr. Luis Maia, Dra. Ana Paula Manfredini e Augusta Isaac por todas as considerações e correções propostas na tese.

Ao professor Ramon Molina Valle por me permitir desenvolver os experimento no Centro de Tecnologia da Mobilidade CTM-UFMG, onde eu tive o privilégio de fazer fortes laços de amizade e parcerias de pesquisas.

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

O trabalho também recebeu o apoio financeiro da FAPEMIG (Projeto PPM-00662-18) e CNPq (Universal 409139/2016-5).

Ao programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Católica de Minas Gerais.

Aos funcionários do laboratório de processos de fabricação da PUC MG, pelo apoio e ajuda na parte experimental, especialmente Ítalo, Thaís e Fabiane.

A todos que, de forma direta ou indireta, contribuíram para execução e finalização desse trabalho.

*A todos, minha eterna gratidão.*

## RESUMO

O presente trabalho investiga a camada de aluminetos de ferro (Fe-Al) obtida após tratamento térmico de recozimento realizado em depósito de liga de alumínio sobre substrato de aço-carbono, obtido pelo processo de revestimento por fricção. O processo de revestimento por fricção pode ser considerado um processo de soldagem no estado sólido utilizado para recobrir ou reparar superfícies de materiais similares ou dissimilares. Os procedimentos de deposição são realizados em um centro de usinagem com comando numérico computadorizado (CNC), o que apresenta significativo potencial para diminuição dos custos e simplificação do processo quando comparado com revestimentos por fricção realizados em máquinas especializadas, que ainda apresentam inserção limitada na indústria em comparação com equipamentos CNC convencionais, revestimentos por aluminização, revestimento à laser e revestimento por aspersão térmica. Os materiais utilizados como substrato foram chapas de aço carbono ABNT 1020 e hastes consumíveis de alumínio AA 6351. Após as deposições, as amostras foram submetidas a tratamento térmico de recozimento isotérmico a 650 °C por 72 e 120 horas; e, em sequência, as seções transversais das amostras foram analisadas por meio microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microdureza. Os revestimentos obtidos apresentam espessura de aproximadamente 1,5 mm com composição química e dureza homogênea. Os valores de dureza obtidos foram elevados, entre 900 e 1000 HV, correspondentes à fase  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  o que pôde ser confirmado por exames de difração de raios-X. Tratamentos térmicos realizados em temperaturas superiores levaram à formação de fases intermetálicas ricas em ferro, próximas à interface com o substrato. Foi possível determinar a energia de ativação para o crescimento das diferentes fases intermetálicas detectadas, sendo obtidos os valores de 180 kJ/Kmol, 150 kJ/Kmol e 120 kJ/Kmol para as fases  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ , FeAl e  $\text{Fe}_3\text{Al}$ , respectivamente. A análise da resistência à corrosão eletroquímica em meio ácido revelou valores elevados de taxa de corrosão uniforme e comportamento passivo menso estável em comparação com amostras intermetálicas maciças obtidas por fundição. Porém, em relação a revestimentos intermetálicos do sistema Fe-Al obtidos por outras técnicas de fabricação, os resultados obtidos no presente trabalho mostraram-se positivos. Assim, foi possível demonstrar que a metodologia proposta para a obtenção de revestimentos intermetálicos Fe-Al em substrato de aço convencional constitui uma alternativa promissora aos processos atuais.

Palavras-chave: Revestimento por fricção. Aluminetos de ferro. Microestrutura. Intermetálicos.

## ABSTRACT

The present work investigates the iron aluminide layer (Fe-Al) obtained after annealing heat treatment carried out in aluminum alloy deposit on a carbon steel substrate obtained by the friction coating process. The friction coating process can be considered a solid state welding process used to cover or repair surfaces of similar or dissimilar materials. The deposition procedures are carried out in a computerized numerical control (CNC) machining center, which presents significant potential for cost reduction and process simplification when compared to friction coatings made in specialized machines that still have limited insertion in the industry compared to conventional CNC equipment, aluminizing coatings, laser coating and thermal spray coating. The substrate materials were ABNT 1020 carbon steel sheets and AA 6351 aluminum consumable rods. After the depositions, the samples were submitted to thermal treatment of isothermal annealing at 650 °C for 72 and 120 hours and in sequence cross sections of the samples were analyzed by means of scanning electron microscopy (SEM) and microhardness. The coatings obtained have a thickness of approximately 1.5 mm and exhibited homogenous chemical composition and hardness. The hardness values obtained are high, between 900 and 1000 HV, corresponding to the phase Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> which could be confirmed by X-ray diffraction tests. Subsequent heat treatments performed at higher temperatures led to the formation of iron-rich intermetallic phases near the interface with the substrate. It was possible to determine the activation energy for the growth of the different intermetallic phases detected, with values of 120 kJ/Kmol, 150 kJ/Kmol and 180 kJ/Kmol for the phases Fe<sub>3</sub>Al, FeAl and Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, respectively. Analysis of the electrochemical corrosion resistance in acid medium revealed high values for the uniform corrosion rate and unstable passive behavior compared to bulk intermetallic samples obtained by casting. However, in relation to Fe-Al intermetallic coatings obtained by other manufacturing techniques, the results obtained in the present work were positive. Thus, it was possible to demonstrate that the proposed methodology for obtaining Fe-Al intermetallic coatings on conventional steel substrate is a promising alternative to existing processes.

Keywords: Friction coating. Iron aluminides. Microstructure. Intermetallic.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Ilustração do processo de revestimento por fricção aplicado para recobrimento de liga de Al AA2024 com liga de Al AA5082: (a) início do movimento de rotação; (b) contato inicial; (c) início da deformação plástica; (d) etapa de deposição.....	19
Figura 2 – Aspecto geral de revestimento de aço inoxidável austenítico 304 depositado sobre substrato de aço carbono 1020: (a) vista superior e (b) morfologia da seção transversal .....	20
Figura 3 – Ilustração esquemática do processo de revestimento por fricção aplicado à deposição de alumínio AISI 6351 sobre substrato de aço-carbono ABNT 1020 com a identificação dos principais parâmetros do processo	25
Figura 4 – Análise da transferência metálica do processo de revestimento por fricção: (a) Seções do consumível; (b) Corte transversal do consumível no substrato.....	26
Figura 5 – Produção de ferramentas baseadas em revestimento por fricção: (a) Canal fresado em preparação para revestimento por fricção; (b) processo de revestimento por fricção a ser aplicado; (c) revestimento; (d) pós-tratamento em geometria desejável; (e) produto acabado com revestimento; (f) aplicações industriais .....	27
Figura 6 – Diagrama de equilíbrio Fe-Al.....	29
Figura 7 – Diagrama de Evans esquemático ilustrando os processos de eletrodo individuais presentes na corrosão ativa de monocristais (100), (110) e (111) de uma liga Fe <sub>3</sub> Al em meio ácido .....	31
Figura 8 – Diagramas de polarização para ligas Fe <sub>3</sub> Al com e sem adição de Cu, com identificação da região de passivação. ....	32
Figura 9 – Alteração do perfil de composição com o tempo. ....	33
Figura 10 – Criação de vacâncias através de movimento atômico. ....	34
Figura 11 – Efeito Kirkendall em um par de difusão binário homogêneo, a) Etapa inicial mostrando a interface com marcadores fixo e móvel, b) Deslocamento de marcadores inertes resultantes da diferença no coeficiente de difusão dos elementos A e B, c) Formação da porosidade de Kirkendall.	35
Figura 12 – Aspecto metalográfico dos corpos de prova de aço carbono aspergidos e refundidos (a) refusão manual; (b) refusão automatizada.....	36
Figura 13 – Microscopia óptica do revestimento depositado através do processo de aspersão térmica .....	37
Figura 14 – Microscopia óptica do revestimento depositado através do processo de aspersão térmica .....	38



Figura 15 – Microscopia óptica do revestimento depositado através do processo de aspersão térmica.....	38
Figura 16 – Microscopia óptica do revestimento depositado através do processo de aspersão térmica.....	39
Figura 17 – Fotomicrografia óptica do revestimento depositado através do processo de aluminização.....	40
Figura 18 – Micrografias de secção transversal de espécimes imersos em: (a) 700°C (973 K); (b) 750 °C (1023 K); (c) 800 °C (1073 K); (d) 850 °C (1123 K); (e) 900 °C (1173 K) durante 300 segundos.....	40
Figura 19 – Micrografia da secção transversal de espécimes tratados com difusão à 1050 °C durante 3600 segundos.....	41
Figura 20 – Micrografia da secção transversal de uma amostra aluminizada.....	42
Figura 21 – Micrografia da secção transversal de uma amostra aluminizada e mapa EBSB correspondente .....	42
Figura 22 – Microestrutura da secção transversal: (a) 300 W-200 mm/min; (b)300W - 100mm/min.....	43
Figura 23 – Microscopia da secção transversal: (a) substrato aço; (b) substrato de alumínio .....	43
Figura 24 – Imagem MEV mostrando microestrutura característica de Fe-Al .....	44
Figura 25 – Comparação das espessuras encontradas para as fases intermetálicas Fe <sub>3</sub> Al, FeAl, FeAl <sub>2</sub> , Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub> , FeAl <sub>3</sub> .....	45
Figura 26 – Diagrama do procedimento experimental.....	47
Figura 27 – Diagrama metodológico da Etapa I. ....	48
Figura 28 – Preparação dos materiais: (a) substrato; (b) haste consumível .....	49
Figura 29 – Processo de revestimento por fricção (a) deposição da haste consumível; (b) revestimento formado .....	50
Figura 30 – (a) Amostras revestidas através do processo de revestimento por fricção; (b) Amostras após fresamento; (c) Amostras seccionadas para posterior tratamento térmico .....	50
Figura 31 – Diagrama metodológico da Etapa II.....	51
Figura 32 – (a) Forno mufla digital do fabricante Analogica modelo AN1222 ; (b) Amostras seccionadas após o tratamento térmico primário.....	52
Figura 33 – Diagrama metodológico da Etapa III.....	53
Figura 34 – Diagrama metodológico da Etapa IV .....	54
Figura 35 – Esquemático do corte transversal das amostras.....	55
Figura 36 – Esquemático do corte transversal das amostras.....	55
Figura 37 – Esquemático do corte transversal das amostras.....	57
Figura 38 – Esquemático dos pontos de medição para o teste eletroquímico .....	57
Figura 39 – Diagrama das análises microestruturais.....	59

Figura 40 – Vista superior do revestimento.....	61
Figura 41 – Micrografia do corte transversal do revestimento anterior ao tratamento térmico a) microscopia ótica, b) microscopia eletrônica de varredura	62
Figura 42 – Perfil de microdureza do substrato e do revestimento antes do tratamento térmico .....	62
Figura 43 – Análise semi-quantitativa de composição química (SEM/EDS), para o revestimento obtido através da técnica de revestimento por fricção .....	63
Figura 44 – Micrografia da seção transversal para o tratamento térmico primário realizado a 500 °C durante 24, 48, 72, 96 e 120 horas respectivamente. ....	64
Figura 45 – Micrografia da seção transversal para o tratamento térmico primário realizado a 550 °C durante 24, 48, 72, 96 e 120 horas respectivamente.....	64
Figura 46 – Micrografia da seção transversal para o tratamento térmico primário realizado a 600 °C durante 24, 48, 72, 96 e 120 horas respectivamente. ....	64
Figura 47 – Micrografia da seção transversal para o tratamento térmico primário realizado a 650 °C durante 24, 48, 72, 96 e 120 horas respectivamente.....	64
Figura 48 – Perfil de microdureza para a condição de de tratamento térmico primário durante 72 horas a 650 °C.....	66
Figura 49 – Análise semi-quantitativa de composição química (SEM/EDS) e difratograma (DRX), para a condição de de tratamento térmico primário durante 72 horas. . . . .	67
Figura 50 – Micrografias das seções transversais das amostras AM 1.8.1, AM 1.8.2, AM 1.8.3, AM 1.8.4, AM 1.8.5, AM 1.8.6 . . . . .	68
Figura 51 – Camada intermetálica intermediária formada evidenciada na AM 1.8.3	68
Figura 52 – Micrografia da seção transversal a) AM 1.9.1, b) AM 1.9.2, c) AM 1.9.3, d) AM 1.9.4, e) AM 1.9.5, f) AM 1.9.6 . . . . .	69
Figura 53 – Camada intermetálica intermediária formada evidenciada na AM 1.9.5	70
Figura 54 – Micrografia da seção transversal AM 1.10.1, AM 1.10.2, AM 1.10.3, AM 1.10.4, AM 1.10.5, AM 1.10.6 . . . . .	70
Figura 55 – Camada intermetálica intermediária formada evidenciada na AM 1.10.3	71
Figura 56 – Micrografia da seção transversal AM 2.8.1, AM 2.8.2, AM 2.8.3, AM 2.8.4, AM 2.8.5, AM 2.8.6 .....	72
Figura 57 – Micrografia da seção transversal AM 2.9.1, AM 2.9.2, AM 2.9.3, AM 2.9.4, AM 2.9.5, AM 2.9.6 . . . . .	73
Figura 58 – Micrografia da seção transversal AM 2.10.1, AM 2.10.2, AM 2.10.3, AM 2.10.4, AM 2.10.5, AM 2.10.6 . . . . .	74
Figura 59 – Perfil de microdureza para para AM 1.10.3. . . . .	74
Figura 60 – Análise semi-quantitativa de composição química (SEM/EDS) para AM 1.10.3. . . . .	74

Figura 61 – a) Relação entre a espessura da camada do composto intermetálico e raiz quadrada do tempo de difusão para 500°C, 550°C, 600°C e 650°C b) Relação entre ln K e 1/T. ....	77
Figura 62 – Micrografia da seção transversal para as condições de: sem tratamento térmico, tratamento térmico primário e tratamento térmico secundário das amostras a) Amostra 4, b) Amostra 5, Amostra 7, Amostra 8.....	78
Figura 63 – a) Relação entre a espessura da camada do composto intermetálico e raiz quadrada do tempo de difusão para 500°C, 550°C, 600°C e 650°C, b) Relação entre ln K e 1/T. ....	79
Figura 64 – Relação entre a espessura da camada do composto intermetálico e raiz quadrada do tempo de difusão para amostras Grupo 1 a) $Q_{FeAl}$ , b) $Q_{Fe_3Al}$ , c) $Q_{Fe_2Al_5}$ e d) Relação entre ln K e 1/T.....	80
Figura 65 – Relação entre a espessura da camada do composto intermetálico e raiz quadrada do tempo de difusão para amostras Grupo 2 a) $Q_{FeAl}$ , b) $Q_{Fe_2Al_5}$ , c) $Q_{Fe_3Al}$ e d) Relação entre ln K e 1/T.....	81
Figura 66 – Micrografia da interface entre o substrato de aço 1020 e o revestimento de liga de Al AA6351 antes da realização de tratamento térmico.....	84
Figura 67 – Microestrutura da região da interface após realização de tratamento térmico de recozimento a 650 ° C por 72 horas.....	84
Figura 68 – Curvas de polarização potenciodinâmica obtidas em $H_2SO_4$ 0,5M contendo $O_2$ naturalmente dissolvido. ....	86

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Valores de microdureza para os diversos intermetálicos .....	29
Tabela 2 – Metodologia de tratamento térmico primário.....	52
Tabela 3 – Metodologia de tratamento térmico secundário.....	53
Tabela 4 – Nomenclatura utilizada.....	60
Tabela 5 – Composição química dos materiais utilizados (%).....	60
Tabela 6 – Desvio padrão amostral para as espessuras obtidas do intermetálico Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub> após a realização do tratamento térmico primário. ....	77
Tabela 7 – Desvio padrão amostral para as espessuras obtidas dos intermetálicos Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub> , FeAl, Fe <sub>3</sub> Al após a realização do tratamento térmico secundário para amostras do Grupo 1.....	82
Tabela 8 – Desvio padrão amostral para as espessuras obtidas dos intermetálicos Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub> , FeAl, Fe <sub>3</sub> Al após a realização do tratamento térmico secundário para amostras do Grupo 2. ....	83
Tabela 9 – Energia de ativação difusional .....	83
Tabela 10 – Características de passivação para amostras de referência e revesti- mento obtidas em H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5M contendo O <sub>2</sub> naturalmente dissolvido.(E <sub>corr</sub> – potencial de corrosão; i <sub>corr</sub> – densidade de corrente de corrosão; E <sub>pp</sub> – potencial de passivação primária; i <sub>crit</sub> – densidade de corrente crítica; E <sub>cp</sub> – potencial de passivação completa; i <sub>pass</sub> – densidade de corrente de passivação; E <sub>tp</sub> – potencial de transpassivação). ....	87
Tabela 11 – Comparação entre a resistência à corrosão eletroquímica de revesti- mentos Fe-Al com dados encontrados na literatura (os valores de potencial foram convertidos para o eletrodo de referência Ag/AgCl). ....	88

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>17</b>
<b>1.1</b>	<b>Justificativa</b> .....	<b>20</b>
<b>1.2</b>	<b>Objetivo geral</b> .....	<b>21</b>
1.2.1	<i>Objetivos específicos</i> .....	21
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>23</b>
<b>2.1</b>	<b>Revestimento por fricção</b> .....	<b>23</b>
2.1.1	<i>Efeitos metalúrgicos – processo termomecânico</i> .....	24
2.1.2	<i>Aplicações do processo de revestimento por fricção</i> .....	26
<b>2.2</b>	<b>Aluminetos de ferro</b> .....	<b>28</b>
2.2.1	<i>Comportamento mecânico</i> .....	29
2.2.2	<i>Corrosão eletroquímica</i> .....	30
2.2.3	<i>Difusão atômica</i> .....	32
<b>2.3</b>	<b>Processos de obtenção de revestimentos Fe-Al</b> .....	<b>36</b>
2.3.1	<i>Aspersão térmica</i> .....	36
2.3.2	<i>Aluminização</i> .....	39
2.3.3	<i>Revestimentos obtidos por LASER</i> .....	43
<b>2.4</b>	<b>Considerações finais</b> .....	<b>44</b>
<b>3</b>	<b>PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL</b> .....	<b>47</b>
<b>3.1</b>	<b>Etapa I</b> .....	<b>47</b>
3.1.1	<i>Caracterização dos materiais</i> .....	47
3.1.2	<i>Preparação dos materiais</i> .....	48
3.1.3	<i>Parâmetros de deposição por fricção</i> .....	48
3.1.4	<i>Deposição das hastes consumíveis</i> .....	49
3.1.5	<i>Preparação das amostras</i> .....	49
<b>3.2</b>	<b>Etapa II</b> .....	<b>51</b>
3.2.1	<i>Tratamento térmico primário</i> .....	51
<b>3.3</b>	<b>Etapa III</b> .....	<b>52</b>
3.3.1	<i>Tratamento térmico secundário</i> .....	53
<b>3.4</b>	<b>Etapa IV</b> .....	<b>54</b>
<b>3.5</b>	<b>Análises experimentais</b> .....	<b>54</b>
3.5.1	<i>Caracterização microestrutural</i> .....	54
<b>3.5.2</b>	<b>Perfis de microdureza</b> .....	<b>54</b>
3.5.3	<i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV); Espectroscopia de raios-x (EDS)</i> .....	56
3.5.4	<i>Difração de raios-x (DRX)</i> .....	56

3.5.5	<i>Resistência a corrosão.....</i>	56
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>59</b>
<b>4.1</b>	<b>Parte I - Análises microestruturais.....</b>	<b>59</b>
4.1.1	<i>Etapa I - Caracterização dos materiais.....</i>	59
4.1.2	<i>Etapa I - Revestimentos obtidos através da técnica de revestimento por fricção.....</i>	61
4.1.3	<i>Etapa II - Tratamento térmico primário .....</i>	61
4.1.4	<i>Etapa III - Tratamento térmico secundário .....</i>	66
4.1.5	<i>Etapa IV - Repetibilidade microestrutural da melhor condição selecionada</i>	73
<b>4.2</b>	<b>Parte II - Análise da taxa de difusão .....</b>	<b>76</b>
<b>4.3</b>	<b>Parte III - Análise da resistência a corrosão.....</b>	<b>85</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>89</b>
<b>6</b>	<b>TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>91</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>93</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Aluminetos de ferro são compostos intermetálicos dos elementos ferro (Fe) e alumínio (Al) denominadas de Fe-Al, as quais apresentam potencial para aplicação no setor industrial, pois combinam baixa densidade e elevada resistência à corrosão e à oxidação em ambientes expostos a temperaturas acima de 900 °C (TORTORELLI; NATESAN, 1998; HOTAR *et al.*, 2012; BRITO *et al.*, 2017; LIU *et al.*, 2019; LIU *et al.*, 2017). Pesquisas em intermetálicos são realizadas para analisar a implementação em componentes estruturais que contêm metais líquidos usados como fluidos de trabalho em trocadores de calor, empregados frequentemente em usinas de energia nuclear e usinas solar (FETZER *et al.*, 2012; CIONEA *et al.*, 2016), e ambientes contendo cloreto de potássio a alta temperatura, encontrados principalmente em usinas de biomassa (PAN *et al.*, 2011; LI; SPIEGEL, 2004).

A resistência à corrosão de aluminetos de ferro depende da formação de uma camada passiva de óxido de alumínio  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sobre a superfície da liga que a protege de ambientes corrosivos. Por essa razão, vários estudos têm sido realizados com o objetivo de estudar os mecanismos de passivação de aluminetos de ferro em temperaturas elevadas (PÖTER *et al.*, 2005; BRITO P; PINTO, 2016).

Nos últimos anos, os aluminetos de ferro têm sido considerados como potenciais substitutos para os aços inoxidáveis utilizados em ambientes corrosivos à temperatura ambiente. Isso se deve, principalmente, à redução de custo de produção, consequência de quantidades inferiores de elementos estratégicos como níquel (Ni) e cromo (Cr), em comparação com aços inoxidáveis (RAO, 2005; KOWALSKI *et al.*, 2011). Destaca-se ainda, a redução de peso das estruturas substituídas, já que essas ligas contêm elevado teor de alumínio podendo superar 25% em peso, além da possibilidade de serem fundidas a partir de sucata de aço e alumínio (BORGES; ESPINOSA; SCHÖN, 2014).

Do ponto de vista das propriedades mecânicas, existem dois grandes desafios que devem ser superados para que ligas baseadas em aluminetos de ferro possuam uma maior utilização. O primeiro é referente à baixa ductilidade à temperatura ambiente. Como todos os compostos de estrutura cúbica de corpo centrado, os aluminetos de ferro apresentam uma transição dúctil-frágil. O aumento do teor de alumínio é necessário para garantir a formação de uma camada passiva de óxido de alumínio ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), que eleva a temperatura de transição de modo que ligas com 8% alumínio chegam a apresentar comportamento frágil a temperatura ambiente (PRESCOTT; GRAHAM, 1992). A perda de ductilidade a essa temperatura é agravada pelo efeito de fragilização por hidrogênio, que ocorre pela absorção de vapor d'água. O segundo desafio é a perda de resistência mecânica em temperaturas elevadas (PALM, 2005), resultando em baixa resistência à fluência, especialmente para temperaturas superiores a 500 °C (MORRIS; MUÑOZ-MORRIS; REQUEJO, 2006). Tentativas de melhorar a ductilidade de ligas Fe-Al têm sido empreendidas por meio do aperfeiçoamento de processos de fabricação, adição de elementos de liga, endurecimento por dispersão e redução do tamanho de grão (MONTEALEGRE *et*

*al.*, 2005; MORRIS; MUÑOZ-MORRIS, 2007).

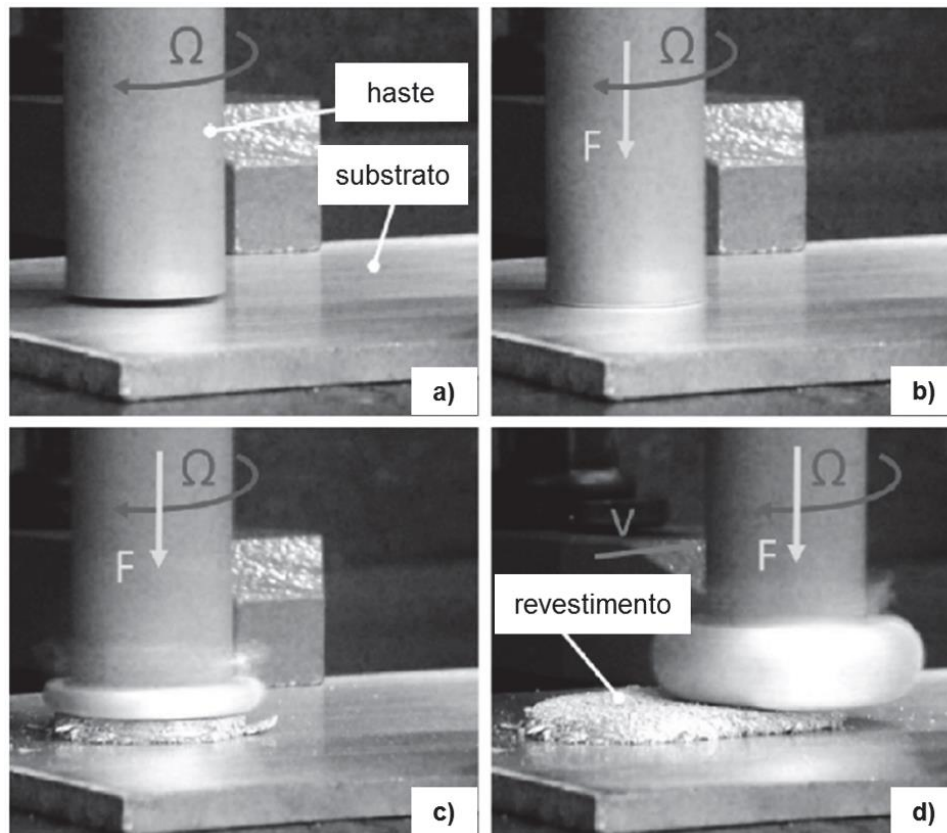
Os desafios anteriormente descritos criam dificuldades para a obtenção de ligas maciças, por exemplo, na forma de produtos planos laminados. Por essa razão, diversos esforços para o desenvolvimento de recobrimentos de aluminetos de ferro em substratos de aços convencionais vêm sendo realizados, com destaque para as técnicas de aspersão térmica e aluminização seguida de tratamento térmico. Apesar dos resultados positivos, os revestimentos formados por aspersão térmica são altamente sensíveis aos parâmetros de deposição, sendo frequente a ocorrência de fatores como a formação de poros (HAUŠILD *et al.*, 2012; PORCAYO-CALDERON *et al.*, 2013; CINCA; GUILMANY, 2012; SATTARI *et al.*, 2017; CHMIELEWSKI *et al.*, 2018), heterogeneidades de composição química ao longo da camada depositada (CANARIM, 2013) e presença de óxidos de alumínio e ferro na microestrutura (CHMIELEWSKI *et al.*, 2018), resultando na redução da resistência à corrosão, à oxidação e ao desgaste.

As técnicas de revestimento por aluminização apresentam, de igual forma que por aspersão, variação da qualidade do revestimento quando os parâmetros de deposição são alterados (KOBAYASHI; YAKOU, 2002; AWAN; HASAN, 2008; ARABI JESHVAGHANI *et al.*, 2014). Contudo, os processos de aluminização obtêm revestimentos homogêneos e livres de defeitos como porosidades, heterogeneidade de composição química, micro trincas, entre outros. No entanto, apresentam espessuras limitadas a 600  $\mu\text{m}$ , levando à redução da vida útil do revestimento em ambientes agressivos (Arabi Jeshvaghani *et al.*, 2014; MAJUMDAR *et al.*, 2017). Já em técnicas de deposição por laser, os revestimentos apresentaram trincas em decorrência dos parâmetros utilizados (ARABI *et al.*, 2014).

No processo de revestimento por fricção, uma haste metálica com movimento rotativo é pressionada sobre o material a ser revestido, o qual é normalmente de superfície plana, embora o processo também possa ser aplicado sobre superfícies curvas (GANDRA *et al.*, 2014). O atrito gerado entre as superfícies provoca o incremento da temperatura do ponto de contato e, conseqüentemente, a deformação plástica da haste consumível como pode ser observado na Figura 1. Após a deformação, continua o processo de recobrimento com um movimento relativo de translação entre o substrato e a haste, formando um recobrimento em forma de cordão (GANDRA; MIRANDA; VILAÇA, 2012). Os parâmetros operacionais da realização do recobrimento são a força axial ( $F$ ), a velocidade de rotação ( $\Omega$ ) e a velocidade de avanço ( $v$ ).



**Figura 1 – Ilustração do processo de revestimento por fricção aplicado para recobrimento de liga de Al AA2024 com liga de Al AA5082: (a) início do movimento de rotação; (b) contato inicial; (c) início da deformação plástica; (d) etapa de deposição**

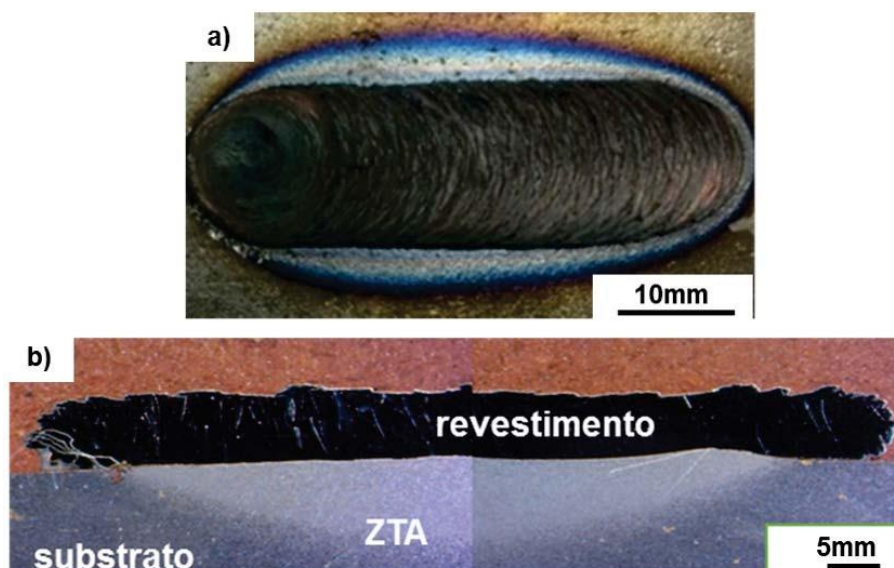


Fonte – Adaptado Gandra et al. (2014).

Nos últimos anos, o processo de revestimento por fricção foi utilizado para fabricar diversos recobrimentos, incluindo aço inoxidável sobre aço carbono (GOVARDHAN *et al.*, 2012), aço ferramenta sobre aço carbono (RAFI *et al.*, 2010), ligas de alumínio sobre aço carbono (SUGANDHI; RAVISHANKAR, 2012; SILVA, 2015), entre outros<sup>1</sup>. O processo envolve intensa deformação plástica que, combinada com a temperatura elevada, leva à formação de microestrutura de grãos finos com elevada dureza. Além disso, observa-se que pela ausência de fusão e diluição, os recobrimentos são quimicamente homogêneos e as transformações de fase, quando ocorrem, concentram-se nas regiões próximas à interface. Dessa forma, considera-se que o processo de revestimento por fricção apresenta potencial para a obtenção de desempenho superior em termos de resistência ao desgaste e à corrosão em comparação com recobrimentos convencionais (GANDRA *et al.*, 2014). O aspecto geral de um recobrimento de aço inoxidável 304 sobre aço carbono 1020 é ilustrado na Figura 2.

<sup>1</sup> Uma lista abrangente pode ser encontrada no artigo de revisão escrito por Gandra et al. (2014).

**Figura 2 – Aspecto geral de revestimento de aço inoxidável austenítico 304 depositado sobre substrato de aço carbono 1020: (a) vista superior e (b) morfologia da seção transversal**



Fonte – Troysi (2016).

Além de apresentar um processo satisfatório de recobrimento, a técnica de recobrimento por fricção demonstra a viabilidade de aplicação do processo em equipamentos que não foram desenvolvidos para executar esse processo (VITANOV; JAVAID; STEPHENSON, 2010). A implementação da técnica em um centro de usinagem com comando numérico computadorizado (CNC) possibilita maior abrangência na aplicação, devido ao amplo emprego na indústria do CNC (TROYSI, 2016; SILVA *et al.*, 2018; TROYSI *et al.*, 2019).

## 1.1 Justificativa

Existe um grande potencial para o desenvolvimento do processo de revestimento por fricção na área da engenharia de superfície, pois ele possibilita a melhoria nas propriedades superficiais, levando ao aumento da vida útil dos componentes e das estruturas, reduzindo as taxas de desgaste e diminuindo os custos relativos às pausas não programadas e/ou substituição de componentes. O desenvolvimento do processo de revestimento por fricção em um centro de usinagem CNC, no lugar de maquinário especializado, permite ampliar a aplicação do processo pela grande inserção no meio industrial deste tipo de equipamento. Por sua vez, o emprego de equipamento não especializado impõe a adaptação dos parâmetros do processo e um estudo das relações desses com o comportamento dos revestimentos obtidos para que se possa atestar a eficiência. Especificamente no caso deste trabalho, a aplicação do processo revestimento por fricção, tem como motivação um processo alternativo para a obtenção de revestimentos de aluminetos de ferro em substrato de aço convencional que permite obter maiores espessuras para a camada de revestimento. Com o enriquecimento de ferro na camada revestida, podem-se obter as composições necessárias para o estabelecimento de uma camada intermetálica formada por

compostos como  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ,  $\text{FeAl}$  ou  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . Por sua vez, o nível de ferro presente no revestimento depende da duração e da temperatura do tratamento térmico tornando possível o controle das características da camada do revestimento.

## 1.2 Objetivo geral

O objetivo geral deste trabalho é desenvolver uma metodologia inovadora para obtenção de revestimentos intermetálicos do sistema Fe-Al em substrato de aço carbono por meio da aplicação do processo de revestimento por fricção seguido de tratamento térmico de difusão.

### 1.2.1 *Objetivos específicos*

- a) Obter revestimentos de alumínio em aço carbono;
- b) Avaliar a influência do tempo de aquecimento nos processos de difusão envolvendo ferro (Fe) e alumínio (Al) na composição dos compostos intermetálicos formados;
- c) Analisar os revestimentos quanto à microestrutura, composição química, dureza, presença de defeitos em função do tempo e temperatura do tratamento térmico;
- d) Avaliar a cinética de crescimento das fases intermetálicas;
- e) Investigar o desempenho dos revestimentos obtidos em termos de sua resistência à corrosão.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentado o processo de revestimento por fricção com foco nos mecanismos envolvidos na transferência metálica e efeitos metalúrgicos que ocorrem durante o processo. Em seguida, características gerais dos aluminetos de ferro são exploradas, com atenção ao comportamento desses materiais em termos de propriedades mecânicas e de resistência à corrosão eletroquímica. Finalmente, é feita uma revisão dos principais métodos empregados para a obtenção de aluminetos de ferro na forma de revestimentos.

### 2.1 Revestimento por fricção

O processo de revestimento por fricção<sup>1</sup> (*Friction Surfacing – FS ou Friction Stir Surfacing – FSS*) foi desenvolvido como uma deposição de estado sólido alternativa para recobrimentos superficiais resistentes ao desgaste e/ou à corrosão. Pode ser compreendido como um processo de soldagem de revestimento em que não há fusão entre o metal base e o material do revestimento. Uma haste consumível é utilizada para produzir o depósito no componente a ser revestido o qual é conhecido como substrato. O substrato normalmente possui forma de chapa enquanto a haste consumível é cilíndrica. Inicialmente a haste consumível é submetida a um movimento de rotação sendo, em seguida, forçada sobre o substrato pela ação de uma força axial que dá origem à fricção entre as partes. O calor gerado pelo atrito entre o consumível e o substrato faz com que ocorra aquecimento, reduzindo a resistência mecânica dos materiais envolvidos e promovendo deformação visco-plástica na ponta da haste consumível. Após ocorrer a plastificação (normalmente identificável pela formação de uma rebarba característica em forma de cogumelo – *flash*), o substrato ou a haste consumível são submetidos a movimento transversal relativo chamado de avanço. Ao longo desse movimento de avanço persiste a ação da força axial permitindo-se que seja estabelecido elo metalúrgico contínuo entre as partes, o que resulta na deposição de uma camada longilínea de revestimento chamada de cordão. Os principais efeitos que contribuem para a adesão na interface dos materiais são a difusão atômica, a deformação plástica e, eventualmente, a mistura mecânica de partículas de lado a lado. Todos esses efeitos tornam-se possíveis pelo aquecimento promovido pela fricção, de onde resulta o nome do processo (GANDRA *et al.*, 2014).

A camada depositada é caracterizada pela microestrutura refinada devido ao processo de recristalização dinâmica semelhante ao observado em operações de forjamento a quente, com excelente adesão metalúrgica devido à difusão e adesão mecânica junto à interface do depósito com o substrato, promovida pela criação de pontos de ancoragem que são propiciados, por sua vez, pela deformação plástica. Além disso, a interface é isenta de alguns defeitos comuns em processos de soldagem por fusão, tais como vazios, porosidades e inclusões, além de não haver zona diluída pela ausência de fusão durante o processo (BEDFORD, 1990).

<sup>1</sup> Ainda não há termo consagrado na literatura técnica publicada em português. Neste texto, emprega-se o termo “revestimento por fricção” que é uma tradução livre do inglês.

