

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**

**ANDRESSA BOENO DE LIMA**

**EFEITOS DA DEPOSIÇÃO DE REVESTIMENTOS DE NIÓBIO NA TAXA DE  
CORROSÃO DO AÇO DOMEX 700**

**GUARAPUAVA**

**2022**

**ANDRESSA BOENO DE LIMA**

**EFEITOS DA DEPOSIÇÃO DE REVESTIMENTOS DE NIÓBIO NA TAXA DE  
CORROSÃO DO AÇO DOMEX 700**

**Effects of niobium coatings deposition on the corrosion rate of DOMEX 700  
steel**

Trabalho de conclusão de curso de graduação  
apresentado como requisito para obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia Mecânica da Universidade  
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientadora: Dra. Viviane Teleginski Mazur

Coorientador: Dr. Maurício Marlon Mazur

**GUARAPUAVA**

**2022**



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho,  
para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s)  
autor(es) e que licenciem as novas criações sob termos idênticos.

Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta  
obra não são cobertos pela licença.

**ANDRESSA BOENO DE LIMA**

**ESTUDO DOS EFEITOS DA DEPOSIÇÃO DE REVESTIMENTOS DE NIÓBIO NA  
TAXA DE CORROSÃO DO AÇO DOMEX 700**

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação  
apresentado como requisito para obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia Mecânica da Universidade  
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 14 de junho de 2022

---

Viviane Teleginski Mazur  
Doutorado  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

---

Sidnei Antonio Pianaro  
Doutorado  
Universidade Estadual de Ponta Grossa

---

Kleber Franke Portella  
Doutorado  
Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento - LACTEC

O termo de aprovação assinado encontra-se na Coordenação do Curso.

**GUARAPUAVA  
2022**

Dedico este trabalho aos meus pais, pelo  
apoio e incentivo incondicional.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço à Deus, por me dar forças e discernimento em todos os momentos e me permitir conquistar meus sonhos e objetivos.

Agradeço à minha mãe, Catarina N. Boeno de Lima, pelo carinho, cuidado e exemplo de amor durante todos esses anos. Ao meu pai, Matusalen de Lima, pelo amor, por ensinar o valor dos meus estudos, e principalmente por ser o primeiro a me incentivar a gostar de ciência. Por todo o sacrifício e apoio sem medir esforços, amo vocês.

À minha irmã, Andréia B. Lima, pelo carinho, atenção e por ser meu exemplo de dedicação e esforço. Obrigada pela companhia, amizade e por todos os momentos que me auxiliou e orientou, se cheguei até aqui foi também por seu exemplo.

Ao meu amor, namorado e melhor amigo, Jean Siqueira de Oliveira, por estar ao meu lado nessa jornada, me incentivar e acreditar em mim mais que tudo. Obrigada por dividir as angústias, ansiedade e por ser o meu abraço seguro quando precisei.

À minha orientadora, Prof. Dra. Viviane Teleginski Mazur pelo seu dom de ensinar e pela sua presença desde a Iniciação Científica até esse momento. Obrigada por contribuir com seus ensinamentos imensuráveis que proporcionaram a realização deste trabalho e por ser a inspiração de profissional e principalmente de mulher na pesquisa que admiro.

Ao meu coorientador, Dr. Maurício Marlon Mazur, pelo apoio com os ensaios de deposição, pelo conhecimento repassado e por me apresentar essa área da pesquisa. À técnica de laboratório Adriana e Silva da Costa, pela atenção, ensinamentos práticos e conselhos durante esses anos.

Às minhas amigas Ana, Iasmin, Janaína e Mylena, que sempre estiveram presentes durante esse período. À minha amiga e companheira de laboratório, Stella. Dividir com você as risadas e as dificuldades dos experimentos deixou tudo mais fácil.

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná, pelo ensino de qualidade, estrutura, suporte e anos de aprendizado nessa instituição. À Universidade Estadual de Ponta Grossa e ao professor Maurício Marlon Mazur pelas deposições à plasma necessárias para a realização desse trabalho.

Por fim, a todos os professores que contribuíram de forma direta ou indireta para a minha formação acadêmica e profissional, obrigada!

Tornamos nosso mundo significativo pela coragem de nossas perguntas e pela profundidade de nossas respostas.

(CARL SAGAN, 1980).

## RESUMO

LIMA, Andressa Boeno. **Efeitos da deposição de revestimentos de nióbio na taxa de corrosão do aço DOMEX 700**. 2022. 61 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Coordenação de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Guarapuava, 2022.

O DOMEX 700 é um aço de alta resistência mecânica e baixa liga, utilizado em projetos estruturais, máquinas pesadas e maquinários agrícolas. A sua resistência à corrosão tem sido objeto de pesquisa para permitir sua utilização em ambientes corrosivos. Neste trabalho, depositou-se por *Plasma Magnetron Sputtering* revestimentos de nióbio utilizando como gás de trabalho o argônio, nitrogênio e oxigênio, e uma posterior refusão em processo de solda TIG autógena na amostra com gás de trabalho O<sub>2</sub>. Os efeitos na taxa de corrosão foram analisados em solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 M, pois a sua influência na resistência à corrosão do nióbio já foi demonstrada, bem como a formação de óxidos estáveis de nióbio em solução aquosa, medindo-se o potencial de circuito aberto e realizando-se as técnicas de polarizações. A taxa de corrosão foi determinada para o metal base e para as amostras revestidas. Os resultados indicaram que os revestimentos de nióbio reduziram no mínimo em 82% a taxa de corrosão do aço DOMEX 700, entretanto houve a diluição dos revestimentos após a polarização. O revestimento com posterior refusão reduziu em 98% e indicou resultados promissores para melhorar a aderência dos revestimentos para permitir uma possível aplicação industrial.

