



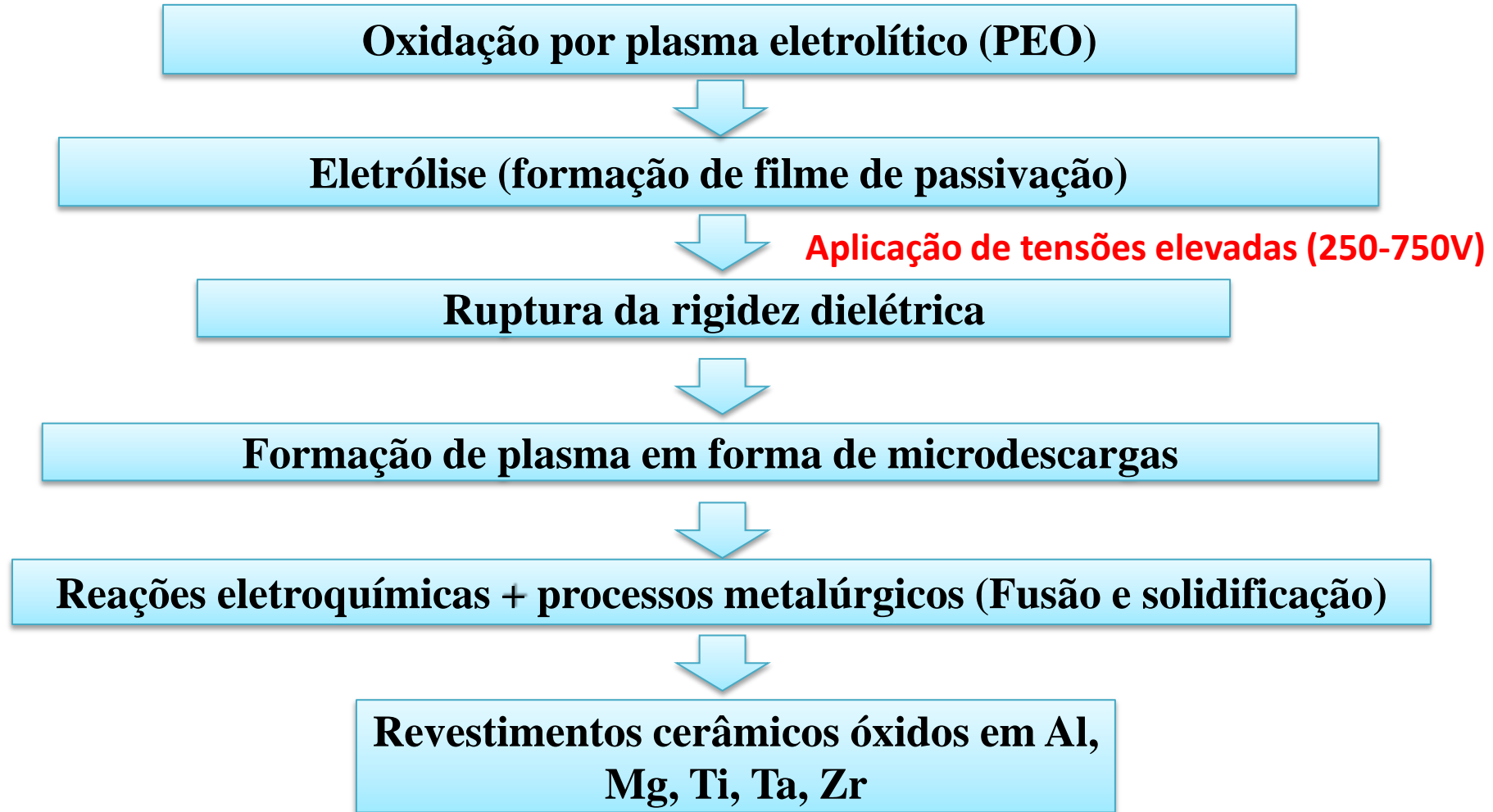
UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

RICHELLY NAYHENE DE LIMA

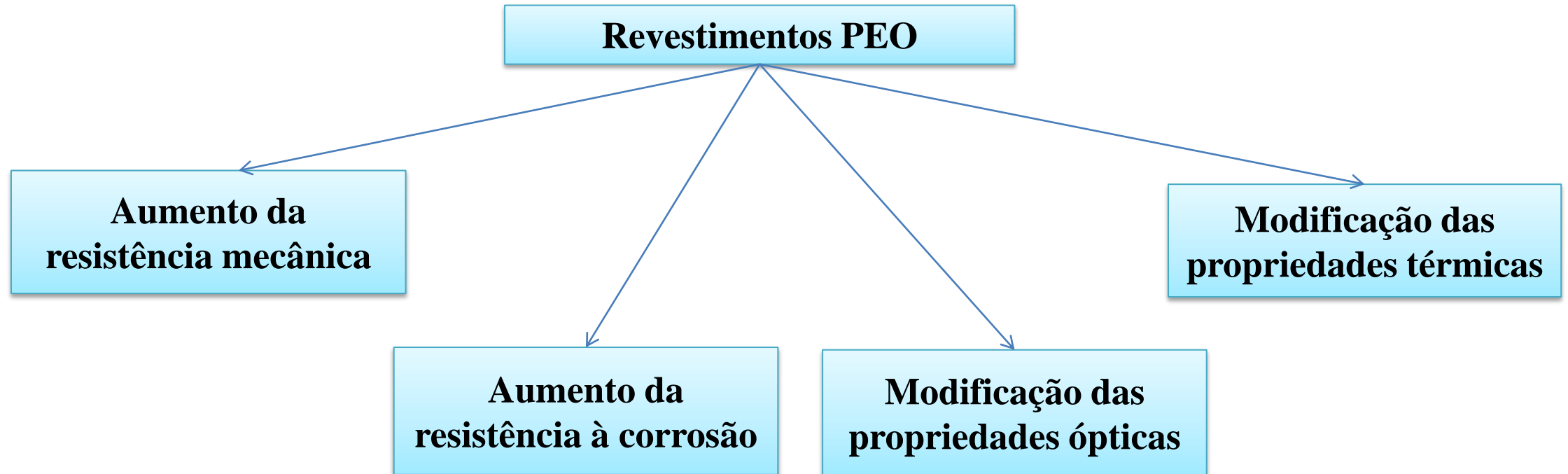
**EFEITO DA LARGURA DE PULSO DE CORRENTE NA OXIDAÇÃO POR PLASMA
ELETROLÍTICO EM ALUMÍNIO COMERCIAL PURO**

Orientador: Prof. Dr. Clodomiro Alves Junior

1. INTRODUÇÃO



1. INTRODUÇÃO



1. INTRODUÇÃO

Parâmetros que influenciam na qualidade do revestimento

Eletrólito

Composição

Concentração

Yang *et al.* (2019)
Pillai e Sharma (2018)

Densidade de corrente

Yerokhin *et al.*, (1999)
Khan *et al.* (2010)

Tempo

Yerokhin *et al.* (1999)
Hussein; Northwood e Nie (2010)

Regime de corrente

Contínua

Pulsada

t_{on} e t_{off}

Ciclo de trabalho

Frequência
(1Hz – 1kHz)

Dehnavi *et al.* (2013)
Egorkin *et al.* (2016)
Hussein; Northwood e Nie (2010)

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Avaliar a influência da largura de pulso de corrente (t_{on}) de alta frequência ($>1\text{kHz}$) nas características das microdescargas e dos revestimentos cerâmicos PEO obtidos sobre alumínio comercial puro (99,5%).

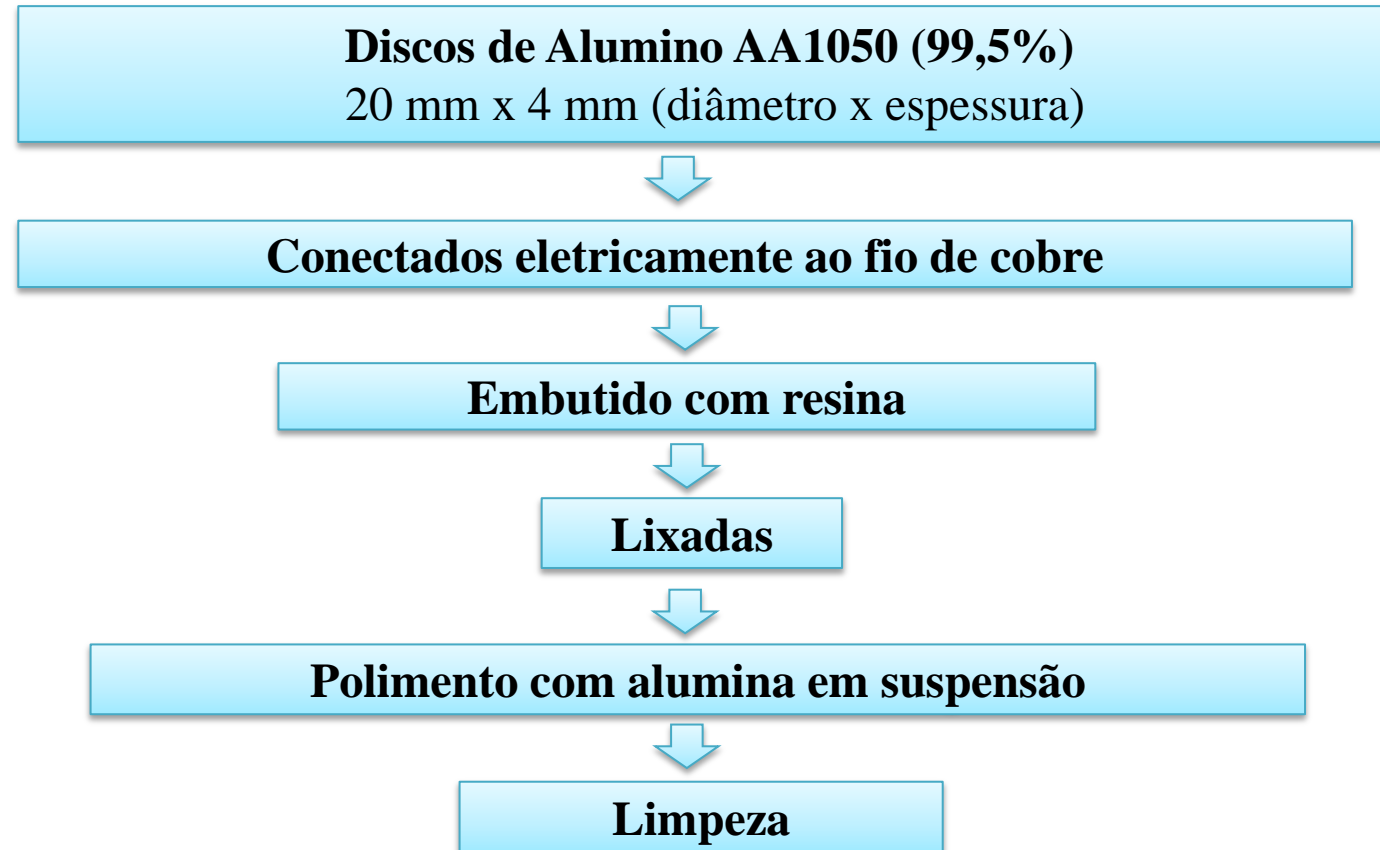
2. OBJETIVOS

2.2 Objetivos Específicos

- ❖ Analisar a evolução das características das microdescargas com a mudança do pulso t_{on} .
- ❖ Identificar as espécies químicas presentes no plasma e analisar a sua evolução durante o tratamento PEO.
- ❖ Caracterizar os revestimentos PEO quanto à morfologia, composição química e composição de fase cristalográfica.
- ❖ Avaliar o comportamento térmico dos revestimentos PEO
- ❖ Avaliar a resistência à corrosão dos revestimentos PEO com a mudança do pulso t_{on} .