Neste processo a ausência de fusão é a característica inerente do processo de geração de calor por atrito. Com a elevação da temperatura, o coeficiente de atrito entre as superfícies diminui, quando a temperatura dos materiais envolvidos tende ao ponto de fusão, a quantidade de calor gerada por atrito tende a zero, sendo impossível aumento subsequente de temperatura (GANDRA *et al.*, 2014). Na Figura 3 é apresentado o esquema geral do processo de revestimento por fricção. Os principais parâmetros do processo são:

- a) Força axial,  $F$ ;
- b) Velocidade de rotação,  $\Omega$ ;
- c) Velocidade de avanço,  $V_x$ ;

Além disso, podem ser identificados os elementos principais do processo:

- a) Haste consumível;
- b) Rebarba (*Flash*);
- c) Revestimento;
- d) Substrato;

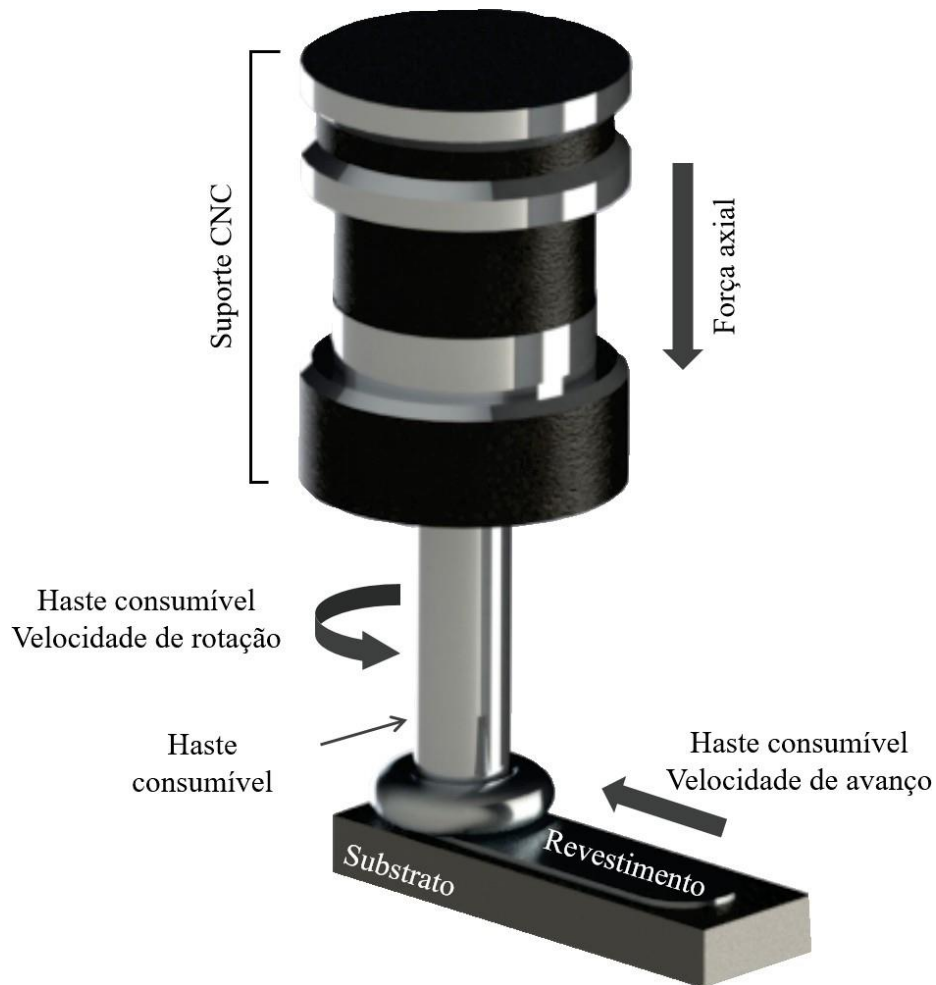
### 2.1.1 Efeitos metalúrgicos – processo termomecânico

Pela importância no mecanismo de transferência metálica durante o processo de revestimento, as características da haste foram estudadas por Gandra, Miranda e Vilaça (2012), que identificaram as regiões apresentadas na Figura 4-a. O calor gerado pela fricção é conduzido através da haste consumível, criando um gradiente de temperatura ao longo de seu comprimento (RAFI *et al.*, 2010).

Nas superfícies de contato entre os materiais ocorrem transformações complexas, que combinam trabalho a quente e princípios relacionados à adesão de metais. Devido à temperatura elevada e à deformação plástica nas regiões próximas à interface, ocorre a formação de um fluxo visco-plástico na ponta da haste e o comportamento mecânico dos materiais envolvidos é modificado em relação ao observado à temperatura ambiente quando os metais convencionalmente são elasto-plásticos. A formação dessa região é ilustrada na Figura 4-a. Embora a região localizada na ponta da haste é mantida no estado sólido, ela apresenta um padrão de fluxo de material tridimensional, o qual é estabelecido em temperaturas localizadas acima da temperatura de recristalização e abaixo de temperatura de fusão, sendo caracterizada por apresentar um limite de escoamento relativamente baixo, que promove então a deformação plástica no contato com o substrato. Os efeitos combinados da deformação plástica e do atrito auxiliam a remoção de óxidos superficiais permitindo o estabelecimento de contato metálico entre os materiais (THOMAS, 2009).

A transferência de massa no processo de revestimento por fricção é dada ao longo de um plano de contato rotacional ao longo do qual ocorre escorregamento de material, isso é, separação pela ação de forças de cisalhamento entre a haste rotativa consumível e a camada

**Figura 3 – Ilustração esquemática do processo de revestimento por fricção aplicado à deposição de alumínio AISI 6351 sobre substrato de aço-carbono ABNT 1020 com a identificação dos principais parâmetros do processo.**

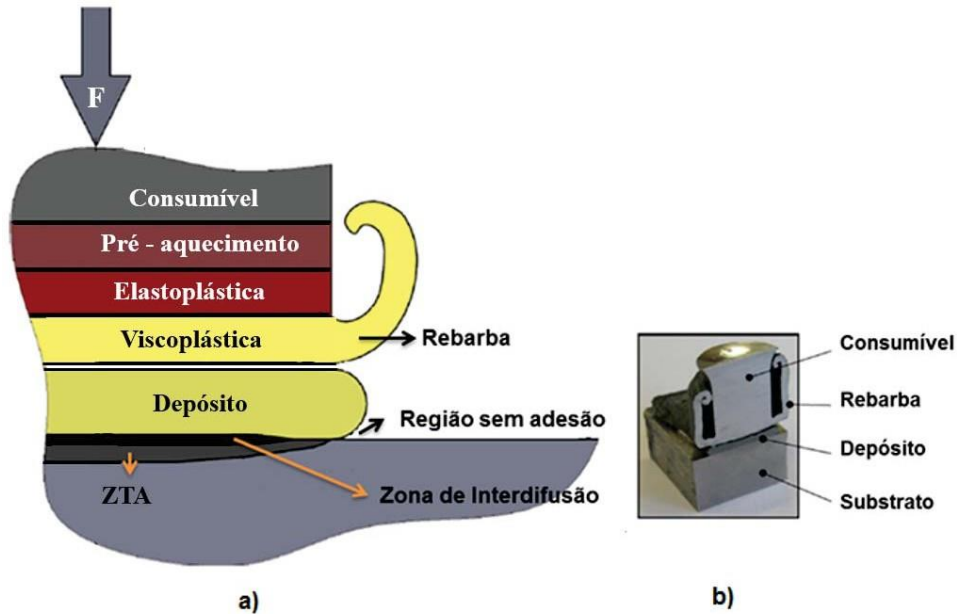


Fonte – Elaborado pela autora.

depositada (FUKAKUSA, 1996). Também conhecida como interface de fricção (BEDFORD; VITANOV; VOUTCHKOV, 2001), esse plano de contato é desenvolvido durante a fase de plastificação, no início do processo, principalmente devido ao contato e subsequente adesão do material visco-plástico ao substrato. A diferença de velocidade entre a haste rotativa consumível e a camada depositada promove o escorregamento e separação da camada visco-plástica. A espessura do revestimento é determinada pela distância do plano de contato até a superfície do substrato. O cisalhamento viscoso nessa interface é considerado como a fonte de calor mais significativa no processo (GANDRA; MIRANDA; VILAÇA, 2012).

O material plastificado na ponta da haste consumível é pressionado contra o substrato, sem restrição lateral, fluindo radialmente a partir da haste consumível. Isso promove o desenvolvimento de rebarba na ponta da haste, conforme ilustrado na Figura 4-a e Figura 4-b. A formação de rebarba leva a uma distribuição heterogênea de forças radialmente na ponta da haste o que faz com que a adesão das bordas laterais do revestimento com o substrato seja prejudicada. Isso pode fazer com que em alguns casos a largura total do depósito produzido pelo processo

**Figura 4 – Análise da transferência metálica do processo de revestimento por fricção: (a) Seções do consumível; (b) Corte transversal do consumível no substrato.**



Fonte – Adaptado de Gandra, Miranda e Vilaça (2012).

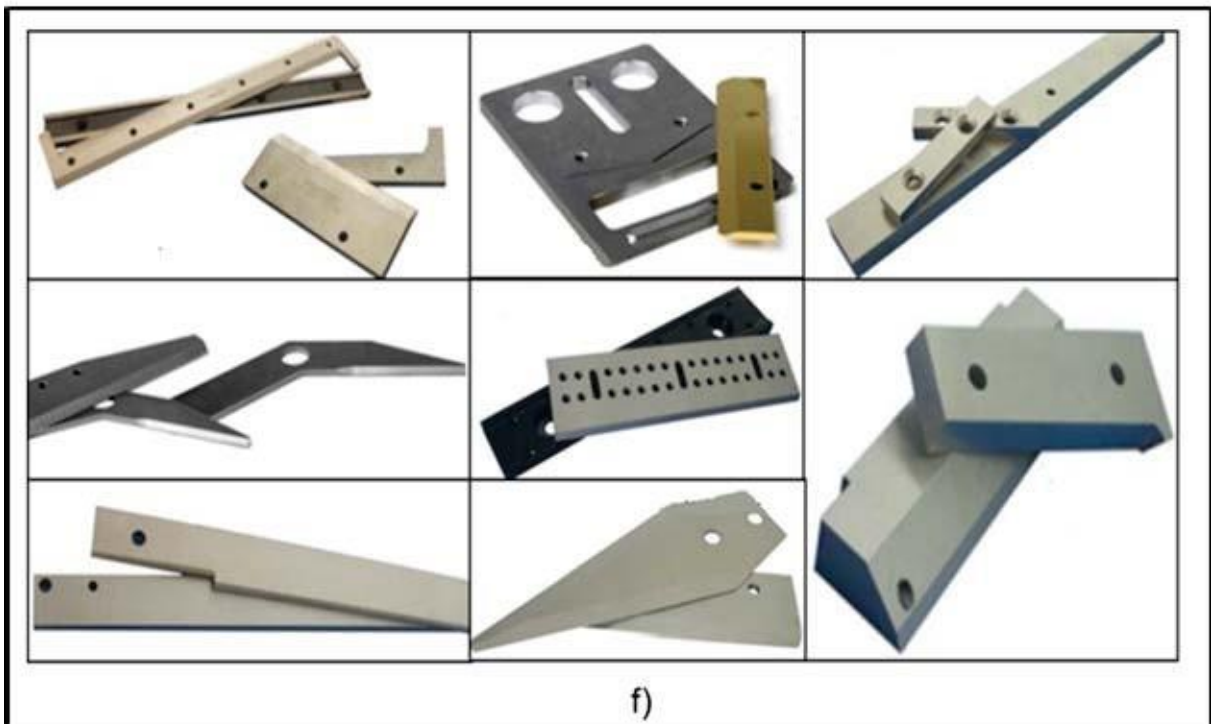
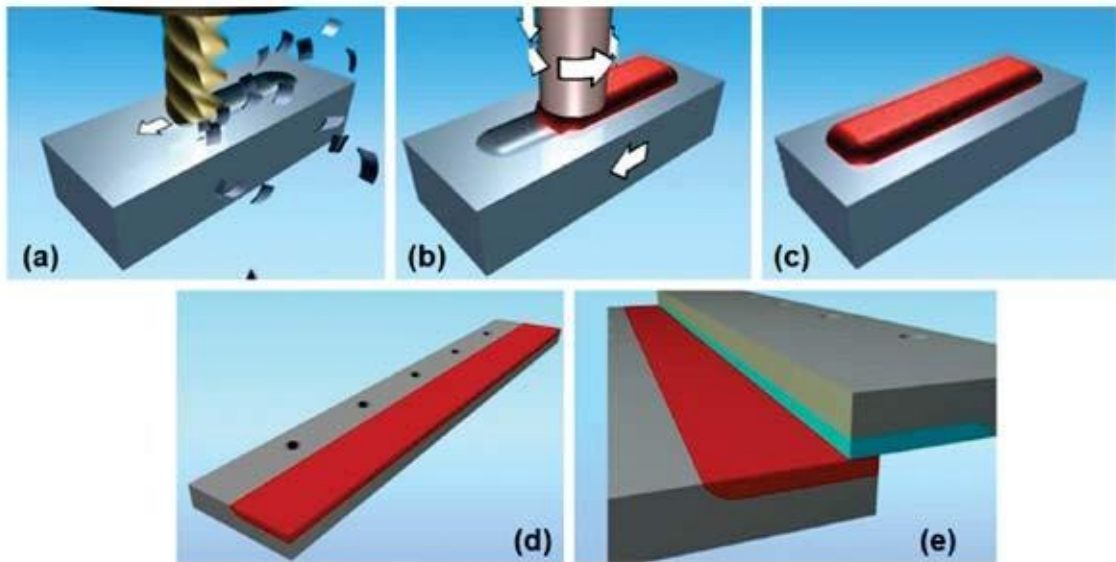
de revestimento por fricção seja menor do que o diâmetro do consumível (NICHOLAS, 1993).

A região do substrato abaixo do revestimento é caracterizada pela presença de uma zona termicamente afetada (ZTA) e uma zona de interdifusão, conforme mostrado na Figura 4-a. Como o aquecimento é localizado, ambas as zonas são estreitas quando comparadas às observadas em processos de revestimento por soldagem convencional. Na região do depósito, destaca-se a região de baixa adesão nas bordas do revestimento e a presença do plano em que ocorre separação da haste e do depósito por cisalhamento. A rebarba é formada a partir da zona viscoplástica, mais aquecida, que é seguida, ao longo do comprimento da haste, pelas zonas elastoplástica (temperatura inferior à de recristalização) e de pré-aquecimento (GANDRA; MIRANDA; VILAÇA, 2012).

### 2.1.2 Aplicações do processo de revestimento por fricção

Na década de 1990, o processo de revestimento por fricção teve o primeiro sucesso na aplicação comercial, como uma tecnologia de revestimento duro para a fabricação de ferramentas de corte e brocas. Esse método particular FS foi patenteado por FRITEC (2016). Várias combinações de materiais são exemplificadas, como a deposição de Stellite 6, aços ferramenta, aço carbono e aço inoxidável. Esta é centrada na produção de bordas de corte para guilhotinas, lâminas e facas como ilustrada na Figura 5-f. Também o processo pode ser adaptado para formar faces das bordas para chaves de fenda, formões e sedes de válvulas. A aplicação do revestimento favorece à resistência a abrasão (FRITEC, 2016).

**Figura 5 – Produção de ferramentas baseadas em revestimento por fricção: (a) Canal fresado em preparação para revestimento por fricção; (b) processo de revestimento por fricção a ser aplicado; (c) revestimento; (d) pós-tratamento em geometria desejável; (e) produto acabado com revestimento; (f) aplicações industriais**



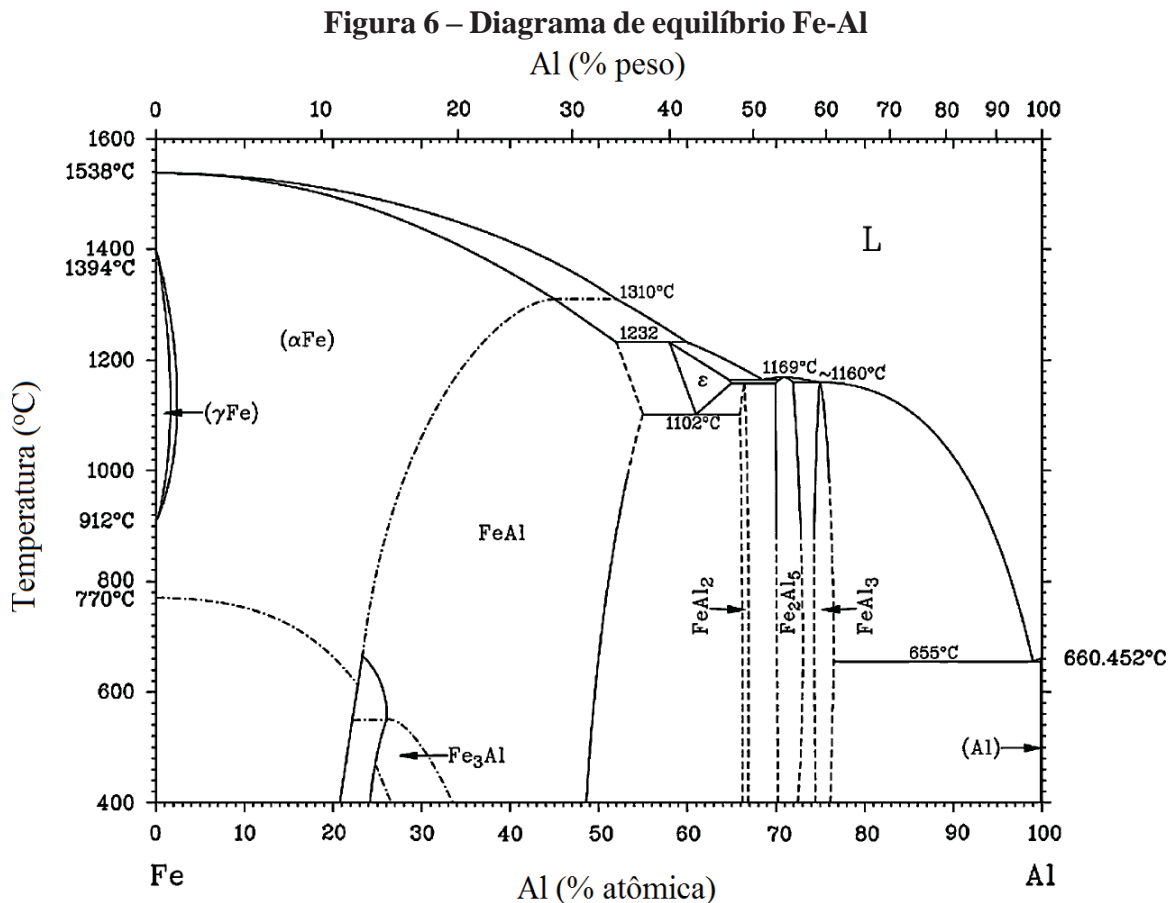
Fonte – Fritec(2016).



## 2.2 Aluminetos de ferro

Os aluminetos de ferro são ligas baseadas em compostos intermetálicos do sistema Fe-Al, atualmente considerados materiais adequados para aplicações em temperaturas elevadas, devido à resistência à oxidação e à corrosão (TORTORELLI; NATESAN, 1998). A resistência à corrosão depende da formação de uma camada passiva compacta e estável de  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que protege o substrato metálico de elementos potencialmente corrosivos ou oxidantes.

O sistema Fe-Al é apresentado na Figura 6. O ferro na forma cúbica de face centrada (CFC, fase  $\gamma$ ) é capaz de dissolver aproximadamente 1,5% (em peso para 1100 °C) de alumínio e na forma cúbica de corpo centrado (CCC, fase  $\alpha$ ) o ferro possui um limite de solubilidade de alumínio de aproximadamente 34% (em peso para 1310 °C). Para uma larga faixa de composições químicas, no entanto, várias reações de ordenação ocorrem levando à formação de compostos intermetálicos como FeAl e Fe<sub>3</sub>Al (PRESCOTT; GRAHAM, 1992).



Fonte – Martinez *et al.* (2006).

As ligas de maior interesse comercial e tecnológico são os compostos intermetálicos que ocorrem na porção rica em ferro do sistema Fe-Al. A fase FeAl é apresentada para teores de alumínio variando entre 14 e 33% em peso. Ela possui estrutura CCC, baseada no protótipo CsCl (B2). A fase Fe<sub>3</sub>Al também possui estrutura CCC, baseada no composto BiF<sub>3</sub> (DO3), e ocorre para a faixa de concentrações de alumínio entre 13 e 21% em peso. Para concentrações

inferiores a 13% em peso de alumínio, as ligas não possuem uma estrutura ordenada e o material pode ser considerado como sendo uma solução sólida de alumínio em ferro - $\alpha$  (A2).

Segundo Lison (1998), para os diversos tipos de intermetálicos os valores de dureza variam conforme porcentagem de alumínio na liga. A tabela 1 mostra os valores de dureza encontrados pelo autor.

**Tabela1– Valores de microdureza para os diversos intermetálicos**

Fase	Porcentagem de alumínio em peso	Dureza (HV)
Fe <sub>3</sub> Al	13,9%	250 a 350
FeAl	32,6%	400 a 520
FeAl <sub>2</sub>	49,1%	1000 a 1050
Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub>	55%	1000 a 1100
FeAl <sub>3</sub>	59%	820 a 980
Fe <sub>2</sub> Al <sub>7</sub>	63%	650 a 680

Fonte – Lison (1998).

### 2.2.1 Comportamento mecânico

Do ponto de vista das propriedades mecânicas, há dois grandes desafios que devem ser superados para que as ligas baseadas em aluminetos de ferro possuam grande utilização industrial. O primeiro é aumentar a baixa ductilidade a temperatura ambiente. Como todos os compostos de estrutura CCC, os aluminetos de ferro apresentam uma transição dúctil-frágil. O aumento do teor de alumínio, necessário para garantir a formação de uma camada passiva de  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, eleva a temperatura de transição de modo que ligas com 8% de alumínio chegam a apresentar comportamento frágil à temperatura ambiente (PRESCOTT; GRAHAM, 1992). A perda de ductilidade à temperatura ambiente é agravada pelo efeito de fragilização por hidrogênio, que ocorre pela absorção de vapor d'água. O segundo desafio é superar a perda de resistência mecânica em temperaturas elevadas (PALM, 2005), pois ligas de Fe-Al têm baixa resistência a fluência, especialmente para temperaturas superiores a 500 °C (MORRIS; MUÑOZ-MORRIS; REQUEJO, 2006). Esforços recentes têm sido empreendidos na tentativa de melhorar a ductilidade de ligas Fe-Al pela otimização de processos de fabricação, adição de elementos de liga e endurecimento por dispersão, com redução do tamanho de grão (MONTEALEGRE *et al.*, 2005; MORRIS; MUÑOZ-MORRIS, 2007).

Apesar dessas dificuldades, aluminetos de ferro possuem boa razão entre resistência mecânica e densidade (aproximadamente 6,0g/cm<sup>3</sup>, de acordo com o teor de alumínio) e elevada dureza em baixas temperaturas. A tensão limite de escoamento cresce linearmente segundo a concentração de alumínio para ligas binárias Fe-Al devido ao endurecimento por solução sólida até teores de alumínio de aproximadamente 20%, quando o limite de escoamento atinge cerca de 550 MPa a 100 °C (PALM, 2005). Além disso, as ligas Fe-Al possuem baixo custo de produção quando comparadas a outros materiais desenvolvidos para operar em ambientes corrosivos, como os aços inoxidáveis. Por essa razão, aluminetos de ferro têm sido considerados,

na última década, para substituir aços inoxidáveis em meios corrosivos a baixas temperaturas (RAO, 2005).

### 2.2.2 Corrosão eletroquímica

Corrosão eletroquímica é caracterizada por um metal exposto a um meio que seja condutor de corrente. Entre os materiais metálicos ou entre o material e o meio corrosivo é gerada uma diferença de potencial resultando no surgimento de corrente elétrica. Com isso existe uma troca de elétrons entre as partes, resultando na denominada pilha de corrosão (NASCIMENTO, 2017). Na corrosão eletroquímica existem dois tipos de semi reações, semi reação de redução caso os elétrons sejam reagentes e semi reação de oxidação caso os produtos sejam os elétrons. Segundo McCafferty (2010), para que haja corrosão deve-se conter em um mesmo eletrólito as duas semi reações, anódica e catódica.

Afim de entender as diferenças de comportamento anódico e catódico em aluminetos de ferro, Brito *et al.* (2017) demonstra as reações que ocorrem na superfície do metal durante a polarização, considerando que  $Fe_3Al$  está corroendo livremente, e, quando é assumido que o ferro e o alumínio são seletivamente dissolvidos, as reações descritas nas Equações 1 e 2 ocorrem (FRANGINI, 1999).



Em meios ácidos, as Equações 1 e 2 são acompanhadas pela Equação 3.



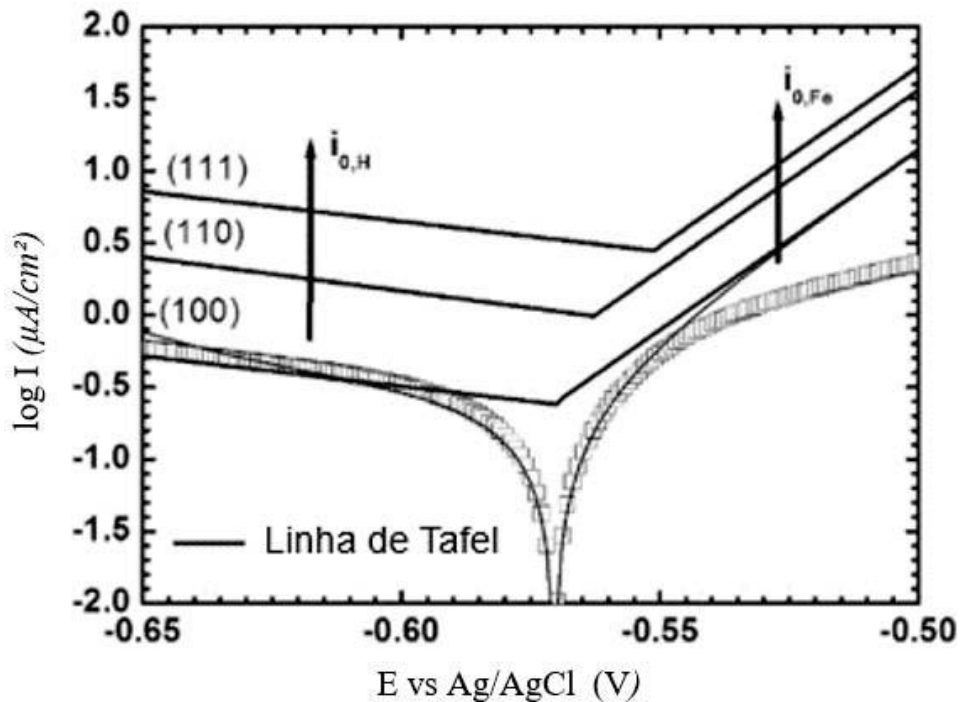
Considerando-se que a reação de evolução do hidrogênio apresentada na Equação 3 é precedida da adsorção de  $H^+$ , ela é feita com uma única transferência de elétrons como descrita pela Equação 4.



Essa região de corrosão uniforme dos aluminetos de ferro é apresentada na Figura 7.

Uma das formas mais eficazes de resistência contra corrosão é utilizar metais ou ligas que possuam baixa corrosão intrínseca em uma solução, devido a formação de um filme óxido passivo (NASCIMENTO, 2017). O alumínio é um exemplo de um metal intrinsecamente reativo que são utilizados na indústria por reagirem com água e/ou oxigênio para formar filmes de óxidos estáveis (MCCAFFERTY, 2010). Dessa forma, a passivação pode ser definida como uma redução em uma atividade química ou eletroquímica de um metal devido a formação de um filme passivo. Essa região pode ser exemplificada através da Figura 8, onde Rosalbino *et*

**Figura 7 – Diagrama de Evans esquemático ilustrando os processos de eletrodo individuais presentes na corrosão ativa de monocristais (100), (110) e (111) de uma liga Fe<sub>3</sub>Al em meio ácido**



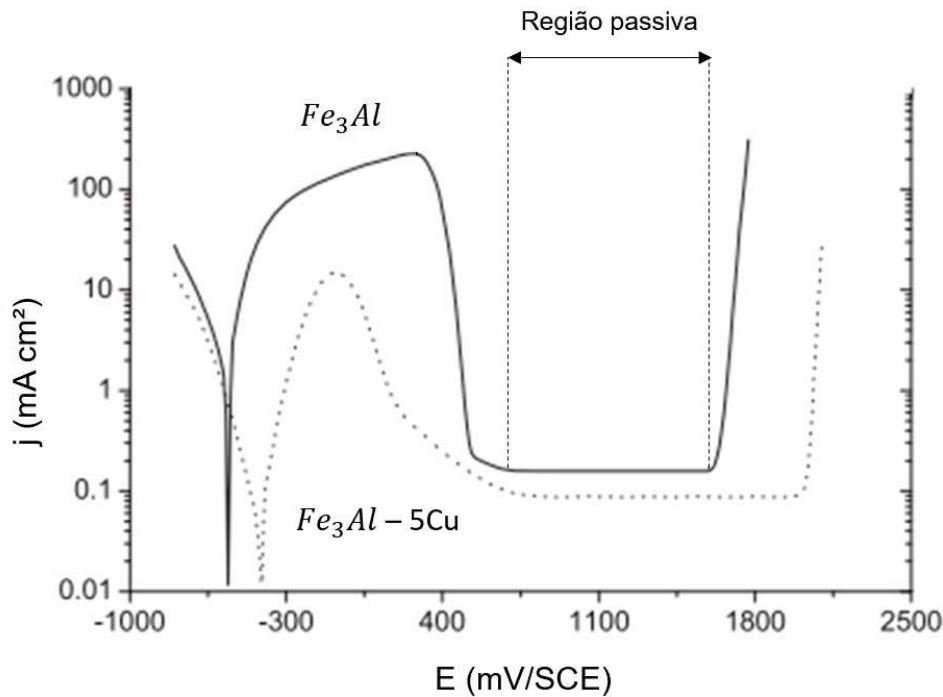
Fonte – Brito *et al.* (2017).

*al.* (2016), mostra a diferença de curvas de polarização potenciodinâmica para aluminetos de ferro de mesma estrutura (Fe<sub>3</sub>Al) com e sem adição de Cu. Nas ligas metálicas que exibem o fenômeno de passivação, a resistência à corrosão é definida não somente pela taxa de corrosão uniforme e pelo potencial de corrosão, mas também pelas características da região de passivação, tais como densidade de corrente de passivação e intervalo de passivação

Estudos vêm sendo realizados afim de analisar a resistência à corrosão para diversas técnicas de obtenção de aluminetos de ferro.

Porcayo-Calderon *et al.* (2013) utilizaram três diferentes tamanhos de partículas para depositar revestimentos intermetálicos FeAl e Fe<sub>3</sub>Al por meio de técnicas de pulverização térmica. O desempenho dos revestimentos foi avaliado por meio de teste eletroquímico em solução de NaOH 1,0 M à temperatura ambiente. Os revestimentos não apresentaram variações significativas nas densidades de corrente, mas foram dez vezes maiores do que as das ligas de base. O potencial de corrosão dos revestimentos é semelhante, independentemente do tamanho da partícula e mais ativo do que a liga base. O mesmo resultado foi encontrado por Abdolahi *et al.* (2011), os quais analisaram a resistência à corrosão de uma camada de alumineto de ferro FeAl e Fe<sub>3</sub>Al formadas na superfície de uma chapa de aço de baixo carbono pelo processo de aluminização seguido de difusão por laser. Os resultados mostraram que o processamento a laser do aço aluminizado levou a um aumento considerável da resistência à corrosão em comparação com materiais não revestidos e com os unicamente aluminizados. A resistência à corrosão do

**Figura 8 – Diagramas de polarização para ligas  $Fe_3Al$  com e sem adição de Cu, com identificação da região de passivação.**



Fonte – Adaptado de Rosalbino *et al.* (2016).

aço de baixo carbono, após os tratamentos sequenciais de aluminização seguido de difusão por laser, aumentou cinco vezes (taxa de corrosão diminuiu cinco vezes). A resistência à corrosão das amostras processadas por laser foi duas vezes maior que a da amostra aluminizada. No caso do aço aluminizado, a camada de óxido de alumínio ofereceu maior resistência à corrosão.

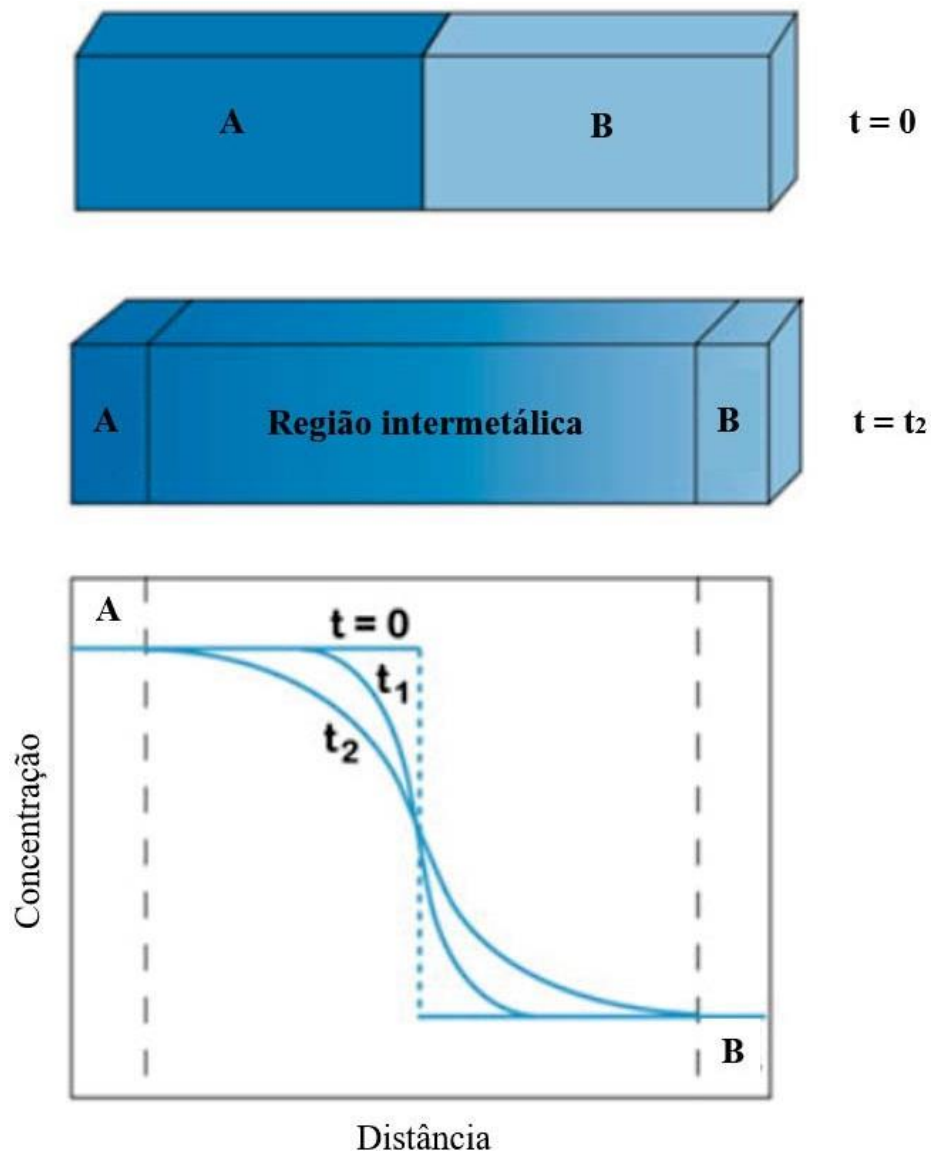
Com relação ao revestimento de FeAl e  $Fe_3Al$  com a mais alta resistência à corrosão, formou-se similarmente um filme passivo de alumina, mas foi observado que o filme de óxido de alumínio formado em  $H_2SO_4$  foi poroso. Acreditou-se que a formação de óxidos de ferro como FeO e  $Fe_2O_3$  na superfície de aluminetos de ferro bloqueou os poros do filme passivo  $Al_2O_3$ , o que resultou em uma maior resistência à corrosão da liga em comparação com o aço aluminizado por imersão a quente.

### 2.2.3 Difusão atômica

O principal fenômeno envolvido na obtenção de ligas intermetálicas é a difusão. Sob um panorama atômico, o processo de difusão consiste na transferência de átomos de uma posição para outra em uma rede cristalina (CALLISTER, 2008). Uma representação esquemática de um par difusivo é observado na Figura 9. O par é aquecido a uma temperatura elevada porém inferior a temperatura de fusão, e é mantido nesta temperatura durante um período prolongado de tempo e na sequencia resfriado até temperatura ambiente. Os átomos do par difusivo se migram ocorrendo uma heterogeneidade de composição química criando uma região intermetálica

(PAUL *et al.*, 2014).