**Palavras-chave:** Resistência à corrosão; Magnetron Sputtering; DOMEX 700; Nióbio.

## ABSTRACT

LIMA, Andressa Boeno. **Effects of niobium coatings deposition on the corrosion rate of DOMEX 700 steel**. 2022. 61 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Coordenação de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Guarapuava, 2022.

DOMEX 700 is a high strength, low-alloy steel used in structural design, heavy machinery and agricultural machinery. The corrosion resistance of these steels has been the subject of research in order to allow its use in corrosive environments. In this work, Plasma Magnetron Sputtering was employed to deposit niobium coatings using argon, oxygen and nitrogen as working gas, and later remelted in the process of autogenous TIG welding on the sample with O<sub>2</sub> working gas. The effects on the corrosion rate were analyzed in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 M solution, because its influence on the corrosion resistance of niobium has already been demonstrated, as well as the formation of stable niobium oxides in aqueous solution, by measuring the open circuit potential and carrying out the polarization techniques. The corrosion rate was determined for the base metal and the coated samples. The results indicated that the niobium coatings reduced the protection rate of DOMEX 700 steel by at least 82%, however there was a dilution of the coatings after polarization. The coating with subsequent remelting reduced by 98% and indicated promising results to improve the adhesion of coatings to allow a possible industrial application.

**Palavras-chave:** Corrosion resistance; Magnetron Sputtering; DOMEX 700; Niobium.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Microestrutura ferrítica do aço DOMEX 700 .....	17
Figura 2 - Modelo ilustrativo do processo de "sputtering" dos átomos no PMS .....	19
Figura 3 - Desenho esquemático do processo da soldagem TIG autógena.....	20
Figura 4 - Diagrama de fases Fe-Nb .....	22
Figura 5 - Célula eletroquímica .....	25
Figura 6 - Gráfico para análise de resultados da micropolarização.....	26
Figura 7 - Cálculo da corrente de corrosão anódica (icorr) .....	27
Figura 8 - (a) Retificadora manual e (b) Substrato retificado.....	29
Figura 9 - (a) Equipamento de Plasma Magnetron Sputtering; (b) esquema do equipamento e (c) fotografia da deposição de Nb com gás de trabalho N <sub>2</sub> .....	31
Figura 10 - Célula de corrosão (a) desenvolvida por Andrade (2019) e (b) adaptada por Lima, Mazur e Mazur (2020) .....	33
Figura 11 - Célula eletroquímica de 3 eletrodos: (1) de referência, (2) de trabalho e (3) o contra-eletródo .....	34
Figura 12 - Amostra (a) metal base; (b) com deposição de Nb com gás de trabalho de Ar; (c) com gás de trabalho de N <sub>2</sub> e (d) com gás de trabalho de O <sub>2</sub> ....	37
Figura 13 - Potencial de Corrosão com diferentes gases de trabalho.....	38
Figura 14 - Micropolarização com diferentes gases de trabalho .....	40
Figura 15 - Macropolarização com diferentes gases de trabalho .....	41
Figura 16 - Amostra do MB após polarização .....	41
Figura 17 - Ampliação do braço catódico na polarização .....	42
Figura 18 - Potencial de corrosão .....	45
Figura 19 - Micropolarização da refusão .....	46
Figura 20 - Macropolarização da refusão .....	47
Figura 21 - Região de refusão mostrando ampliações da (a) zona fundida, (b) zona termicamente afetada e (c) metal base .....	49

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química e propriedades mecânicas do aço DOMEX 700 ....	17
Tabela 2 - Dados de corrosão do Nb em meios aquosos .....	23
Tabela 3 - Parâmetros de soldagem TIG .....	32
Tabela 4 - Parâmetros eletroquímicos com diferentes gases de trabalho.....	43
Tabela 5 - Parâmetros eletroquímicos do MB e da deposição de Nb com e sem refusão .....	48

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Nomenclatura das amostras .....	30
--	----

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

HSLA	Elevada Resistência e Baixa Liga ( <i>High Strength Low Alloy</i> )
PVD	Deposição Física de Vapor ( <i>Physical Vapor Deposition</i> )
PMS	<i>Plasma Magnetron Sputtering</i>
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
CVD	Deposição Química de Vapor ( <i>Chemical Vapour Deposition</i> )
PEO	<i>Plasma Electrolytic Oxidation</i>
OCP	Potencial de Circuito Aberto ( <i>Open Circuit Potencial</i> )
TIG	<i>Tungsten Inert Gas</i>
MB	Material base
ZTA	Zona termicamente afetada
ZF	Zona Fundida

## LISTA DE SÍMBOLOS

$R_p$	Resistência a Polarização ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )
$\Delta E$	Varição de tensão do potencial de corrosão (V)
$\Delta i$	Varição da densidade de corrente para variação de tensão varrida ( $\text{A}/\text{cm}^2$ )
$E_{\text{corr}}$	Potencial de Corrosão (V)
$\beta_a$	Coefficientes da reta anódica (V/dec)
$\beta_c$	Coefficientes da reta catódica (V/dec)
$i_{\text{corr}}$	Corrente de Corrosão ( $\text{A}/\text{cm}^2$ )
PA	Peso atômico (g/mol)
t	Tempo (s)
n	Número de elétrons envolvidos na reação
$\rho$	Densidade ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
S	Área do eletrodo de trabalho ( $\text{cm}^2$ )
F	Constante de Faraday (C)