4. METODOLOGIA

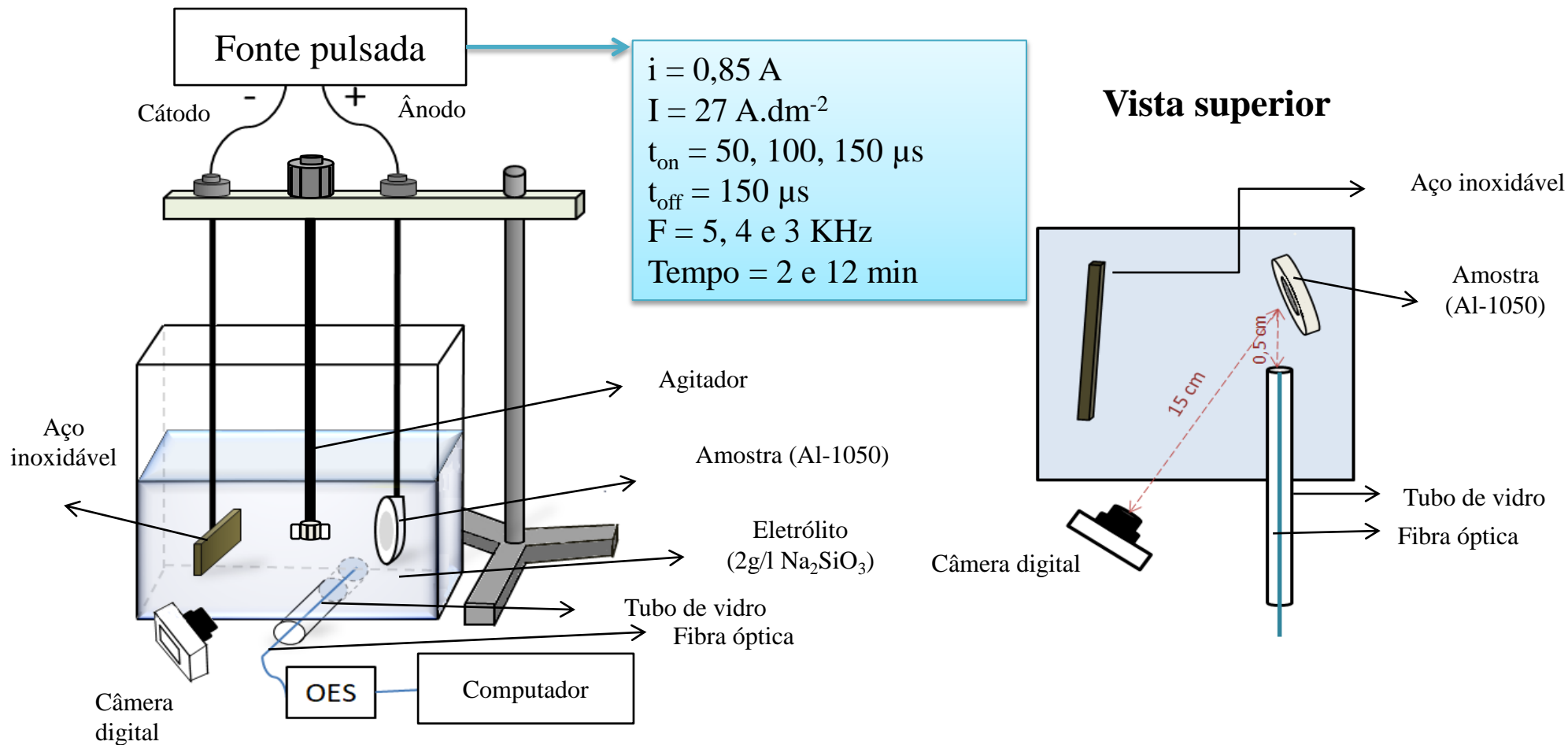
4.1 Preparação das amostras



4. METODOLOGIA

4.2 Processo PEO

Figura 9. Esquema da célula eletrolítica utilizada no processo PEO.



4. METODOLOGIA

4.3 Caracterização

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)



Morfologia superficial e transversal



Software ImageJ
Tamanho, quantidade e distribuição de poros e espessura

Espectrometria de energia dispersiva de raios-X (EDS)



Composição química

Difração de Raios-X (DRX)



Identificação das fases



Software X'pert Highscore plus v.3.0.5 e Match! v.1.11]



Geometria de Bragg-brentano



Fases na camada interna

Técnica GIDRX (geometria Seeman-Bohlin)



Fases na camada superficial

4. METODOLOGIA

4.4 Propriedades dos revestimentos

Propriedade Óptica



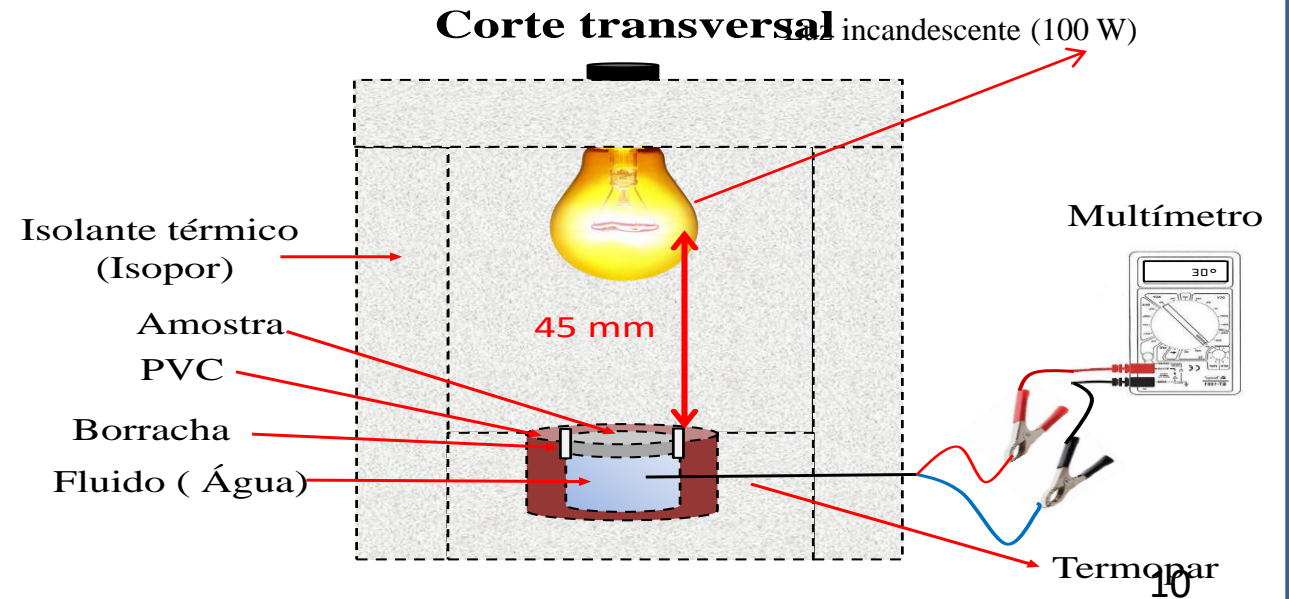
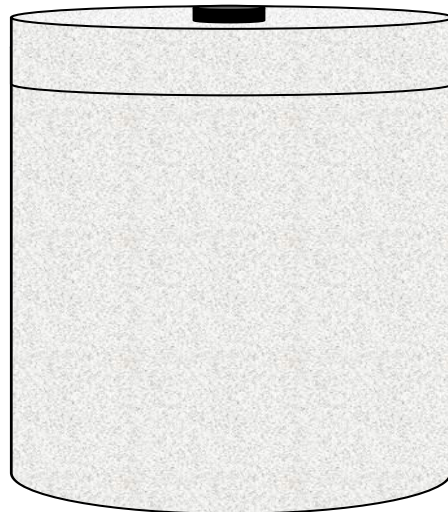
Reflectância óptica
220-1450 nm



Espectrofotômetro
UV-Vis-NIR

Figura 10. Esquema de verificação da eficiência térmica dos revestimentos PEO.

Comportamento
Térmico



4. METODOLOGIA

4.4 Propriedades dos revestimentos

Calculo da eficiência térmica do sistema:

$$E = \frac{Q_a}{Q_i} \cdot 100\% \quad (1)$$

Calor cedido pela lâmpada:

$$Q_i = \frac{P}{4\pi r^2} \cdot A \cdot t \quad (2)$$

Calor absorvido pela água:

$$Q_a = m \cdot c \cdot \underline{\Delta T} \quad (3)$$

P (Potência da lâmpada incandescente) = 100 W

r (Distância da lâmpada até a superfície da amostra) = 0,045 m

A (Área superficial da amostra) = 0,000254 m²

t (Tempo de exposição) = 900 s

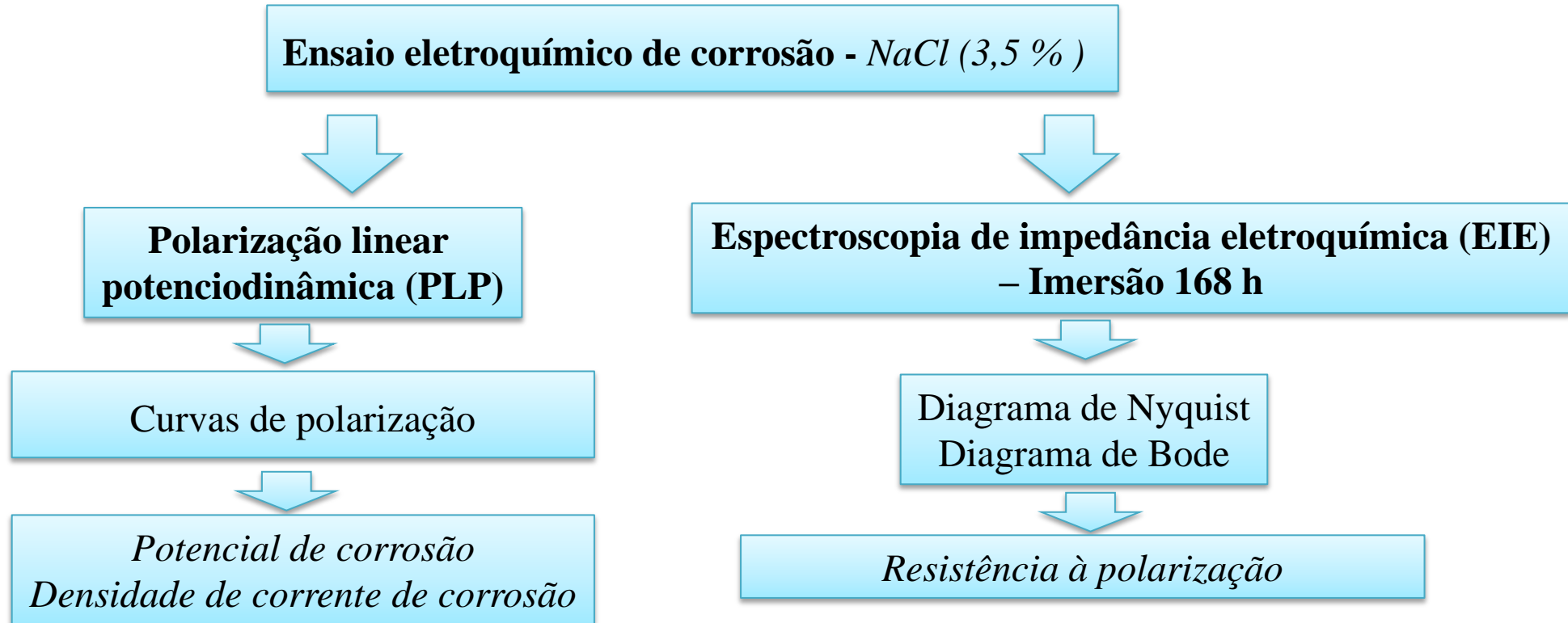
m (Massa do fluido (água destilada)) = 7 g

c (Calor específico do fluido (água destilada)) = 4,184 J/g.°C

$\underline{\Delta T}$ (Variação da temperatura do fluido durante tempo t)

4. METODOLOGIA

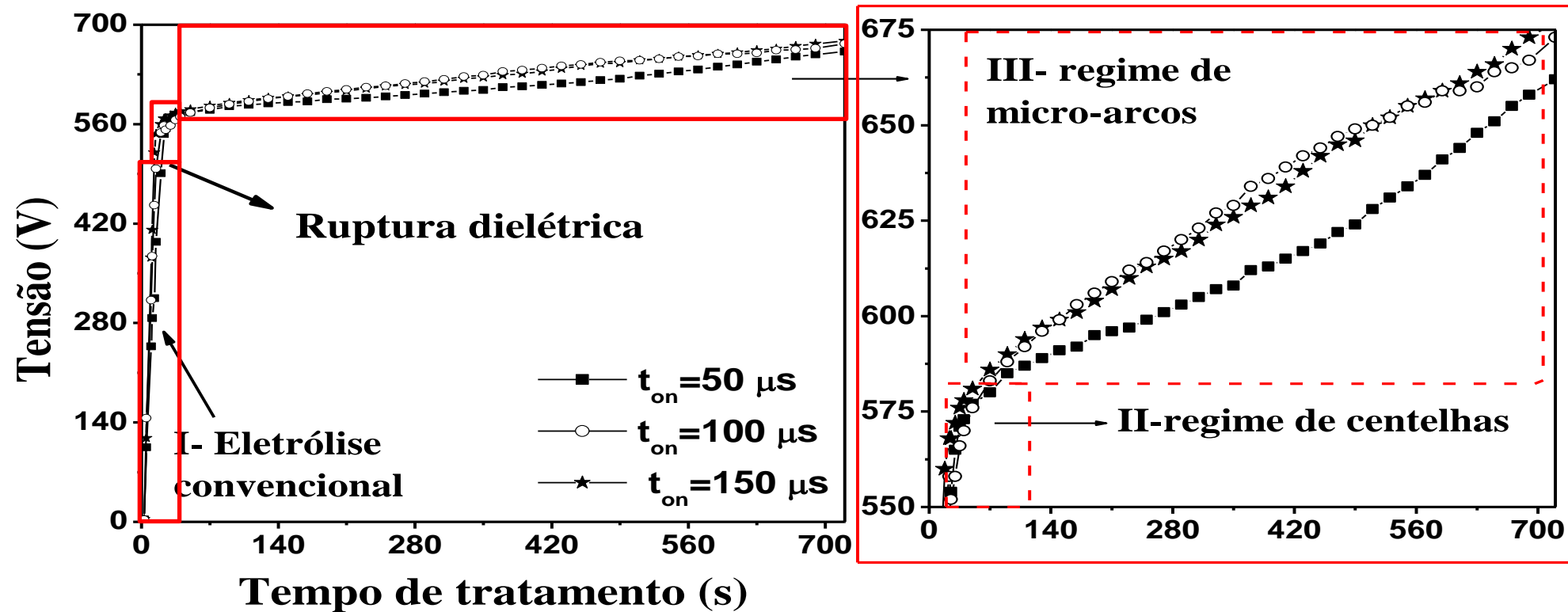
4.4 Propriedades dos revestimentos



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Monitoramento do processo PEO

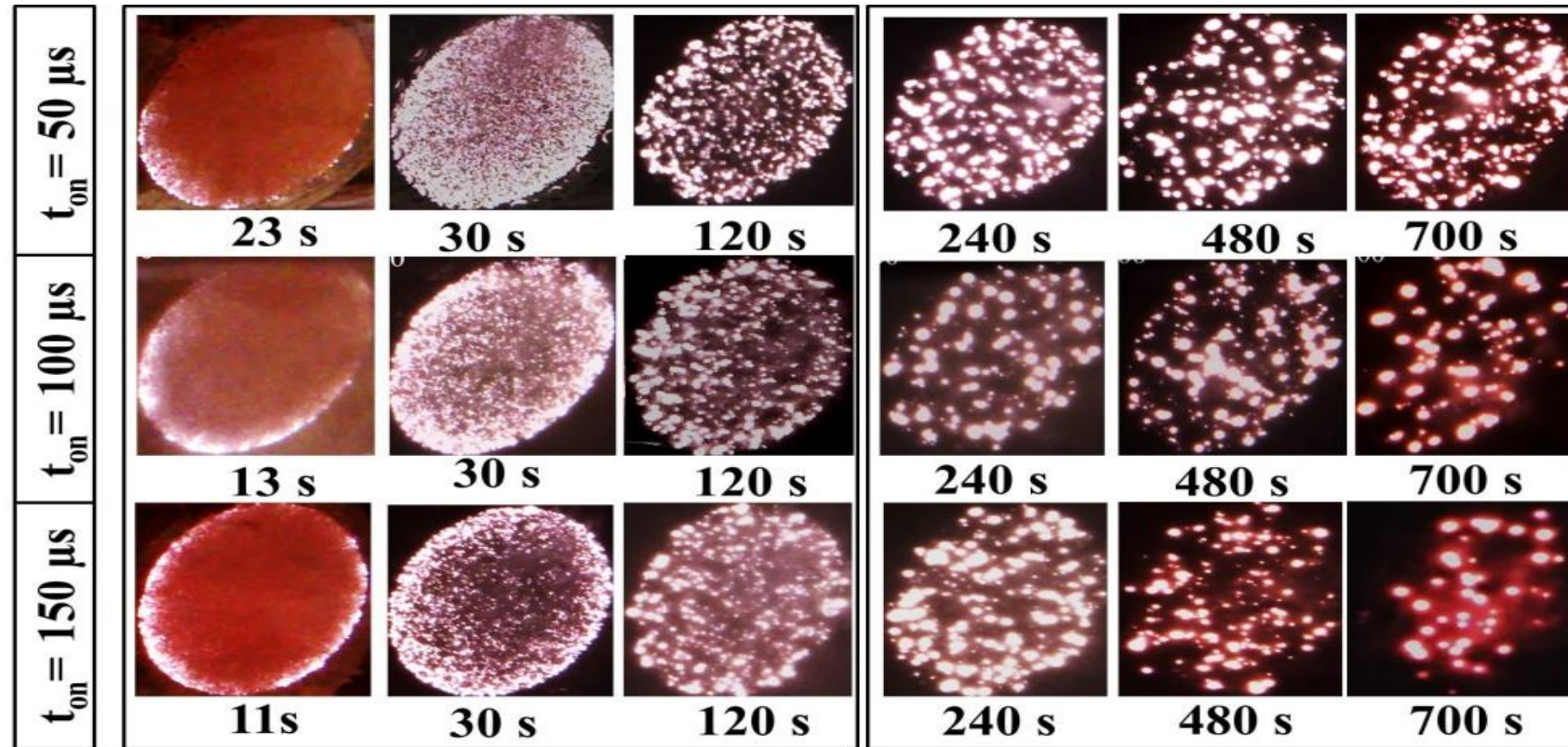
Figura 12. Curvas de tensão versus tempo de tratamento para as três condições de trabalho.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Monitoramento do processo PEO