**Figura 9 – Alteração do perfil de composição com o tempo.**



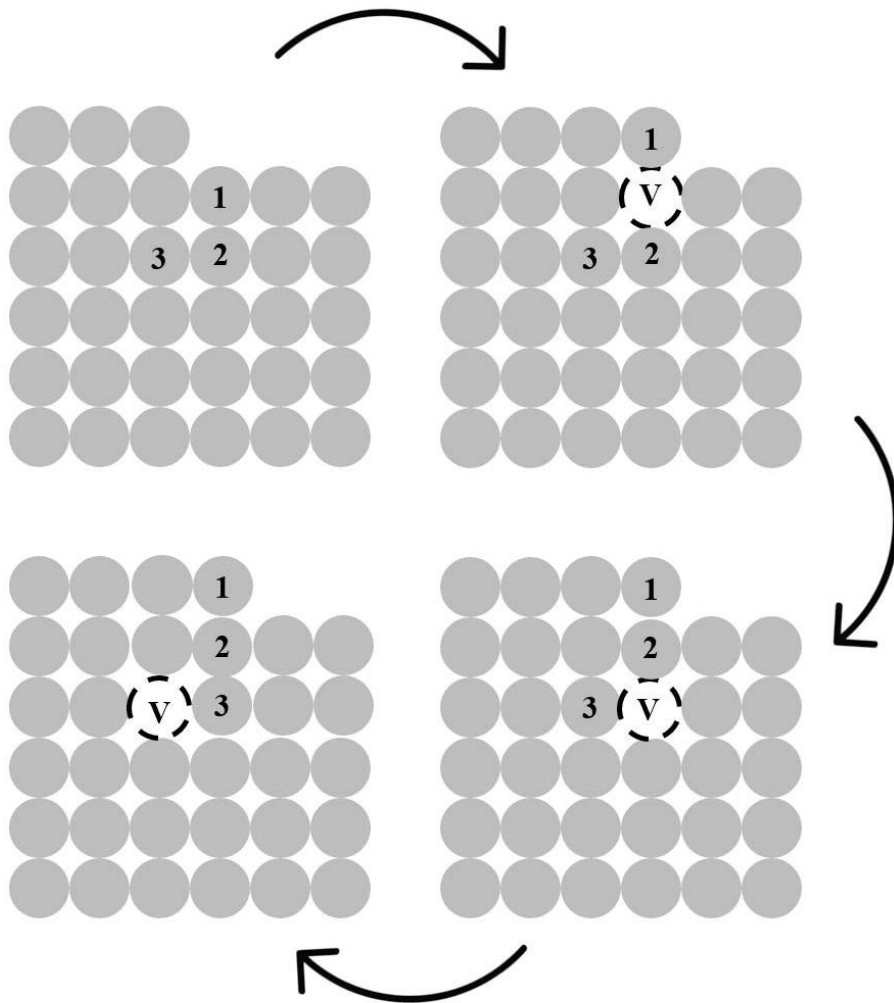
Fonte – Adaptado de Paul *et al.* (2014).

Um dos mecanismos de difusão é a difusão por vacâncias ou lacunas. Esse processo é evidenciado por uma troca atômica na rede cristalina de um átomo em uma posição, para uma posição adjacente vaga como é apresentado na Figura 10. Dessa forma, para que ocorra essa migração são necessários defeitos na rede cristalina, os quais são evidenciados quando trabalhados em temperaturas elevadas (CALLISTER, 2008).

Conforme Kobayashi e Yakou (2002), uma vez que o crescimento da camada intermetálica seja um crescimento controlado por difusão, este crescimento pode ser analisado seguindo a Equação 5.

$$X = Kt^{\frac{1}{2}} \quad (5)$$

**Figura 10 – Criação de vacâncias através de movimento atômico.**



Fonte – Adaptado de Paul *et al.* (2014).

Onde a variável  $X$  é a espessura da camada intermetálica,  $t$  é o tempo em (s) e  $K$  é uma constante de crescimento da camada intermetálica ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ) que pode ser empregada para determinação da energia de ativação aparente para o crescimento da camada  $Q$  de acordo com a Equação 6:

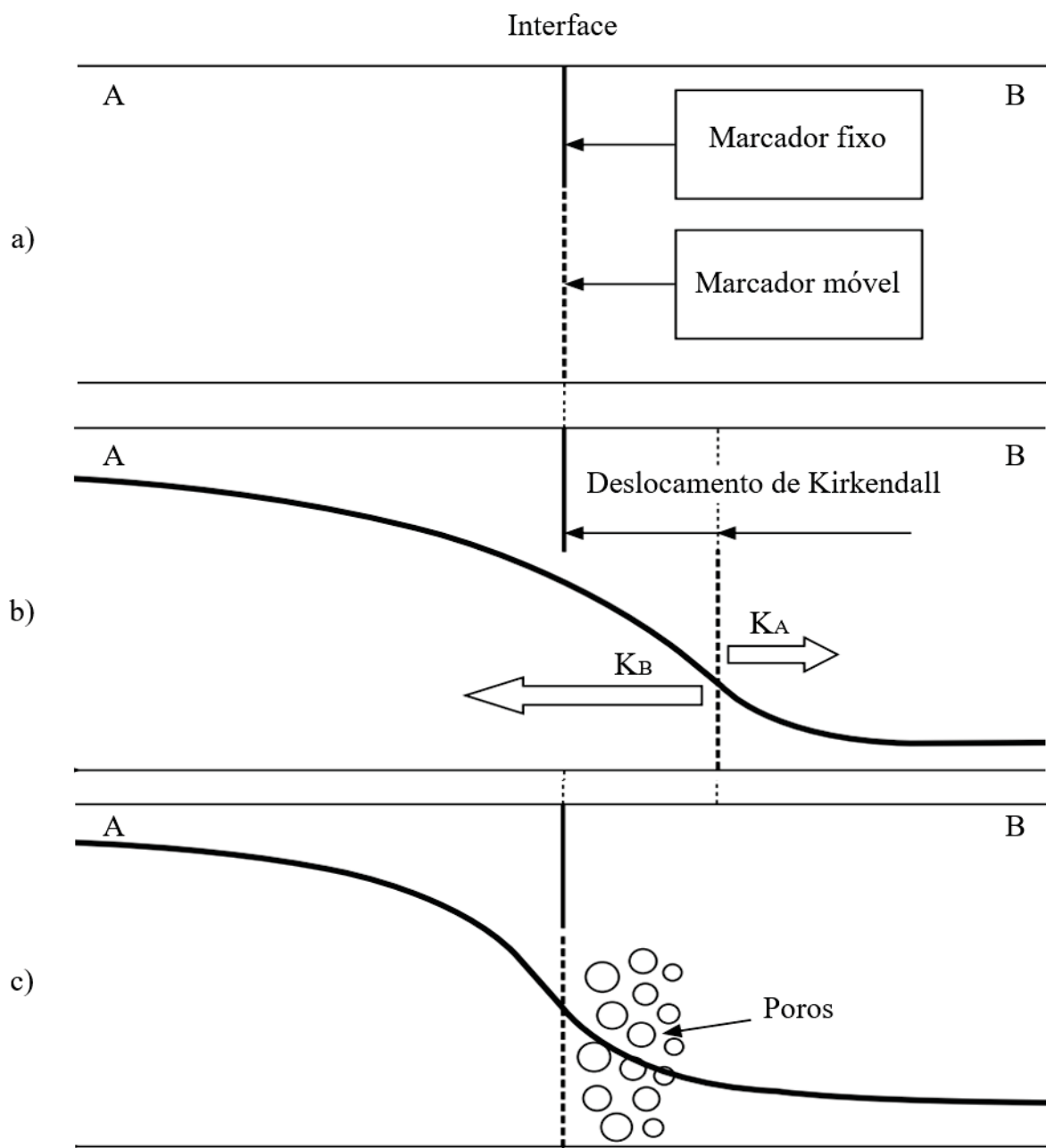
$$K = K_0 \exp \left( -\frac{Q}{RT} \right) \quad (6)$$

onde  $T$  é a temperatura absoluta (K),  $R$  a constante dos gases ( $8,31 \text{ J/mol.K}$ ) e  $K_0$  um parâmetro independente da temperatura.

A diferença de difusividade dos constituintes sólidos gera um fenômeno conhecido como Efeito Kirkendall (GAO; LI, 2008). Essa diferença nos fluxos difusionais resulta em supersaturação de vacância e acúmulo de estados de tensão localizados dentro da zona de di-

usão (KANG; HU, 2004). Um estado livre de tensão pode ser alcançado pela nucleação dos poros levando à conhecida porosidade de Kirkendall. Esse efeito pode ser explicado, como apresentado na Figura 11-b, pelo fato de que a solubilidade do elemento B no elemento A é muito maior que a oposta. Portanto, o fluxo de átomos de B será compensado por uma migração de vacâncias resultando na formação de porosidade como exemplificado na Figura 11-c (GAO; LI, 2008).

**Figura 11 – Efeito Kirkendall em um par de difusão binário homogêneo, a) Etapa inicial mostrando a interface com marcadores fixo e móvel, b) Deslocamento de marcadores inertes resultantes da diferença no coeficiente de difusão dos elementos A e B, c) Formação da porosidade de Kirkendall.**



Fonte – Adaptado de Gao e Li (2008).



## 2.3 Processos de obtenção de revestimentos Fe-Al

Atualmente existem vários processos de deposição de alumínio sobre substratos, tais como aspersão térmica, aluminização, deposição a partir de vapor, eletrodeposição, laser e plasma. Após o processo de revestimento, podem ser realizados tratamentos térmicos posteriores, visando obter intermetálicos com melhores propriedades mecânicas e melhor resistência à corrosão (CAPRA, 2005).

### 2.3.1 *Aspersão térmica*

A maior parte dos trabalhos busca empregar técnicas de revestimento baseadas em aspersão térmica (CINCA; GUILMANY, 2012). De modo geral, observa-se que, apesar de resultados positivos, os revestimentos formados são altamente sensíveis aos parâmetros de deposição, sendo frequente a ocorrência de porosidade (HAUŠILD *et al.*, 2012; PORCAYO-CALDERON *et al.*, 2013), assim como heterogeneidades de composição química ao longo da camada depositada (CANARIM, 2013), que levam à redução da resistência à corrosão, oxidação e desgaste.

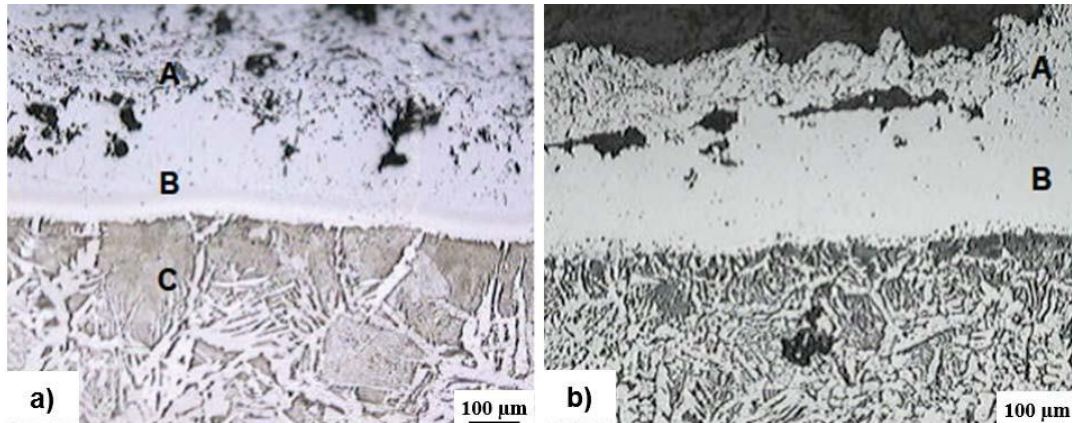
O revestimento depositado por aspersão térmica por chama apresenta uma estrutura composta por poros, vazios e óxidos (KREPSKI, 1993). Durante a refusão, pela formação de alumínio líquido e posterior solidificação, as discontinuidades tendem a migrar para as regiões mais próximas da superfície.

Capra( 2005) analisou o desenvolvimento de intermetálicos Fe-Al através de aspersão térmica. A análise verificou que em todas as amostras, independente do processo de pós-tratamento utilizado, houve a formação de camadas homogêneas de intermetálicos Fe-Al. O processo de refusão como é observado na Figura 12 apresentou uma quantidade significativa de poros, vazios e óxidos, além da formação de intermetálicos do tipo FeAl na região A, formação homogênea de intermetálicos FeAl na região B e, por último, a região C é a zona termicamente afetada (ZTA) do metal de base. Nas amostras revestidas em um processo manual houve a formação na superfície de intermetálicos ricos em alumínio do tipo Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>. Os valores máximos de espessura de intermetálico foram na ordem de 300μm. No processo de refusão automatizado a uma temperatura de 1000 °C como apresentado na Figura 12, foi observada uma grande semelhança com a microestrutura encontrada no processo de refusão manual, sendo notório a diminuição de poros e de vazios. A espessura média das camadas obtidas neste processo foram em torno de 350μm. Devido à temperatura mais elevada, ocorreu difusão do ferro para o revestimento de alumínio, resultando assim em intermetálicos ricos em ferro do tipo FeAl e Fe<sub>3</sub>Al.

As estruturas de revestimento, no geral, resultam em características similares, ou seja, partículas de FeAl ou Fe<sub>3</sub>Al fundidas ou não totalmente fundidas, mais ou menos empobrecidas de alumínio dependendo das condições de aspersão, cercadas por camadas de óxidos e também zonas ricas em ferro nos contornos entre *splats* (CINCA; GUILMANY, 2012).

Canarim (2013) observou uma grande variação em termos de homogeneidade e de es-

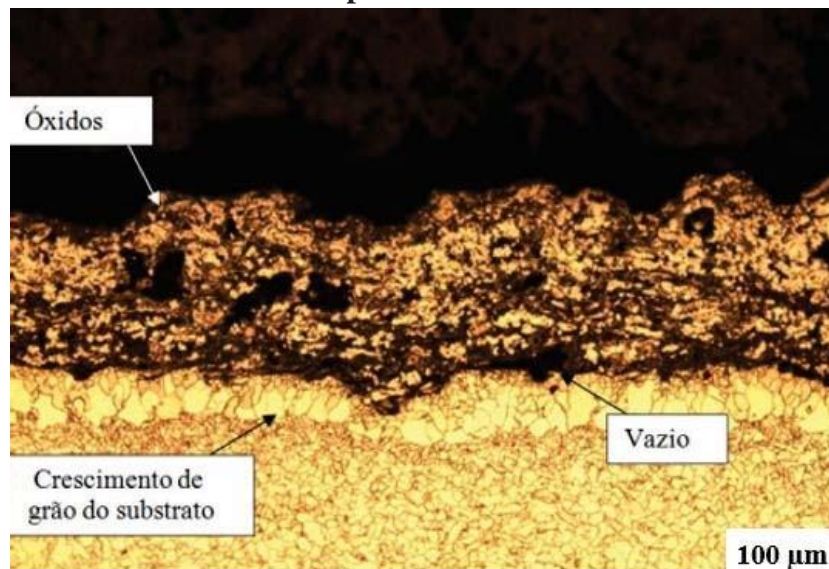
**Figura 12 – Aspecto metalográfico dos corpos de prova de aço carbono aspergidos e refundidos (a) refusão manual; (b) refusão automatizada**



Fonte – CAPRA (2005).

pequena espessura como observado na Figura 13, em virtude da deposição ter sido manual. Para maiores teores de alumínio, os revestimentos formados foram sempre mais duros e porosos, resultantes da oxidação do alumínio e do ferro. A refusão posterior potencializou a oxidação dos compostos, aumentando com isso a porosidade e, conseqüentemente, uma maior fragilidade do revestimento nos testes de adesão. O mesmo foi observado por Paredes *et al.* (2003).

**Figura 13 – Microscopia óptica do revestimento depositado através do processo de aspersão térmica**

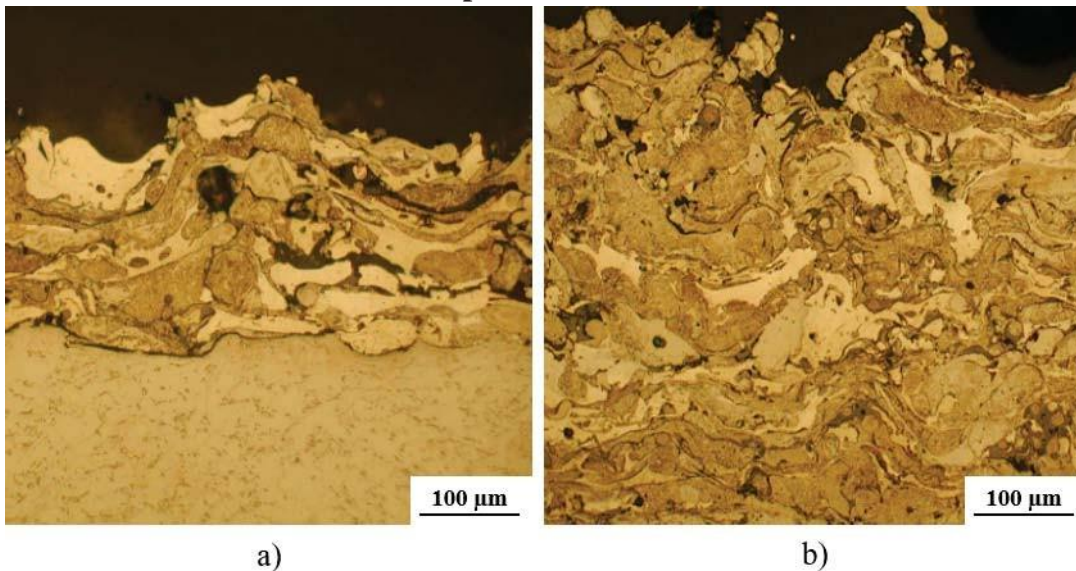


Fonte – Canarim (2013).

Através do processo de aspersão e como apresentado na Figura 14, Chmielewski *et al.* (2018) observaram a ocorrência de fases intermetálicas a partir do sistema Fe-Al, e soluções sólidas de alumínio em ferro e ferro em alumínio. A participação de fases intermetálicas no revestimento foi relativamente baixa, mas o efeito nas propriedades do material de revestimento foi significativo. De forma similar, Senderowski (2014) encontrou fases heterogêneas no re-

vestimento formado com variação significativa no teor de alumínio e presença considerável de óxidos, principalmente  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como é observado na Figura 15.

**Figura 14 – Microscopia óptica do revestimento depositado através do processo de aspersão térmica**



Fonte – Chmielewski *et al.* (2018).

**Figura 15 – Microscopia óptica do revestimento depositado através do processo de aspersão térmica**

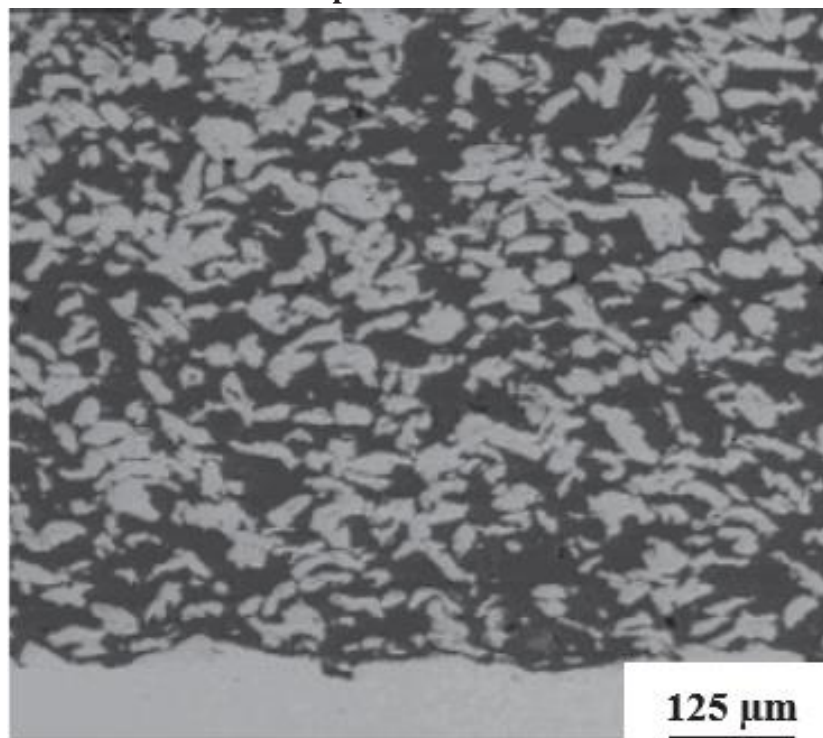


Fonte – Senderowski (2014).

Revestimentos utilizando a técnica de aspersão a frio e posterior tratamento térmico obtiveram camadas de intermetálicos Fe-Al. Após o recozimento a uma temperatura de 600

°C foi observada a formação da fase  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  (WANG *et al.*, 2008). A Figura 16 apresenta os resultados de Wang *et al.* (2008), nos quais com o aumento da temperatura de recozimento para 900 °C , o depósito foi transformado principalmente na fase FeAl com um vestígio da fase de Fe remanescente.

**Figura 16 – Microscopia óptica do revestimento depositado através do processo de aspersão térmica**



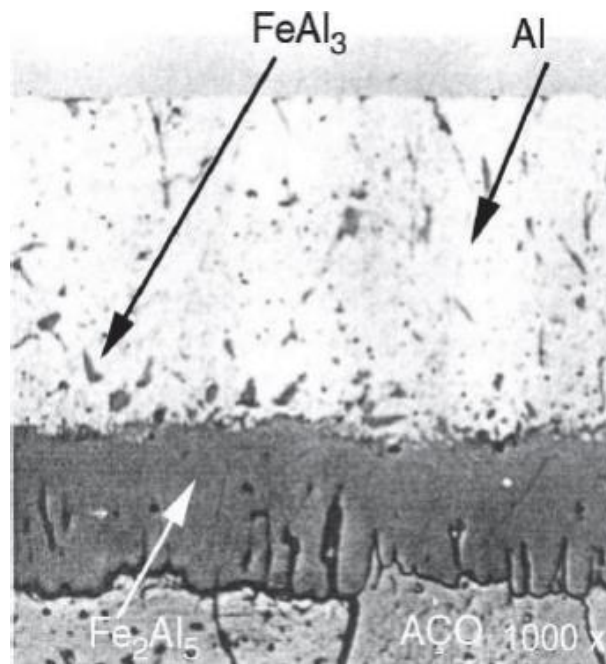
Fonte – Wang *et al.* (2008).

### 2.3.2 Aluminização

A Figura 17 mostra o aspecto típico de uma camada obtida por aluminização em um substrato de aço carbono, formando intermetálicos do tipo  $\text{FeAl}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ . Os intermetálicos  $\text{FeAl}_3$  foram formados inicialmente na interface entre o alumínio fundido e o substrato de aço através da difusão dos átomos de ferro junto ao banho de alumínio. Já os intermetálicos  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  foram formados entre o  $\text{FeAl}_3$  e o substrato. A temperatura e o tempo foram os fatores determinantes para a formação dos intermetálicos Fe-Al durante o processo de aluminização. Além disso, o teor de carbono do substrato foi outro fator importante (CAPRA, 2005).

Morinaga (1955) indicou que a taxa de crescimento dos compostos intermetálicos diminui com o acréscimo de carbono no substrato de aço. Estudo realizados por (YAJIANG; YONGLAN; YUXIAN, 1995), onde foi investigada as fases da liga de Fe-Al em revestimento de tubos de aços baixo carbono, relatou a formação de FeAl e  $\text{Fe}_3\text{Al}$  com baixa composição de alumínio com espessura média entre  $140\mu\text{m}$  e  $220\mu\text{m}$  (KOBAYASHI; YAKOU, 2002), realizaram um trabalho com o objetivo de comparar os intermetálicos formados e as propriedades

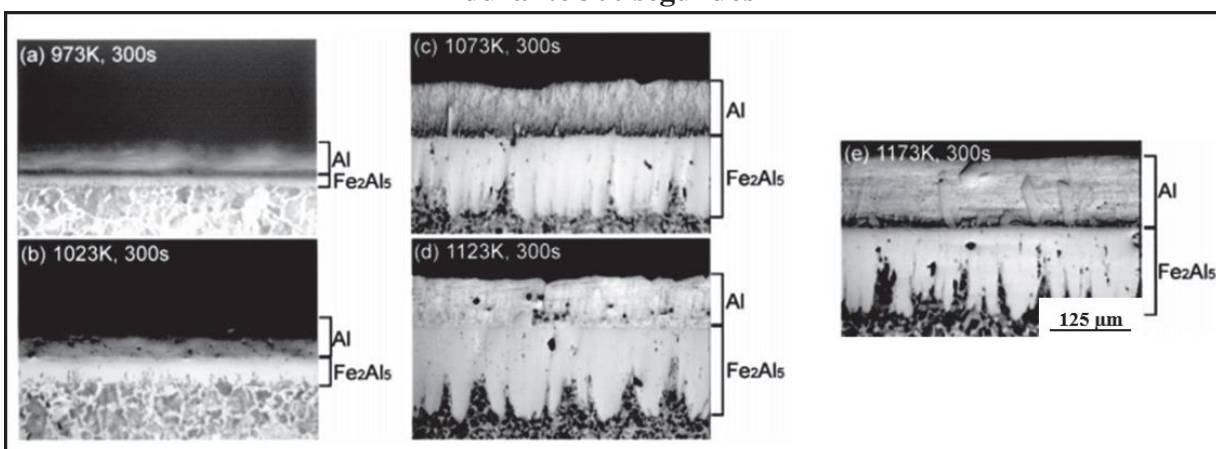
**Figura 17 – Fotomicrografia óptica do revestimento depositado através do processo de aluminização**



Fonte – Capra(2005).

mecânicas, a diferentes temperaturas. Na Figura 18 (a – e), verificou-se a presença de duas fases compostas por alumínio e intermetálico Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> respectivamente, comprovados através dos resultados de análise por difração de raios-x (DRX). Os resultados obtidos foram condizentes com a literatura. No caso das amostras ensaiadas em temperaturas superiores a 800 °C houve um crescimento colunar da fase Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> em direção ao alumínio puro. A espessura do revestimento aumentou de 100µm para 200µm com o aumento da temperatura da aluminização.

**Figura 18 – Micrografias de secção transversal de espécimes imersos em: (a) 700 °C (973 K); (b) 750 °C (1023 K); (c) 800 °C (1073 K); (d) 850 °C (1123 K); (e) 900 °C (1173 K) durante 300 segundos**

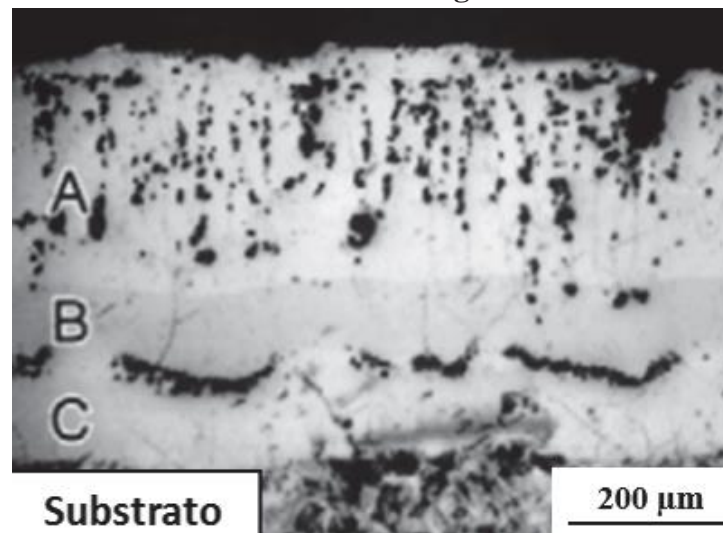


Fonte – Kobayashi e Yakou (2002).

Segundo Kobayashi e Yakou (2002) a microestrutura obtida para uma aluminização à 900 °C durante 300 segundos e difusão a 1050 °C durante 3600 segundos, foi uma camada de

$\text{Fe}_2\text{Al}_5$  (A), seguido por  $\text{FeAl}$  (B) e  $\text{Fe}_3\text{Al}$  (C) na interface com o substrato, como observado na Figura 19. A máxima espessura obtida nas análises foi próxima de  $600\mu\text{m}$ , um valor alto quando comparado com os intermetálicos obtidos através do processo de aspensão térmica.

**Figura 19 – Micrografia da secção transversal de espécimes tratados com difusão à  $1050\text{ }^\circ\text{C}$  durante 3600 segundos**



Fonte – Kobayashi e Yakou (2002).

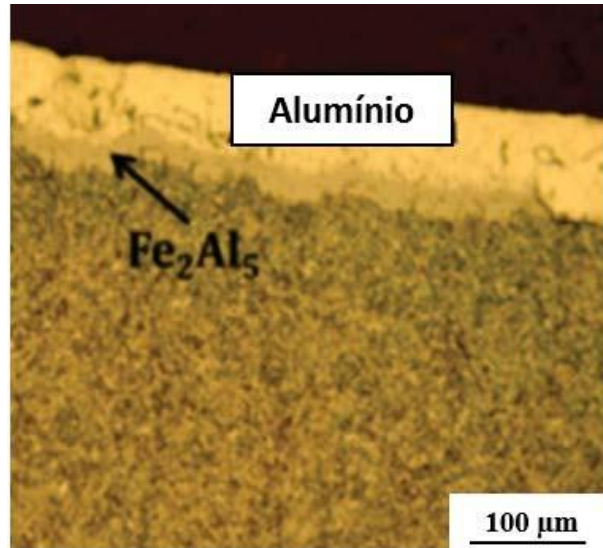
Awan e Hasan (2008) analisando através de difração de raio-x a morfologia da interface de revestimentos por imersão a quente entre  $700$  a  $750\text{ }^\circ\text{C}$ , constataram que a camada intermetálica consiste em uma fase ortorrômbica de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  e crescem em direção ao substrato seguindo uma orientação dendrítica, a mesma não ultrapassou os  $150\mu\text{m}$  de espessura.

Em estudos recentes Majumdar *et al.* (2017) avaliaram a formação de revestimentos de  $\text{FeAl}/\text{Al}_2\text{O}_3$  em substrato de aço 9Cr-1Mo. Para o processo realizado a temperatura de  $650\text{ }^\circ\text{C}$  durante 16 horas foi observado um revestimento homogêneo de aproximadamente  $130\mu\text{m}$  de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ .

Arabi Jeshvaghani *et al.* (2014) analisaram a formação de revestimentos de alumineto de ferro em substrato de aço 9Cr-1Mo. As amostras de aço 9Cr-1Mo foram aluminizadas a diferentes energias de laser. As amostras apresentaram para os tempos de aluminização uma microestrutura composta de duas fases ( $\text{Al}$  e  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ) como observadas na Figura 20. Alterando a energia de pulso do laser para um valor dentro da faixa de  $7$  a  $10\text{ J}$ , os espectros de DRX mostraram que as camadas consistiam principalmente da fase  $\text{FeAl}$ , o que indicou que a fase  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  foi transformada completamente após o tratamento por fusão a laser.

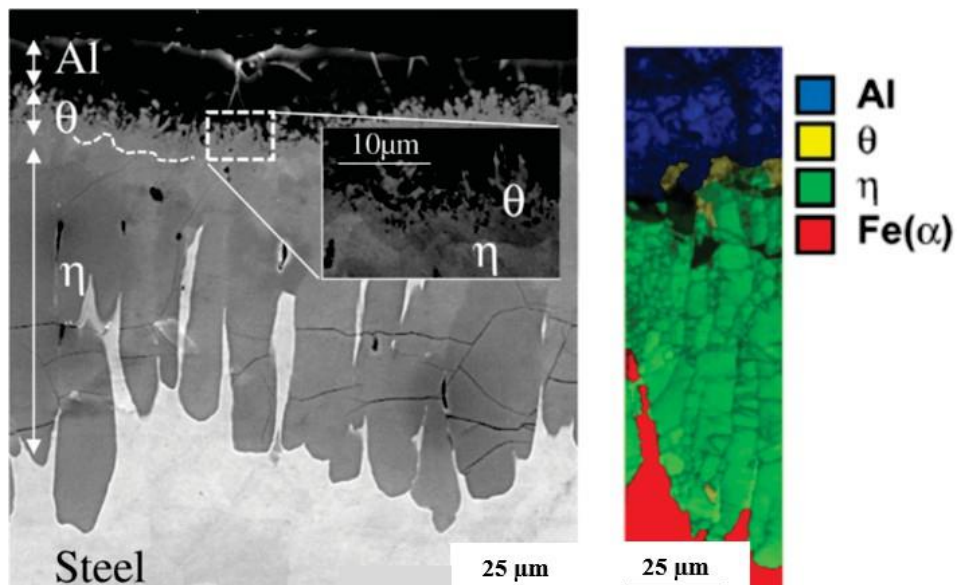
Em estudos que avaliaram a formação de camadas intermetálicas de Fe-Al através do processo de aluminização, Van Alboom *et al.* (2017) observaram, como apresentado na Figura 21, a formação das fases  $\eta$  e  $\theta$  condizentes com as fases  $\text{FeAl}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ , respectivamente. O revestimento apresentou a formação de trincas.

Figura 20 – Micrografia da secção transversal de uma amostra aluminizada



Fonte – Arabi Jeshvaghani *et al.* (2014).

Figura 21 – Micrografia da secção transversal de uma amostra aluminizada e mapa EBSB correspondente

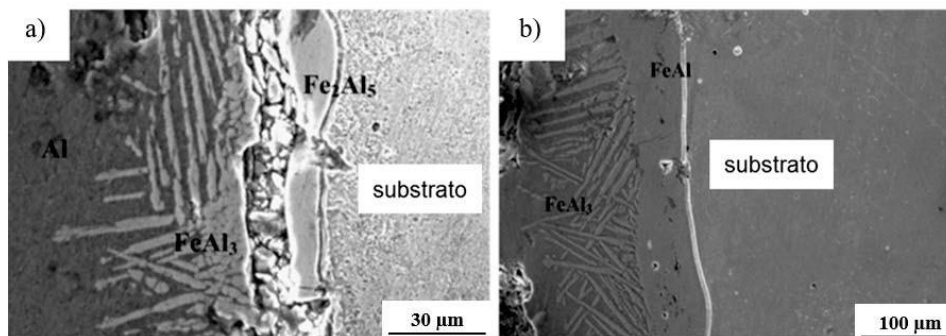


Fonte – Van Alboom *et al.* (2017).

### 2.3.3 Revestimentos obtidos por LASER

Sharma, Awasthi e Chandra (2010) utilizaram a técnica de pulverização por laser para produzir revestimentos de Fe-Al em substrato de aço carbono. Com uma potência de 300 W e uma velocidade de varredura de 200 mm/min, as fases intermetálicas de  $\text{FeAl}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  foram formadas com trincas profundas na interface devido à natureza frágil da fase  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  como apresentada na Figura 22-a. Além dessas fases, mantendo a potência de 300 W e com variação da velocidade de varredura para 100 mm/min, as fases intermetálicas de  $\text{Fe}_3\text{Al}$  e  $\text{FeAl}$  foram formadas como apresentadas na Figura 22-b.

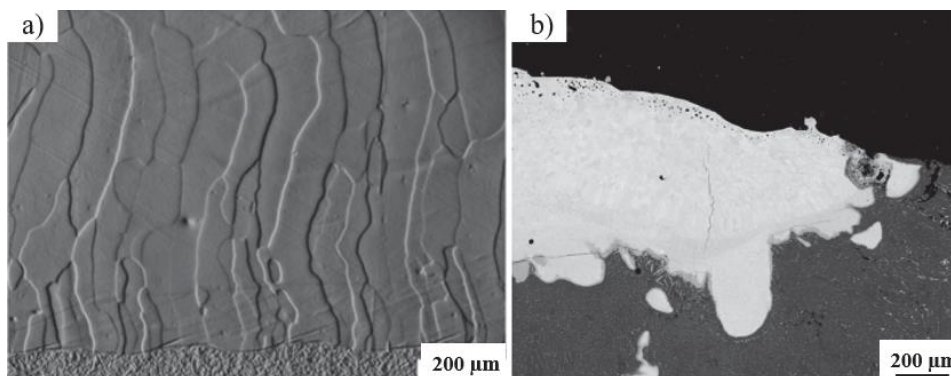
**Figura 22 – Microestrutura da seção transversal: (a) 300 W-200 mm/min; (b)300W - 100mm/min**



Fonte – Sharma, Awasthi e Chandra (2010).

Bax *et al.* (2013) avaliaram a formação de intermetálicos através da utilização de laser. Nos resultados apresentados na Figura 23, foram observados a formação de intermetálicos do tipo  $\text{Fe}_3\text{Al}$  de fase única completamente livres de trincas em substrato de aço (Figura 23-a) e com trincas em substratos de alumínio (Figura 23-b).

**Figura 23 – Microscopia da secção transversal: (a) substrato aço; (b) substrato de alumínio**



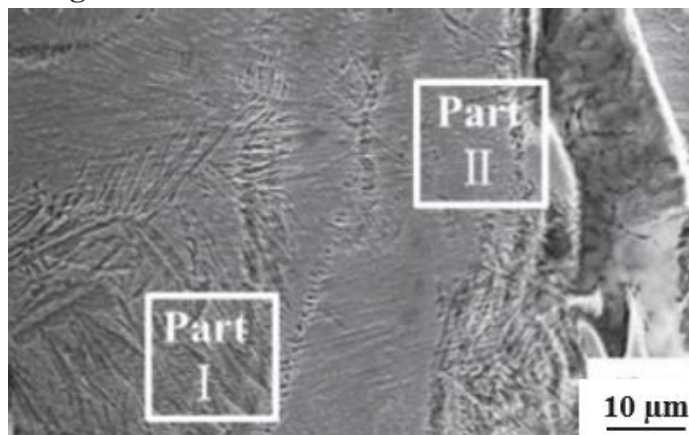
Fonte – Bax *et al.* (2013).

Luo *et al.* (2018) desenvolveram um método alternativo para preparação de nanopartículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  utilizadas como matéria-prima de ligas de Fe-Al através do processo de calcinação. O subsequente processo de revestimento a laser usando os pós de liga de alumínio reforçados



com nanopartículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  obteve revestimentos homogêneos de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe} - \text{Al}$  em substratos de aço 1045 como apresentado na Figura 24.

**Figura 24 – Imagem MEV mostrando microestrutura característica de Fe-Al**



Fonte – Luo *et al.* (2018).