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
<b>1.1</b>	<b>OBJETIVO GERAL.....</b>	<b>14</b>
<b>1.2</b>	<b>OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....</b>	<b>15</b>
<b>2</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....</b>	<b>16</b>
<b>2.1</b>	<b>AÇO DOMEX 700 .....</b>	<b>16</b>
<b>2.2</b>	<b>NIÓBIO.....</b>	<b>18</b>
<b>2.3</b>	<b>REVESTIMENTOS DE PROTEÇÃO.....</b>	<b>18</b>
2.3.1	Processos duplos de deposição de revestimentos.....	19
<b>2.4</b>	<b>REFUSÃO SUPERFICIAL COM TÉCNICAS DE SOLDAGEM .....</b>	<b>21</b>
2.4.1	Refusão .....	21
<b>2.5</b>	<b>CORROSÃO .....</b>	<b>22</b>
2.5.1	Corrosão Galvânica ou Eletroquímica .....	23
<b>2.6</b>	<b>ANÁLISES DE CORROSÃO COM CÉLULA ELETROQUÍMICA.....</b>	<b>24</b>
2.6.1	Potencial de Circuito Aberto .....	25
2.6.2	Micropolarização .....	26
2.6.3	Macropolarização .....	27
<b>3</b>	<b>ASPECTOS METODOLÓGICOS.....</b>	<b>29</b>
<b>3.1</b>	<b>MATERIAL BASE - MB .....</b>	<b>29</b>
<b>3.2</b>	<b>DEPOSIÇÃO A PLASMA DOS REVESTIMENTOS.....</b>	<b>30</b>
<b>3.3</b>	<b>REFUSÃO.....</b>	<b>32</b>
<b>3.4</b>	<b>CARACTERIZAÇÃO ELETROQUÍMICA.....</b>	<b>33</b>
3.4.1	Ensaio de corrosão.....	34
<b>3.5</b>	<b>METALOGRAFIA E ANÁLISE MICROSCÓPICA .....</b>	<b>35</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>37</b>

<b>4.1</b>	<b>ASPECTO VISUAL DAS AMOSTRAS .....</b>	<b>37</b>
<b>4.2</b>	<b>GASES DE PROTEÇÃO: INFLUÊNCIA NA TAXA DE CORROSÃO ...</b>	<b>38</b>
4.2.1	Micropolarização com diferentes gases de trabalho.....	39
4.2.2	Macropolarização com diferentes gases de trabalho .....	40
4.2.3	Taxa de corrosão do MB e das amostras com diferentes gases de trabalho .....	43
<b>4.3</b>	<b>CONSOLIDAÇÃO DOS REVESTIMENTOS COM TIG: INFLUÊNCIA NA TAXA DE CORROSÃO.....</b>	<b>44</b>
4.3.1	Micropolarização .....	45
4.3.2	Macropolarização .....	46
4.3.3	Taxa de corrosão.....	47
<b>4.4</b>	<b>CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....</b>	<b>49</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>51</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>52</b>
<b>7</b>	<b>APRESENTAÇÕES E PUBLICAÇÕES RELACIONADAS .....</b>	<b>53</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>54</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O aço DOMEX 700, como descrito por Mazur *et al.*, 2013, é um material cuja composição apresenta baixo teor de carbono e elementos de liga em baixa concentração. Ele é um aço de elevada resistência e baixa liga (*High Strength Low Alloy*, HSLA). A sua conformabilidade a frio e soldabilidade são elevadas, permitindo aplicações estruturais em carrocerias de caminhões, máquinas pesadas da agroindústria e construção civil. A combinação de elevada resistência e trabalhabilidade permite o desenvolvimento de projetos estruturais com peso reduzido, trazendo benefícios secundários nas aplicações de transporte (BORKO; HADZIMA; JACKOVÁ, 2017; ZHENG *et al.*, 2020).

Embora o DOMEX 700 apresente excelentes propriedades mecânicas, sua resistência à corrosão tem sido objeto de estudos acadêmicos (BORKO; HADZIMA; JACKOVÁ, 2017; ZHENG *et al.*, 2020; QABAN *et al.*, 2020).

A corrosão é definida como a deterioração de um material causada por processos eletroquímicos das reações de oxirredução que ocorrem quando um metal é colocado em contato com um eletrólito. A resistência à corrosão que um material apresenta é um dos principais fatores que interferem na vida útil de produtos durante a sua aplicação (CHIAVERINI, 1996). Um dos métodos de proteção utilizados para aumentar a resistência à corrosão de materiais metálicos consiste na deposição de revestimentos, gerando uma camada ou filme que separa o metal do meio corrosivo (MELO; MAIA, 2016). A natureza do material depositado e sua habilidade em formar óxidos estáveis e protetivos irá influenciar diretamente o desempenho do revestimento (TATSCH, 2006). A técnica e os parâmetros de deposição, a interação entre o revestimento e o substrato também exercem influência nos mecanismos de corrosão.

Uma técnica de deposição de revestimentos anticorrosivos é a denominada Deposição Física de Vapores, (*Physical Vapor Deposition*, PVD) e, a partir de seus princípios tem-se o método de deposição *Plasma Magnetron Sputtering* (PMS), o qual causa a remoção, ou seja, “*sputtering*”, de átomos de um catodo ou metal alvo, por meio de íons energéticos que atingem o substrato ou local de interesse, que então se condensam, formando uma película fina de revestimento (KELLY; ARNELL, 2000).

Um material que pode auxiliar na proteção contra a corrosão é o nióbio, e neste caso, o Brasil tem vantagens, uma vez que em 2019 manteve uma produção mundial de 93,4%, além de possuir 98,8% das suas reservas (Ministério de Minas e Energia, 2021). O nióbio apresenta elevada resistência à corrosão, devido a sua habilidade de formar espontaneamente óxidos passivadores na superfície quando exposto ao ar ou a soluções aquosas (ARSOV et al., 2006). Essas características tornam o nióbio um excelente metal a ser utilizado como revestimento (LOPES et al., 2015), pois suas aplicações já são realizadas nos setores siderúrgicos e nas indústrias de alta tecnologia, especialmente nos setores aeroespaciais e de eletroeletrônicos (SILVA, 1994).