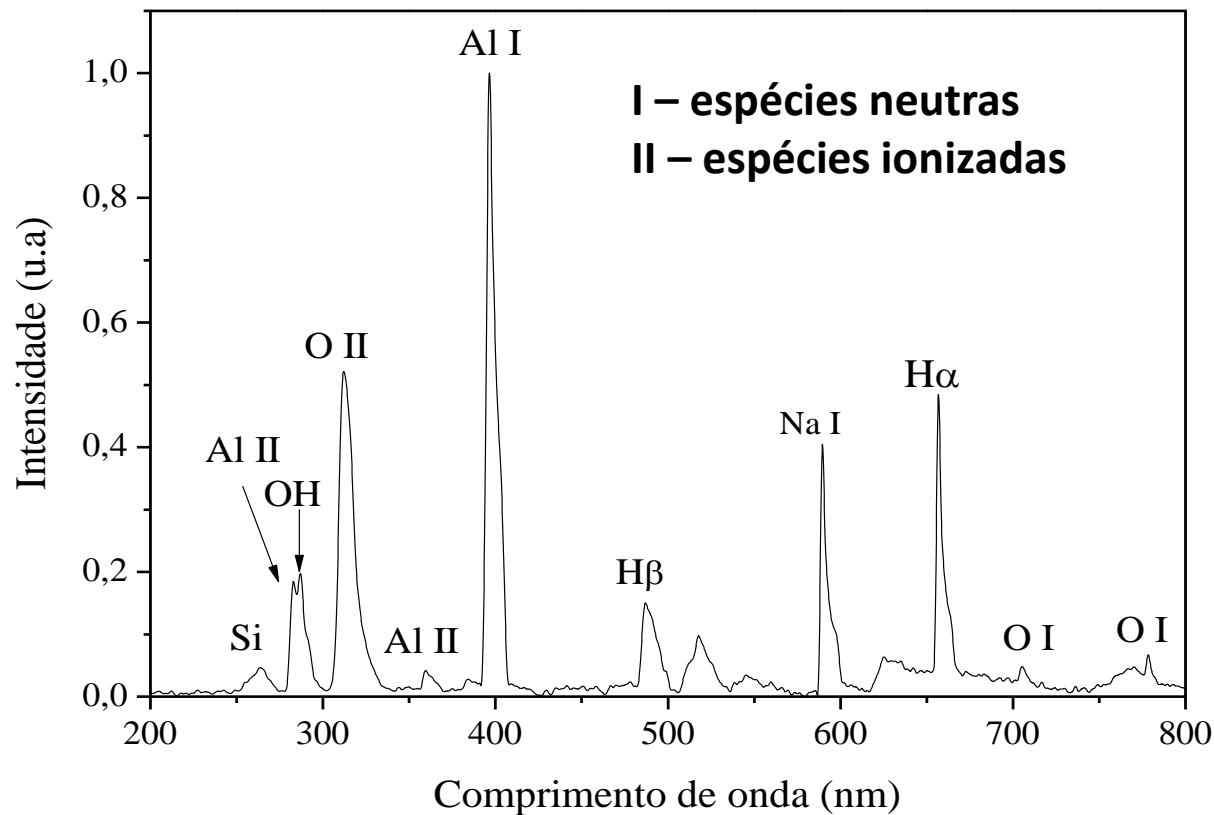
Figura 13. Evolução das microdescargas com o tempo de tratamento para as três condições de trabalho.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Monitoramento do processo PEO

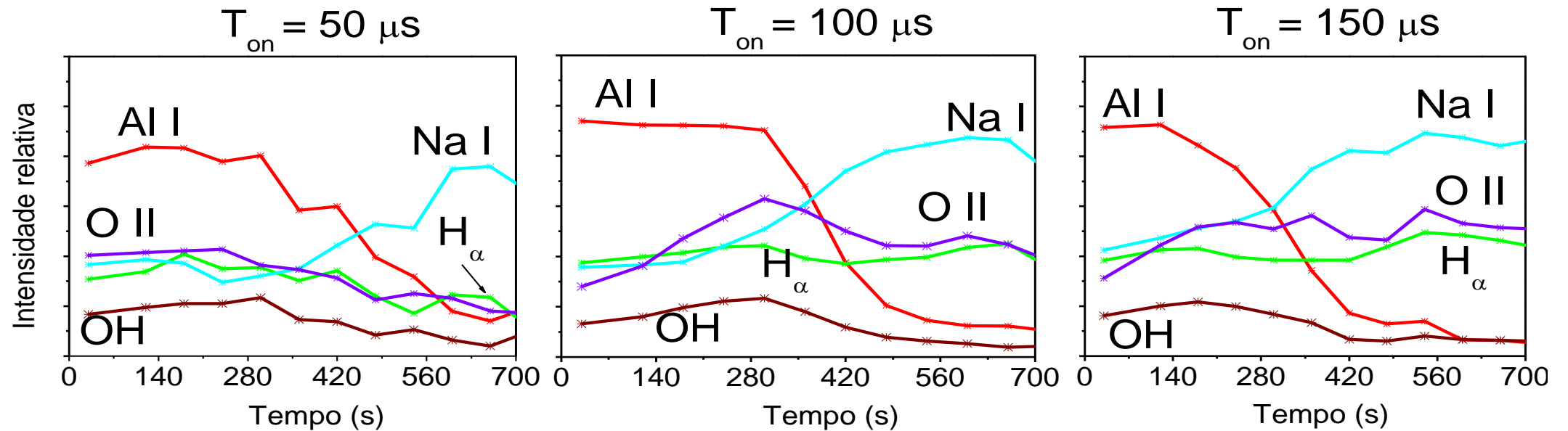
Figura 14. Espectro de emissão óptica obtido com no tempo de 350 s de processo PEO.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Monitoramento do processo PEO

Figura 15. Variação da intensidade das espécies químicas presente no plasma.

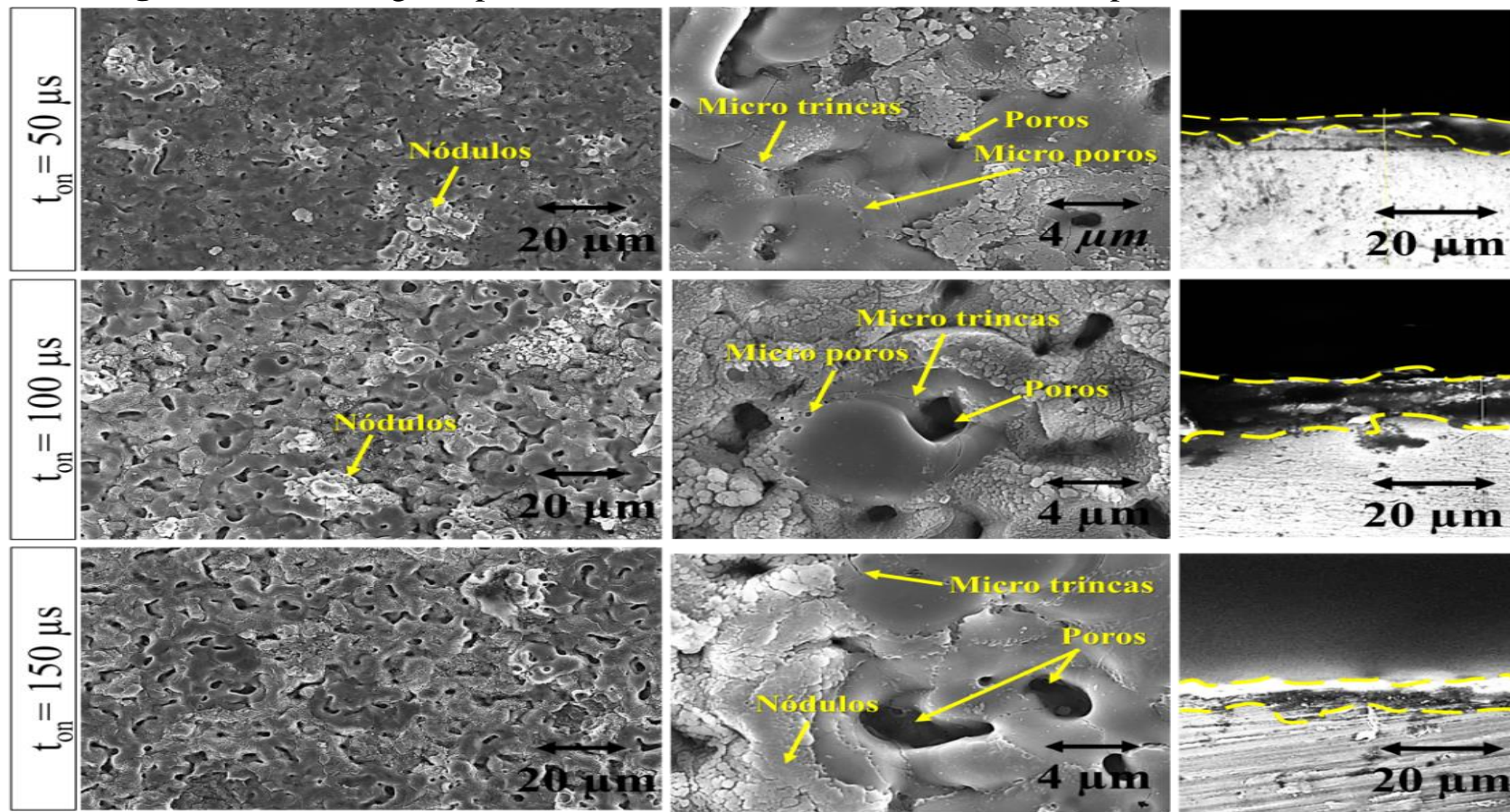


5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.2 Caracterização dos revestimentos PEO

5.2.1 Morfologia

Figura 16. Morfologia superficial e transversal das amostras tratadas por PEO durante 2 minutos.

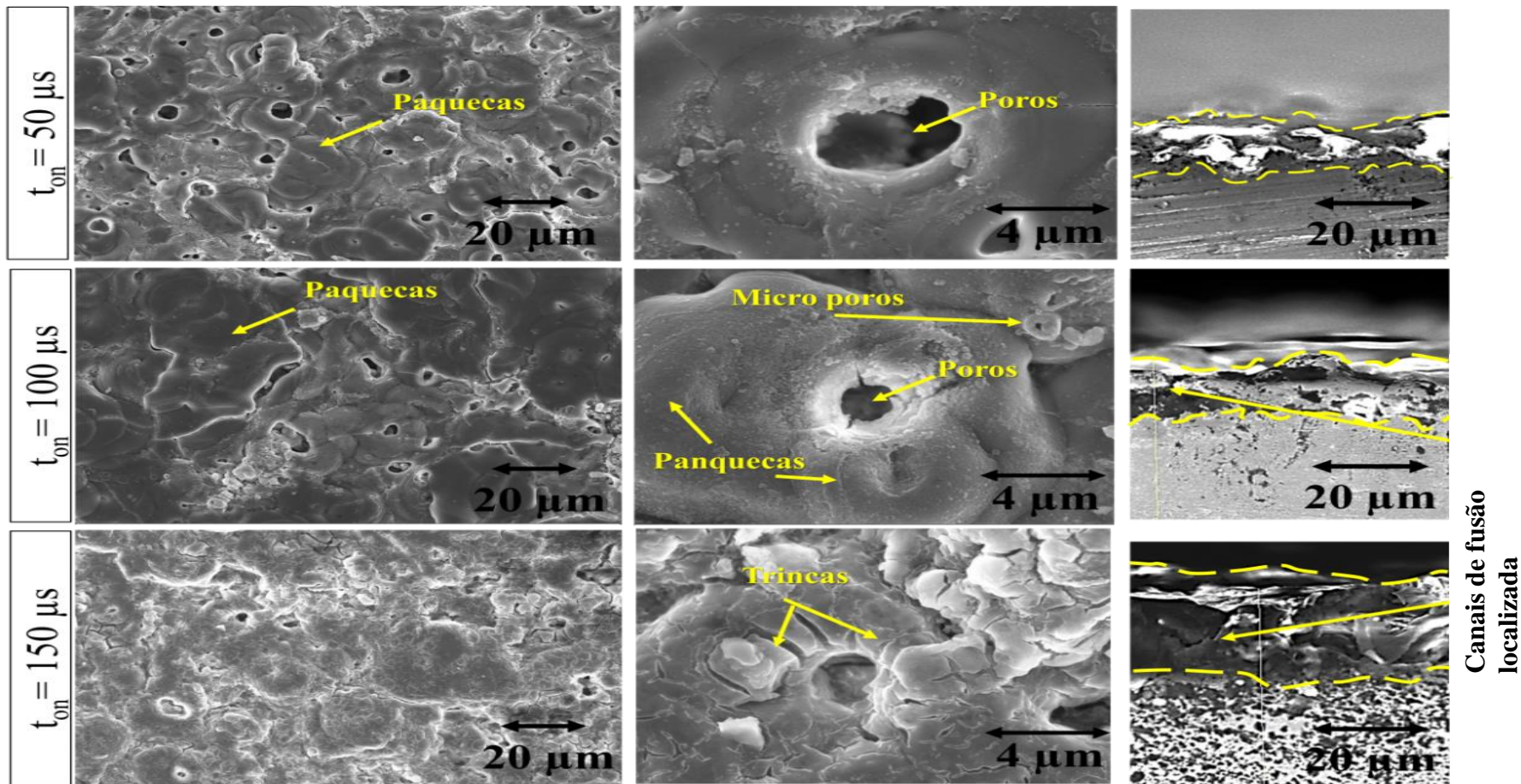


5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.2 Caracterização dos revestimentos PEO

5.2.1 Morfologia

Figura 17. Morfologia superficial e transversal das amostras tratadas por PEO durante 12 minutos.