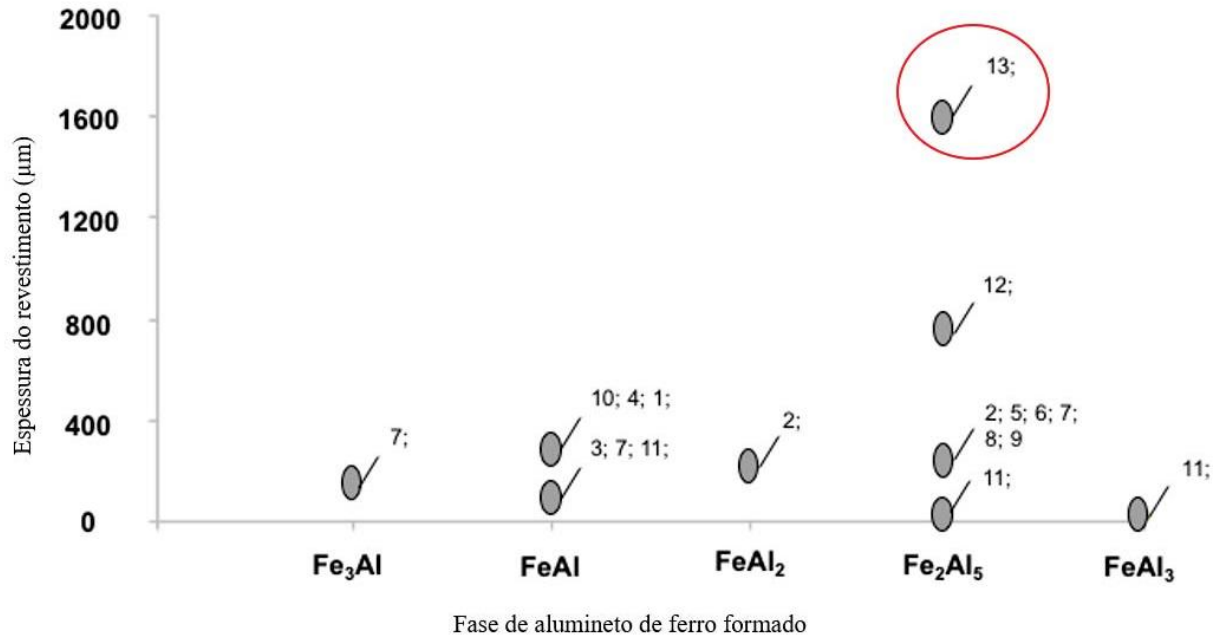
## 2.4 Considerações finais

Neste capítulo foi apresentada a importância das ligas intermetálicas dos elementos ferro e alumínio que apresentam potencial para aplicação no setor industrial, pois combinam boas propriedades mecânicas e elevada resistência à corrosão e à oxidação.

Uma varredura na literatura foi realizada mostrando os principais métodos de obtenção desses intermetálicos na atualidade, no entanto, muitos problemas são encontrados como descontinuidades, trincas, heterogeneidade de composição química, porosidades e principalmente espessuras reduzidas.

Uma das alternativas propostas no capítulo foi a obtenção das ligas intermetálicas através do revestimento por fricção em fresadoras CNC. Através da Figura 25 é possível perceber o quão promissor é a técnica de aluminetos obtidos através de um tratamento térmico após uma realização de um revestimento por fricção.

**Figura 25 – Comparação das espessuras encontradas para as fases intermetálicas  $Fe_3Al$ ,  $FeAl$ ,  $FeAl_2$ ,  $Fe_2Al_5$ ,  $FeAl_3$**



1. Cinca , Lima e Guilemany (2012) - Aspersão;
2. Haušild et al., (2012) - Aspersão;
3. Porcayo-Calderon et al., (2013) - Aspersão;
4. Canarim (2013) - Aspersão;
5. Paredes (2003) - Aspersão;
6. Capra (2005) - Aspersão;
7. Kobayashi (2012) - Aluminização;
8. Arabi (2014) - Aluminização;
9. Hasan (2008) - Aluminização;
10. Majumdar (2017) - Aluminização;
11. Sharma (2010) - Aluminização;
12. Bax (2013) - LASER;
13. Este trabalho;

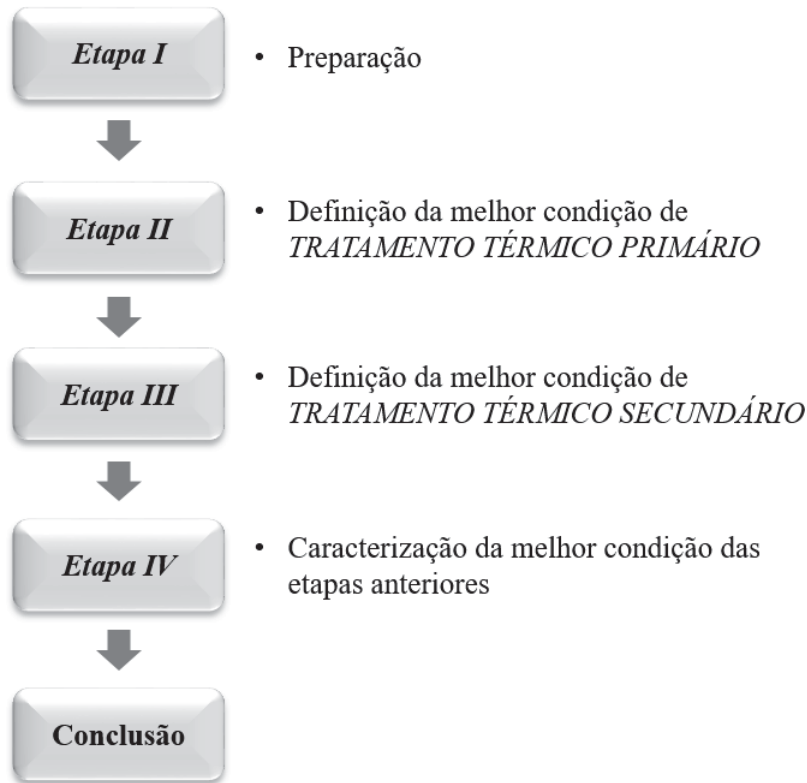
Fonte - Elaborado pela autora.



### 3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo são apresentados os materiais, equipamentos e procedimentos metodológicos utilizados para o desenvolvimento da pesquisa. A Figura 26 apresenta a estrutura organizacional adotada.

**Figura 26 – Diagrama do procedimento experimental.**



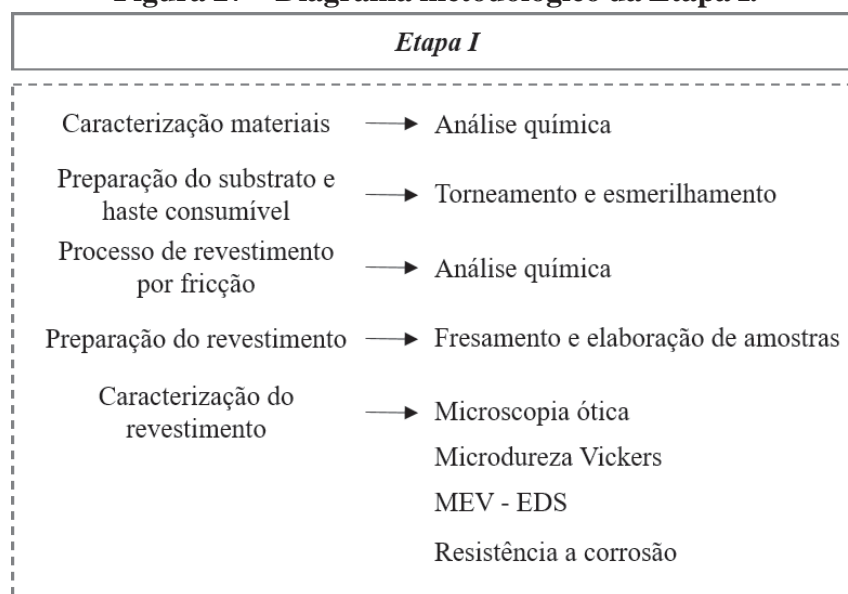
Fonte – Elaborado pela autora.

#### 3.1 Etapa I

A primeira etapa da metodologia consiste, conforme apresentada na Figura 27, na caracterização dos materiais do substrato e da haste consumível, bem como a preparação para o processo de revestimento por fricção. Após realização do revestimento e com a finalidade de verificar a integridade da deposição, ensaios experimentais para caracterizar o revestimento são realizados.

##### 3.1.1 Caracterização dos materiais

Os materiais selecionados são chapas de aço ABNT 1020 com dimensões de 80 x 25,4 x 10 mm (comprimento x largura x espessura) e hastes consumíveis de liga de alumínio AA6351, com 15,9 mm de diâmetro x 100 mm de comprimento como substrato. Os materiais são selecionados devido à possibilidade de se conferir ao aço-carbono, de uso geral, uma nova característica de superfície, qual seja, resistência à corrosão. A análise química é realizada para avaliar

**Figura 27 – Diagrama metodológico da Etapa I.**

**Fonte – Autora.**

as diferenças nos lotes de fabricação dos materiais. É utilizada a técnica de fluorescência de raio-x, utilizando o equipamento Rigaku modelo ZSX Primus II, disponível no laboratório de análises mecânicas do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais.

### 3.1.2 Preparação dos materiais

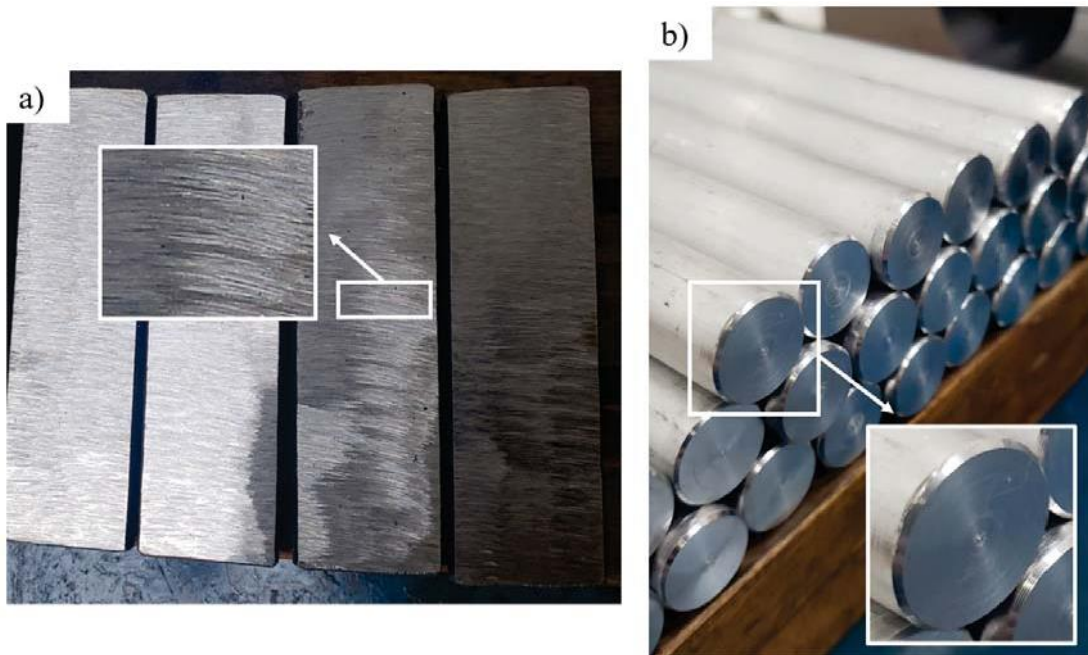
As chapas são recebidas na condição de laminadas a quente e os recobrimentos são aplicados ao longo da direção da laminação. Para remoção da carepa de laminação antes da aplicação do revestimento, as superfícies são limpas através de esmerilhamento como apresentado na Figura 28-a, apresentando uma rugosidade superficial  $R_a$  de  $2,95\mu\text{m}$ . As hastes consumíveis de liga de alumínio AA 6351, recebidas na condição de extrudado, as faces das hastes consumíveis, são preparadas através de torneamento para remoção de rebarbas e garantir uma superfície plana para ter um melhor contato como substrato. A preparação da haste é apresentada na Figura 28-b.

### 3.1.3 Parâmetros de deposição por fricção

Segundo Silva et al. (2018), os parâmetros do processo de deposição por fricção necessários de controle são a velocidade de rotação da haste consumível ( $\Omega$ ), a velocidade de avanço da haste consumível ( $V_x$ ) e razão entre  $V_x$  e a velocidade de avanço vertical ( $V_z$ ). A razão entre as velocidades é adotada como parâmetro face à impossibilidade prática, no equipamento utilizado, de se aplicar uma força axial pré-determinada, como ocorre convencionalmente no processo de revestimento por fricção efetuado em equipamentos especializados. Os valores dos parâmetros adotados são:

- a) Velocidade de rotação da haste consumível ( $\Omega$ ): 3500 rpm;

**Figura 28 – Preparação dos materiais: (a) substrato; (b) haste consumível**



Fonte – Elaborado pela autora.

b) Velocidade de avanço da haste consumível ( $V_x$ ): 250 mm/min.;

c) Rampa de deposição ( $V_x/V_z$ ): 0,5;

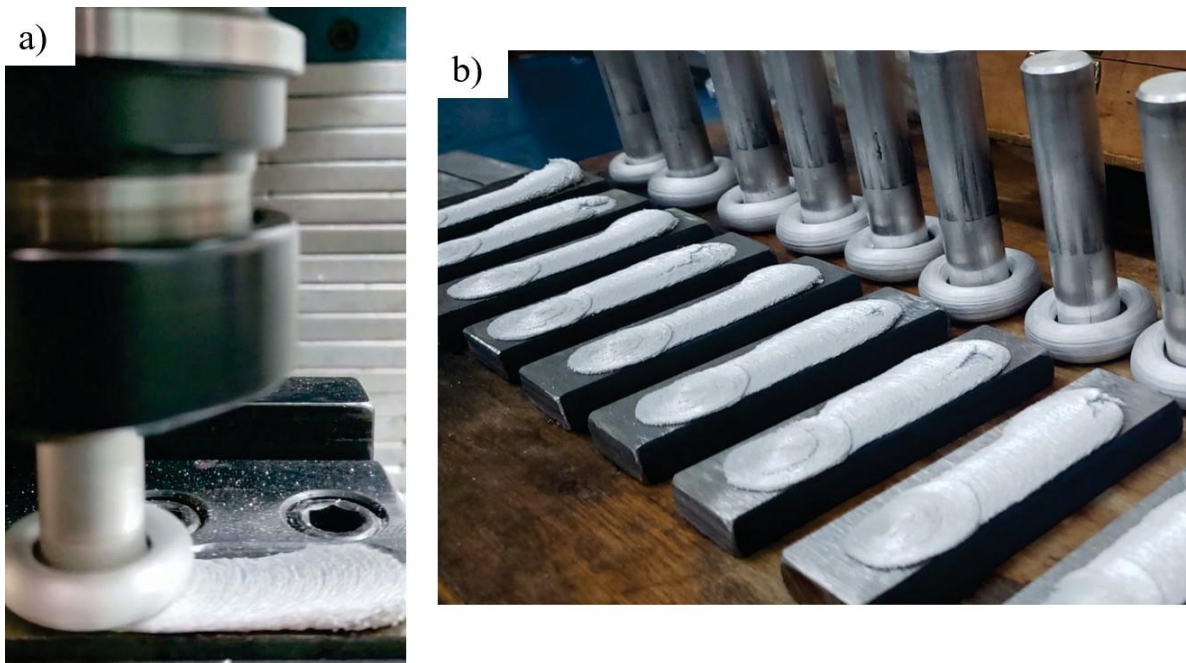
### 3.1.4 Deposição das hastes consumíveis

Para a realização do processo de revestimento por fricção é utilizado um centro de usinagem com comando numérico do fabricante ROMI modelo Discover 560 com potência 11 kW e velocidade de rotação máxima de 10000 rpm. O ciclo de deposição é controlado por meio de um programa CNC onde são inseridos os parâmetros de deposição desejados dentro das limitações do equipamento. O processo de deposição da haste consumível e o revestimento final formado sobre o substrato são apresentados na Figura 29.

### 3.1.5 Preparação das amostras

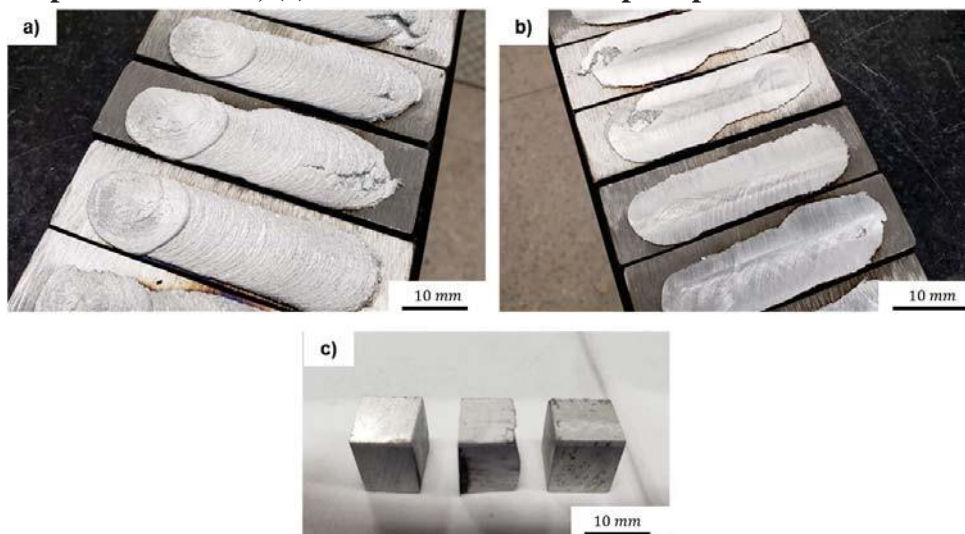
Após a realização do revestimento como apresentado na Figura 30-a, e com a finalidade de conferir as amostras um melhor acabamento superficial antes do tratamento térmico, um processo de usinagem por fresamento é realizado como apresentado na Figura 30-b. Após essa etapa, o substrato revestido é seccionado na dimensões  $15 \times 10$  mm (comprimento x largura), como apresentadas na Figura 30-c. As novas dimensões para as amostras são determinadas a partir de um valor que seja ideal para embutimento contendo material suficiente para análise.

**Figura 29 – Processo de revestimento por fricção (a) deposição da haste consumível; (b) revestimento formado**



Fonte – Fotografia da autora.

**Figura 30 – (a) Amostras revestidas através do processo de revestimento por fricção; (b) Amostras após fresamento; (c) Amostras seccionadas para posterior tratamento térmico**

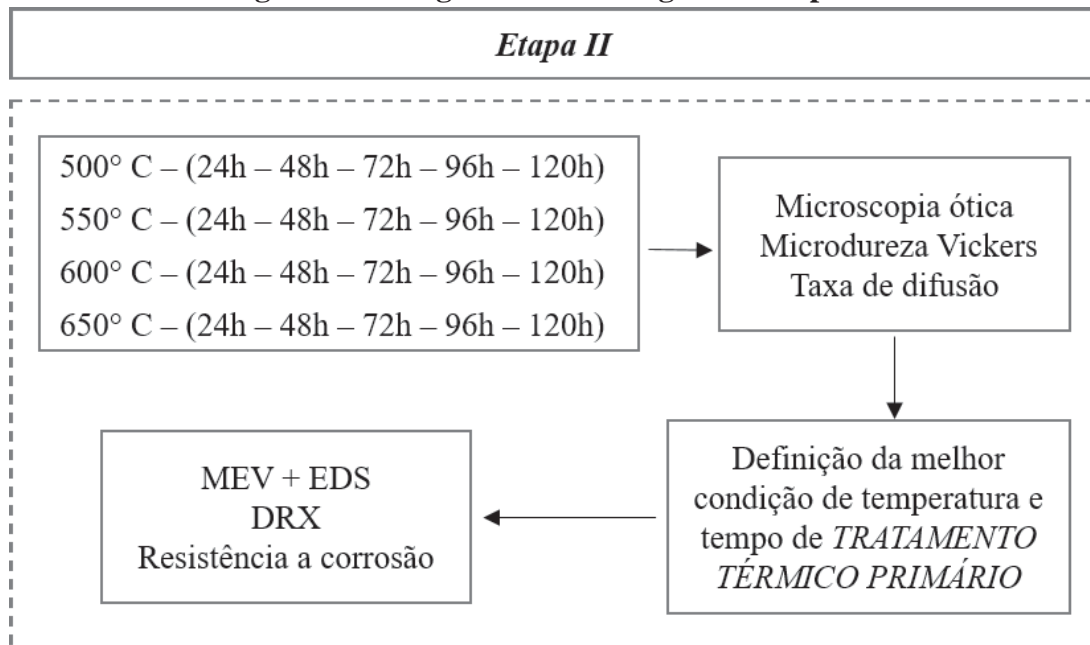


Fonte – Fotografia da autora.

### 3.2 Etapa II

A etapa II consiste na primeira fase de obtenção dos intermetálicos e é desenvolvida conforme o diagrama apresentado na Figura 31, são realizadas tratamentos térmicos, intitulados de "tratamentos térmicos primários", com a finalidade de analisar a evolução da camada intermetálica. Após a realização do tratamento térmico primário, análises de microscopia óptica, perfil de microdureza Vickers e cálculo da taxa de difusão são realizadas para definição da melhor condição de temperatura e tempo.

**Figura 31 – Diagrama metodológico da Etapa II.**



Fonte – Elaborado pela autora.

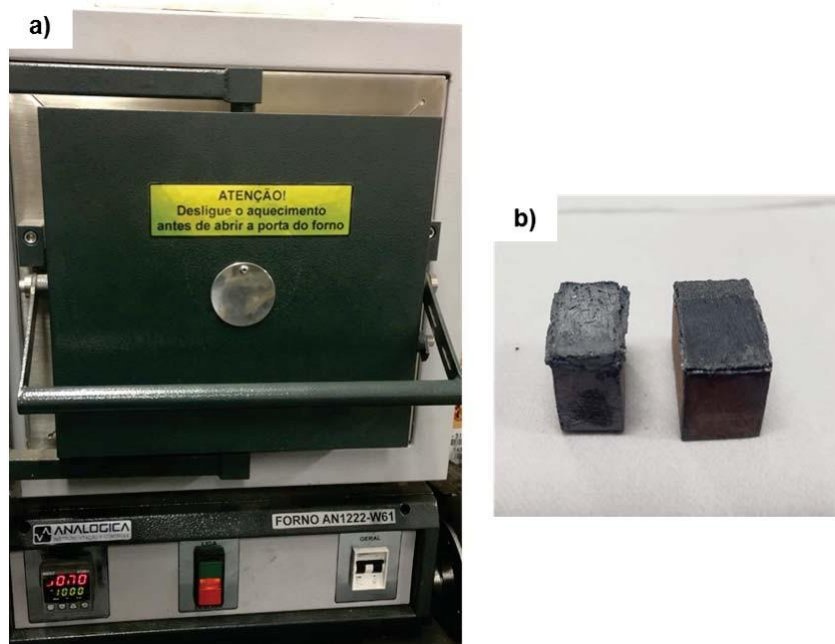
#### 3.2.1 Tratamento térmico primário

Com a finalidade de analisar o crescimento de formação de intermetálico, a primeira análise após a deposição de revestimento por fricção, consiste em submeter as amostras já seccionadas ao tratamento térmico primário de recozimento (Figura 32-b). Três amostras são submetidas ao aquecimento em um forno mufla com controle digital do fabricante Analogica modelo AN1222, presente no laboratório de turbocompressores da Universidade Federal de Minas Gerais (Figura 32-b). O número de amostras é definido como um número mínimo para uma amostragem quantitativa.

A metodologia utilizada para o tratamento térmico é apresentada na Tabela 2. Após esse período o forno mufla é desligado e as amostras são retiradas após a estabilização do forno mufla à temperatura ambiente. Cada grupo de amostras é submetido à caracterização microestrutural, ensaio de microdureza Vickers e através da evolução da camada de alumineto formada é calculada a taxa de difusão atômica. A escolha da temperatura e do tempo do tratamento térmico



**Figura 32 – (a) Forno mufla digital do fabricante Analogica modelo AN1222 ; (b) Amostras seccionadas após o tratamento térmico primário.**



Fonte – Fotografia da autora.

primário é feita em função do melhor resultado obtido nas análises experimentais supracitadas que relacionam com melhor espessura e homogeneidade.

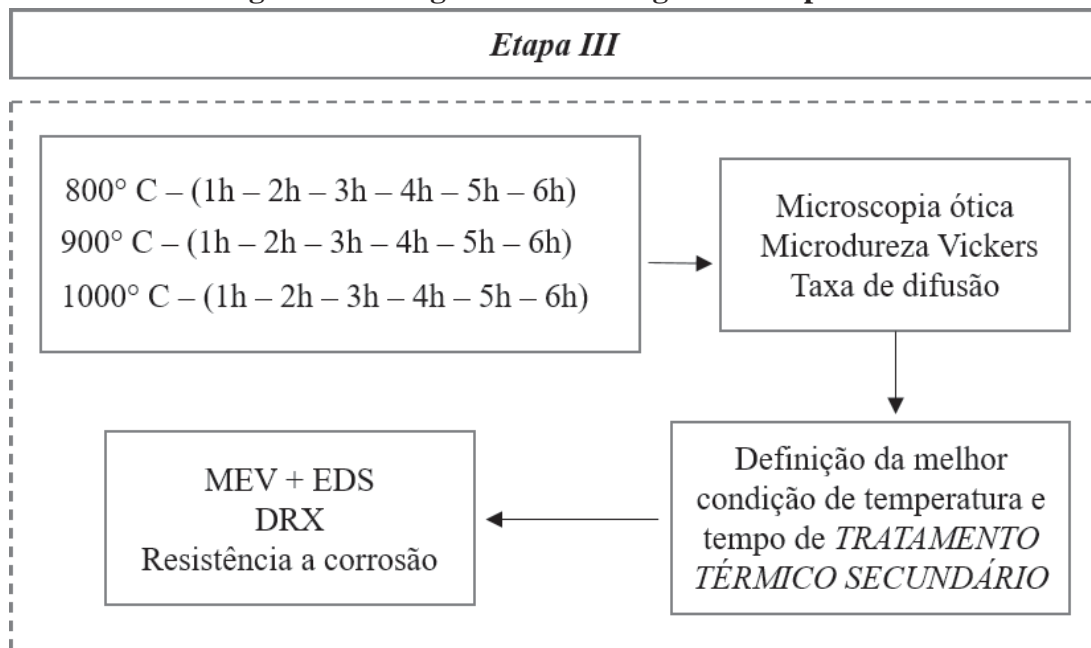
**Tabela 2 – Metodologia de tratamento térmico primário.**

Temperatura ( °C )	Tempo (horas)
500	24\48\72\96\120
550	24\48\72\96\120
600	24\48\72\96\120
650	24\48\72\96\120

Fonte – Elaborado pela autora.

### 3.3 Etapa III

A etapa III é decorrente das melhores condições de tratamento térmico primário (definidas em termos de melhor homogeneidade, espessura de intermetálico formado e redução de porosidade), esta etapa consiste em um tratamento térmico subsequente denominado de tratamento térmico secundário, objetivando formar novos intermetálicos. De acordo com o diagrama apresentado na Figura 33, após a realização do tratamento térmico, seguindo a mesma metodologia que a descrita na Etapa II, testes experimentais são realizados para definir a melhor condição de tratamento térmico secundário.

**Figura 33 – Diagrama metodológico da Etapa III.**

Fonte – Elaborado pela autora.

### 3.3.1 Tratamento térmico secundário

Após a definição das melhores condições de intermetálicos formados, avaliados por meio de caracterização microestrutural e ensaio de microdureza Vickers é realizado o tratamento térmico subsequente, afim de analisar a obtenção de intermetálicos do tipo FeAl e Fe<sub>3</sub>Al. (Tabela 3). As melhores condições definidas na Etapa II, são submetidas novamente ao aquecimento em um forno mufla digital descrito no subseção 3.2.1.

Uma vez que são definidas duas condições relevantes na Etapa II, dois grupos de análises como pode ser observada na Tabela 3, são divididos seguindo o padrão de tratamento térmico explicado na Etapa II. Cada grupo de amostras é submetido a caracterização microestrutural, ensaio de microdureza Vickers e através da evolução da camada de alumineto formada é calculada a taxa de difusão atômica. A escolha da temperatura e tempo para o tratamento secundário são em função do melhor resultado obtidos nas análises citadas acima que relacionam diretamente com melhor espessura e homogeneidade.

**Tabela 3 – Metodologia de tratamento térmico secundário.**

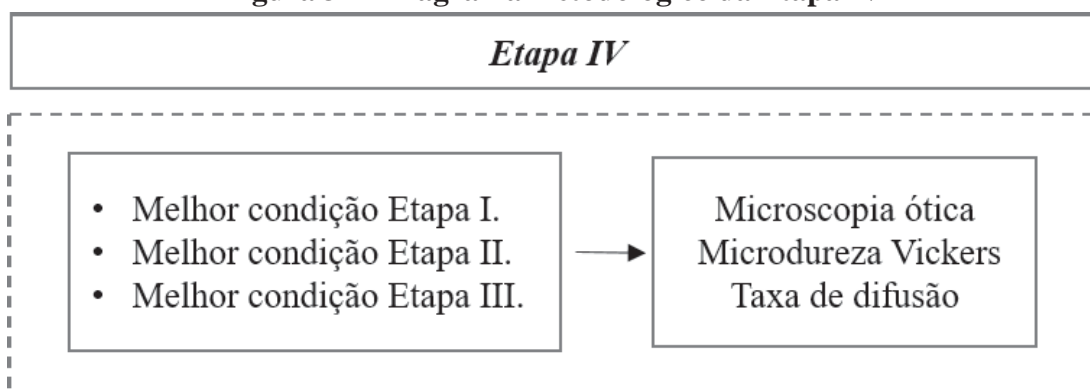
Amostras	Temperatura ( °C )	Tempo (h)
Grupo 1	800	1/2/3/4/5/6
	900	
	1000	
Grupo 2	800	1/2/3/4/5/6
	900	
	1000	

Fonte – Elaborado pela autora.

### 3.4 Etapa IV

Uma vez definidas as melhores condições da Etapa II e da Etapa III, o intuito da Etapa IV é, a partir de uma análise quantitativa, determinar a repetibilidade dos intermetálicos obtidos nas referidas etapas. Para isto, são repetidas as melhores condições impostas nas Etapas II e III em um grupo de 13 amostras. Como pode ser observado na Figura 34 após o tratamento térmico, análises de microscopia ótica, microdureza Vickers e cálculo da taxa de difusão são realizados.

**Figura 34 – Diagrama metodológico da Etapa IV**



Fonte – Elaborado pela autora.

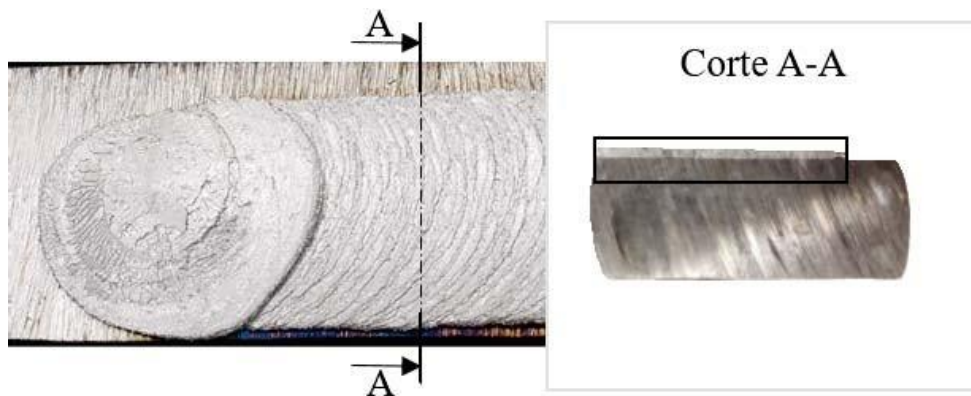
### 3.5 Análises experimentais

#### 3.5.1 Caracterização microestrutural

A análise microestrutural é realizada em todas amostras conforme descrito nas etapas anteriores afim de analisar formação de intermetálicos. Os ensaios de medição utiliza um microscópio óptico (MO), da marca Zeiss modelo Scope A.1 e Observer D1m com câmara digital acoplada do laboratório de microscopia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais (PUC-Minas). As amostras foram lixadas em politriz manual, com lixas de carbetto de silício de granulometria #180, #320, #400, #600, #1000, #1200 e #2000, e lubrificação feita com água. No polimento foi utilizado pasta de diamante 3  $\mu\text{m}$ , por 10 minutos. Para a revelação microestrutural, as amostras são atacadas com o reagente químico Nital 5%. Os ataques químicos são baseados na norma ABNT NBR 8108 – Ataque com Reativo Metalográfico em Ligas Ferrosas (ABNT NBR 8108 1983). As análises são realizadas na seção transversal da amostra conforme evidenciado na Figura 35.

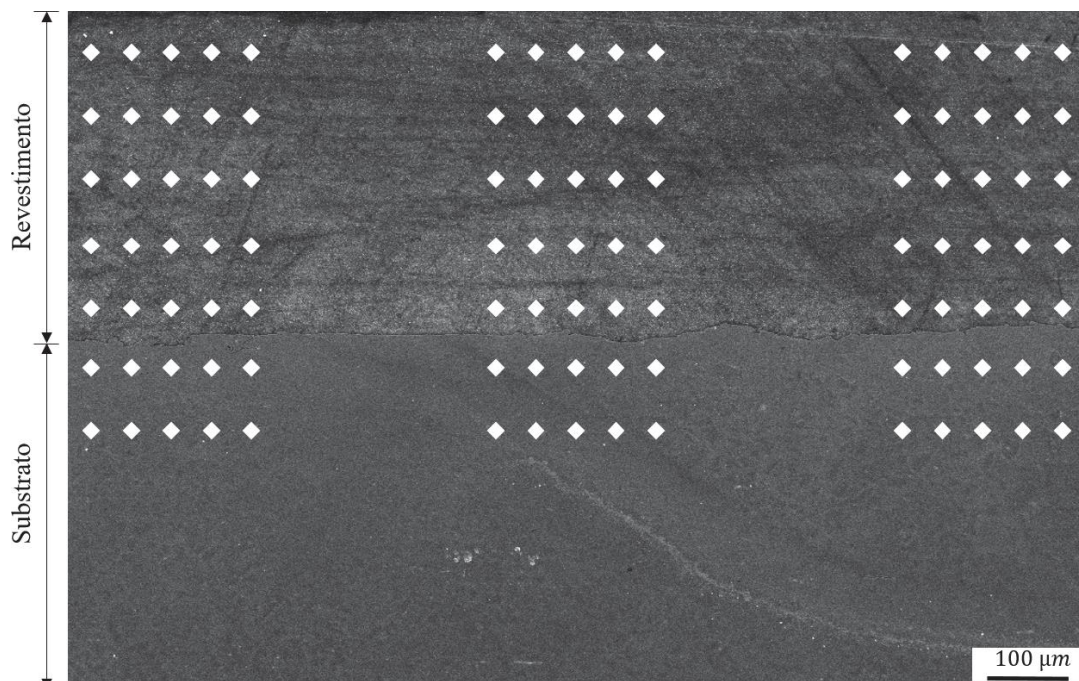
#### 3.5.2 Perfis de microdureza

Os perfis de microdureza são realizados para analisar previamente a homogeneidade do intermetálico, nas amostras utilizadas para as análises microestruturais. Esses perfis são realizados ao longo da seção transversal das amostras conforme mostrada na Figura 36, para

**Figura 35 – Esquemático do corte transversal das amostras**

Fonte – Elaborado pela autora.

cada região foram realizadas 5 medições e através da média desses valores a obtenção da curva característica. Para este ensaio é utilizado um microdurômetro da marca Shimadzu, modelo HMV-2T do laboratório microscopia da PUC Minas. Os parâmetros utilizados são, penetrador Vickers, pirâmide de diamante, com carga de 490,3 mN (0,05 HV) com tempo de permanência em indentação de 20 segundos. Os ensaios são baseados na norma *Standart Test Method for Knoop and Vickers Hardness os Materials*. (ASTM E384 2010).

**Figura 36 – Esquemático do corte transversal das amostras**

Fonte – Elaborado pela autora.