Pela análise da demanda e busca por métodos de proteção de superfície e utilização do aço Domex 700, neste trabalho está apresentada a técnica PMS para a deposição de Nb no aço e as análises dos seus efeitos na taxa de corrosão. Os resultados obtidos por Lima, Mazur e Mazur (2020), indicaram boas projeções para o revestimento deste estudo, onde a corrosão no aço diminuiu em 85% após a sua deposição com gás de trabalho oxigênio. A importância e a principal contribuição científica do presente trabalho consistem no estudo da viabilidade técnica de uma nova rota de processamento para a fabricação de revestimentos utilizando um material de grande importância econômica para o país. Desta forma, buscou-se contribuir para o desenvolvimento de tecnologias brasileiras de revestimentos para componentes de aços HSLA, visando colaborar com os objetivos de desenvolvimento sustentável (ONU, 2022), nos tópicos de indústria inovação e infraestrutura, trabalho decente e crescimento econômico, consumo e produção responsáveis.

## 1.1 OBJETIVO GERAL

Estudar a taxa de corrosão do aço DOMEX 700 com revestimentos de nióbio depositados por método *Plasma Magnetron Sputtering*.



## 1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar os efeitos que a presença dos revestimentos, depositados por método *Plasma Magnetron Sputtering*, promovem na taxa de corrosão do material, em função dos gases de trabalho;
- Avaliar os efeitos que a presença do revestimento depositado por método *Plasma Magnetron Sputtering* e refundido por TIG para consolidação metalúrgica promove na taxa de corrosão do material;
- Comparar os revestimentos de nióbio no aço DOMEX 700 com o material base.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Nesta seção do trabalho estão apresentados os fundamentos teóricos referentes ao material, tipo de revestimento, corrosão e técnicas para a sua análise.

### 2.1 AÇO DOMEX 700

O aço DOMEX 700, também chamado de Strenx 700 MC é uma marca registrada da fabricante sueca SSAB. É um material cuja composição apresenta baixo teor de carbono e elementos de liga em baixa concentração (MAZUR et al., 2013). Ele é um aço da família *High Strength Low Alloy*, HSLA, que significa que é um aço de elevada resistência e baixa liga. A resistência à tração deste aço está entre 750 MPa e 950 MPa (SSAB, 2019), que é muito superior se comparada ao aço carbono AISI 1020 ou ao aço inoxidável AISI 304, os quais apresentam 420 MPa (LUZ, 2017) e 505 MPa (LUZ, 2018), respectivamente. A elevada resistência do DOMEX 700 permite aplicações estruturais em carrocerias de caminhões, máquinas pesadas da agroindústria e construção civil, para citar alguns exemplos.

Outra característica importante do aço DOMEX 700 está relacionada ao seu processamento. A conformabilidade é favorecida, pois o limite de escoamento mínimo deste aço é de 700 MPa, de onde vem a sua nomenclatura. Comparativamente, os aços AISI 1020 e AISI 304, possuem limite de escoamento igual a 350 MPa e 215 MPa, respectivamente. A combinação da resistência à tração e do limite de escoamento permite, por exemplo, o desenvolvimento de projetos estruturais com peso reduzido, trazendo benefícios secundários nas aplicações de transporte, por exemplo. É possível diminuir, aproximadamente, em 20% o peso, mantendo-se a rigidez e a tenacidade dos materiais, preservando especificações desejadas (BORKO; HADZIMA; JACKOVÁ, 2017).

Os elementos de liga no aço DOMEX 700, como o manganês, carbono, silício, enxofre, fósforo, alumínio, nióbio, vanádio e titânio, como mostra a Tabela 1, proporcionam uma maior dureza e alta resistência, ao formarem solução sólida com a presença de ferrita (BORGES, 2019).

**Tabela 1 - Composição química e propriedades mecânicas do aço DOMEX 700**

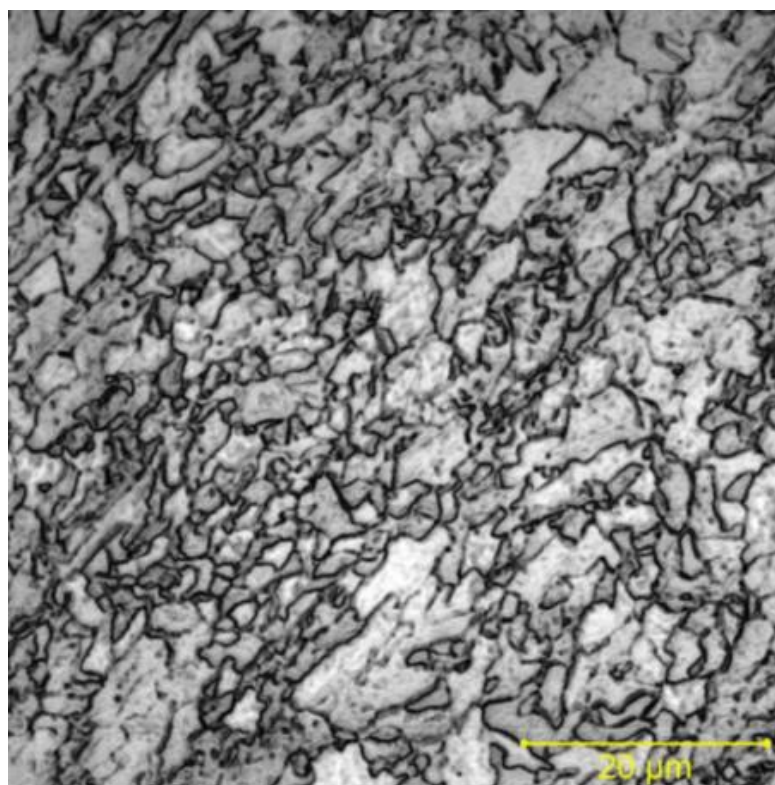
Composição Química									
Fe [%]	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	Al [%]	Nb [%]	V [%]	Ti [%]
Bal.	0,12	0,21	2,1	0,02	0,01	0,015	0,09	0,2	0,15