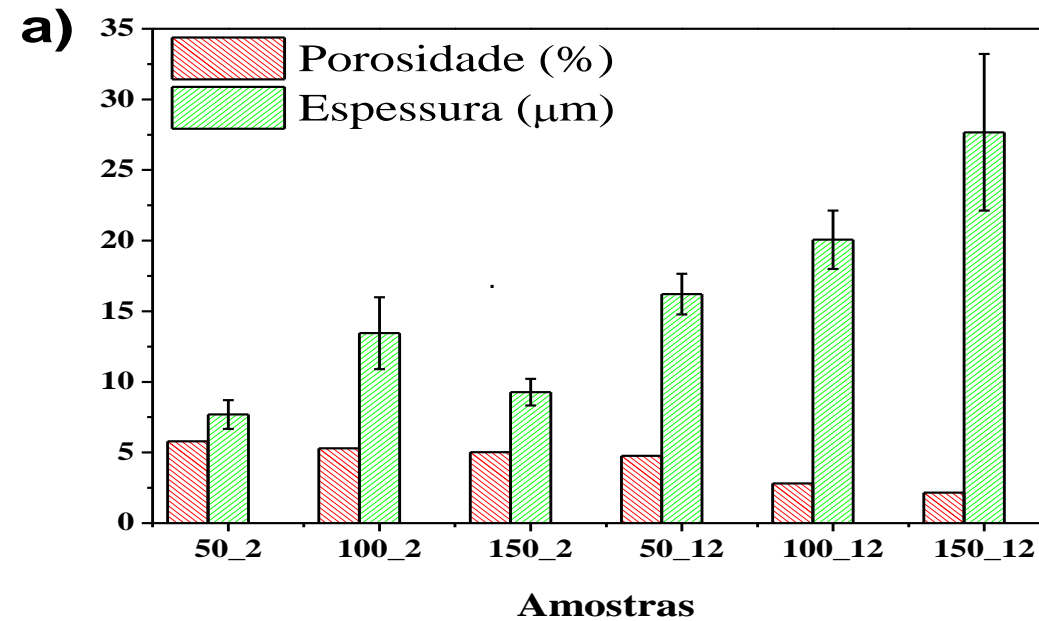


5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.2 Caracterização dos revestimentos PEO

5.2.1 Morfologia

Figura 18. Características topográficas dos revestimentos PEO (a): porosidade e espessura.

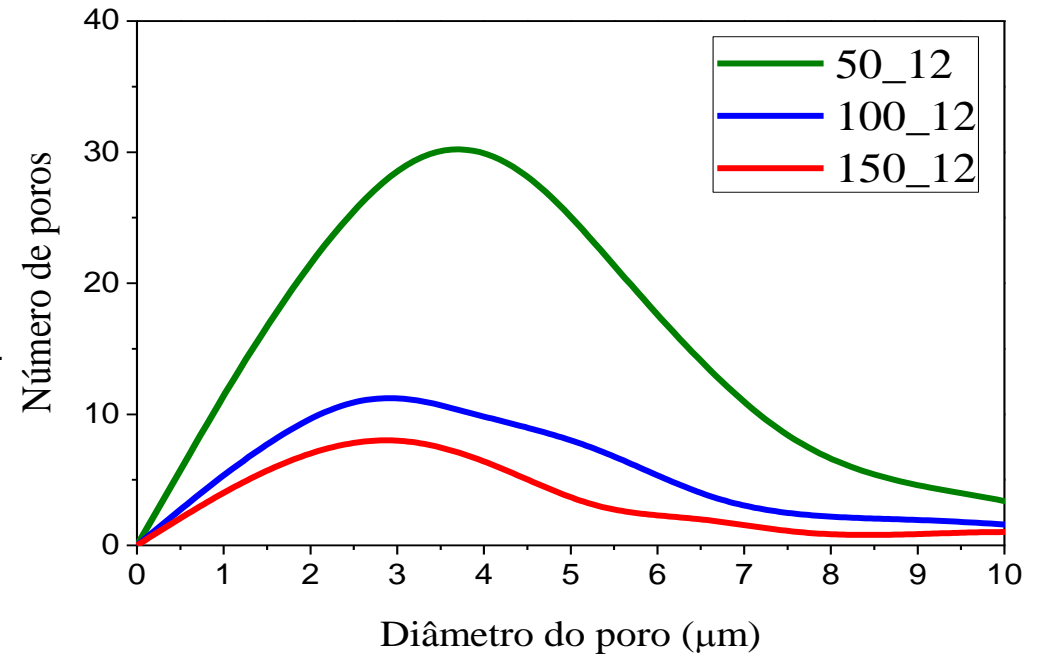
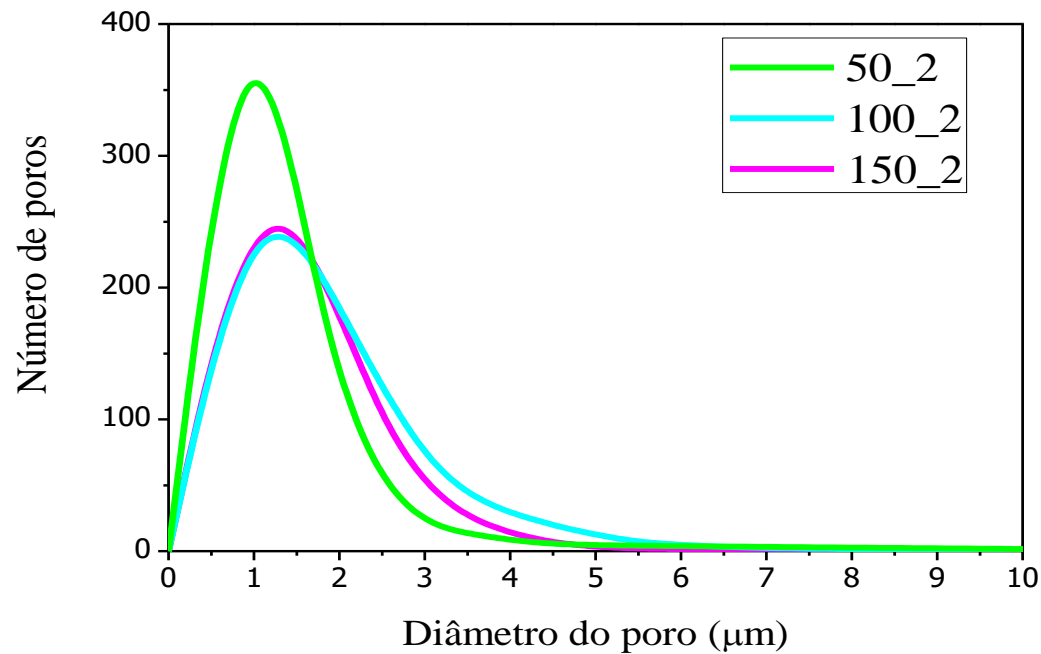


5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.2 Caracterização dos revestimentos PEO

5.2.1 Morfologia

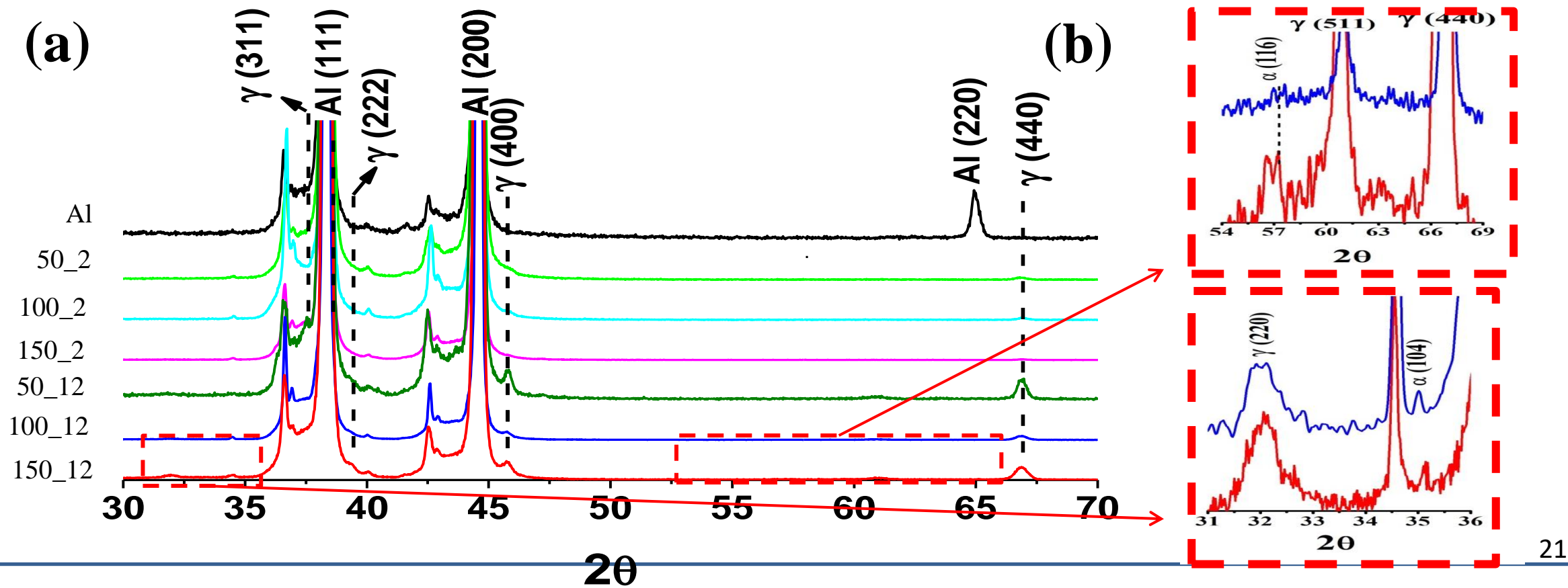
Figura 19. Distribuição de frequência dos poros na superfície dos revestimentos PEO em uma área superficial de $22.500 \mu\text{m}^2$.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.2.1 Identificação das fases e composição química