### 3.5.3 *Microscopia eletrônica de varredura (MEV); Espectroscopia de raios-x (EDS)*

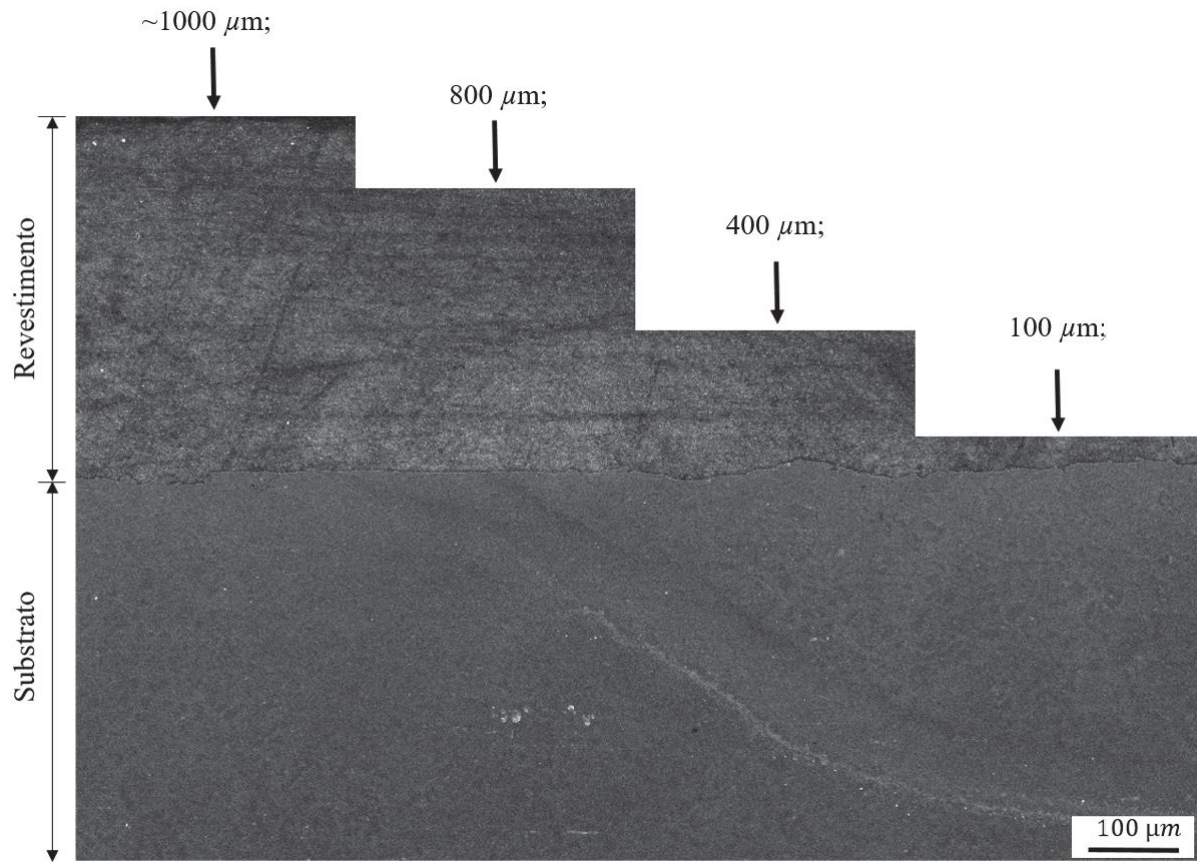
Amostras com os melhores parâmetros são submetidas a exame por Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de raios-X (EDS), com o objetivo de verificar possíveis gradientes de composição química ao longo da interface do substrato com o revestimento e outras características microestruturais de menor escala de tamanho. Para este ensaio foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura de marca JEOL modelo JSM-IT300, realizado no laboratório de microscopia eletrônica da Pontifícia Universidade Católica De Minas Gerais. As medições são realizadas seguindo a mesma metodologia definida na subseção 3.5.1.

### 3.5.4 *Difração de raios-x (DRX)*

Informações adicionais sobre a microestrutura foram obtidas por difração de raios-X através de um difratômetro de raios-X, marca Shimadzu utilizando fonte de radiação  $\text{Cu K}\alpha$ , com energia de 40 kV, corrente de 30 mA, comprimento de onda de 1,5418 Å, velocidade de varredura de 1deg/min e ângulo de varredura de 20 a 100deg, laboratório de análises mecânicas do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG). As amostras para análise de DRX foram preparadas por fresamento, a fim de avaliar a composição da fase em quatro valores de distância da interface substrato/revestimento: 100  $\mu\text{m}$ , 400  $\mu\text{m}$ , 800  $\mu\text{m}$  e superfície superior do revestimento ( $\sim 1000 \mu\text{m}$ ). (Figura 37).

### 3.5.5 *Resistência a corrosão*

O ensaio de corrosão eletroquímica é realizado em solução de ácido sulfúrico 0,5M em condição aerada, contendo oxigênio naturalmente dissolvido. Os ensaios de corrosão são realizados em célula de corrosão para amostras planas, dotada de orifício com 5 mm de diâmetro para exposição da superfície metálica ao eletrólito. O potenciostato utilizado nos testes de corrosão eletroquímica é um equipamento IVIUM Vertex. O eletrodo de referência utilizado é Ag/AgCl e todos os valores de potencial apresentados neste trabalho referem-se a esse eletrodo. São utilizadas duas técnicas de análise nos ensaios de corrosão: curva potencial vs. tempo para determinação do potencial de circuito aberto e polarização potenciodinâmica para determinação da taxa de corrosão e características de passivação dos materiais testados. O tempo de exposição para levantamento das curvas de potencial vs. tempo é de 5400 segundos, ao final dos quais são realizados os testes de polarização potenciodinâmica. Nesses testes, emprega-se uma faixa de varredura de -0,5 a 2,0V, com velocidade de varredura de 0,2 mV/s e passo de varredura de 1,0mV. A determinação da densidade de corrente de corrosão ( $i_{\text{corr}}$ ) é realizada por meio de extrapolação de Tafel e, também, por análise de polarização linear. Os ensaios foram realizados no laboratório de corrosão da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais campus Contagem. Para a realização do teste eletroquímico, foram feitos 3 testes em cada condição e através da média desses valores a obtenção da curva característica. A superfície das amostras é preparada seguindo-se a metodologia de lixamento e polimento descritas no subseção 3.5.1. Nos

**Figura 37 – Esquemático do corte transversal das amostras**

Fonte – Elaborado pela autora.

teste eletroquímicos somente a superfície do intermetálico que é exposta ao meio eletrolítico, conforme esquemático mostrado na Figura 38.

**Figura 38 – Esquemático dos pontos de medição para o teste eletroquímico**

Fonte – Elaborado pela autora.



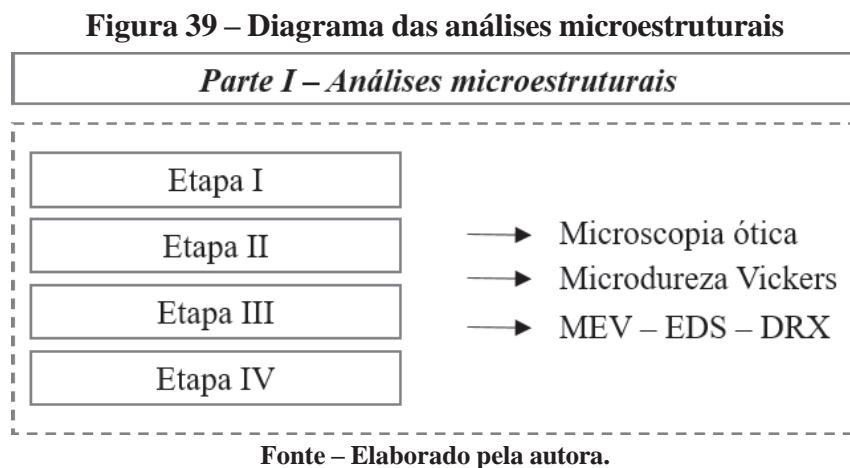
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção são apresentados os resultados das análises feitas em cada etapa definida no Capítulo 3. De modo a facilitar a apresentação e discussão dos resultados, foi adotada uma nomenclatura para os estados das amostras utilizadas como pode ser visto na Tabela 4. Em todos os testes, o substrato utilizado é aço carbono ABNT 1020 e haste consumível de liga de alumínio AA 6351 e os parâmetros de deposição está explanado no subseção 3.1.3 do presente trabalho. Para todas as amostras o tratamento térmico primário é realizado a 650 °C , com duração de 72 horas (AM-1) para amostras do grupo 1 e 120 horas (AM-2) para amostras do grupo 2.

Os resultados são apresentados em três partes, a primeira referente às análises microestruturais (caracterização microestrutural, perfis de microdureza, microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de raios-x (EDS), difração de raios-x (DRX), a segunda à análise do fluxo difusional e por fim resistência a corrosão.

### 4.1 Parte I - Análises microestruturais

Esta seção aborda os resultados referentes as análises de microscopia ótica, perfil de microdureza Vickers, MEV, EDS, DRX, sendo que as três ultimas análises mencionadas são realizadas sempre nas melhores condições definidas a partir das análises de microscopia ótica e microdureza (Figura 39).



#### 4.1.1 Etapa I - Caracterização dos materiais

Os resultados da análise química utilizando a técnica de fluorescência de Raios-x são apresentados na Tabela 5. Verifica-se que a composição química dos materiais utilizados no presente trabalho apresentam-se dentro dos limites indicados por ASM handbook (1993).



**Tabela 4 – Nomenclatura utilizada**

Grupo	T.T.T.S. ( °C )	Tempo (h)	Amostra
Grupo 1	800	1	AM-1.8.1
		2	AM-1.8.2
		3	AM-1.8.3
		4	AM-1.8.4
		5	AM-1.8.5
		6	AM-1.8.6
Grupo 1	900	1	AM-1.9.1
		2	AM-1.9.2
		3	AM-1.9.3
		4	AM-1.9.4
		5	AM-1.9.5
		6	AM-1.9.6
Grupo 1	1000	1	AM-1.10.1
		2	AM-1.10.2
		3	AM-1.10.3
		4	AM-1.10.4
		5	AM-1.10.5
		6	AM-1.10.6
Grupo 2	800	1	AM-2.8.1
		2	AM-2.8.2
		3	AM-2.8.3
		4	AM-2.8.4
		5	AM-2.8.5
		6	AM-2.8.6
Grupo 2	900	1	AM-2.9.1
		2	AM-2.9.2
		3	AM-2.9.3
		4	AM-2.9.4
		5	AM-2.9.5
		6	AM-2.9.6
Grupo 2	1000	1	AM-2.10.1
		2	AM-2.10.2
		3	AM-2.10.3
		4	AM-2.10.4
		5	AM-2.10.5
		6	AM-2.10.6

\*\*\* T.T.T.S = Temperatura de tratamento térmico secundário

Fonte – Elaborado pela autora

**Tabela 5 – Composição química dos materiais utilizados (%)**

Material	C	Cu	Mn	Mg	Si	Cr	Ni	S	Fe	Al
ABNT 6351	-	0.029	0.606	0.652	-	-	-	-	0.167	bal.
ABNT 1020	0.193	-	0.530	-	0.131	0.034	0.011	0.016	bal.	-

Fonte – Elaborado pela autora.

#### 4.1.2 Etapa I - Revestimentos obtidos através da técnica de revestimento por fricção

Definidos os limites para os valores dos parâmetros de processo, foram realizados testes nas condições expostas na subseção 3.1.3 deste trabalho. Na Figura 40 é apresentada fotografia de vista superior do revestimento anterior ao tratamento térmico. Observa-se a formação de um depósito regular ao longo de todo seu comprimento, com sentido de deposição da direita para a esquerda, condizentes com os depósitos encontrados por (SILVA *et al.*, 2018).

**Figura 40 – Vista superior do revestimento**



Fonte – Fotografia da autora.

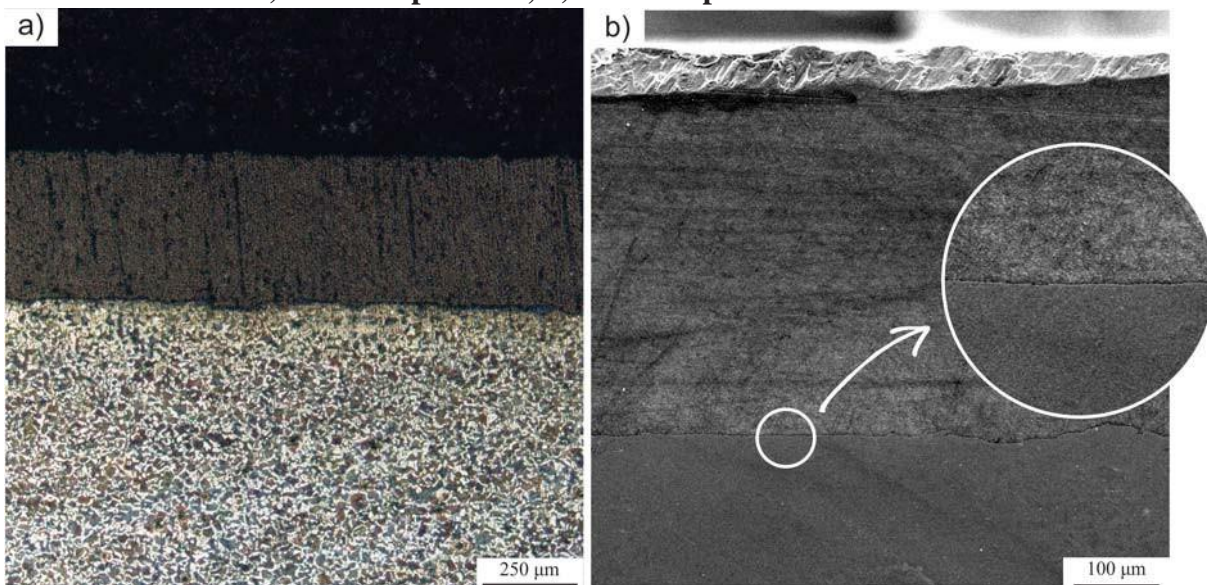
Após a deposição das amostras a integridade do revestimento é avaliada por meio do corte da seção transversal, conforme mencionado na subseção 3.1.5, os revestimentos foram fresados afim de conferir um melhor acabamento superficial antes do tratamento térmico, é observado revestimentos regulares, com camadas espessas na ordem de  $1000\mu\text{m}$  (Figura 41-a), condizentes com os revestimentos encontrados por (GANDRA *et al.*, 2013) quando realizou revestimentos de AA6082-T6 sobre substratos de AA2024-T3. Observando a interface na Figura 41 não foi notado mistura nem zona termicamente afetada como observado por (TROYSI *et al.*, 2019) e (RAO *et al.*, 2013). É válido ressaltar, que também não foi notado a presença de porosidade, inclusões e trincas no revestimento como pode ser observado no microscopia realizada no MEV (Figura 41-b).

A homogeneidade da camada foi avaliada por meio de perfis de microdureza, conforme Figura 42. Como esperado, o teor de alumínio no revestimento apareceu de forma homogênea. A análise semi-quantitativa de composição química realizada por MEV-EDS (Figura 43), indicou frações relativas em peso de 90,3% Al, 88,7% Al e 88,2% Al em posições localizadas, respectivamente, em posições intermediárias (dois terços e um terço da espessura) e próximo à interface, o que comprova os valores obtidos através do teste de microdureza. Esses valores são condizentes com as análises realizadas por meio de microscopia ótica em que não foi detectada zona de mistura.

#### 4.1.3 Etapa II - Tratamento térmico primário

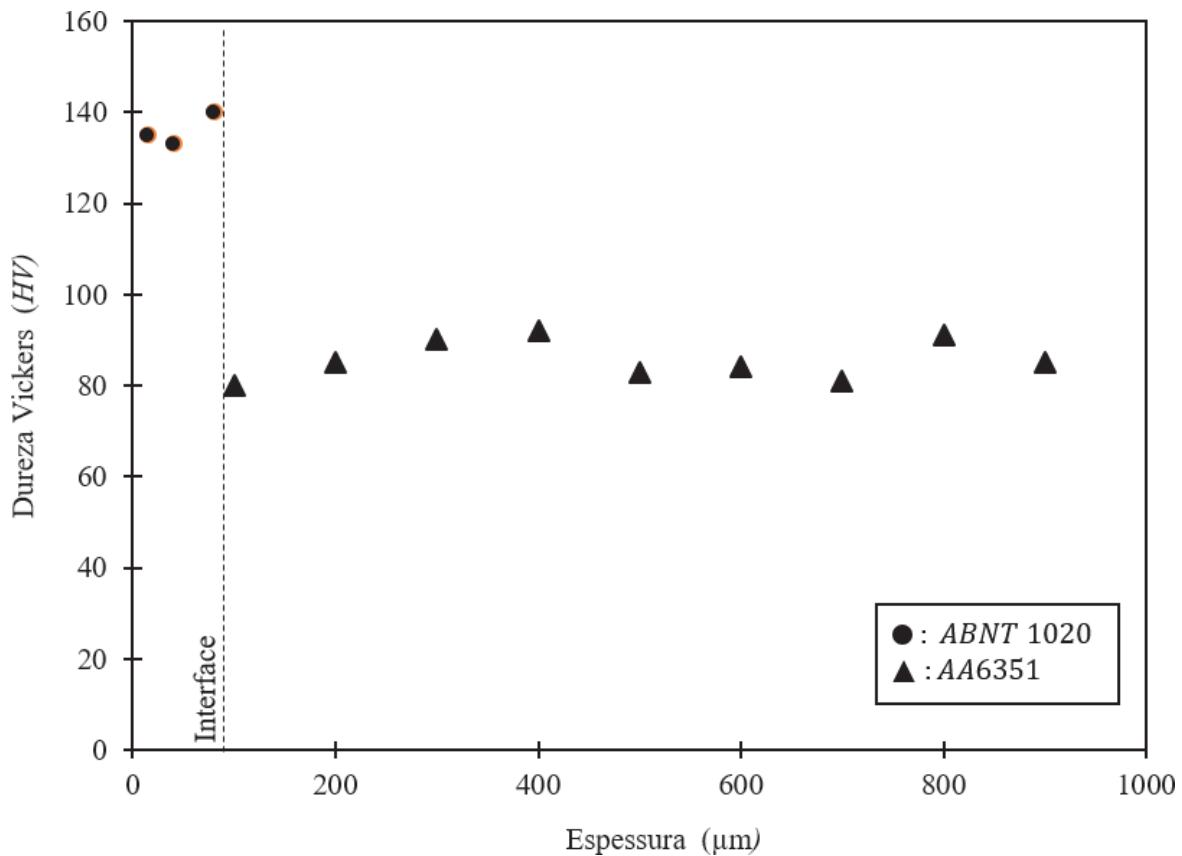
A formação da camada intermetálica é avaliada com a variação da temperatura e tempo de permanência em que a amostra é submetida ao tratamento térmico. Pode-se notar alteração significativa da morfologia da interface após o tratamento de recozimento, com a presença de

**Figura 41 – Micrografia do corte transversal do revestimento anterior ao tratamento térmico a) microscopia ótica, b) microscopia eletrônica de varredura**



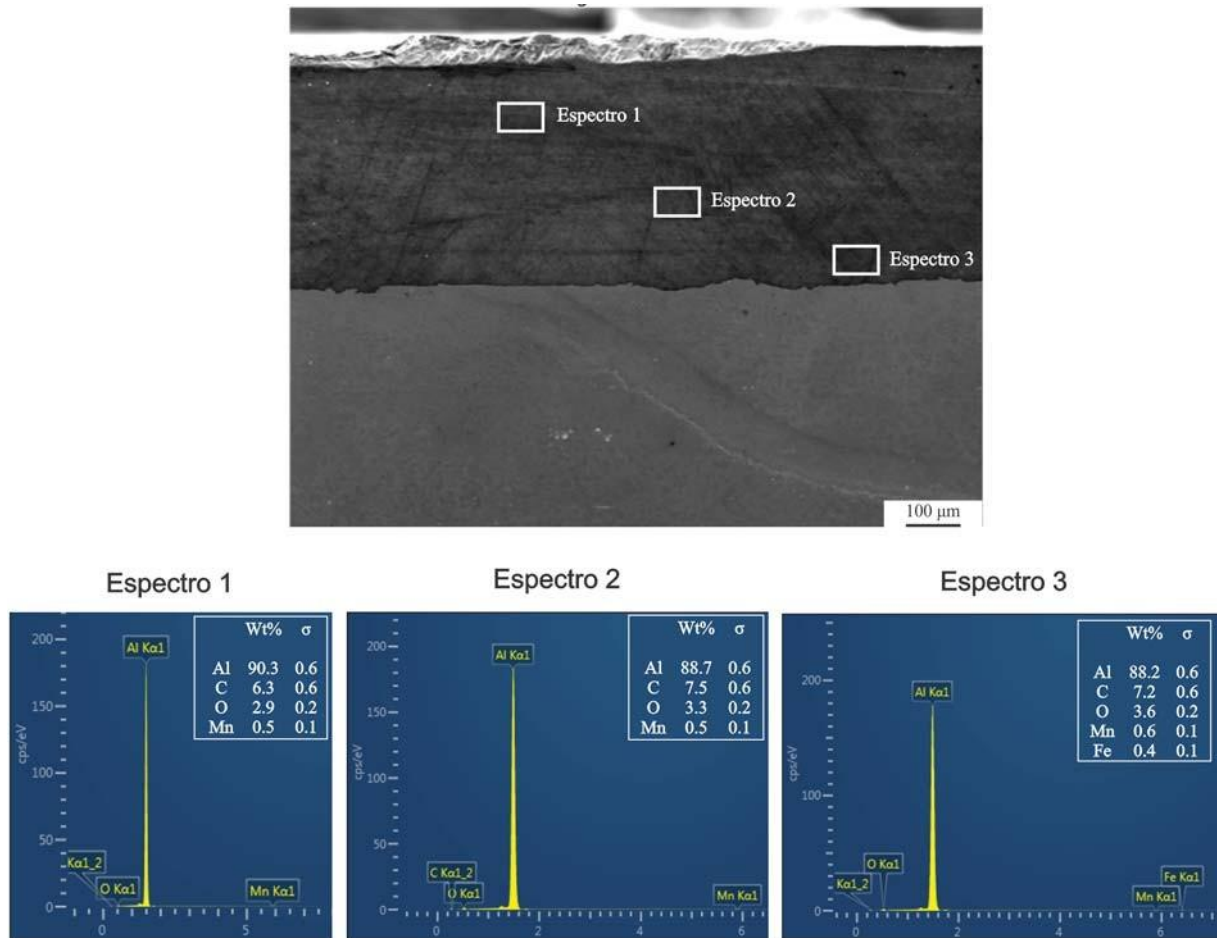
Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 42 – Perfil de microdureza do substrato e do revestimento antes do tratamento térmico**



Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 43 – Análise semi-quantitativa de composição química (SEM/EDS), para o revestimento obtido através da técnica de revestimento por fricção**

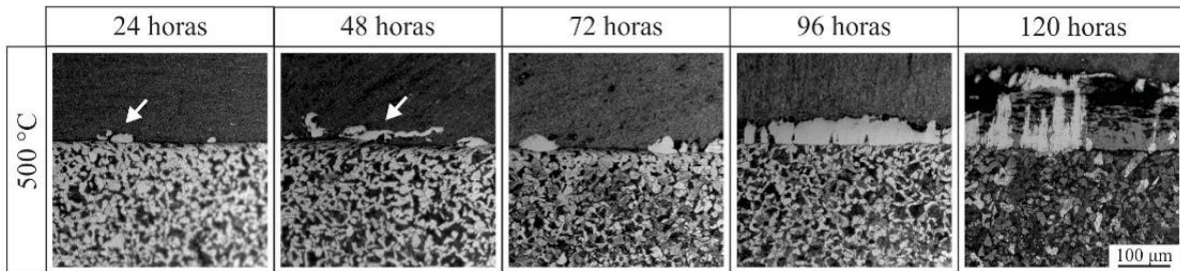


Fonte – Elaborado pela autora.

protuberâncias em direção ao substrato, formações típicas de fases intermetálicas do sistema Fe-Al (KOBAYASHI; YAKOU, 2002). Para a temperatura de 500 °C (76,9% T.F do Al) (Figura 44), observa-se para 24 horas o início da formação de intermetálicos, a medida que o tempo vai variando esta formação se altera porém mantendo heterogênea e bem limitada em relação a espessura com uma média de 42 $\mu$ m. Aumentando esta temperatura para 550 °C (84,6% T.F do Al) (Figura 45), é notado para 24 horas o início da formação de intermetálicos, com formações bem heterogênea, a medida que o tempo vai variando esta formação se altera tornando mais homogênea quando comparada com o mesmo período de tratamento para 500 °C , porém a espessura ainda é limitada em torno de 63 $\mu$ m. Com o acréscimo da temperatura para 600 °C (92,3% T.F do Al) já é notória conforme (Figura 46) a evolução da formação do intermetálico, bem como sua homogeneidade, a espessura da camada intermetálica formada para um tempo de exposição ao tratamento de 120h chega na média de 153 $\mu$ m.

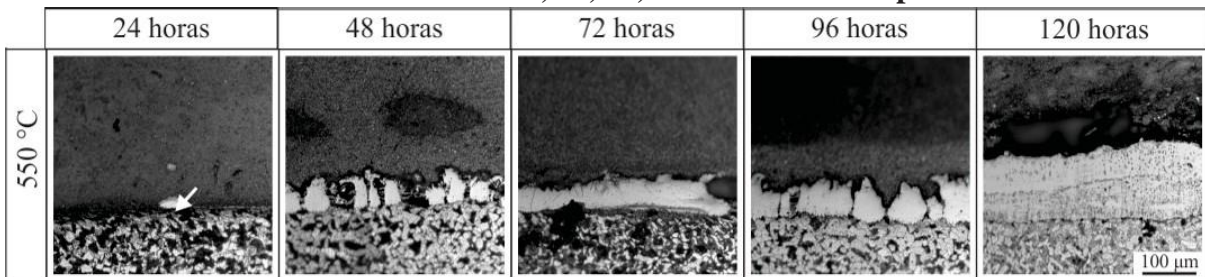
Variando-se o tempo de permanência do tratamento térmico submetido a uma temperatura de 650 °C (100% T.F do Al), é possível perceber o crescimento dos intermetálicos formados através das micrograsas apresentadas na Figura 47. Embora a temperatura de tratamento térmico tenha sido situada próxima ao ponto de fusão da liga de alumínio, não foram percebidos sinais

**Figura 44 – Micrografia da seção transversal para o tratamento térmico primário realizado a 500 °C durante 24, 48, 72, 96 e 120 horas respectivamente.**



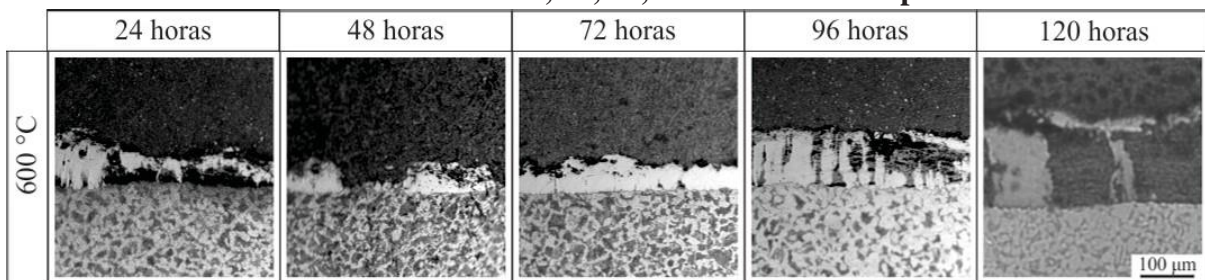
Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 45 – Micrografia da seção transversal para o tratamento térmico primário realizado a 550 °C durante 24, 48, 72, 96 e 120 horas respectivamente.**



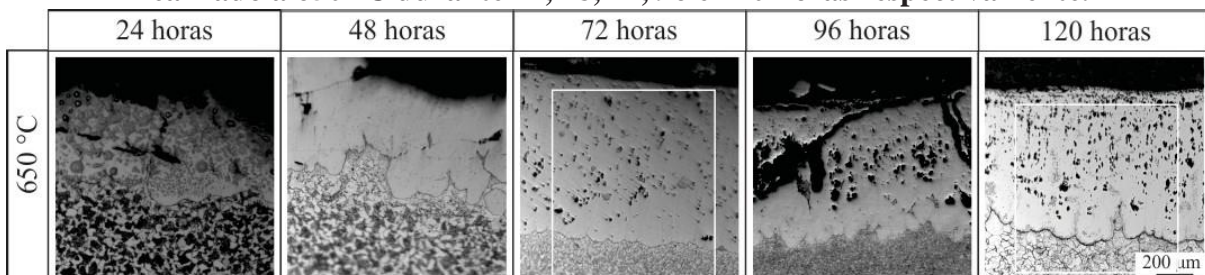
Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 46 – Micrografia da seção transversal para o tratamento térmico primário realizado a 600 °C durante 24, 48, 72, 96 e 120 horas respectivamente.**



Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 47 – Micrografia da seção transversal para o tratamento térmico primário realizado a 650 °C durante 24, 48, 72, 96 e 120 horas respectivamente.**



Fonte – Elaborado pela autora.

de fusão após o processo. Isso ocorre provavelmente porque à medida em que se dá a difusão atômica, ocorre enriquecimento de ferro no revestimento elevando o ponto de fusão do material. Dessa forma, quando comparada as micrografias para a temperatura de 650 °C com as anteriores é discrepante a formação do intermetálico formado. Quanto maior o tempo de exposição, maior é a homogeneidade em relação a espessura do revestimento formado. A total formação de aluminetos de ferro em revestimentos por fricção expostos a tratamento térmico, com uma espessura de aproximadamente 2mm é atingida para tempos a partir de 72 horas. Foi observada a presença de porosidade, característica difusão em estado sólido que pode ser explicada pelo fato de que a solubilidade do alumínio no ferro é muito maior que a do ferro no alumínio, dessa forma, o fluxo de átomos de alumínio será compensado por uma migração de vacâncias resultando na formação de porosidade (NOVÁ *et al.*, 2018). Além disso, a difusividade do ferro no alumínio é muito maior que a do alumínio no ferro, causando o efeito de Kirkendall (KRASNOWSKI; KULIK, 2010) que foi explicado no subseção 2.2.3.

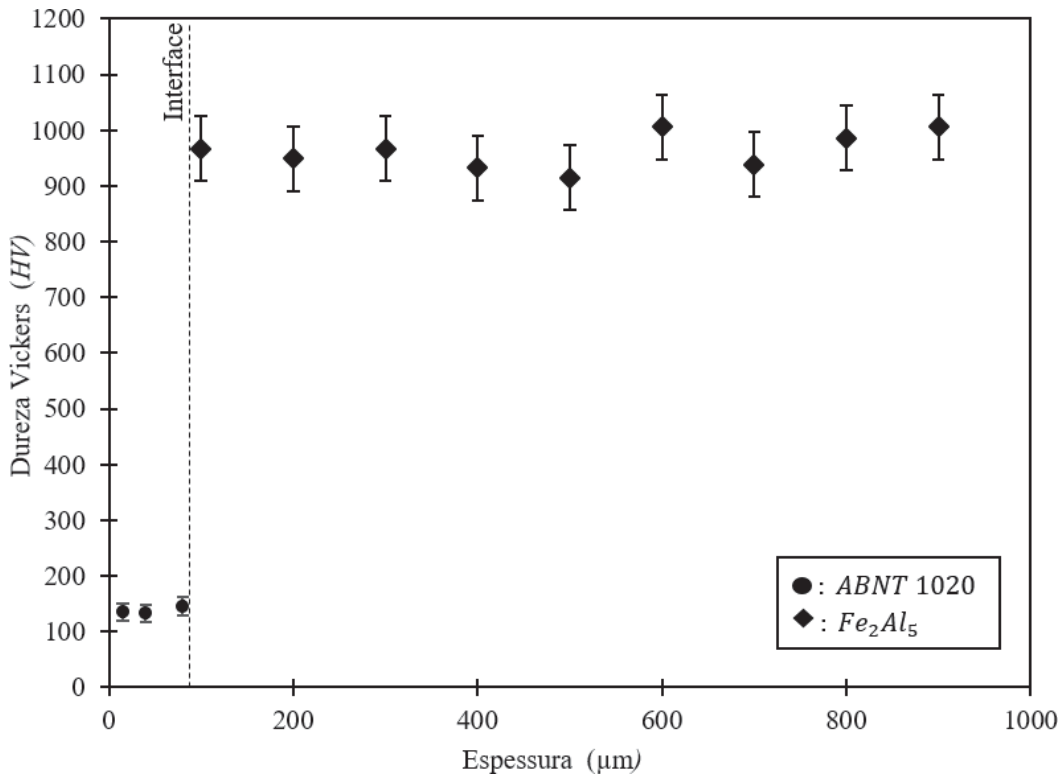
Na Figura 48 é apresentada o perfil de microdureza. Os elevados valores de dureza obtidos no revestimento após o tratamento térmico contrastam com os valores observados no revestimento antes do tratamento de recozimento, situados em aproximadamente 80 HV. A distribuição de dureza na seção transversal do revestimento se manteve constante com valores em torno de 1070 HV, sendo comparáveis as citadas por (KOBAYASHI; YAKOU, 2002) para intermetálicos Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>. Os perfis de composição de Al e Fe apresentados na Figura 49 merecem destaque. Como esperado, os teores de ambos os elementos no revestimento aparecem de forma homogênea, o que comprova os valores obtidos através do teste de microdureza.

A análise semi-quantitativa da composição por SEM/EDS, ao longo do revestimento tratado termicamente revelou uma composição química uniforme em toda a camada depositada (1000 μm), conforme apresentado na Figura 49. Os teores de Al e Fe de ambos os elementos no revestimento aparecem de forma homogênea, de acordo com os resultados da microdureza, que sugeriam a presença de Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> ou FeAl<sub>2</sub> como constituintes intermetálicos do revestimento. De fato, considerando o diagrama de equilíbrio Fe-Al, a fase Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> a 650 °C é esperada para composições de Al entre 53% e 57% em peso, o que concorda com os valores de composição apresentados na Figura 49, 55,8%, 55,4%, 54,7% e 54,9% em peso Al, respectivamente, na superfície da camada, posições intermediárias e próximas à interface.

Para confirmar a formação intermetálica no revestimento, a amostra foi analisada por DRX (Figura 49). O difratograma intitulado "I" foi obtido na superfície externa do revestimento, enquanto os demais difratogramas "II", "III" e "IV" foram determinados a partir de medições realizadas progressivamente mais perto da interface revestimento/substrato. É possível observar a presença de picos característicos de Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> em toda a espessura do revestimento, de acordo com os resultados de microdureza e SEM/EDS. Também é importante notar a presença de óxidos de ferro, o que indica a possibilidade de oxidação interna durante o processo de recozimento.

Dessa forma, como o objetivo inicial do trabalho é a formação de intermetálicos e posteriormente investigar o desempenho em termos de resistência à corrosão, as amostras que não

**Figura 48 – Perfil de microdureza para a condição de de tratamento térmico primário durante 72 horas a 650 °C**



Fonte – Elaborado pela autora.

atingiram formação completa de aluminetos são descartadas e analisadas apenas as que obtiveram formação integral, amostras grupo 1 - 72 horas, e amostras grupo 2 - 120 horas.

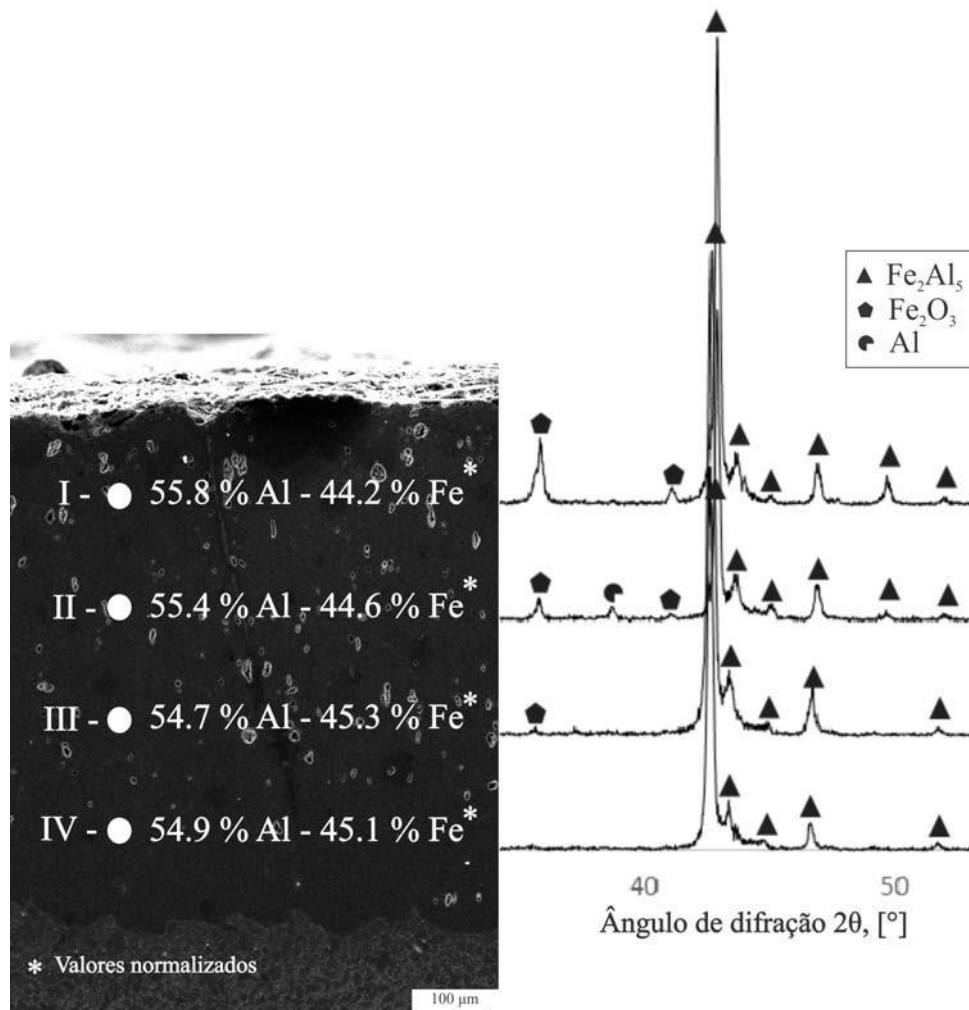
#### 4.1.4 Etapa III - Tratamento térmico secundário

Definidas as melhores condições de revestimentos obtidos posteriormente ao tratamento térmico primário (condição de exposição durante 72 horas e 120 horas), as amostras foram submetidas ao tratamento térmico secundário e seguiram a nomenclatura definidas na Tabela 4.