Propriedades Mecânicas		
Limite de Escoamento [MPa]	Resistência à Tração [MPa]	Alongamento [%]
700	750 – 950	12

Fonte: adaptado de SSAB (2019)

Na Figura 1 está mostrada a microestrutura do aço DOMEX 700, que é ferrítico (BORKO; HADZIMA; JACKOVÁ, 2017).

**Figura 1 - Microestrutura ferrítica do aço DOMEX 700**

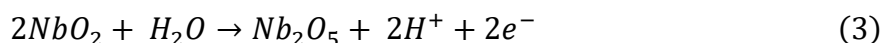
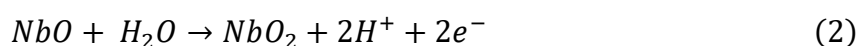
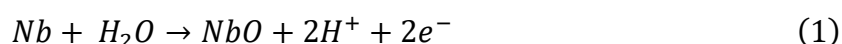
Fonte: Borko, Hadzima e Jacková (2017).

Pela micrografia da Figura 1, revelou-se uma região cinza clara, com tamanho de grãos refinados de ferrita, que contribui com o aumento na dureza do material.

## 2.2 NIÓBIO

O nióbio é um elemento químico de número atômico 41 e massa atômica 92,964 u.m.a. É um metal dúctil, cinza brilhante, que passa a adquirir uma coloração azulada quando em contato com o ar em temperatura ambiente após um longo período. Suas propriedades químicas são muito semelhantes às do titânio, sendo seus estados de oxidação mais comuns 2+, 3+ e 5+ (LOPES et al., 2015). Devido a sua resistência à corrosão em muitos ambientes, sendo um metal macio e dúctil, o nióbio cada vez mais é utilizado em aplicações químicas, anodos para proteção catódica, aços e metais reativos, turbinas de foguetes, supercondutores e aeronaves (MARIANO, 2008). O nióbio apresenta uma grande afinidade com o carbono, facilitando a formação de microligas. Porém, a grande afinidade do nióbio pelo oxigênio em temperatura ambiente reduz sua trabalhabilidade e a capacidade de soldagem do material, reduzindo as suas aplicações (BRUZIQUESI et al., 2019; FERRARI et al., 2021).

A oxidação do nióbio pode ocorrer com o processo de oxidação química. A formação dos óxidos mais estáveis do nióbio são NbO, NbO<sub>2</sub> e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, ocorre de acordo com as reações mostradas na Equação 1, Equação 2 e Equação 3 (QUELAS, 2007).



## 2.3 REVESTIMENTOS DE PROTEÇÃO

A aplicação de uma camada protetora entre o material, geralmente metálico, e o meio corrosivo é um dos métodos de controle de corrosão. Esse procedimento pode ser chamado de revestimentos de proteção (GENTIL, 1996).

A deposição dos revestimentos de proteção é dividida entre várias técnicas, duas delas são: a deposição química de vapores, conhecida como *Chemical Vapour Deposition* (CVD) e a deposição física de vapores, *Physical Vapour Deposition* (PVD). O CVD consiste em um método onde revestimento é depositado a partir de uma

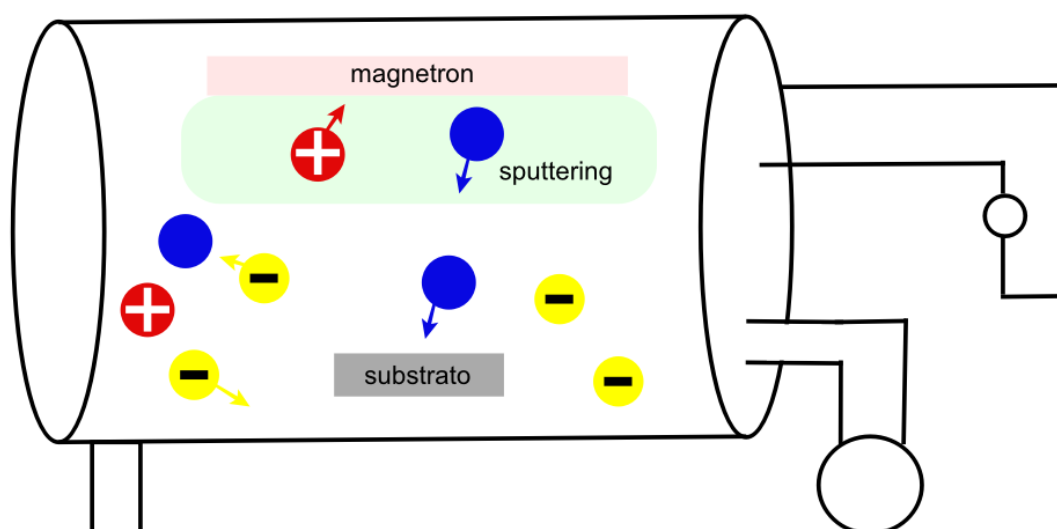
reação química do elemento com o substrato. O PVD, consiste em um processo de deposição de revestimento onde é formada uma camada, ou película, no substrato por meio da deposição física de átomos, íons ou moléculas do elemento a ser depositado (COSTA, 2016). O método de deposição com a técnica de *Plasma Magnetron Sputtering* é um exemplo deste último processo.