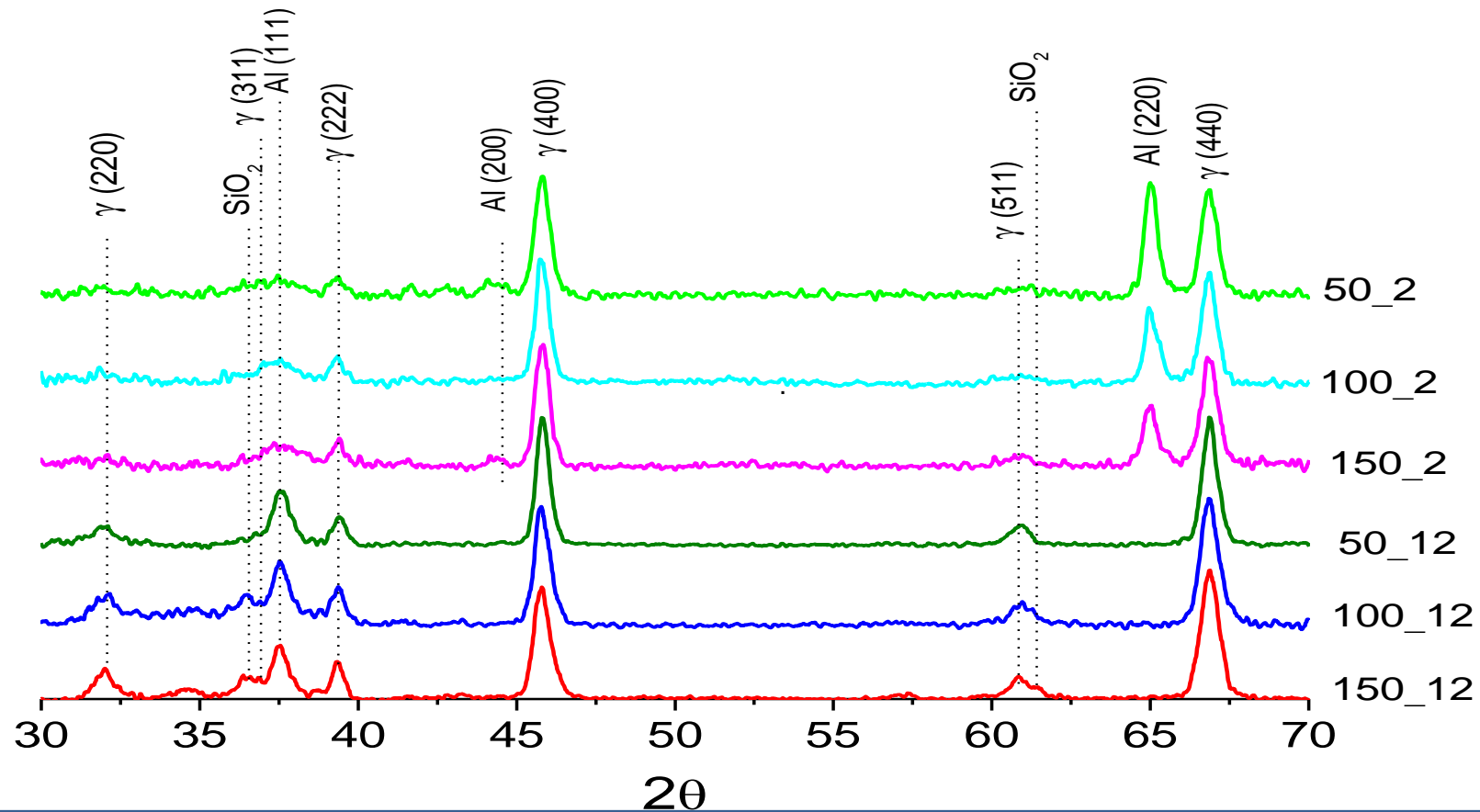
Figura 20. (a) Difratoograma de raios-X dos revestimentos PEO usando geometria de Bragg-Brentano; (b) regiões de ampliação do Difratoograma de raios-X para as amostras 100_12 e 150_12.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.2.1 Identificação das fases e composição química

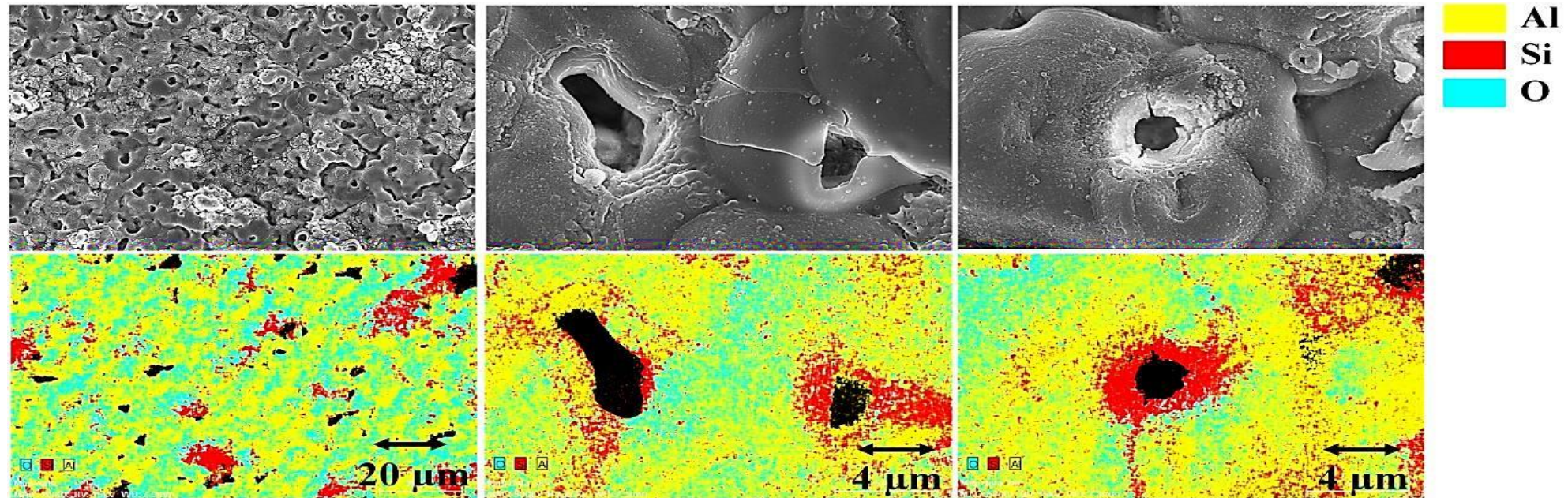
Figura 21. Difratoograma de raios-X dos revestimentos PEO usando incidência rasante de 1°.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.2.1 Identificação das fases e composição química

Figura 23. Mapeamento de EDS dos revestimentos PEO.

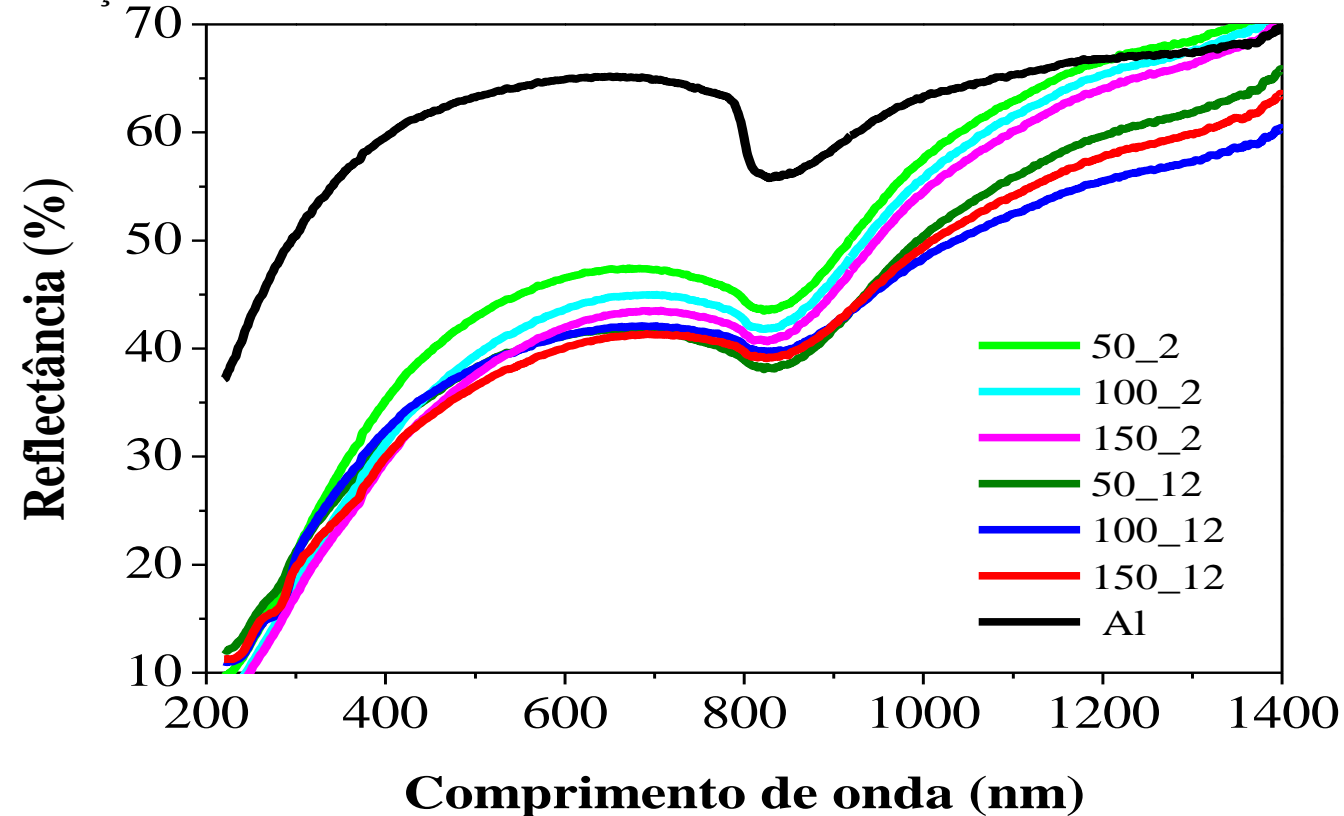


5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.3 Propriedades dos revestimentos PEO

5.3.1. Comportamento térmico

Figura 26. Espectro de reflectância na região UV-Vis-NIR do Al -1050 sem tratamento e tratado por PEO em diferentes condições.