Analisando as amostras do Grupo I, submetidas a uma temperatura de 800 °C (52% T.F do Fe), é possível perceber uma alteração do intermetálico formado quando comparado com a amostra submetida apenas ao tratamento primário de 72 horas através das micrografias apresentadas na Figura 50. A formação de uma camada intermetálica intermediária entre o substrato e o intermetálico Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, conforme Figura 51 o que pressupõe intermetálicos do tipo Fe<sub>3</sub>Al, onde A representa o composto intermetálico Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, C - Fe<sub>3</sub>Al e D o substrato. Resultados equivalentes foram encontrados por (KOBAYASHI; YAKOU, 2002) em técnicas de aluminização submetidas a um pós tratamento térmico em temperatura de 800 °C.

É notório também, que a espessura da camada do revestimento aumentou com o aumento da temperatura de tratamento térmico. No que diz respeito as análises das espessuras das camadas de Fe<sub>3</sub>Al formadas, o crescimento é diretamente proporcional ao tempo de per-

**Figura 49 – Análise semi-quantitativa de composição química (SEM/EDS) e difratograma (DRX), para a condição de de tratamento térmico primário durante 72 horas.**



Fonte – Elaborado pela autora.

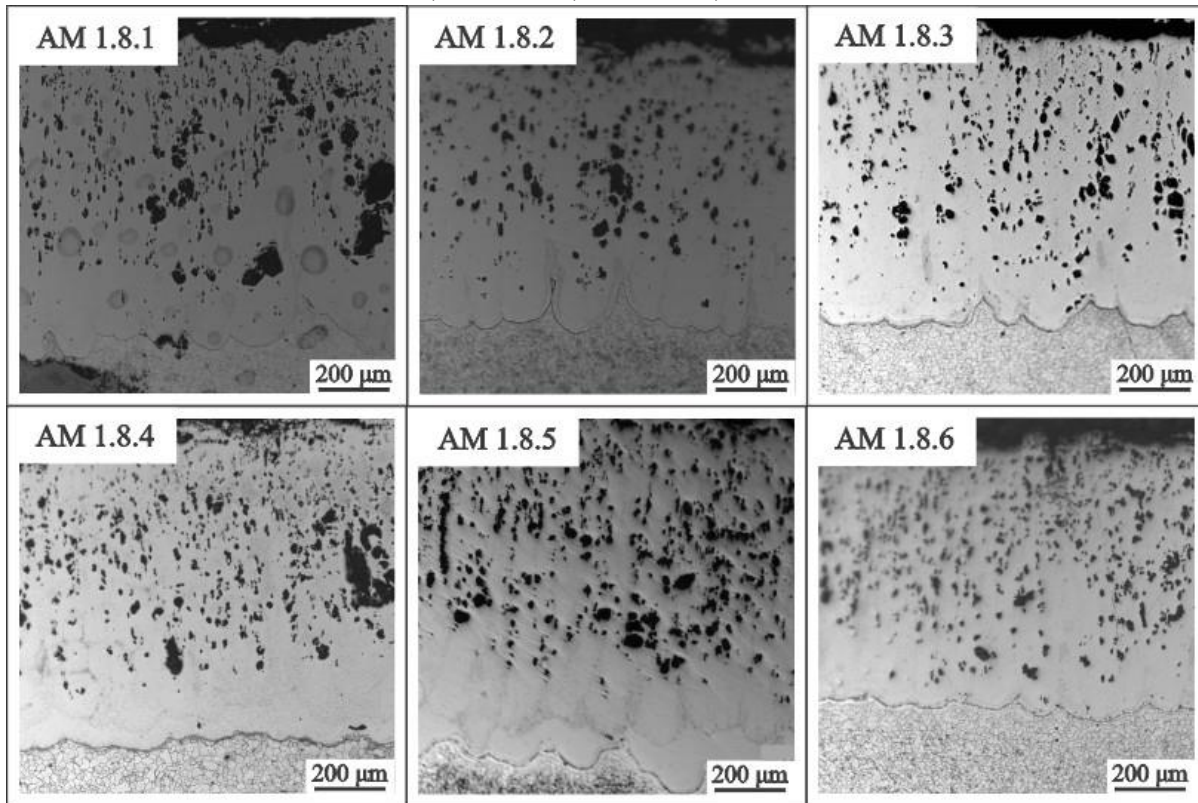
manência no tratamento térmico de 1 até 6 horas, variando de  $6\mu\text{m}$  a  $30\mu\text{m}$  respectivamente. A redução da porosidade próximo a interface na nova camada intermetálica formada sugere uma redução da concentração de alumínio (LISON, 1998), além disso, como a difusividade do alumínio no ferro é menor do que o contrário ocorrerá uma diminuição do efeito de Kirkendall (KRASNOWSKI; KULIK, 2010) que foi explicado no subseção 2.2.3.

Com o acréscimo da temperatura de tratamento térmico das amostras do Grupo I para  $900\text{ }^\circ\text{C}$  (58% T.F do Fe), evidenciou a formação de outra possível camada intermetálica (Figura 53), indicando FeAl. Resultados semelhantes foram encontradas na literatura, no entanto com espessuras reduzidas, (CAPRA, 2005; CINCA; GUILMANY, 2012; KOBAYASHI; YAKOU, 2002).

Analisando as micrografias apresentadas na Figura 52, nota-se que a temperatura influencia de maneira preponderante quando comparado a influencia do tempo. Fazendo uma comparação entre as espessuras e intermetálicos formados na condição de AM 1.8.6 e na condição de AM 1.9.1, a camada de intermetálico do tipo Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> se mantém na ordem de  $730\mu\text{m}$ ,

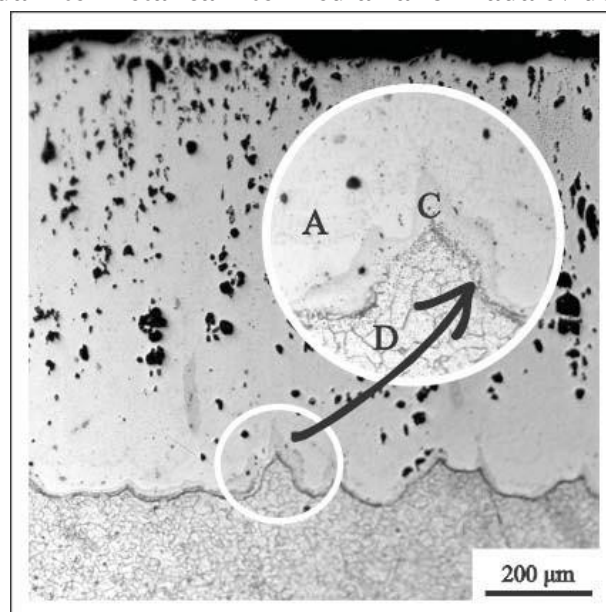


**Figura 50 – Micrografias das seções transversais das amostras AM 1.8.1, AM 1.8.2, AM 1.8.3, AM 1.8.4, AM 1.8.5, AM 1.8.6**



Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 51 – Camada intermetálica intermediária formada evidenciada na AM 1.8.3**

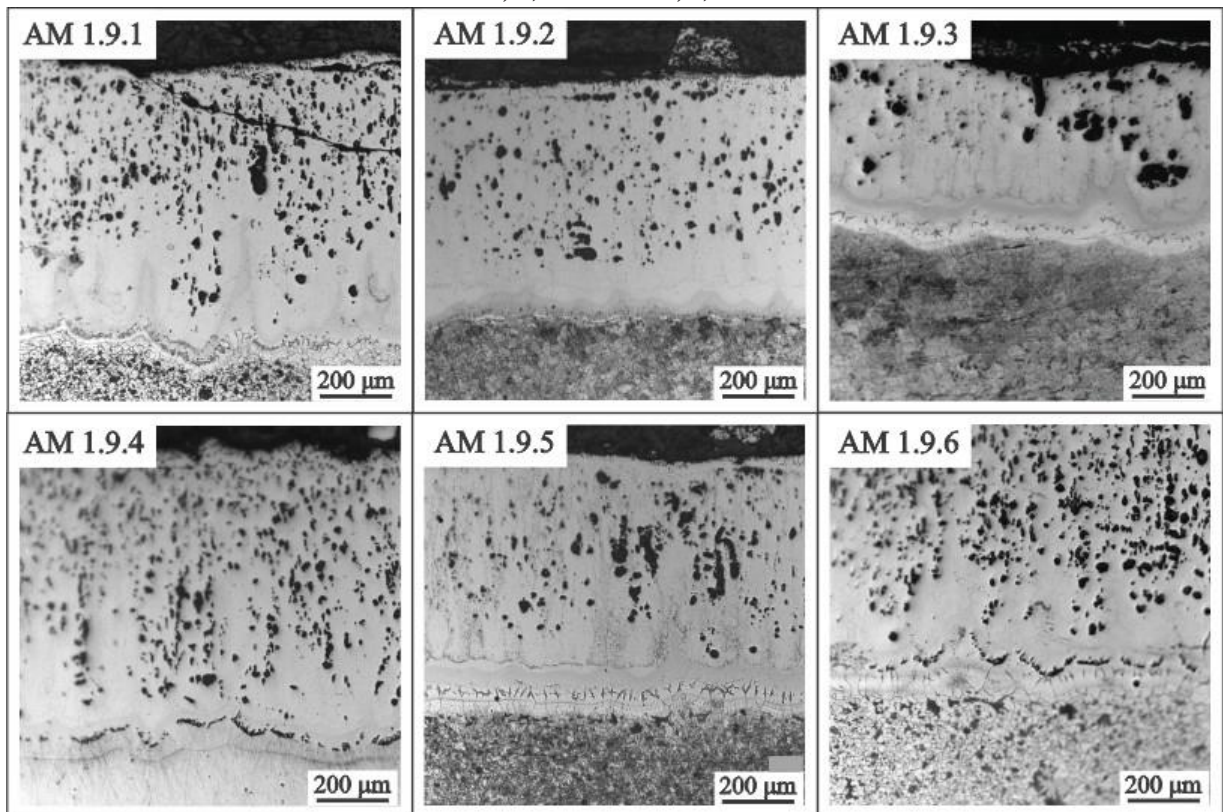


Fonte – Elaborado pela autora.

$\text{Fe}_3\text{Al}$  na ordem de  $30\mu\text{m}$ , no entanto uma terceira camada é formada entre  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  e  $\text{Fe}_3\text{Al}$  na ordem de  $70\mu\text{m}$ , aumentando a espessura geral do revestimento. Essas camadas exibiram inicialmente uma forma irregular que refletia a estrutura "tongue-like" da camada de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ , antes de desenvolver uma interface plana com o aumento do tempo de aquecimento.

Com o aumento do tempo de exposição ao tratamento térmico (Figura 52 - AM 1.9.4 e AM 1.9.6), nota-se o aumento significativo de porosidades entre as camadas  $\text{Fe}_3\text{Al}$  e  $\text{FeAl}$ . (SPRINGER *et al.*, 2011).

**Figura 52 – Micrografia da seção transversal a) AM 1.9.1, b) AM 1.9.2, c) AM 1.9.3, d) AM 1.9.4, e) AM 1.9.5, f) AM 1.9.6**

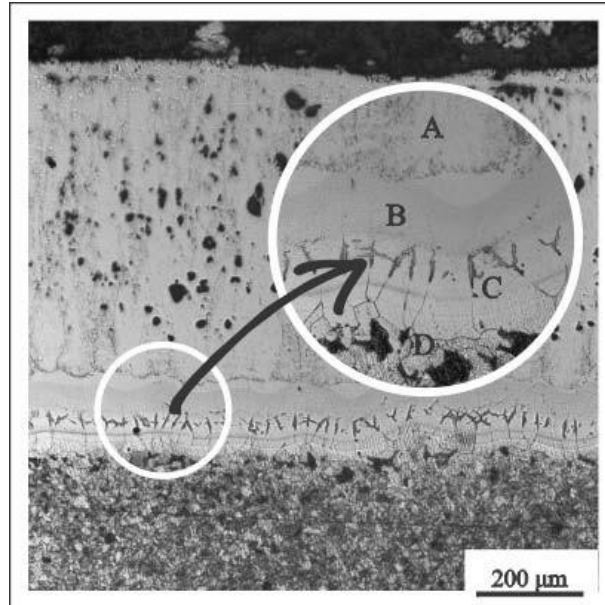


Fonte – Elaborado pela autora.

Validando a influência da temperatura no processo de formação das camadas intermetálicas, é constatado o aumento significativo das espessuras das camadas formadas analisando as amostras do Grupo I, submetidas a uma temperatura de tratamento térmico de  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  (65% T.F do Fe) (Figura 54). Houve uma redução na espessura da camada de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  em 16%, no entanto as espessuras dos intermetálicos  $\text{FeAl}$  e  $\text{Fe}_3\text{Al}$  aumentaram em 79% e 89% respectivamente. Comparando as amostras tratadas a  $900\text{ }^\circ\text{C}$  e  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  observa-se um progresso em termos de homogeneidade das camadas (Figura 55), outro parâmetro analisado é a redução brusca de poros nas camadas intermetálicas de  $\text{FeAl}$  e  $\text{Fe}_3\text{Al}$ .

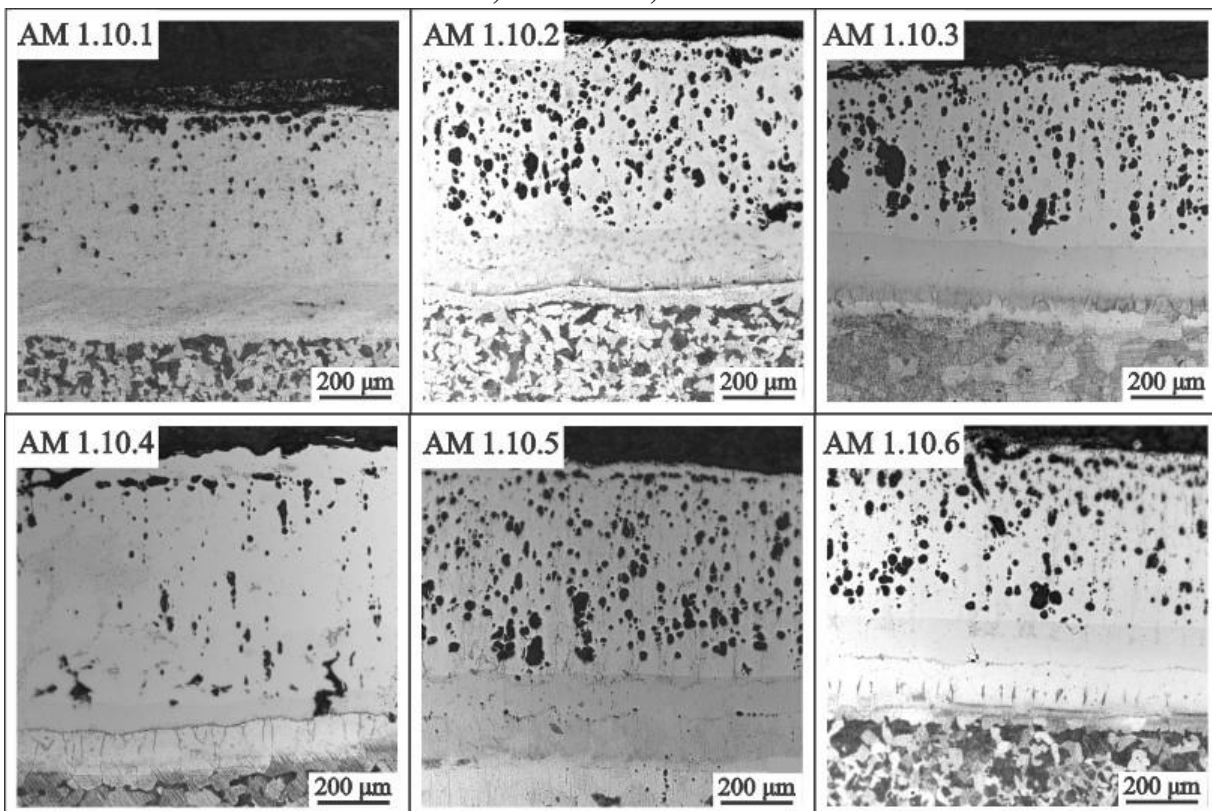
Apesar da obtenção de diferentes camadas intermetálicas e da homogeneidade das mesmas terem sido obtidas nas amostras do Grupo I, o tratamento térmico secundário nas amostras do Grupo II foram realizados seguindo a mesma metodologia.

**Figura 53 – Camada intermetálica intermediária formada evidenciada na AM 1.9.5**



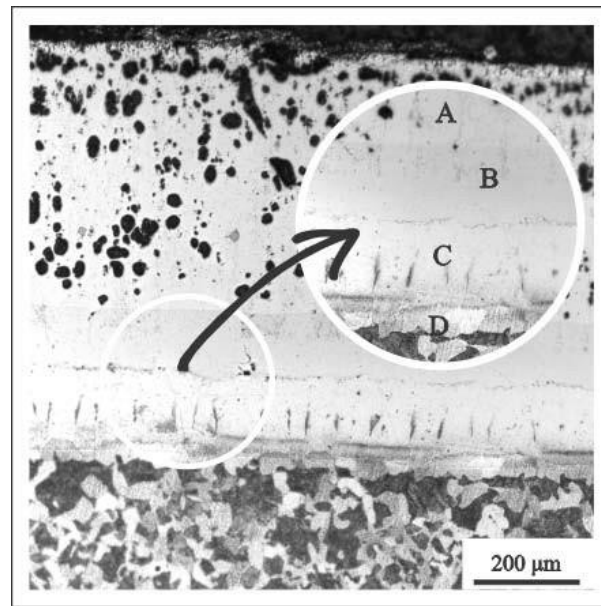
Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 54 – Micrografia da seção transversal AM 1.10.1, AM 1.10.2, AM 1.10.3, AM 1.10.4, AM 1.10.5, AM 1.10.6**



Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 55 – Camada intermetálica intermediária formada evidenciada na AM 1.10.3**



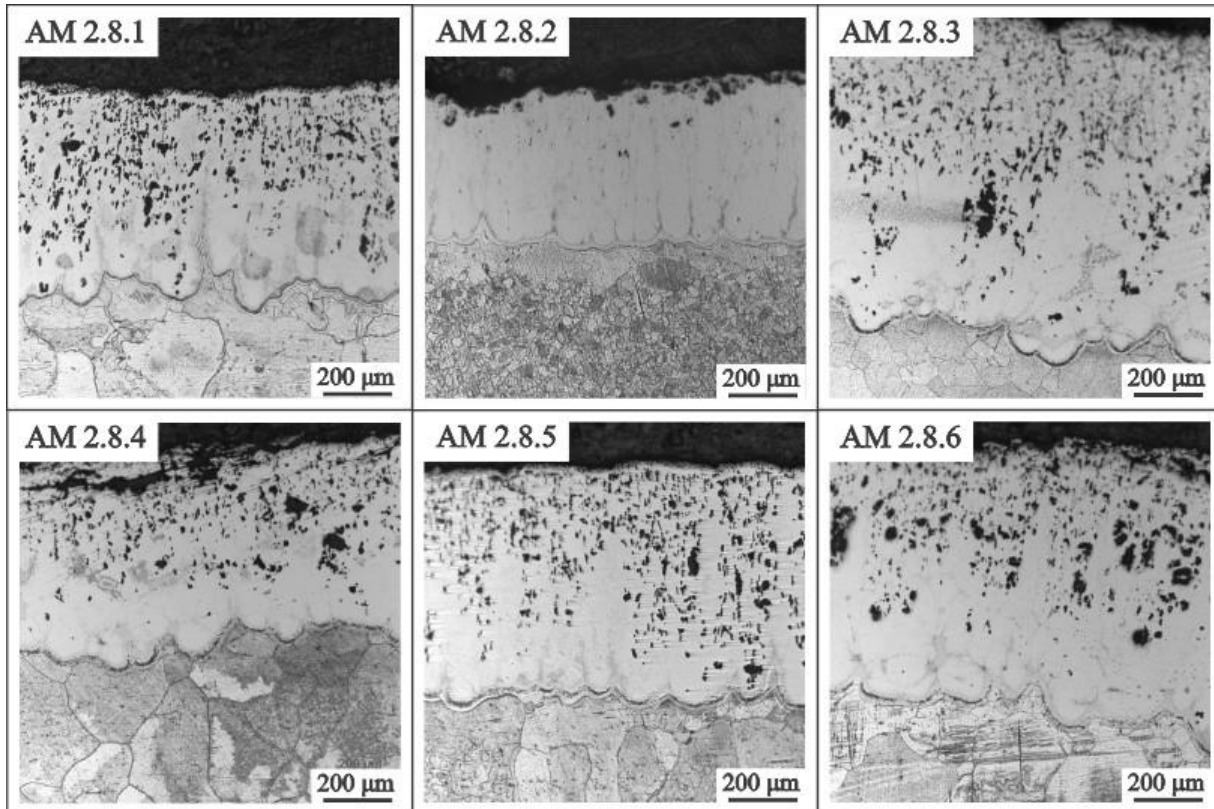
Fonte – Elaborado pela autora.

Variando-se o tempo de permanência do tratamento térmico primário para 120 horas, é possível perceber quando comparando as micrografias para a mesmo tempo de tratamento térmico secundário exposto a 800 °C , amostras AM 1.8 (Figura 50) e AM 2.8 (Figura 56) a heterogeneidade nos intermetálicos formados para o Grupo II. Diferente do Grupo I nesta mesma condição, as amostras já apresentam formação de intermetálicos do tipo  $Fe_2Al_5$ ,  $FeAl$  e  $Fe_3Al$  no entanto com uma característica bem irregular. O mesmo é notado quando comparado os dois grupos para a temperatura de tratamento secundário de 900 °C , no entanto para o Grupo II (Figura 57) o aparecimento de porosidade e descontinuidade aparece de forma evidenciada, também com camadas de intermetálicos bem irregulares quando comparadas para a mesma condição do Grupo I. Equiparando por fim o aumento do tratamento térmico secundário para 1000 °C , Grupo I (Figura 54) e Grupo II (Figura 58) a heterogeneidade de intermetálicos, formação de poros e descontinuidades ficam ainda mais evidenciadas. Isso pode ser explicado pelo tempo de permanência no tratamento térmico primário, o que já favoreceu a formação do efeito de Kirkendall (KRASNOWSKI; KULIK, 2010), (NOVÁK *et al.*, 2013), o mesmo efeito foi mencionado por (KOBAYASHI; YAKOU, 2002).

Seguindo a metodologia proposta em Figura 33, com a análise prévia da formação dos intermetálicos e integridade microestrutural foi selecionada a melhor condição de tratamento térmico realizado para dar continuidade nas demais análises. Desta forma, como é possível observar através de todas as micrografias apresentadas, a condição da amostra AM 1.10.3 evidenciada na Figura 55 é a mais promissora em termos de homogeneidade microestrutural, menor concentração de poros e espessuras significativas dos intermetálicos formados. Desta forma, apesar do perfil de microdureza ter sido realizado em todas as amostras seguindo a metodologia proposta na subseção 3.5.2, como uma forma de caracterizar o intermetálico formado o perfil

será detalhado apenas para a melhor condição destacada.

**Figura 56 – Micrografia da seção transversal AM 2.8.1, AM 2.8.2, AM 2.8.3, AM 2.8.4, AM 2.8.5, AM 2.8.6**

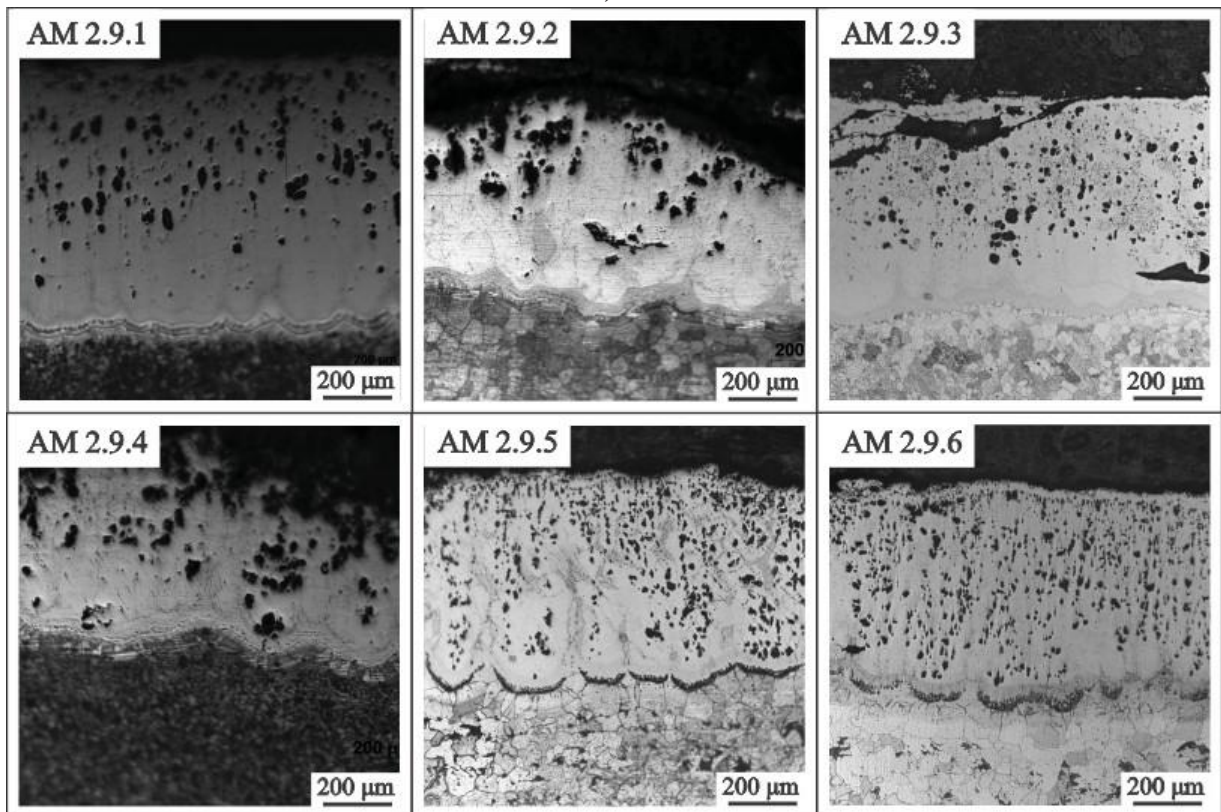


Fonte – Elaborado pela autora.

Na Figura 59 é apresentada o perfil de microdureza da amostra AM 1.10.3. Como observado na micrografia, a formação de distintas fases intermetálicas se destacou no teste de microdureza. A distribuição de dureza na seção transversal do revestimento se manteve constante com valores em torno de 1000 HV, para intermetálicos  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ , valores na ordem de 500 HV para intermetálicos  $\text{FeAl}$  e 300 HV para intermetálicos  $\text{Fe}_3\text{Al}$ , sendo comparáveis aos valores de referência citados por (LISON, 1998) e as citadas por (KOBAYASHI; YAKOU, 2002).

A análise semi-quantitativa da composição por SEM/EDS, da amostra AM 1.10.3, ao longo do revestimento tratado termicamente revelou composições químicas distintas para as possíveis fases intermetálicas formadas conforme apresentado na Figura 60. Os teores de Al e Fe de ambos os elementos no revestimento aparecem de forma homogênea para cada fase presente, de acordo com os resultados da microdureza, que sugeriam a presença de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  ou  $\text{FeAl}_2$  como constituintes intermetálicos do revestimento. Analisando o diagrama de equilíbrio Fe-Al, para fase  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  é esperada uma composição de Al de 55% em peso (LISON, 1998), o que diferem dos valores obtidos, 49% de Al em peso (Figura 60 - espectro I), indicando ser uma fase  $\text{FeAl}_2$ , já para os valores encontrados na Figura 60 - espectro II, na ordem de 32% de Al em peso é condizente ao esperado para a fase  $\text{FeAl}$ , como enfatiza (LISON, 1998). No mesmo

**Figura 57 – Micrografia da seção transversal AM 2.9.1, AM 2.9.2, AM 2.9.3, AM 2.9.4, AM 2.9.5, AM 2.9.6**



Fonte – Elaborado pela autora.

seguimento composições com teores de aproximadamente 14% de Al em peso é encontrada (Figura 60 - espectro III), condizentes com a fase  $Fe_3Al$  como é observado no diagrama Fe-Al Figura 6. No espectro IV, Figura 60 composições de aproximadamente 5% de Al em peso indicam a formação de  $\alpha Fe$ .

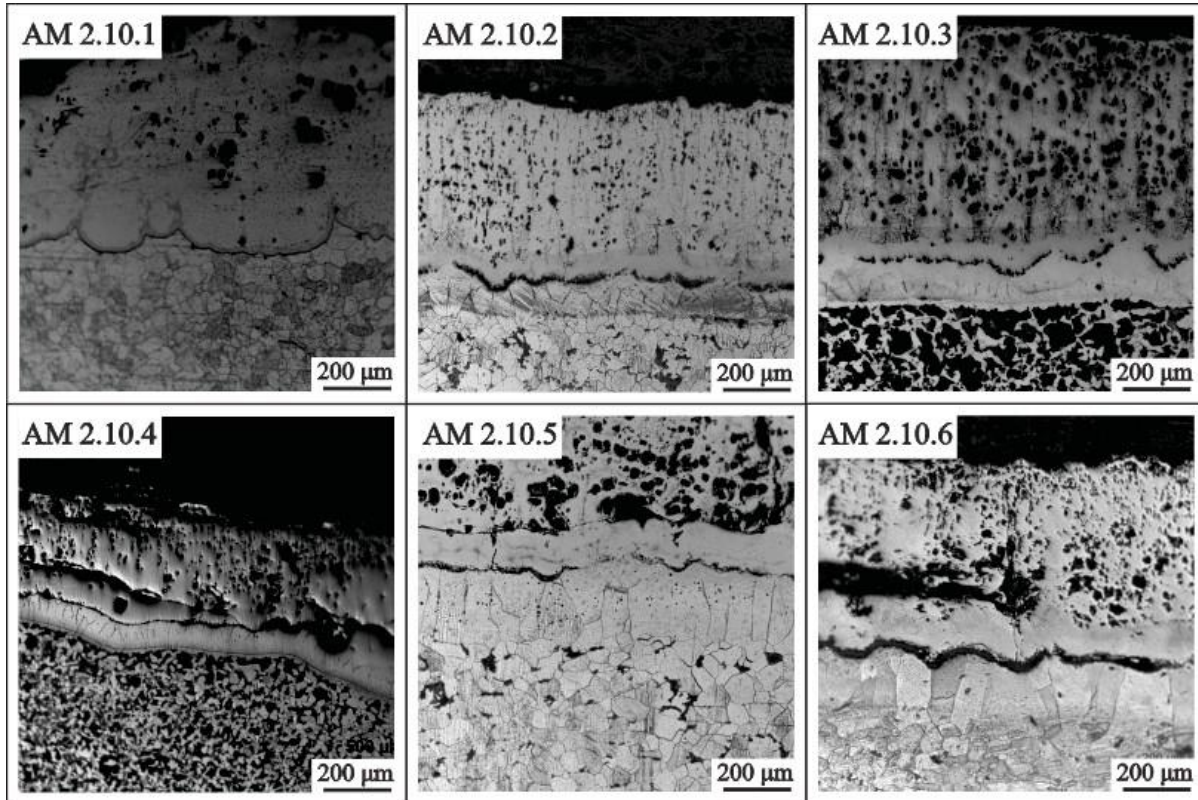
#### 4.1.5 Etapa IV - Repetibilidade microestrutural da melhor condição selecionada

Através da análise de integridade e homogeneidade microestrutural foi possível determinar a melhor condição de formação de parâmetros de tratamento térmico primário e secundário. Como já mencionado no subtópico anterior, a condição que apresentou o melhor resultado foi a estipulada para as amostras do tipo AM 1.10.3.

Desta forma, seguindo a metodologia proposta em seção 3.4 as treze amostras com as mesmas condições de tratamento térmico foram analisadas afim de avaliar a repetibilidade do processo. Inicialmente, analisando o diagrama apresentado na Figura 61 é possível perceber que as amostras após o fresamento, etapa explanada na subseção 3.1.5 não possuíam a mesma espessura inicial de revestimento de liga de alumínio AA 6351 Figura 62, parâmetro no qual serviu de avaliação para possível alteração de comportamental.

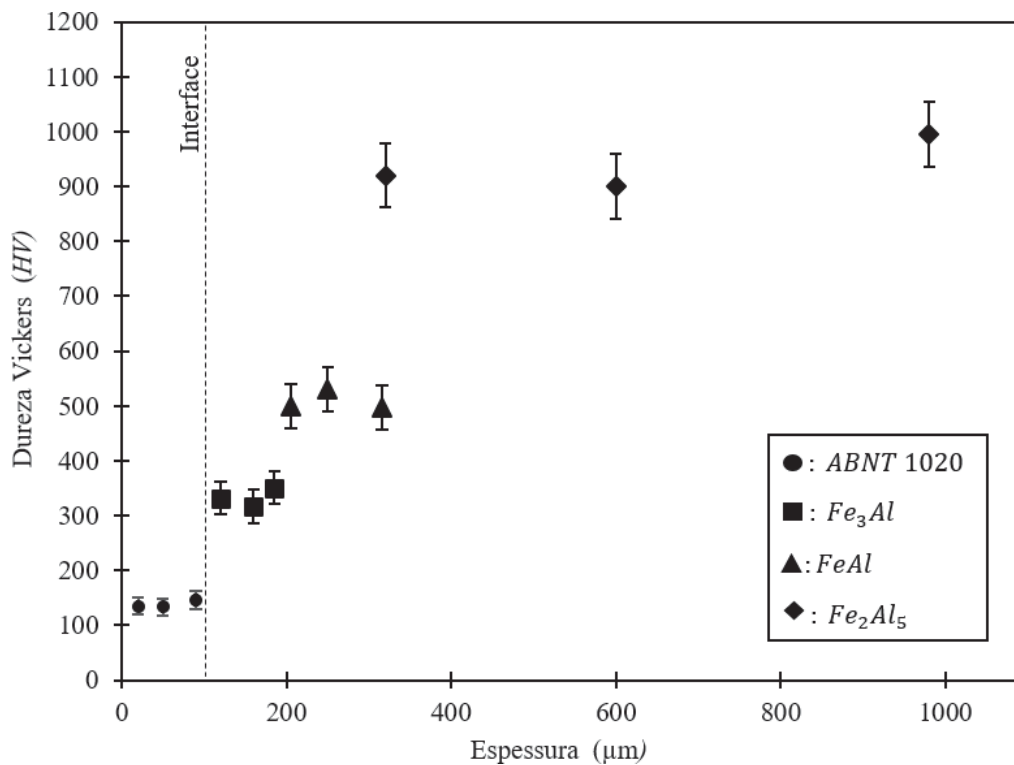
Após ao primeiro tratamento térmico, é notório o aumento significativo da camada intermetálica formada de  $Fe_2Al_5$ , uma vez que a espessura inicial não é a mesma, já era esperado que

Figura 58 – Micrografia da seção transversal AM 2.10.1, AM 2.10.2, AM 2.10.3, AM 2.10.4, AM 2.10.5, AM 2.10.6



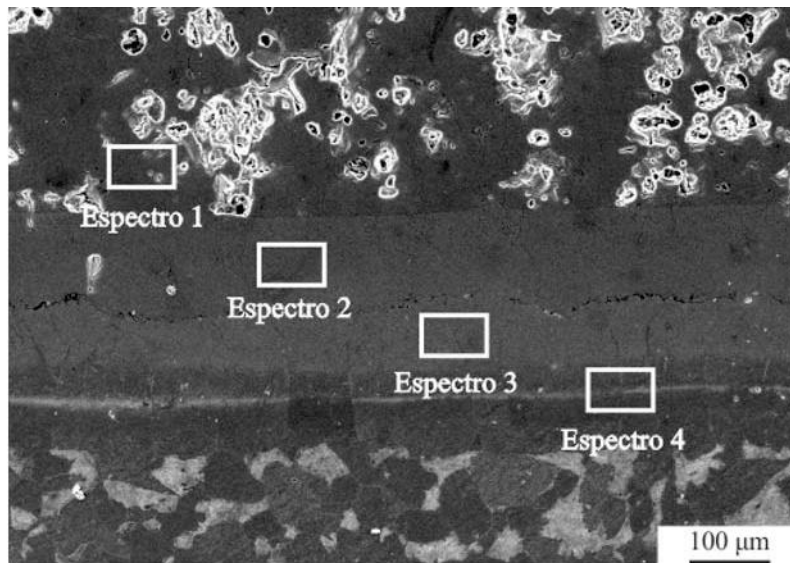
Fonte – Elaborado pela autora.

Figura 59 – Perfil de microdureza para para AM 1.10.3.

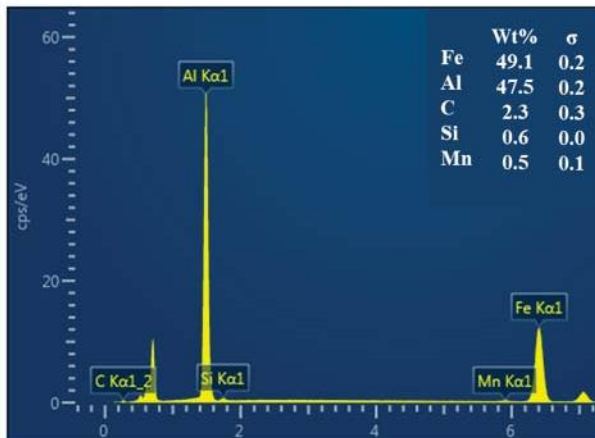


Fonte – Elaborado pela autora.