### 2.3.1 Processos duplos de deposição de revestimentos

A técnica de deposição de revestimento, *Magnetron Sputtering*, utiliza plasma com baixa densidade de elétrons, ou seja, o plasma frio. As interações eletrônicas presentes favorecem que átomos do cátodo em corrosão sejam ejetados e depositados na superfície do substrato, como descrito por Mazur, 2014.

O processo causa a remoção, ou seja, “*sputtering*”, de átomos de um alvo ou cátodo que é atingido por íons energético. Esses átomos então condensam em um substrato, formando uma película fina de revestimento, conforme Figura 2. Os elétrons secundários são responsáveis na manutenção do plasma (KELLY; ARNELL, 2000).

Figura 2 - Modelo ilustrativo do processo de “*sputtering*” dos átomos no PMS



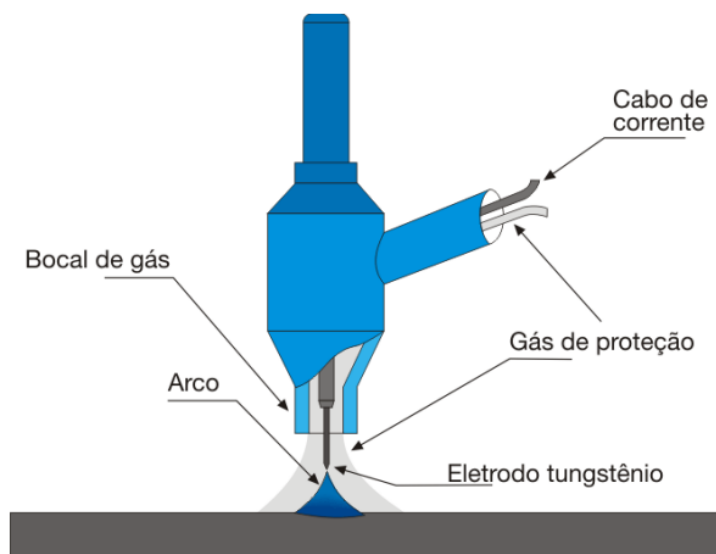
Fonte: adaptado de Mazur (2014)

A técnica *Magnetron*, por possuir um campo magnético de configuração paralela à superfície do substrato, causa uma maior taxa de ionização devido ao movimento dos elétrons. Dessa forma, resulta em um maior *sputtering* e conseqüentemente, em uma maior taxa de deposição do revestimento (KELLY; ARNELL, 2000).

O método *Plasma Magnetron Sputtering*, quando aplicado diretamente no substrato metálico sem aquecimento apresenta pouca aderência, sem ligação metalúrgica. Processos duplos de deposição de revestimentos foram apresentados por WEI *et al.* (2021) onde o método PMS seguido do uso da técnica de *Plasma Oxidation Eletrolytic* (PEO), ou seja, pela técnica a plasma de oxidação eletrolítica, permitiram os melhores resultados na resistência à corrosão da liga de magnésio AZ31 Mg. Isso, indica que os processos duplos da deposição de revestimentos podem viabilizar a aplicação e melhorar a aderência dos revestimentos depositados por PMS, resultando em menores taxas de corrosão para as ligas metálicas.

Uma opção após a deposição por PMS para consolidar o Nb como um revestimento, é realizar tratamentos térmicos para difusão ou refusão com tochas de plasma a quente, como a *Tungsten Inert Gas*, ou TIG autógena. A TIG autógena é um procedimento de soldagem com gás inerte e sem metal de adição, onde é utilizado um eletrodo de tungstênio para a emissão elétrons, como mostrado na Figura 3.

**Figura 3 - Desenho esquemático do processo da soldagem TIG autógena**



Fonte: Cunha (2008)

O processo manual da TIG autógena é um processo de baixo rendimento, porém é livre de formação de escória ou respingos. Também possui como vantagem o uso de gases inertes de proteção que evitam reações entre o metal e o gás (PAES, 2016). Na soldagem TIG autógena para aços é recomendada a utilização do argônio como gás de proteção e velocidades de soldagem entre 50 cm/min e 60 cm/min (RODRIGUES, 2013).

## 2.4 REFUSÃO SUPERFICIAL COM TÉCNICAS DE SOLDAGEM

A refusão superficial pode ser considerada como um tratamento térmico, realizado com o objetivo de alterar a microestrutura de um material, e conseqüentemente, adicionar propriedades e características desejáveis no material. Entre as características de interesse destacam-se o aumento da resistência ao desgaste e da resistência à corrosão.

Esse processo é realizado com um aquecimento seguido de um resfriamento, onde a atmosfera, tempo e temperatura do aquecimento, assim como a velocidade de resfriamento são controladas (CHIAVERINI, 1996).