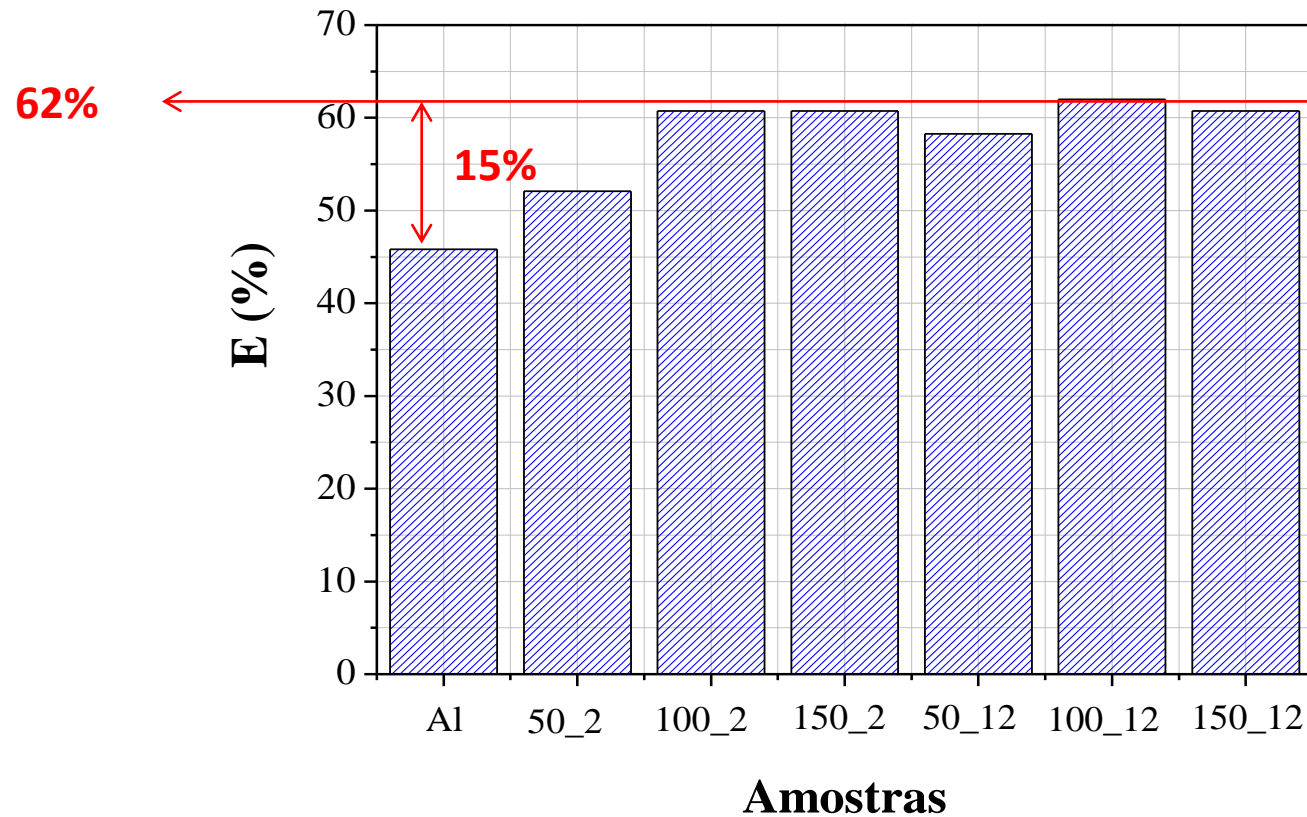


5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.3 Propriedades dos revestimentos PEO

5.3.1. Comportamento térmico

Figura 27. Eficiência térmica.

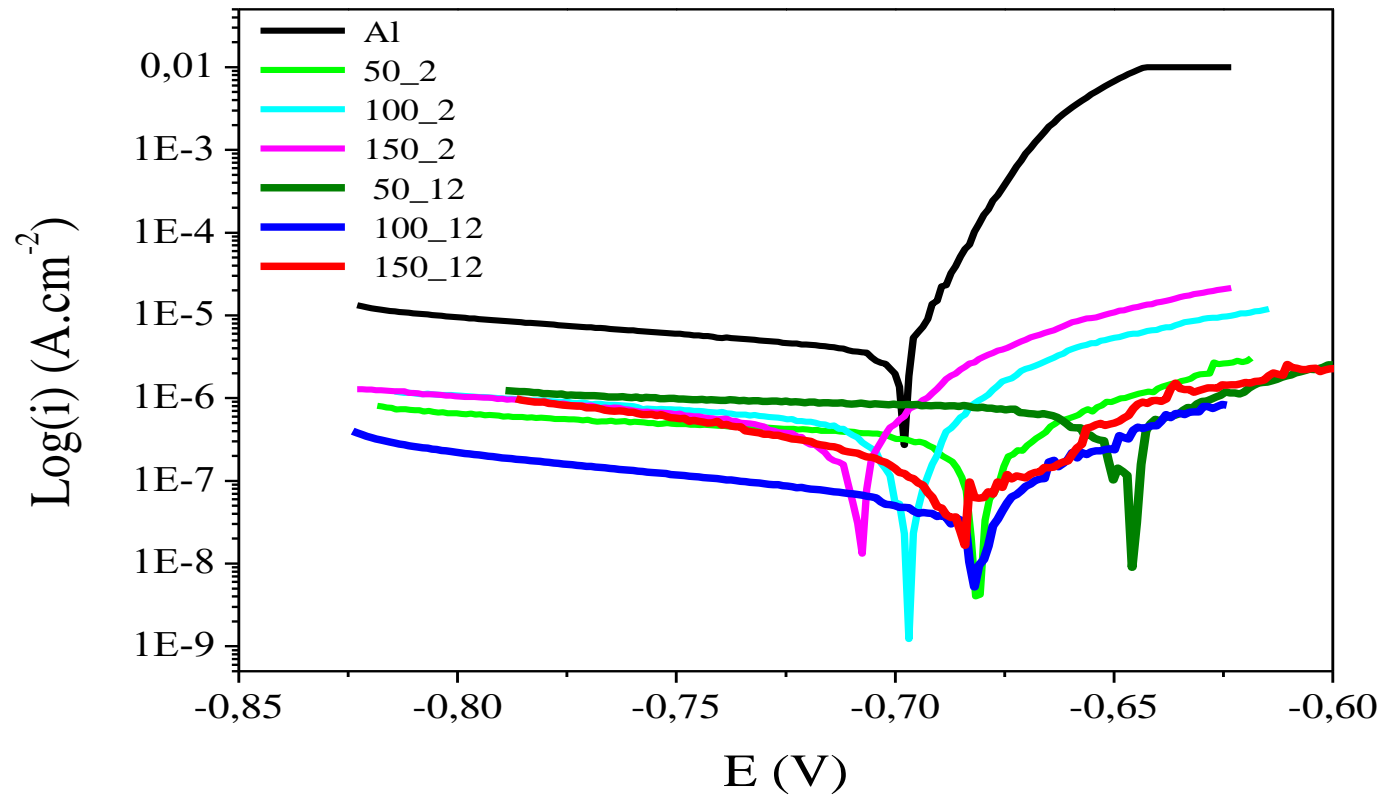


5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.3 Propriedades dos revestimentos PEO

5.3.2. Ensaio de corrosão

Figura 28. Curvas de polarização em meio NaCl 3,5% do Al -1050 sem tratamento e tratado por PEO.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.3 Propriedades dos revestimentos PEO

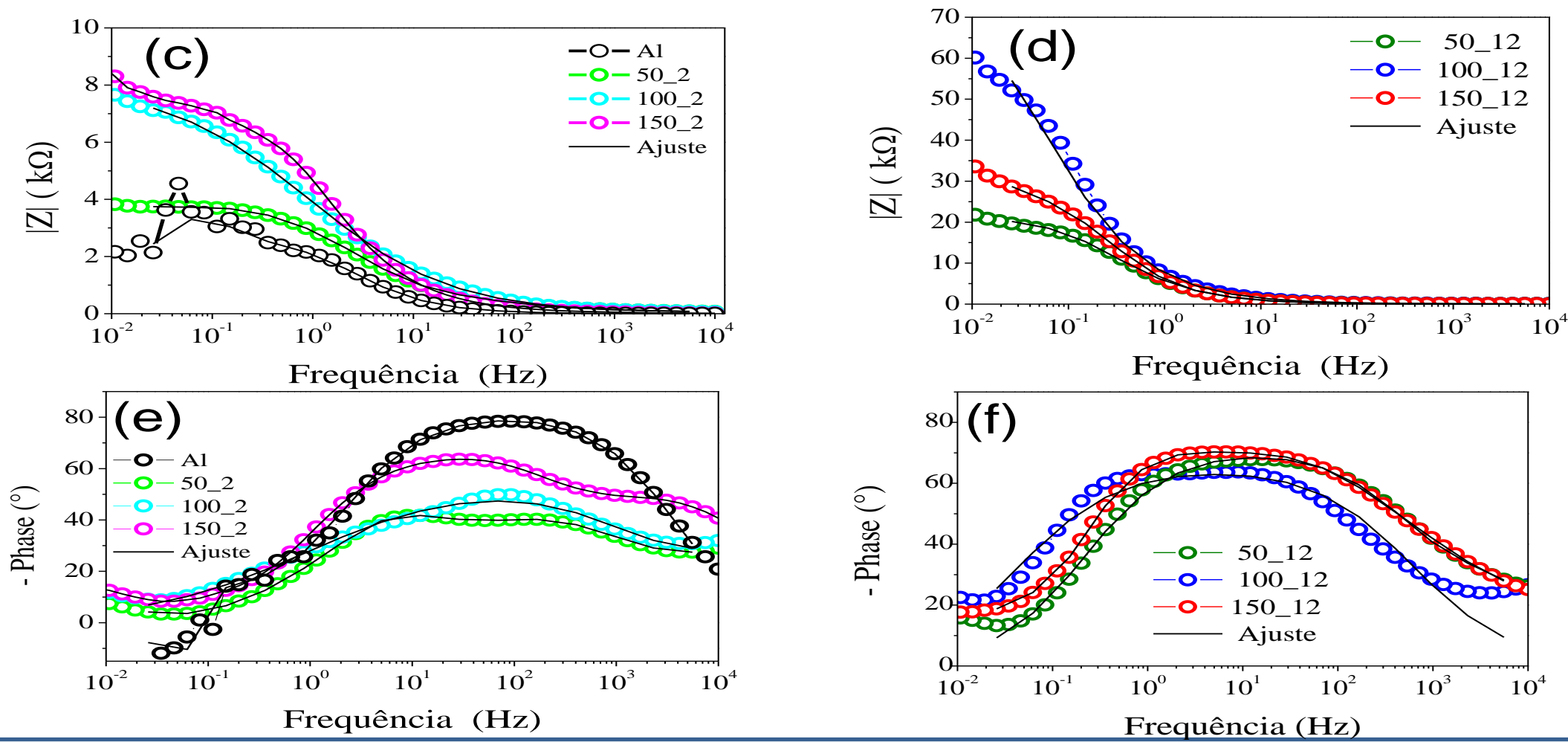
5.3.2. Ensaio de corrosão

Tabela 2. Potencial de corrosão (E_{corr}) e densidade de corrente (I_{corr}) do Al -1050 sem tratamento e tratado por PEO obtidos pelo método de PLP em meio NaCl 3,5 %.