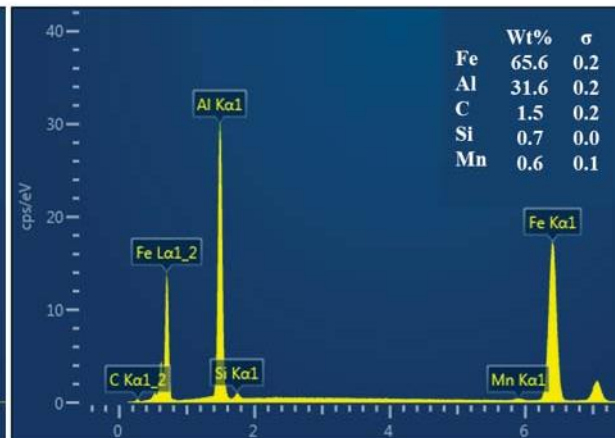
Figura 60 – Análise semi-quantitativa de composição química (SEM/EDS) para AM 1.10.3.



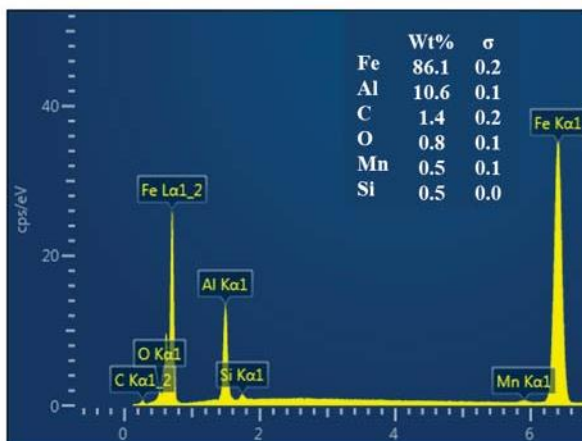
*Espectro 1*



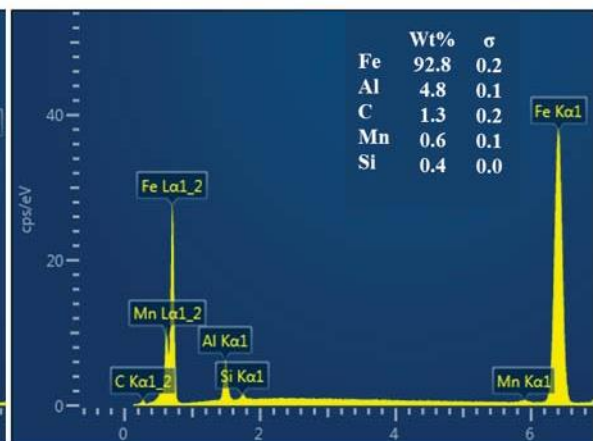
*Espectro 2*



*Espectro 3*



*Espectro 4*



Fonte – Elaborado pela autora.



a evolução das camadas também fossem distintas. As amostras mostraram um comportamento bastante similar, com um aumento na espessura na ordem de 25% (desvio padrão amostral em 12,1%). Pressupõe-se que esta variação na espessura do intermetálico formado, Figura 62-a e Figura 62-b é decorrente da variação de transferência térmica no forno Mufla e também ao posicionamento das amostras dentro do mesmo, uma vez que os tratamentos não foram realizados com o auxílio de termopares para ter uma maior exatidão da temperatura de trabalho e várias amostras foram alocadas simultaneamente no mesmo forno Mufla.

Analisando as espessuras das amostras submetidas ao tratamento térmico secundário, é significativa a uniformidade da espessura das camadas dos intermetálicos FeAl e Fe<sub>3</sub>Al, que variaram cerca de 100 $\mu$ m e 80 $\mu$ m respectivamente independente da espessura da camada do revestimento do alumínio ABNT 6351 inicial.

## 4.2 Parte II - Análise da taxa de difusão

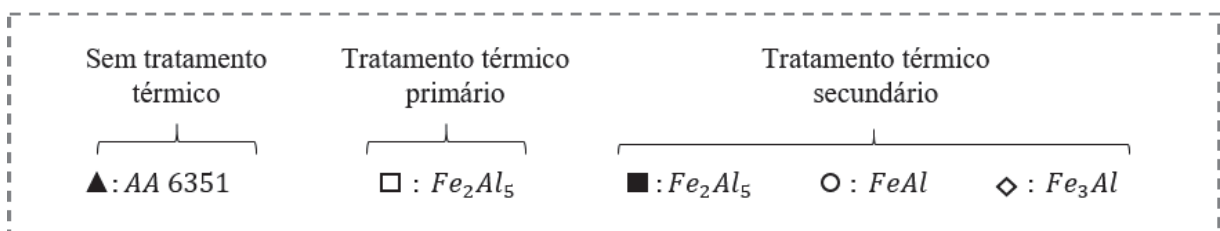
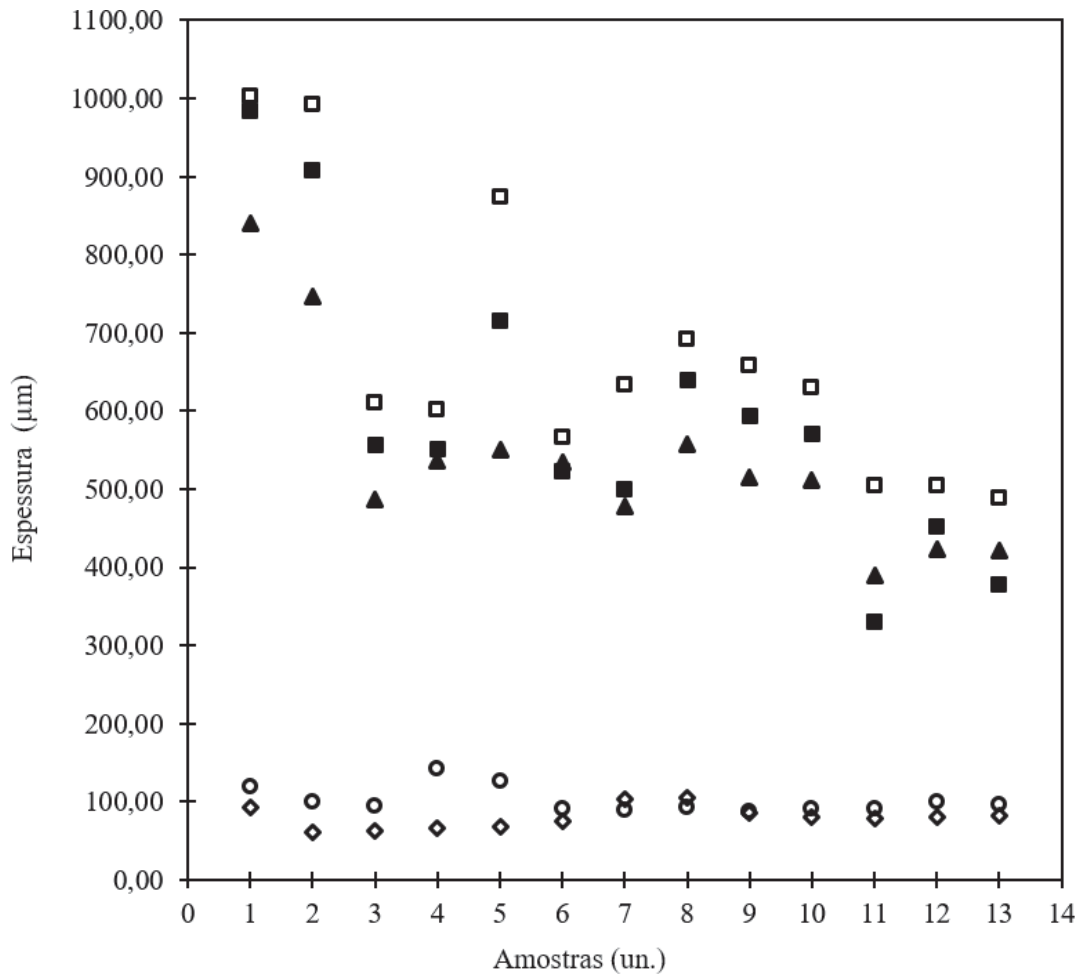
A partir da avaliação da microestrutura dos revestimentos submetidos às diferentes condições de tratamento térmico, foram realizadas análises para avaliação quantitativa do processo de evolução das camadas intermetálicas, seguindo-se a metodologia proposta por Kobayashi e Yakou (2002). Segundo esses autores, uma vez que o desenvolvimento dos compostos intermetálicos ocorre por difusão atômica, é possível relacionar a espessura da camada formada X com o tempo de tratamento térmico na forma da Equação 5 e a energia de ativação aparente para o crescimento da camada de acordo com a Equação 6 detalhada no subseção 2.2.3.

O primeiro passo consistiu na determinação da espessura das camadas dos diferentes compostos intermetálicos identificados nos tratamentos térmicos (Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, FeAl e Fe<sub>3</sub>Al). Empregando-se a relação apresentada na Equação 6, foram gerados gráficos relacionando a espessura da camada intermetálica com a raiz quadrado do tempo de tratamento térmico a partir dos quais obteve-se o valor de K e, subsequentemente, os valores da energia de ativação para o crescimento da camada de cada tipo de intermetálico.

Com os dados obtidos dos tratamentos térmicos primários às temperaturas de 500, 550, 600 e 650 °C pelos tempos de 24, 48, 72, 96 e 120 horas foi possível determinar o valor da energia de ativação para crescimento da camada de Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> em baixas temperaturas. Nas Figuras 63-a e 63-b apresentam-se as relações entre espessura de camada com tempo e entre fator de crescimento de camada (K) com temperatura, respectivamente. O desvio-padrão amostral para os valores de espessura de revestimento é apresentado na Tabela 6. De acordo com a regressão linear apresentada na Figura 63-b, o valor obtido para a energia de ativação Q foi de 179,4kJ/mol.

Em seguida, a mesma metodologia, foram analisados os resultados obtidos para os tratamentos térmicos secundários. Nas Figuras 64 e 65 são reunidos os dados para as amostras dos grupos I (previamente submetidas ao tratamento primário de 72 horas a 650 °C) e II (previamente submetidas ao tratamento primário de 120 horas a 650 °C). No caso do tratamento

Figura 61 – a) Relação entre a espessura da camada do composto intermetálico e raiz quadrada do tempo de difusão para 500 °C , 550 °C , 600 °C e 650 °C , b) Relação entre  $\ln K$  e  $1/T$ .



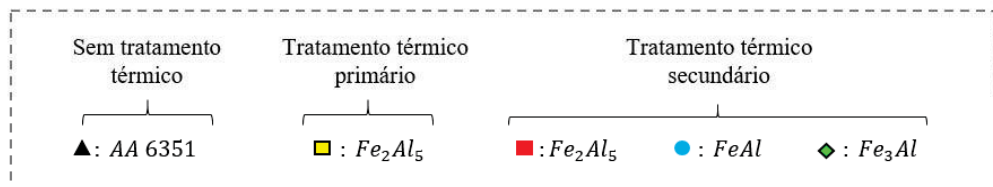
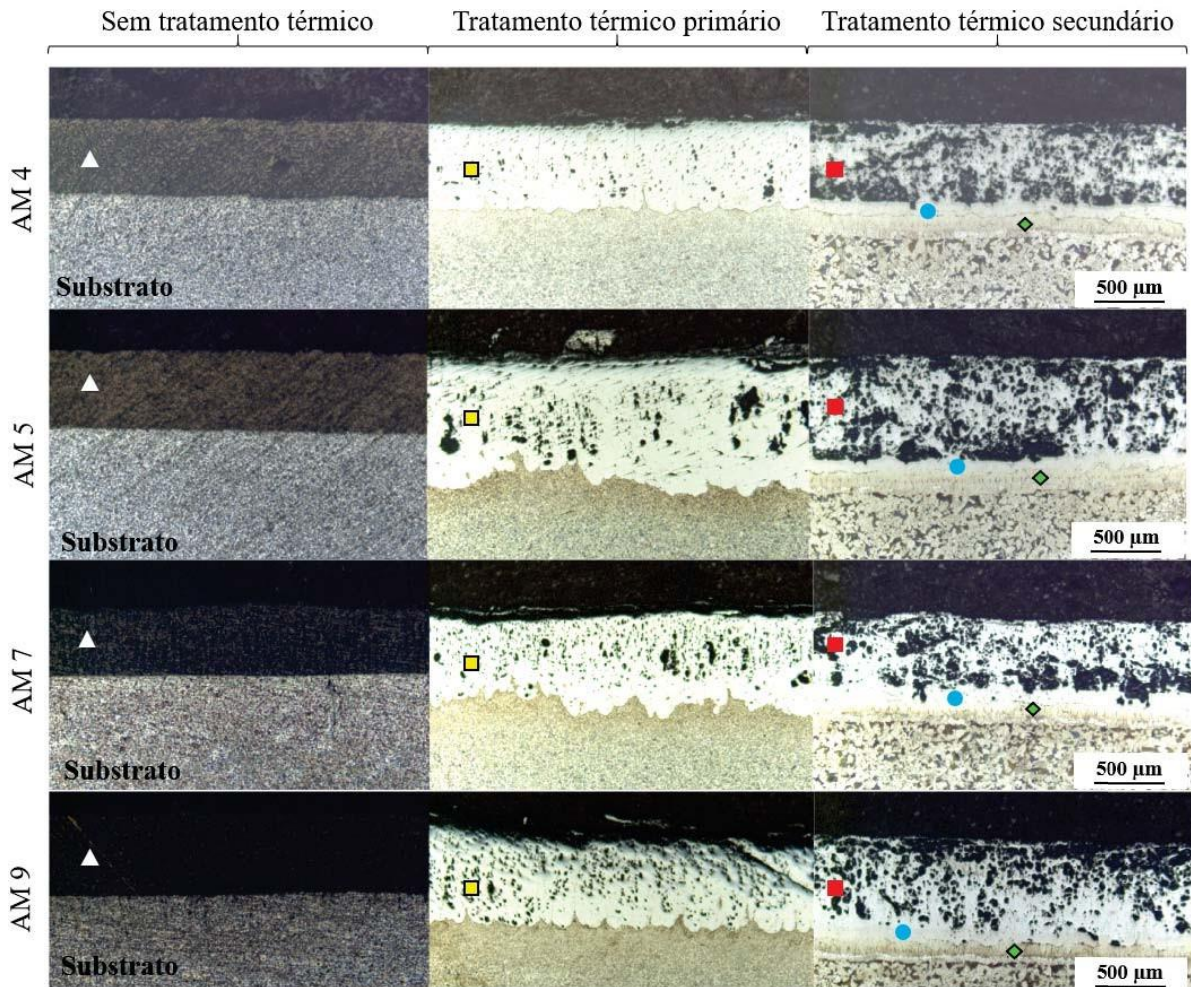
Fonte – Elaborado pela autora.

Tabela 6 – Desvio padrão amostral para as espessuras obtidas do intermetálico Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> após a realização do tratamento térmico primário.

Tempo (h)	Desvio Padrão Amostral Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub>			
	500 °C	550 °C	600 °C	650 °C
24	4,31	1,68	34,21	15,63
48	8,75	13,07	14,12	25,51
72	7,54	9,28	10,67	13,51
96	8,64	15,6	4,36	66,63
120	33,63	13	11,6	33,73

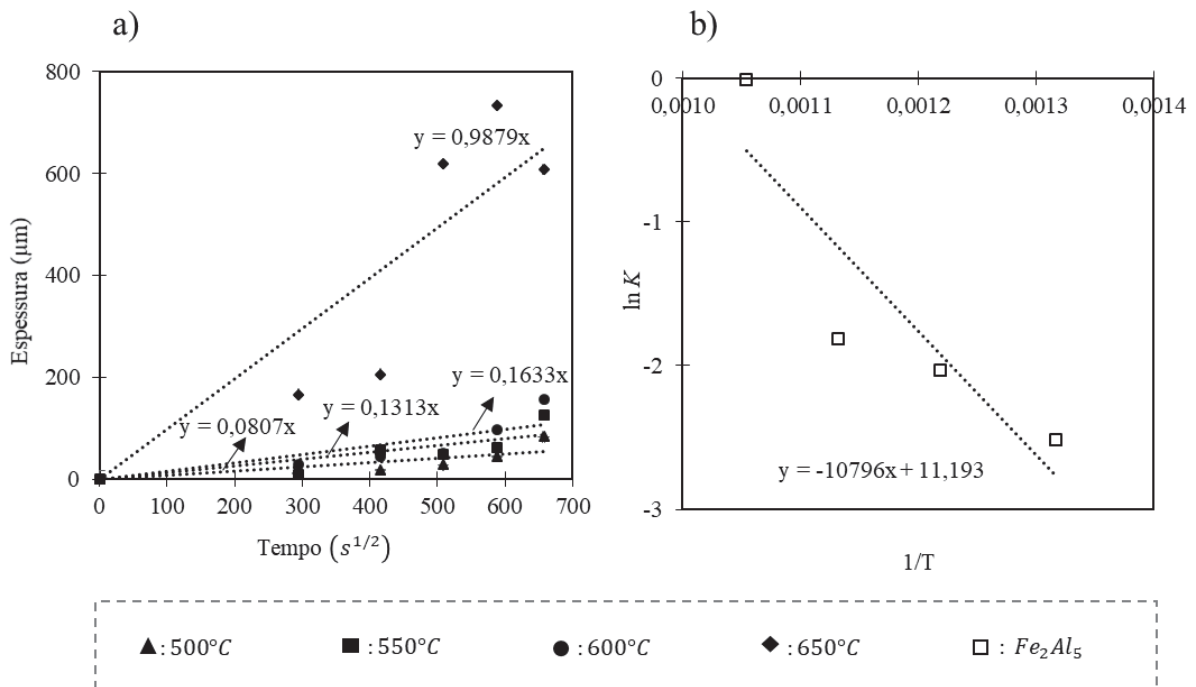
Fonte – Elaborado pela autora.

Figura 62 – Micrografia da seção transversal para as condições de: sem tratamento térmico, tratamento térmico primário e tratamento térmico secundário das amostras a) Amostra 4, b) Amostra 5, Amostra 7, Amostra 8.



Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 63 – a) Relação entre a espessura da camada do composto intermetálico e raiz quadrada do tempo de difusão para 500 °C , 550 °C , 600 °C e 650 °C , b) Relação entre  $\ln K$  e  $1/T$ .**



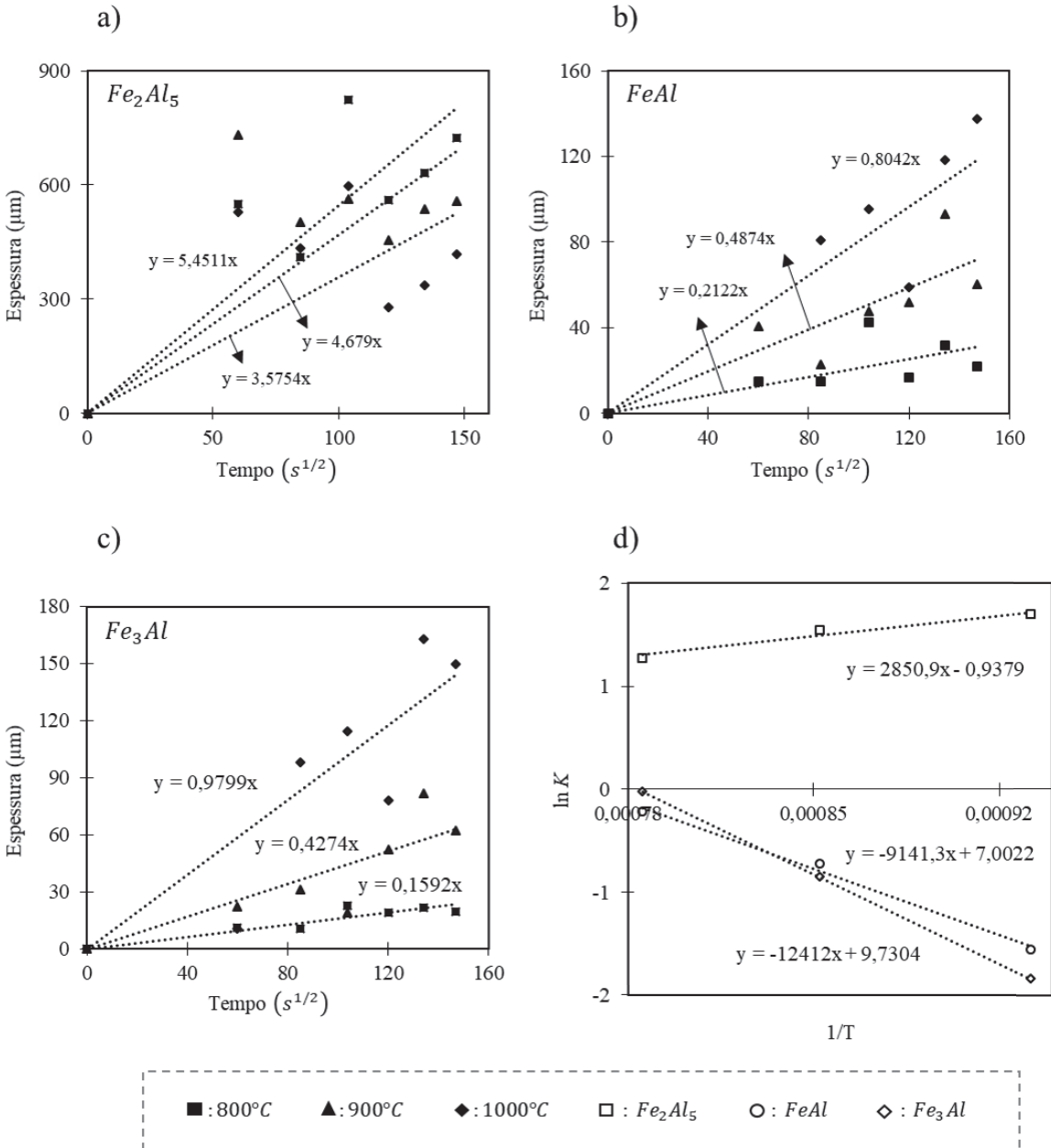
Fonte – Elaborado pela autora.

térmico secundário, foram encontrados os intermetálicos  $Fe_3Al$  e  $FeAl$  cujos dados encontram-se destacados nas Figuras 64 e 65. Os valores do desvio-padrão amostral são apresentados nas Tabelas 7 e 8, respectivamente. Na Tabela 9, são apresentados os valores para a energia de ativação  $Q$  obtida em cada caso.

A respeito dos resultados apresentados na Tabela 9, é importante comentar os motivos que levaram a valores negativos para a energia de ativação para formação da camada de  $Fe_2Al_5$  no tratamento secundário. É possível perceber que isso decorre do fato de que, para este composto, foi percebida relação inversa com a temperatura na comparação com as demais fases,  $Fe_3Al$  e  $FeAl$ . Isso se deve ao fato de que, à medida que esses últimos compostos intermetálicos são formados, a espessura da camada de  $Fe_2Al_5$  se reduz. Analisando-se os demais dados encontrados, pode-se perceber que a energia de ativação aparente encontrada para a evolução das camadas intermetálicas de diferentes composições é sistematicamente menor do que a obtida pela referência consultada (KOBAYASHI; YAKOU, 2002) possível explicação para essa diferença pode ser resultado das diferentes técnicas de revestimento utilizadas nos trabalhos. Os autores consultados realizaram tratamentos térmicos para difusão a partir de revestimentos de alumínio obtidos em substrato de aço AISI 1045 por meio de aluminização, ao passo que no presente trabalho o substrato consistiu de aço AISI 1020 e a técnica de deposição de alumínio empregada foi o revestimento por fricção.

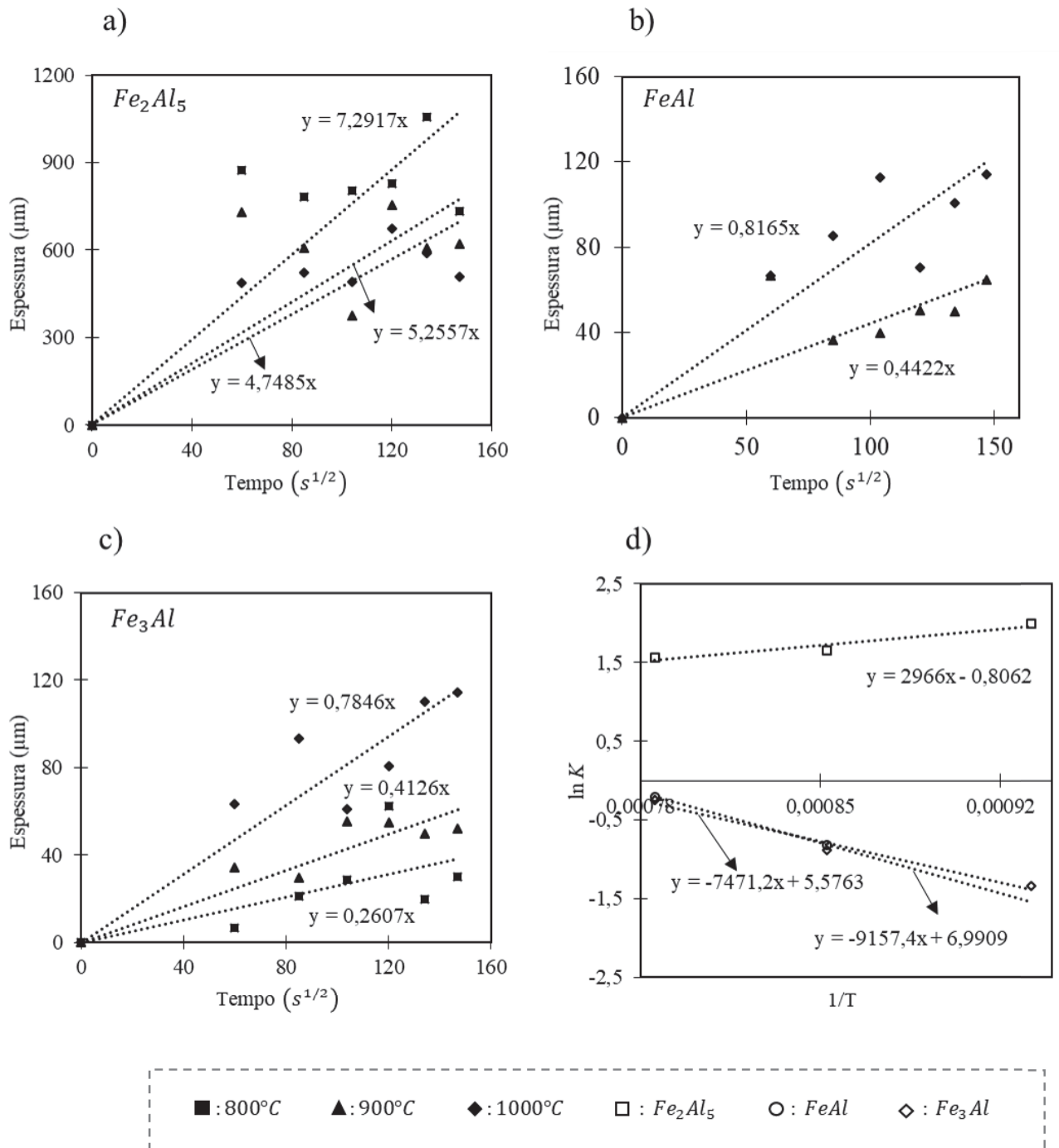
A temperatura de deposição de alumínio empregando-se o método de revestimento por fricção situa-se na faixa de trabalho a frio para o aço utilizado - cerca de 400 °C , de acordo com

**Figura 64 – Relação entre a espessura da camada do composto intermetálico e raiz quadrada do tempo de difusão para amostras Grupo 1 a)  $Q_{Fe_2Al_5}$ , b)  $Q_{FeAl}$ , c)  $Q_{Fe_3Al}$  e d) Relação entre  $\ln K$  e  $1/T$ .**



Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 65 – Relação entre a espessura da camada do composto intermetálico e raiz quadrada do tempo de difusão para amostras Grupo 2 a)  $Q_{Fe_2Al_5}$ , b)  $Q_{FeAl}$ , c)  $Q_{Fe_3Al}$  e d) Relação entre  $\ln K$  e  $1/T$ .**



Fonte – Elaborado pela autora.

**Tabela 7 – Desvio padrão amostral para as espessuras obtidas dos intermetálicos Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, FeAl, Fe<sub>3</sub>Al após a realização do tratamento térmico secundário para amostras do Grupo 1.**

AMOSTRAS	Desvio Padrão Amostral		
	Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub> ( $\mu\text{m}$ )	FeAl ( $\mu\text{m}$ )	Fe <sub>3</sub> Al ( $\mu\text{m}$ )
AM 1.8.1	53,63032	-	4,732766
AM 1.8.2	17,85402	-	33,62481
AM 1.8.3	40,32556	-	15,84625
AM 1.8.4	20,377	-	15,66168
AM 1.8.5	48,33236	-	15,09513
AM 1.8.6	23,99841	-	14,3021
AM 1.9.1	114,6953	59,51782	6,717766
AM 1.9.2	23,19879	7,201549	4,958244
AM 1.9.3	41,98871	26,88318	6,122598
AM 1.9.4	25,78147	31,86974	11,89051
AM 1.9.5	15,32169	7,047355	5,148127
AM 1.9.6	31,10972	8,257268	6,863803
AM 1.10.1	9,729535	8,989027	15,7178
AM 1.10.2	11,2048	9,973671	8,304686
AM 1.10.3	11,27399	10,93601	6,767216
AM 1.10.4	18,41338	12,83869	6,320683
AM 1.10.5	9,78321	7,57196	6,066144
AM 1.10.6	16,98004	6,034544	17,9927

Fonte – Elaborado pela autora.

resultados de trabalho anterior realizado com as mesmas condições experimentais (SILVA *et al.*, 2018). Com efeito, a análise da microestrutura da região próxima ao substrato revela a presença de grãos de ferrita e colônias de perlita estirados na direção de rotação da haste consumível, conforme apresentado na Figura 66.

Após a realização do tratamento térmico a 650 °C (72 horas), duas alterações são observadas na microestrutura do substrato na região próxima à interface. A primeira sugere recristalização do aço, o que se nota pela presença de grãos equiaxiais de ferrita, como se pode perceber pela análise do destaque da Figura 67. Não é possível perceber refino de grão em relação à microestrutura apresentada na Figura 66, o que seria típico para processos de recristalização, devido ao tempo elevado de tratamento térmico (72 horas). A segunda modificação da microestrutura em relação à situação inicial é a ausência de perlita, com microestrutura aparentemente monofásica de ferrita – provavelmente em conexão com o enriquecimento de alumínio em solução. Isso não foi notado na microestrutura apresentada no trabalho de Kobayashi e Yakou (2002), em que foi possível perceber a presença de perlita próximo à região da interface mesmo para temperaturas elevadas de tratamento térmico. Assim, devido à elevada difusividade de ferro na ferrita que é ademais estabilizada pela incorporação de alumínio permanecendo até temperaturas superiores a 1000 °C (conforme o diagrama de equilíbrio de fases apresentado na Figura 6), pode-se deduzir que, no presente caso, a difusão de ferro proveniente do substrato

**Tabela 8 – Desvio padrão amostral para as espessuras obtidas dos intermetálicos Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, FeAl, Fe<sub>3</sub>Al após a realização do tratamento térmico secundário para amostras do Grupo 2.**

AMOSTRAS	Desvio Padrão Amostral		
	Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub>	FeAl	Fe <sub>3</sub> Al
AM 2.8.1	46,77658	12,05037	11,44431
AM 2.8.2	34,77271	10,79275	1,639524
AM 2.8.3	28,75262	10,9369	3,818395
AM 2.8.4	53,67051	3,495569	4,263107
AM 2.8.5	26,31613	12,97804	5,395856
AM 2.8.6	39,0524	13,7662	3,872147
AM 2.9.1	23,48852	3,734917	3,946015
AM 2.9.2	55,41024	15,42028	5,000934
AM 2.9.3	39,17407	18,08801	3,873963
AM 2.9.4	38,93711	15,15421	7,796726
AM 2.9.5	47,82912	30,42831	19,21084
AM 2.9.6	45,62416	7,179454	10,3662
AM 2.10.1	82,51101	2,85194	4,58921
AM 2.10.2	25,13443	26,89662	10,87759
AM 2.10.3	25,04548	9,433215	12,09093
AM 2.10.4	8,241208	10,29449	8,260789
AM 2.10.5	16,46133	12,68502	16,61998
AM 2.10.6	30,71194	18,78135	17,606

Fonte – Elaborado pela autora.

**Tabela 9 – Energia de ativação difusional**

	Energia de ativação Q (kJmol <sup>-1</sup> )		
	Q <sub>Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub></sub>	Q <sub>FeAl</sub>	Q <sub>Fe<sub>3</sub>Al</sub>
T.T.P	180	-	-
T.T.S.72h	< 0	150	120
T.T.S.120h	< 0	150	210
Kobayashi e Yakou (2002)	-	180	260

\* T.T.P = Tratamento térmico primário;

\* T.T.S.72 = Tratamento térmico secundário para T.T.P realizado durante 72h;

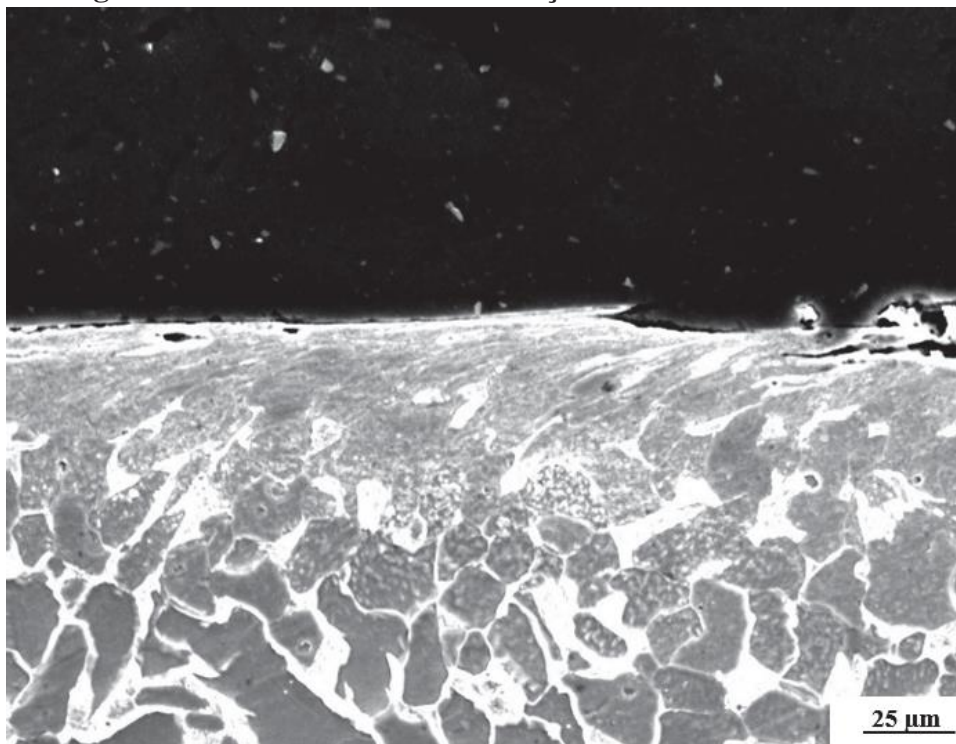
\* T.T.S.120 = Tratamento térmico secundário para T.T.P realizado durante 120h;

Fonte – Elaborado pela autora.



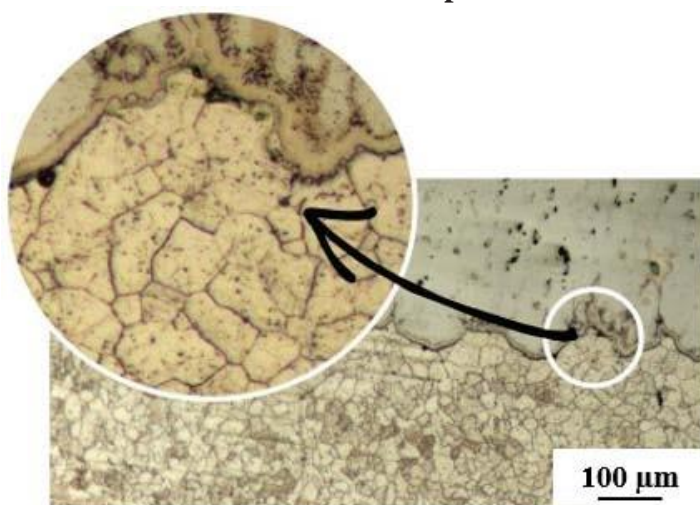
em direção ao revestimento foi mais intensa, acelerando o processo de formação dos compostos intermetálicos.

**Figura 66 – Micrografia da interface entre o substrato de aço 1020 e o revestimento de liga de Al AA6351 antes da realização de tratamento térmico**



Fonte – Elaborado pela autora.

**Figura 67 – Microestrutura da região da interface após realização de tratamento térmico de recozimento a 650 °C por 72 horas.**



Fonte – Elaborado pela autora.