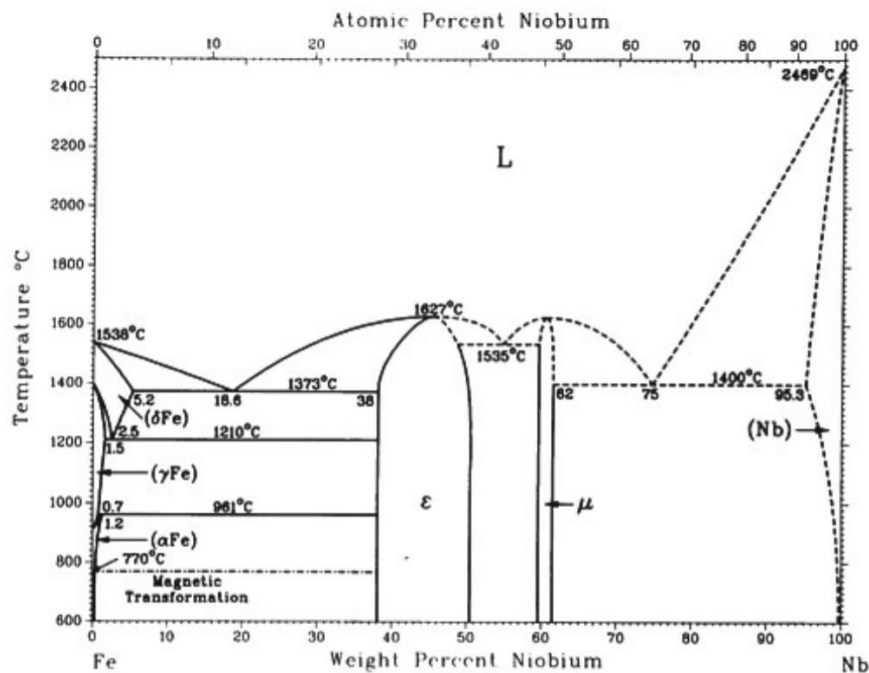
### 2.4.1 Refusão

Tratamentos de refusão envolvem a fusão do material, gerando mudanças microestruturais e, até mesmo, de composição química durante o processamento. Entretanto, a oxidação é um fator a ser considerado e os gases de proteção precisam ser utilizados para proteger a poça de fusão. Uma opção para a proteção dessa poça de fusão é utilizar soldagem TIG autógena, com gás de proteção inerte que evita essas reações (PAES, 2016).

Processos com refusão por plasma vêm sendo aplicado com o intuito de alterar os revestimentos depositados por outras técnicas, como por exemplo a aspersão térmica. Neste caso, tem como objetivo eliminar óxidos, poros e melhorar a aderência do revestimento ao substrato, promovendo união metalúrgica (PUKASIEWICZ et al., 2012).

No diagrama de fases Fe-Nb mostrado na Figura 4, pode-se observar diferentes fases que podem ser formadas dependendo da temperatura e da concentração de ferro e nióbio.

**Figura 4 - Diagrama de fases Fe-Nb**



Fonte: ASM Internacional (2016)

Quando aquecido em uma temperatura acima de 1630 °C, o material com a concentração eutética (75%Nb) irá fundir. Conforme o diagrama de fases da Figura 4, dependendo da estequiometria dos componentes, diferentes fases poderão se formar durante o resfriamento do material.

## 2.5 CORROSÃO

Corrosão pode ser definida como as interações eletroquímicas entre um material, geralmente metálico e os ambientes deletérios que promovem a deterioração de suas propriedades mecânicas, físicas ou de sua aparência, comprometendo a sua utilização (CALLISTER; RETHWISCH, 2020).

De forma geral, a corrosão é um processo espontâneo onde há reações químicas, eletroquímicas e a transferência de cargas ou elétrons, resultando em um



processo de oxidação e redução. Diferentes tipos de materiais apresentam diferentes valores de tendência à oxidação (GENTIL, 1996). A processo de oxidação retrata a perda de elétrons pelo material, ou seja, o material que será corroído. Já a redução retrata o ganho de elétrons por um material. A equação de oxirredução do ferro em solução aquosa ácida é demonstrada na Equação 4 a seguir, onde há a evolução de hidrogênio (GENTIL, 2011).



### 2.5.1 Corrosão Galvânica ou Eletroquímica

A resistência à corrosão do Nb em diversos meios, incluindo aqueles altamente corrosivos, deve-se basicamente pela formação de um filme óxido que se forma espontaneamente ao ar ou em presença de umidade na superfície do metal. Este óxido é passivante, aderente a superfície do metal e não apresenta porosidade, conferindo ao metal nióbio características de proteção contra a corrosão, de forma semelhante como ocorre nos aços inoxidáveis (QUELAS, 2020). A Tabela 2 apresenta dados relacionados a taxa de corrosão do nióbio em diferentes meios aquosos.

**Tabela 2 - Dados de corrosão do Nb em meios aquosos**

Meio	Concentração (% em massa)	Temperatura (°C)	Taxa de corrosão (mm/ano)
Ácido sulfúrico	40	Ebulição	0,5
Ácido clorídrico	37	25	0,025
Ácido nítrico	70	250	0,025
Ácido fosfórico	85	88	0,125
Ácido acético	5 a 99,7	Ebulição	-
Ácido oxálico	10	Ebulição	1,25
Hidróxido de sódio	1 a 40	25	0,125
Cloreto de alumínio	25	Ebulição	0,005
Bicarbonato de potássio	10	Ebulição	0,5
Cloreto de sódio	Saturado e pH = 1	Ebulição	0,025
Água do mar	Natural	Ebulição	-
Brometo	Vapor	20	0,025
Peróxido de hidrogênio	30	Ebulição	0,5

Fonte: Adaptado de Quelas (2007)

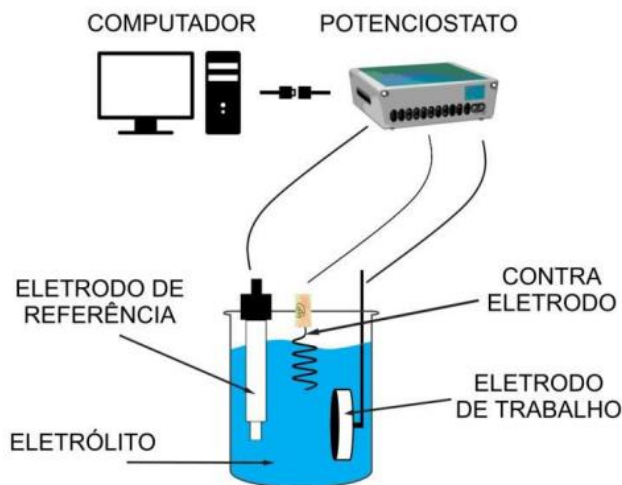
A deposição de nióbio pelo método “*sputtering*” em ligas metálicas já foi objeto de estudo de Freitas *et al.* (2022), onde a liga de alumínio com a deposição do filme fino  $Nb_2O_5$  apresentou uma maior resistência à corrosão em relação ao metal base, e a diferença de cerca de 210 mV entre os potenciais de corrosão. Entretanto, no trabalho de Freitas também se mostrou que houve a dissolução do revestimento, indicando que não houve a aderência do nióbio na superfície, deixando de ser capaz proteger o material.