Amostras	E_{corr} (V)	i_{corr} (A.cm ⁻²)
Al	-0,699	2,383E-05
50_2	-0,681	5,800 E-07
100_2	-0,696	2,590 E-07
150_2	-0,709	3,148 E-07
50_12	-0,647	4,381 E-07
100_12	-0,682	5,807 E-08
150_12	-0,684	1,412 E-07

Fonte: NOVA v. 1.11

Figura 29. Diagramas de impedância do Al-1050 puro e tratado por PEO em meio 3,5 % de NaCl após 168 h de imersão na solução. (c-d) Diagrama de Bode módulo; (e-f) Diagrama de Bode fase.



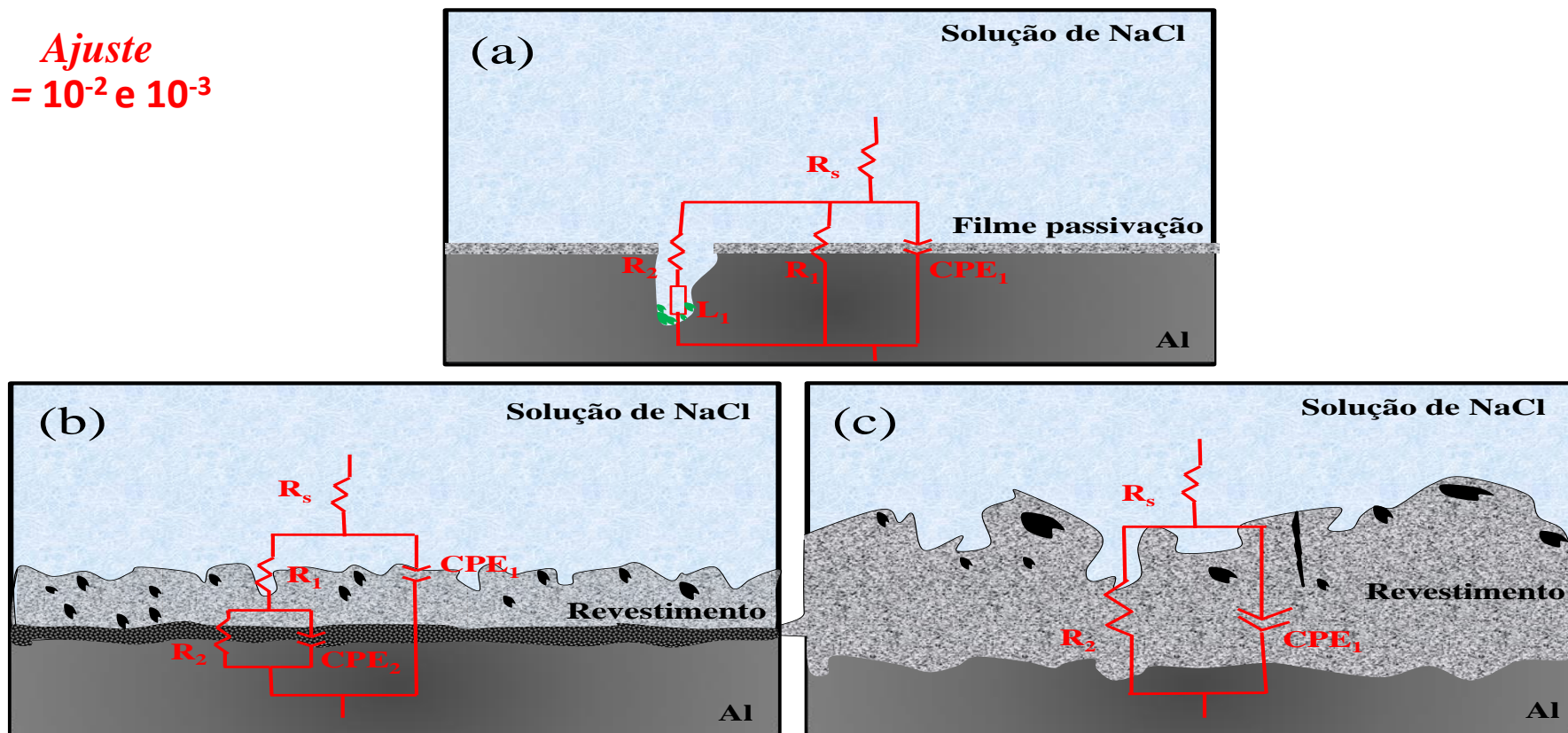
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.3 Propriedades dos revestimentos PEO

5.3.2. Ensaio de corrosão

Figura 30. Circuito equivalente (a) Al-1050; (b) Revestimentos PEO tratado por 2 min; (c) Revestimento PEO tratado por 12 minutos.

Ajuste
 $\chi^2 = 10^{-2}$ e 10^{-3}



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.3 Propriedades dos revestimentos PEO

5.3.2. Ensaio de corrosão

Tabela 3. Dados obtidos pelo ajuste do circuito equivalente dos revestimentos PEO em meio NaCl 3,5 % após 168 horas de imersão.

Amostras	R_s ($\Omega.cm^2$)	CPE_{1-Q} (F.cm ⁻²)	n	R_1 (k $\Omega.cm^2$)	CPE_{2-Q} (F.cm ⁻²)	n	R_2 (k $\Omega.cm^2$)	L_1 (H)
Al	8,350	4,4949E-5	0,89739	2,843	-	-	1,376	34975
50_2	15,64	4,1642E-5	0,61968	0,191	1,1363E-5	0,94166	2,752	-
100_2	14,87	4,5486E-5	0,47614	0,128	1,4891E-5	0,70001	8,062	-
150_2	18.950	5,9406E-6	0,87656	0,070	2,7151E-5	0,75497	7,578	-
50_12	25,06	-	-	-	3,8666E-5	0,77939	22,225	-
100_12	19,66	-	-	-	3,2421E-5	0,73886	76,817	-
150_12	19,26	-	-	-	3,7538E-5	0,79283	33,606	-

Fonte: Zview v.2

Camada externa
(PEO)

Camada interna
(eletrólise)

Camada PEO

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

- ❖ Diminuição de t_{on} - Formação de microdescargas bem distribuídas a longo do substrato associado à diminuição do efeito de borda.
- ❖ A mudança de t_{on} não interferiu na evolução das espécies presentes durante o tratamento PEO.
- ❖ Diminuição de t_{on} - Maior porosidade e menor a espessura, principalmente, no regime de micro-arcos (12 minutos de tratamento).
- ❖ Aumento de t_{on} - Presença de fase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ na camada interna, fase $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ na superfície e fase SiO_2 nas bordas dos poros ou na proximidade das trincas.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

- ❖ Aumento de t_{on} - Os revestimentos PEO **umenta a absorbância do alumínio no espectro solar**, o que levou a uma **eficiência térmica de até 62%** em um sistema de aquecimento de água.
- ❖ Aumento de t_{on} - **Diminuição na cinética de corrosão** e um **aumento na resistência** a corrosão em meio NaCl 3,5%.

REFERÊNCIAS

- AL, Mohannad M. S.; MA, Keng-jeng; CHIEN, Hsi-hsin. The effect of MAO processing time on surface properties and low temperature infrared emissivity of ceramic coating on aluminium 6061 alloy. **Infrared Physics & Technology**, v. 60, p. 323–334, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.infrared.2013.06.006>>
- BOGAERTS, Walter F. Materials for photothermal solar energy conversion. **Journal of Materials Science**, v. 18, p. 2847–2875, 1983.
- CHRASKA, P., et al. Alumina-base plasma-sprayed materials part I: Phase stability of alumina and alumina-chromia. **Journal of thermal spray technology** v. 6.3, p.320-326, 1997.
- DEHNAVI, Vahid et al. Effect of duty cycle and applied current frequency on plasma electrolytic oxidation (PEO) coating growth behavior. **Surface and Coatings Technology**, v. 226, p. 100–107, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.03.041>>
- DEHNAVI, Vahid et al. Phase transformation in plasma electrolytic oxidation coatings on 6061 aluminum alloy. **Surface and Coatings Technology**, v. 251, p. 106–114, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.04.010>>
- FARHADI, S. S. et al. Wettability and Corrosion Behavior of Chemically Modified Plasma Electrolytic Oxidation Nanocomposite Coating. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 26, n. 10, p. 4800–4809, 2017.
- GUPTA, P. et al. Electrolytic plasma technology: Science and engineering—An overview. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, n. 21 SPEC. ISS., p. 8746–8760, 2007.
- HUSSEIN, R. O.; NIE, X.; NORTHWOOD, D. O. An investigation of ceramic coating growth mechanisms in plasma electrolytic oxidation (PEO) processing. **Electrochimica Acta**, v. 112, p. 111–119, 2013. a. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.electacta.2013.08.137>>
- HUSSEIN, R. O.; NIE, X.; NORTHWOOD, D. O. The application of plasma electrolytic oxidation (PEO) to the production of corrosion resistant coatings on magnesium alloys: a review. **Corrosion and Materials**, v. 38, n. 1, p. 55–65, 2013. b.
- HUSSEIN, R. O.; NORTHWOOD, D. O.; NIE, X. Coating growth behavior during the plasma electrolytic oxidation process. **Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 28, n. 4, p. 766–773, 2010. Disponível em: <<http://avs.scitation.org/doi/10.1116/1.3429583>>



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

RICHELLY NAYHENE DE LIMA

EFEITO DA LARGURA DE PULSO DE CORRENTE NO PROCESSO DE OXIDAÇÃO POR PLASMA ELETROLÍTICO EM ALUMÍNIO COMERCIAL PURO

Orientador: Prof. Dr. Clodomiro Alves Junior