### 4.3 Parte III - Análise da resistência a corrosão

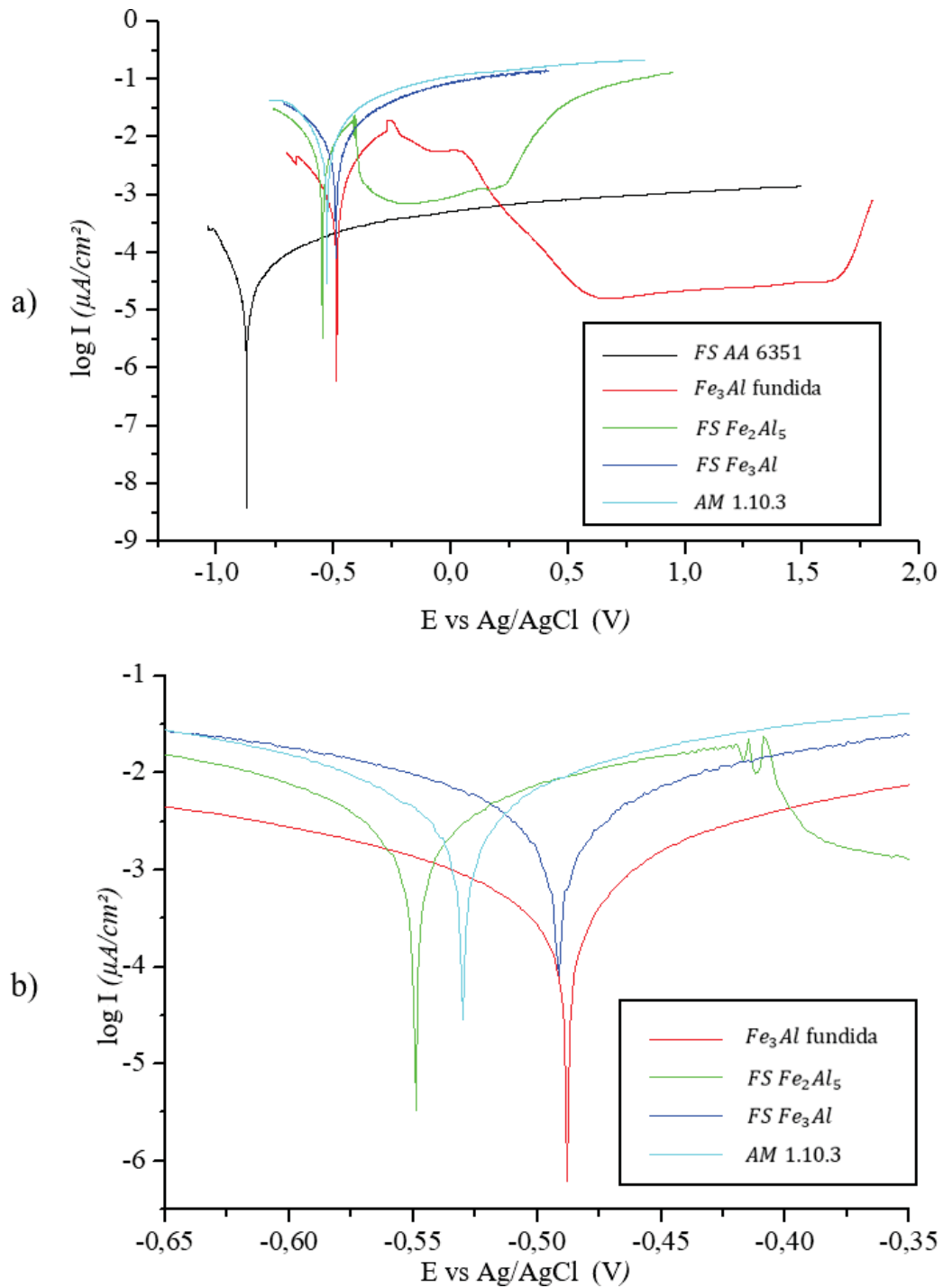
Como forma de avaliar o desempenho dos revestimentos de alumineto de ferro obtidos seguindo a metodologia proposta na subseção 3.5.5 do presente trabalho, foram realizadas análises de corrosão eletroquímica em solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5M contendo  $\text{O}_2$  naturalmente dissolvido à temperatura ambiente. Foram realizados testes nas seguintes amostras:

- a) Revestimento da liga ABNT AA6351, antes da realização de tratamento térmico (amostra FS AA6351);
- b) Alumineto de ferro maciça obtida por fundição com composição 14,6%Al, 0,0027%C, 0,0018%P, 0,0014%S, 0,0031%Si, 83,3%Fe (amostra  $\text{Fe}_3\text{Al}$  fundida);
- c) Revestimento de alumineto de ferro obtido após 72 h de recozimento a 650 °C (amostra FS  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ );
- d) Revestimento de alumineto de ferro obtido após tratamentos de recozimento de 72 h a 650 °C + 3 h a 1000 °C , com remoção do topo do revestimento para exposição da camada intermetálica rica em Fe próxima ao substrato de composição  $\text{Fe}_3\text{Al}$  (amostra FS  $\text{Fe}_3\text{Al}$ );
- e) Revestimento de alumineto de ferro obtido após tratamentos de recozimento de 72 h a 650 °C + 3 h a 1000 °C , sem remoção de material (amostra AM 1.10.3).

Em todos os casos em que amostras de revestimento foram avaliadas, os testes foram realizados na superfície do revestimento, conforme ilustrado na Figura 38. As curvas de polarização potenciodinâmica obtidas nas amostras relacionadas acima são apresentadas na Figura 68-a e Figura 68-a. Na Figura 68-a apresentam-se as curvas de polarização completas determinadas para todas as amostras analisadas enquanto na Figura 68-b apresenta-se a ampliação da região de Tafel referente aos aluminetos de ferro avaliados. Na Tabela 10, são resumidos os resultados extraídos das curvas de polarização: densidade de corrente de corrosão ( $i_{\text{corr}}$ ), potencial de corrosão ( $E_{\text{corr}}$ ), potencial de passivação primária ( $E_{\text{pp}}$ ), densidade de corrente crítica ( $i_{\text{cr}}$ ), potencial de passivação completa ( $E_{\text{cp}}$ ), densidade de corrente de passivação ( $i_{\text{pass}}$ ) e potencial de transpassivação ( $E_{\text{tp}}$ ).

Foi possível detectar que o revestimento de liga de Al exibiu comportamento menos nobre em comparação com as demais amostras, com  $E_{\text{corr}}$  deslocado para valores mais negativos e níveis de taxa de corrosão significativamente menor em comparação com os aluminetos de ferro. Os aluminetos de ferro de diferentes composições, tanto na forma de revestimento como na liga fundida, apresentaram valores próximos de potencial de corrosão, mas variações consideráveis na taxa de corrosão ( $i_{\text{corr}}$ , Tabela 10). A proximidade nos valores de  $E_{\text{corr}}$  sugerem a predominância da mesma reação de dissolução na região ativa do diagrama de polarização para todos os aluminetos de ferro testados. Observa-se ainda que os valores de  $E_{\text{corr}}$  encontram-se mais próximos ao potencial de redução do Fe (-0,67V-Ag/AgCl) do que Al (-1,88V-Ag/AgCl)

**Figura 68 – Curvas de polarização potenciodinâmica obtidas em  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5M contendo  $\text{O}_2$  naturalmente dissolvido.**



Fonte – Elaborado pela autora.

**Tabela 10 – Características de passivação para amostras de referência e revestimento obtidas em  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5M contendo  $\text{O}_2$  naturalmente dissolvido. ( $E_{\text{corr}}$  – potencial de corrosão;  $i_{\text{corr}}$  – densidade de corrente de corrosão;  $E_{\text{pp}}$  – potencial de passivação primária;  $i_{\text{crt}}$  – densidade de corrente crítica;  $E_{\text{cp}}$  – potencial de passivação completa;  $i_{\text{pass}}$  – densidade de corrente de passivação;  $E_{\text{tp}}$  – potencial de transpassivação).**

Amostras	$E_{\text{corr}}$ (V)	$i_{\text{corr}}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	$E_{\text{pp}}$ (V)	$i_{\text{crt}}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	$E_{\text{cp}}$	$i_{\text{pass}}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	$E_{\text{tp}}$
FS ABNT 6351	-0.87	24.0	-	-	-	-	-
FS $\text{Fe}_2\text{Al}_5$	-0.55	1960	-0.41	33	-0.40	560	0.233
AM 1.10.3	-0.53	8989.7	-	-	-	-	-
FS $\text{Fe}_3\text{Al}$	-0.49	9677	-	-	-	-	-
$\text{Fe}_3\text{Al}$ liga	-0.49	320	-0.28	105	0.63	4.7	1.632

Fonte – Elaborado pela autora.

indicando que a reação anódica é determinada pela dissolução de  $\text{Fe}^{2+}$ . (FRANGINI, 1999; BRITO *et al.*, 2017).

As amostras FS  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  e a amostra de referência  $\text{Fe}_3\text{Al}$  fundida, em conformidade com estudos anteriores ((RAO, 2005; BRITO *et al.*, 2017)) apresentaram comportamento passivo mas diferenças importantes em relação aos intervalos de passivação e no comportamento de corrosão uniforme. Apesar dos valores similares de  $E_{\text{corr}}$ , a taxa de corrosão observada no revestimento intermetálico (FS  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ) foi significativamente maior em comparação com a amostra  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . Além disso, a amostra FS  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  atingiu a passivação com níveis menores de sobretensão (provavelmente consequência da maior taxa de dissolução observada para a liga), mas intervalo de passivação menor e corrente de passivação maior ( $i_{\text{pass}}$ ) maior em relação à amostra maciça ( $\text{Fe}_3\text{Al}$ ).

As amostras obtidas após o segundo tratamento de recozimento, a 1000 °C (FS  $\text{Fe}_3\text{Al}$  e 1.10.3) não apresentaram comportamento passivo e valores elevados para  $i_{\text{corr}}$  indicando baixa resistência à corrosão uniforme em meio ácido. A elucidação desse comportamento requer análises mais aprofundadas, mas pode-se especular que o aumento da quantidade de poros no revestimento após o tratamento térmico secundário pode ter elevado a taxa de dissolução metálica devido à maior permeação do eletrólito na superfície exposta da amostra.

Com base nessas observações, parece claro que a resistência à corrosão em meio ácido do revestimento intermetálico foi inferior ao material fundido. Uma possível explicação para este fenômeno, considerando-se o comportamento passivo, é que na amostra  $\text{Fe}_3\text{Al}$  o teor de ferro (cerca de 85% em peso) é superior ao do revestimento  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  (próximo a 50%). O filme passivo formado durante a corrosão eletroquímica consiste em óxidos de alumínio e ferro ((RAO, 2005); (ABDOLAHY *et al.*, 2011)). Como o óxido de alumínio formado em meios ácidos é poroso, sua eficiência como camada passiva depende da presença de óxidos de ferro como  $\text{FeO}$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  capazes de bloquear os poros formados em  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

É válido observar, no entanto, que na comparação com revestimentos de ligas Fe-Al obtidos por outras metodologias, os resultados apresentados no presente trabalho foram positivos.

Na Tabela 11, são comparados os resultados de corrosão eletroquímica obtidos para a amostra FS Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> (que apresentou a melhor resistência à corrosão dentre as amostras testadas) com resultados de outros trabalhos envolvendo revestimentos de alumineto de ferro em H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M. Pode-se perceber que, em todos os casos analisados, os valores de E<sub>corr</sub> mantiveram-se similares indicando possivelmente os mesmos mecanismos de dissolução metálica na região ativa do diagrama de polarização. Além disso, todos os revestimentos apresentaram região passiva com densidades de corrente relativamente elevadas (da ordem de  $\mu A/cm^2$ ).

**Tabela 11 – Comparação entre a resistência à corrosão eletroquímica de revestimentos Fe-Al com dados encontrados na literatura (os valores de potencial foram convertidos para o eletrodo de referência Ag/AgCl).**

	Este trabalho	JI et al. 2005	hERNÁNDEZ et al., 2017	AhLEDEL, 2018
Método	RF	hVOF	Fundição	hVOF
i <sub>corr</sub> ( $\mu A/cm^2$ )	1,96	-	1,65	11,64
E <sub>corr</sub> (V)	-0,55	-0,54	-0,58	-0,52
i <sub>ct</sub> ( $\mu A/cm^2$ )	33	93	33,1	63
i <sub>pass</sub> ( $\mu A/cm^2$ )	0,560	9,5	0,606	0,316

Fonte – Elaborado pela autora.

Os resultados sugerem, portanto, que a aplicação do processo de revestimento por fricção seguido de tratamento térmico de difusão constitui uma possibilidade real para o desenvolvimento de recobrimentos intermetálicos no sistema Fe-Al, no que diz respeito à corrosão eletroquímica em temperatura ambiente. Novas investigações seriam necessárias para avaliar a resistência à oxidação em altas temperaturas ou mesmo a resistência à corrosão eletroquímica em baixas temperaturas em outros meios de corrosão. Assim, espera-se que seja possível futuramente avaliar a influência da microestrutura e da integridade mecânica dos recobrimentos no seu comportamento eletroquímico de modo a alcançar aperfeiçoamentos tanto no processo de deposição da liga de alumínio como no tratamento térmico de difusão subsequente.

## 5 CONCLUSÕES

No presente trabalho foi proposta uma metodologia inédita para a fabricação de revestimentos intermetálicos do sistema Fe-Al em substrato de aço carbono. A metodologia proposta envolveu a deposição de alumínio metálico pelo processo de revestimento por fricção, seguida de tratamentos térmicos de recozimento para difusão de Fe/Al. Foram analisados dois tratamentos térmicos: (i) primário, realizado em temperaturas de até 650 °C e (ii) secundário em temperaturas de até 1000 °C. Os resultados obtidos neste trabalho se mostram promissores na obtenção de intermetálicos de aluminetos de ferro a partir de deposições por fricção realizadas em um centro de usinagem com comando numérico, de uma haste consumível ABNT AA6351 em substrato de aço carbono ABNT 1020 seguido de tratamento térmico. Sendo assim, baseado nos resultados das análises e nos ensaios dos depósitos pode-se chegar às seguintes conclusões:

Através do revestimento por fricção se obteve um depósito regular ao longo de todo seu comprimento com espessura na ordem de 1000  $\mu\text{m}$ . Por meio dos resultados obtidos nas análises semi-quantitativa de composição química, não foi detectada diluição, zona de mistura e também não foi detectada a presença de porosidades, inclusões e trincas.

Com relação ao tratamento térmico primário, foi possível notar a presença de intermetálicos para temperaturas de 500 °C com espessuras da ordem de 40  $\mu\text{m}$ . A elevação da temperatura e do tempo de tratamento térmico levou ao aumento da espessura da camada de intermetálicos formada de modo que para 650 °C e tempos superiores a 72 horas foi possível notar a formação de intermetálicos de forma homogênea (em termos de dureza e composição química) ao longo de toda a camada depositada. Análises realizadas por difração de raios-X em conjunto com os valores de dureza determinados (>1000HV) permitiram a identificação da fase intermetálica formada como sendo  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ . Não foram notados sinais de fusão, mas houve presença de porosidades que puderam ser relacionados ao efeito Kirkendall.

O tratamento térmico secundário foi realizado em amostras previamente tratadas a 650 °C por tempos de 72 (Grupo I) e 120 horas (Grupo II). As temperaturas do tratamento térmico secundário foram de 800, 900 e 1000 °C. Foi possível notar a formação de fases intermetálicas ricas em ferro próximas à interface com o substrato. Para amostras do Grupo I, a partir de 800 °C percebeu-se a formação de fase  $\text{Fe}_3\text{Al}$  com espessura homogênea de cerca de 30  $\mu\text{m}$ . Aumentando-se a temperatura de tratamento térmico, foi possível notar a formação de uma camada intermetálica de  $\text{FeAl}$  entre a camada de  $\text{Fe}_3\text{Al}$  e a camada de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ . Além disso, com a elevação da temperatura, houve aumento da espessura das camadas intermetálicas ricas em ferro, as quais permaneceram homogêneas e livres de porosidades. Para as amostras do Grupo II, foi possível perceber a presença de intermetálicos ricos em ferro mesmo para temperaturas de 800 °C. Porém, as camadas formadas mostraram-se irregulares com presença de descontinuidades.

Com os dados obtidos dos tratamentos térmicos primários foi possível determinar a energia de ativação para crescimento da camada de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  em baixas temperaturas, sendo o

valor obtido de 180kJ/mol. Também foi possível determinar os valores da energia de ativação para o crescimento das camadas de Fe<sub>3</sub>Al (120kJ/mol) e FeAl (150kJ/mol) com os dados das espessuras obtidas após o tratamento secundário. Não foi possível avaliar a cinética de evolução de Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> em altas temperaturas porque esta camada apresenta redução espessura devido à formação dos outros intermetálicos ricos em ferro.

Com relação ao comportamento eletroquímico, notou-se que o revestimento liga de Al exibiu comportamento menos nobre em comparação com as demais amostras, com E<sub>corr</sub> deslocado para valores mais negativos em comparação com os revestimentos formados por alumine- tos de ferro. Os alumine- tos de ferro de diferentes composições, tanto na forma de revestimento como na liga fundida, apresentaram valores próximos de potencial de corrosão, mas variações consideráveis na taxa de corrosão.

As amostras FS Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> e a amostra de referência Fe<sub>3</sub>Al, apresentaram comportamento passivo mas diferenças importantes em relação aos intervalos de passivação e no comporta- mento de corrosão uniforme. Apesar dos valores similares de E<sub>corr</sub>, a taxa de corrosão observada no revestimento intermetálico (FS Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>) foi significativamente maior em comparação com a amostra Fe<sub>3</sub>Al. Além disso, a amostra FS Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> atingiu a passivação com níveis menores de sobretensão. Na comparação com revestimentos produzidos por outras técnicas de deposição, os resultados obtidos no presente trabalho mostraram-se positivos. As amostras obtidas após o segundo tratamento de recozimento, a 1000 °C (Fe<sub>3</sub>Al e AM 1.10.3) não apresentaram compor- tamento passivo e valores elevados para icorr indicando baixa resistência à corrosão uniforme em meio ácido.

## 6 TRABALHOS FUTUROS

A fim de confirmar as hipóteses apresentadas e obter mais informações dos intermetálicos obtidos, alguns trabalhos futuros são sugeridos nesta seção.

- a) Realizar os tratamentos térmicos com o auxílio de sensores termopares, afim de garantir a homogeneidade do perfil térmico na mufla;
- b) Realizar o tratamento térmico à vácuo e comparar os intermetálicos formados;
- c) Avaliar a taxa de oxidação do intermetálico de alumineto de ferro;
- d) Analisar a taxa de corrosão a alta temperatura do intermetálico de alumineto de ferro;
- e) Criar uma metodologia afim de garantir espessuras iguais após o fresamento na etapa de preparação do revestimento por fricção;
- f) Avaliar a influência da microestrutura e da integridade mecânica dos recobrimentos no seu comportamento eletroquímico;



## REFERÊNCIAS

- ABDOLAHI, B.; SHAHVERDI, H. R.; TORKAMANY, M. J.; EMAMI, M. Improvement of the corrosion behavior of low carbon steel by laser surface alloying. *Applied Surface Science*, Elsevier B.V., v. 257, n. 23, p. 9921–9924, 2011. ISSN 01694332. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.06.108>>.
- AHLEDEL, N. **Résistance à la corrosion et comportement électrochimique des composites matriciels intermétalliques Fe 3 Al renforcés par TiC**. 2018 - Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Université Laval, Québec, 2018,
- ARABI, J. R.; EMAMI, M.; SHAFIEE, O.; SHAHVERDI, H. R. Study on formation and characterization of iron aluminide coatings on 9Cr-1Mo steel substrate. *Surface and Coatings Technology*, 2014. ISSN 02578972.
- Arabi Jeshvaghani, R.; EMAMI, M.; SHAFIEE, O.; SHAHVERDI, H. R. Study on formation and characterization of iron aluminide coatings on 9Cr-1Mo steel substrate. *Surface and Coatings Technology*, v. 240, p. 365–372, 2014. ISSN 02578972.
- AWAN, G. H.; HASAN, F. ul. The morphology of coating/substrate interface in hot-dip-aluminized steels. *Materials Science and Engineering A*2008. ISSN 09215093.
- BAX, B.; SCHÄFER, M.; PAULY, C.; MÜCKLICH, F. Coating and prototyping of single-phase iron aluminide by laser cladding. *Surface and Coatings Technology* Elsevier B.V., v. 235, p. 773–777, 2013. ISSN 02578972. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.09.001>>.
- BEDFORD, G. Friction surfacing for wear applications. v. 6, p. 702–705, 11 1990.
- BEDFORD, G. M.; VITANOV, V. I.; VOUTCHKOV, I. I. On the thermo-mechanical events during friction surfacing of high speed steels. *Surface and Coatings Technology*2001. ISSN 02578972.
- BORGES, D. F. L.; ESPINOSA, D. C. R.; SCHÖN, C. G. Making iron aluminides out of scrap. *Journal of Materials Research and Technology*,y2014. ISSN 22387854.
- BRITO, P.; SCHULLER, É.; SILVA, J.; CAMPOS, T. R.; ARAÚJO, C. R. de; CARNEIRO, J. R. Electrochemical corrosion behaviour of (100), (110) and (111) Fe<sub>3</sub>Al single crystals in sulphuric acid. *Corrosion Science*, 2017. ISSN 0010938X.
- BRITO P; PINTO, H. K. A. The crystallographic template effect assisting the formation of stable  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>during low temperature oxidation of Fe-Al alloys. *Corrosion Science*, 2016. ISSN 0010938X.
- CALLISTER, W. **Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução [Materials science and engineering: an introduction]**. [S.l.]: Rio de Janeiro, RJ, Brazil, LTC Ed, 2008.
- CANARIM, R. C. **Influência da composição na mistura de pós de alumínio e ferro na formação de revestimentos de alumineto de ferro depositados por aspersão térmica a chama**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual Paulista, Bauru, 2013.

CAPRA, A. R. Desenvolvimento de intermetálicos Fe/Al através de aspersão térmica e **tratamento posterior**. 2005. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - UFP, Curitiba, 2005

CHMIELEWSKI, T.; SIWEK, P.; CHMIELEWSKI, M.; PIAŃ TKOWSKA, A.; GRABIAS, A.; GOLANŃSKI, D.; CHMIELEWSKI, T.; SIWEK, P.; CHMIELEWSKI, M.; PIAŃ TKOWSKA, A.; GRABIAS, A.; GOLANŃSKI, D. Structure and Selected Properties of Arc Sprayed Coatings Containing In-Situ Fabricated Fe-Al Intermetallic Phases. *Metals*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 8, n. 12, p. 1059, dec 2018. ISSN 2075-4701. Disponível em: <<http://www.mdpi.com/2075-4701/8/12/1059>>.

CINCA, N.; GUILMANY, J. M. Thermal spraying of transition metal aluminides: An overview. *Intermetallics*, 2012. ISSN 09669795.

CIONEA, C.; ABAD, M. D.; AUSSAT, Y.; FRAZER, D.; GUBSER, A. J.; HOSEMANN, P. Oxide scale formation on 316L and FeCrAl steels exposed to oxygen controlled static LBE at temperatures up to 800 °C. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 2016. ISSN 09270248.

FETZER, R.; WEISENBURGER, A.; JIANU, A.; MÜLLER, G. Oxide scale formation of modified FeCrAl coatings exposed to liquid lead. *Corrosion Science*, 2012. ISSN 0010938X.

FRANGINI, S. Corrosion rate and anodic dissolution behavior of a B2-iron aluminide alloy in sulfuric acid. *Corrosion*, 1999. ISSN 00109312.

FRITEC. *MS Windows NT Aplicações*. 2016. Disponível em: <<http://www.frictec.co.uk/>>.

FUKAKUSA, K. On the characteristics of the rotational contact plane - a fundamental study of friction surfacing. *Welding International*, 1996. ISSN 17542138.

GANDRA, J.; KROHN, H.; MIRANDA, R. M.; VILAÇA, P.; QUINTINO, L.; Dos Santos, J. F. Friction surfacing - A review. *Journal of Materials Processing Technology* 2014. ISSN 09240136.

GANDRA, J.; MIRANDA, R. M.; VILAÇA, P. *Performance analysis of friction surfacing*. 2012.

GANDRA, J.; VIGARINHO, P.; PEREIRA, D.; MIRANDA, R. M.; VELHINHO, A.; VILAÇA, P. Wear characterization of functionally graded Al – SiC composite coatings produced by Friction Surfacing. *Materials and Design*, Elsevier Ltd, v. 52, p. 373–383, 2013. ISSN 0261-3069. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2013.05.059>>.

GAO, W.; LI, Z. *Developments in high-temperature corrosion and protection of materials*. [S.l.: s.n.], 2008. ISSN 1098-6596. ISBN 9781845692193.

GOVARDHAN, D.; KUMAR, A. C.; MURTI, K. G.; Madhusudhan Reddy, G. Characterization of austenitic stainless steel friction surfaced deposit over low carbon steel. *Materials and Design*, 2012. ISSN 02641275.

HAUŠILD, P.; KARLÍK, M.; SKIBA, T.; SAJDL, P.; DUBSKÝ, J.; PALM, M. High temperature oxidation of spark plasma sintered and thermally sprayed FeAl-based iron aluminides. In: *Acta Physica Polonica A*. [S.l.: s.n.], 2012. ISSN 1898794X.

- HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, M.; LIU, H. B.; ALVAREZ-RAMIREZ, J.; ESPINOSA-MEDINA, M. A.; SOSA, E. Corrosion Behavior of Fe-40at.%Al-Based Intermetallic in 0.25 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Solution. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 26, n. 12, p. 5983–5996, 2017. ISSN 15441024.
- HOTAŘ, A.; PALM, M.; KRATOCHVÍL, P.; VODIČKOVÁ, V.; DANIŠ, S. High-temperature oxidation behaviour of Zr alloyed Fe<sub>3</sub>Al-type iron aluminide. *Corrosion Science*, Pergamon, v. 63, p. 71–81, oct 2012. ISSN 0010-938X. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X12002739>>.
- JI, G.; ELKEDIM, O.; GROSDIDIER, T. Deposition and corrosion resistance of HVOF sprayed nanocrystalline iron aluminide coatings. *Surface and Coatings Technology* v. 190, n. 2-3, p. 406–416, 2005. ISSN 02578972.
- KANG, H.-z.; HU, C.-t. Swelling behavior in reactive sintering of Fe – Al mixtures. *Materials Chemistry and Physics*. v.88, n..December 2003, p. 264–272, 2004
- KOBAYASHI, S.; YAKOU, T. Control of intermetallic compound layers at interface between steel and aluminum by diffusion-treatment. *Materials Science and Engineering A* v. 338, n. 1-2, p. 44–53, 2002. ISSN 09215093.
- KOWALSKI, K.; ŁOSIEWICZ, B.; BUDNIOK, A.; KUPKA, M. Effect of alloying on corrosion resistance of B2 FeAl alloy in aqueous solution of sulfuric acid. *Materials Chemistry and Physics*, 2011. ISSN 02540584.
- KRASNOWSKI, M.; KULIK, T. Nanocrystalline Al-Fe intermetallics - light weight alloys with high hardness. *Intermetallics*, 2010. ISSN 09669795.
- LI, Y. S.; SPIEGEL, M. Internal oxidation of Fe-Al alloys in a KCl-air atmosphere at 650 °C . *Oxidation of Metals*, 2004. ISSN 0030770X.
- LISON, R. Wege zum stoffschluss über schweiss und lötprozesse. *DVS- Verlag GmbHK*, 1998.
- LIU, Y.; CAI, X.; SUN, Z.; ZHANG, H.; AKHTAR, F.; CZUJKO, T.; FENG, P. Fabrication and Characterization of Highly Porous FeAl-Based Intermetallics by Thermal Explosion Reaction. *Advanced Engineering Materials* v. 1801110, p. 1801110, 2019. ISSN 14381656. Disponível em: <<http://doi.wiley.com/10.1002/adem.201801110>>.
- LIU, Y.; CHONG, X.; JIANG, Y.; ZHOU, R.; FENG, J. Mechanical properties and electronic structures of Fe-Al intermetallic. *Physica B: Condensed Matter*, v. 506, p. 1–11, feb 2017. ISSN 09214526. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921452616304926>>.
- LUO, X.; YAO, Z.; ZHANG, P.; GU, D. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles reinforced Fe-Al laser cladding coatings with enhanced mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, Elsevier, v. 755, p. 41–54, jul 2018. ISSN 0925-8388. Disponível em: <[https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838818315895?dgcid=rss\\_sd](https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838818315895?dgcid=rss_sd)>.
- MAJUMDAR, S.; PAUL, B.; CHAKRABORTY, P.; KISHOR, J.; KAIN, V.; DEY, G. K. Formation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/FeAl coatings on a 9Cr-1Mo steel, and corrosion evaluation in flowing Pb-17Li loop. *Journal of Nuclear Materials*, 2017. ISSN 00223115.

MARTINEZ, M.; VIGUIER, B.; MAUGIS, P.; LACAIZE, J. Relation between composition, microstructure and oxidation in iron aluminides. *Intermetallics*, 2006. ISSN 09669795.

MCCAFFERTY, E. **Introduction to corrosion science**[S.l.: s.n.], 2010. ISSN 00431648. ISBN 9781441904546.

MONTEALEGRE, M. A.; STREHL, G.; GONZÁLEZ-CARRASCO, J. L.; BORCHARDT, G. Oxidation behaviour of novel ODS FeAlCr intermetallic alloys. *Intermetallics*, 2005. ISSN 09669795.

MORINAGA, T. K. Y. morinaga1955. *J. Jpn. Inst. Metals*, 19, p. 578, 1955.

MORRIS, D. G.; MUÑOZ-MORRIS, M. A. Development of creep-resistant iron aluminides. *Materials Science and Engineering A* 2007. ISSN 09215093.

MORRIS, D. G.; MUÑOZ-MORRIS, M. A.; REQUEJO, L. M. New iron-aluminium alloy with thermally stable coherent intermetallic nanoprecipitates for enhanced high-temperature creep strength. *Acta Materialia*, 2006. ISSN 13596454.

NASCIMENTO, B. **Estudo das propriedades mecânicas e da corrosão em H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dos aços SA-516 Gr.70, SA-240 TP-316L E SA-516 Gr.70 + SA-240 TP-3**. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2017.

NICHOLAS, E. **Friction Surfacing**. In: *ASM Handbook*. Ohio, United States of America: ASM International, 1993. cap. ASM Handbo, p. 321–323.

NOVÁ, K.; NOVÁK, P.; PRŮŠA, F.; KOPEČEK, J.; ČECH, J. Synthesis of Intermetallics in Fe-Al-Si System by Mechanical Alloying. *Metals*, v. 9, n. 1, p. 20, 2018. ISSN 2075-4701. Disponível em: <<http://www.mdpi.com/2075-4701/9/1/20>>.

NOVÁK, P.; MICHALCOVÁ, A.; MAREK, I.; MUDROVÁ, M.; SAKSL, K.; Bednar Cík D, J.; ZIKMUND, P.; Vojt Ech, D. On the formation of intermetallics in FeeAl system e An in situ XRD study. *Intermetallics*. 2013. Disponível em:<<http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2012..08.020>>

PALM, M. Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of Fe-Al-based alloys. In: *Intermetallics*. [S.l.: s.n.], 2005. ISBN 0966-9795. ISSN 09669795.

PAN, T. J.; LI, Y. S.; YANG, Q.; FENG, R. F.; HIROSE, A. Internal oxidation and phase transformations of multi-phase Fe-Ni-Al and Fe-Ni-Al-Cr alloys induced by KCl corrosion. *Corrosion Science*, 2011. ISSN 0010938X.

PAREDES, R. C.; RODRIGUEZ, R. M. P. H.; BOND, D.; Da Silva, P. S. C. P.; CAPRA, A.; LIMA, D. F. B. Comparação da obtenção de intermetálicos FeAl através de aspersão térmica com alumínio e alonização. 2003. **2º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás**.

PAUL, A.; LAURILA, T.; VUORINEN, V.; DIVINSKI, S. V. **Thermodynamics, diffusion and the Kirkendall effect in solids**. [S.l.]: Springer, 2014.

PORCAYO-CALDERON, J.; ARRIETA-GONZALEZ, C. D.; LUNA-RAMIREZ, A.; SALINAS-BRAVO, V. M.; CUEVAS-ARTEAGA, C.; BEDOLLA-JACUIENDE, A.; MARTINEZ-GOMEZ, L. Corrosion Performance of Fe-Al Intermetallic Coatings in 1.0 M NaOH Solution. *International Journal of Electrochemical Scienc, ev*. 8, n. 11, p. 12205–12218, 2013. ISSN 14523981.

PÖTER, B.; STEIN, F.; WIRTH, R.; SPIEGEL, M. Early stages of protective oxide layer growth on binary iron aluminides. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 2005. ISSN 09429352.

PRESCOTT, R.; GRAHAM, M. J. The Oxidation of Iron-Aluminum Alloys. *Oxidation of Metals*, v. 38, n. 12, 1992.

RAFI, H. K.; RAM, G. D. J.; PHANIKUMAR, G.; RAO, K. P. 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*, 2010. ISSN 02578972.

RAO, K. P.; SANKAR, A.; RAFI, H. K.; RAM, G. D.; REDDY, G. M. Friction surfacing on nonferrous substrates: A feasibility study. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2013. ISSN 14333015.

RAO, V. S. Repassivation behaviour and surface analysis of Fe<sub>3</sub>Al based iron aluminide in 0.25 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. *Corrosion Science*, 2005. ISSN 0010938X.

ROSALBINO, F.; CARLINI, R.; ZANICCHI, G.; SCAVINO, G. Effect of copper alloying addition on the electrochemical corrosion behaviour of Fe<sub>3</sub>Al intermetallic in sulphuric acid solution. *Materials and Corrosion*, 2016. ISSN 09475117.

SATTARI, B.; SHAMANIAN, M.; ASHRAFI, A.; SALEHI, M.; SALIMIJAZI, F. Effect of number of passes on the corrosion behavior of Fe/Al surface composites produced by plasma spraying and friction stir processing. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 250, n. June, p. 35–44, 2017. ISSN 09240136.

SENDEROWSKI, C. Nanocomposite Fe-Al Intermetallic Coating Obtained by Gas Detonation Spraying of Milled Self-Decomposing Powder. *Journal of Thermal Spray Technology*. Springer US, v. 23, n. 7, p. 1124–1134, oct 2014. ISSN 1059-9630. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s11666-014-0086-1>>.

SHARMA, G.; AWASTHI, R.; CHANDRA, K. A facile route to produce Fe-Al intermetallic coatings by laser surface alloying. *Intermetallics*, Elsevier Ltd, v. 18, n. 11, p. 2124–2127, 2010. ISSN 09669795. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2010.06.023>>.

SILVA, M. et al;. **Aplicação do processo de revestimento por fricção e mistura mecânica para deposições de alumínio em aço**. 2015. Monografia (Trabalho de conclusão de curso em Engenharia Mecânica) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015

SILVA, M. M. da; AFONSO, M. L. B.; SILVA, S. L. N.; TROYSI, F. C. T. D.; SANTOS, Í. B. dos; BRITO, P. P. 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, p. 14, jan 2018. ISSN 1678-5878.

SPRINGER, H.; KOSTKA, A.; PAYTON, E. J.; RAABE, D.; KAYSSER-PYZALLA, A.; EGGELER, G. On the formation and growth of intermetallic phases during interdiffusion between low-carbon steel and aluminum alloys. *Acta Materialia*, v. 59, n. 4, p. 1586–1600, 2011. ISSN 13596454.

SUGANDHI, V.; RAVISHANKAR, V. Optimization of Friction Surfacing Process Parameters for AA1100 Aluminum Alloy Coating with Mild Steel Substrate Using Response Surface Methodology (RSM) Technique. *Modern Applied Science*, 2012. ISSN 19131844.

THOMAS, W. M. **An investigation and study into the friction stir wedling of ferrous-based material: a research investigation portfolio**. Tese (Doutorado) — University of Bolton, 2009.

TORTORELLI, P. F.; NATESAN, K. Critical factors affecting the high-temperature corrosion performance of iron aluminides. *Materials Science and Engineering A* 1998. ISSN 09215093.

TROYSI, F. **Análise do processo de revestimento por fricção de aço inoxidável austenítico sobre aço carbono em centro de usinagem com comando numérico**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais Belo Horizonte, 2016.

TROYSI, F.; SILVA, K.; SANTOS, Í. dos; BRITO, P.; TROYSI, F.; SILVA, K.; SANTOS, Í. dos; BRITO, P. Investigation of Austenitic Stainless Steel Coatings on Mild Steel Produced by Friction Surfacing Using a Conventional CNC Machining Center. *Materials Research*, Materials Research, v. 22, n. 2, 2019. ISSN 1516-1439. Disponível em: <[http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1516-14392019000200215&lng=en&nrm](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1516-14392019000200215&lng=en&nrm)>.

Van Alboom, A.; LEMMENS, B.; BREITBACH, B.; De Grave, E.; COTTENIER, S.; VERBEKEN, K. Multi-method identification and characterization of the intermetallic surface layers of hot-dip Al-coated steel: FeAl<sub>3</sub> or Fe<sub>4</sub>Al<sub>13</sub> and Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> or Fe<sub>2</sub>Al<sub>5+x</sub>. *Surface and Coatings Technology*, v. 324, p. 419–428, sep 2017. ISSN 02578972.

VITANOV, V. I.; JAVAID, N.; STEPHENSON, D. J. Application of response surface methodology for the optimisation of micro friction surfacing process. *Surface and Coatings Technology*, 2010. ISSN 02578972.

WANG, H.-T.; LI, C.-J.; YANG, G.-J.; LI, C.-X. Cold spraying of Fe/Al powder mixture: Coating characteristics and influence of heat treatment on the phase structure. *Applied Surface Science*, North-Holland, v. 255, n. 5, p. 2538–2544, dec 2008. ISSN 0169-4332. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433208017571?via=ihI>>.

YAJIANG, L.; YONGLAN, Z.; YUXIAN, L. Characteristics of phase constitution in the Fe-Al alloy layer of calorized steel pipe. *Journal of Materials Science*, v. 30, n. 10, p. 2635–2639, 1995. ISSN 00222461.