A resistência à corrosão e taxa de desgaste na liga de alumínio 2524-T3-Al utilizada no setor aeronáutico foi analisada por Moreto *et al.* (2021), onde a deposição de Nb, também pelo método “*sputtering*”, apresentou uma maior taxa de corrosão 1,37 vezes maior do que para o material sem revestimento. Também apresentou menores valores de volume de desgaste. Concluiu-se que a deposição foi capaz de retardar o início do processo de corrosão e desgaste, até o momento em que o filme fino foi removido. Assim, métodos para melhorar a aderência da deposição de Nb permitem aperfeiçoar e viabilizar a utilização de seus revestimentos com maior tempo de vida útil, a fim de melhorar as características de materiais metálicos e diminuir a sua taxa de corrosão.

## 2.6 ANÁLISES DE CORROSÃO COM CÉLULA ELETROQUÍMICA

Ensaio com célula eletroquímica são amplamente utilizados com a finalidade de se estudar o comportamento da corrosão em diversos materiais e assim, estimar a suas taxas de corrosão. Essas análises são realizadas por meio de técnicas utilizando passagem de corrente elétrica entre uma solução e o material, gerando reações aceleradas de oxidação (WOLYNEC, 2003). Esse estudo necessita de uma célula eletroquímica e eletrodos específicos. Na Figura 5 está mostrado um desenho esquemático dos componentes utilizados em uma célula de corrosão, incluindo o potenciostato e um computador para o envio e a aquisição de dados e a célula eletroquímica de três eletrodos (RESENDE *et al.*, 2017).

**Figura 5 - Célula eletroquímica**



**Fonte: Resende et al. (2017).**

Os componentes presentes na célula eletroquímica são: eletrodo de trabalho, eletrodo de referência e o contra eletrodo. O eletrodo de trabalho consiste no material cujo potencial de corrosão se deseja analisar. O eletrodo de referência, durante o ensaio, tem a função de estabelecer um padrão constante de potencial que servirá de referência. Já o contra eletrodo permite o fluxo de corrente no sistema, a fim de manter a eletrólise, e geralmente é feito de platina. O potenciostato possui a função de controlar o potencial e a corrente elétrica aplicados na célula (NASCIMENTO, 2013).

### 2.6.1 Potencial de Circuito Aberto

O Potencial de Circuito Aberto ( $E_{corr}$ ), também chamado na literatura de *Open Circuit Potential* (OCP), refere-se ao valor do potencial de corrosão de um material, dado pela intersecção da curva de polarização anódica com a curva de polarização catódica. Essa medida pode ser obtida de forma direta, utilizando o valor do potencial em relação ao eletrodo de referência (NASCIMENTO, 2013).

É interessante analisar os valores de  $E_{corr}$  ao longo do tempo, pois quando um material é imerso em solução corrosiva, inicialmente, há grande variação no potencial de corrosão. Após um tempo, esses valores tendem a se estabilizar (NASCIMENTO, 2013).

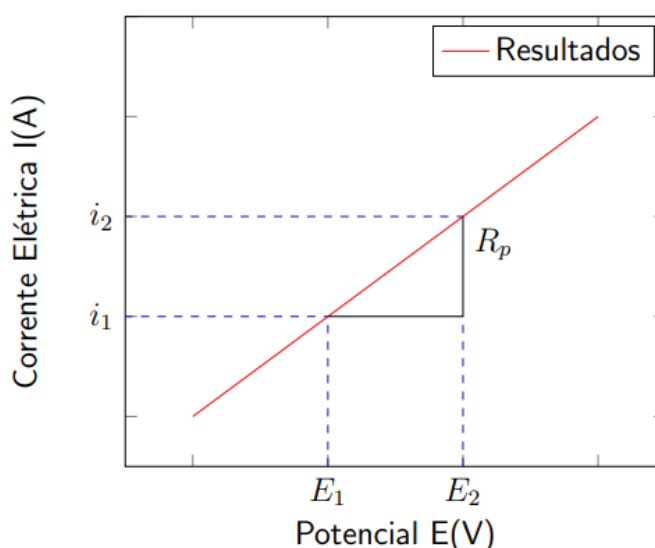
### 2.6.2 Micropolarização

A micropolarização consiste em produzir uma pequena variação de potencial em torno do  $E_{corr}$ , entre  $\pm 10$  mV e  $\pm 20$  mV conforme a norma ASTM G59-97 (2009). O potencial é aplicado a partir de uma fonte externa, o potenciostato, e por meio da variação da corrente registrada é possível calcular a resistência de polarização ( $R_p$ ), em ohms, do material. Esta resistência é calculada pela Equação 5 a seguir (TELEGINSKI, 2012).

$$R_p = \left( \frac{\partial E}{\partial i} \right)_{i=0, v \rightarrow 0} = \frac{\Delta E}{\Delta i} \quad (5)$$

sendo,  $R_p$  a resistência à polarização do material ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ ),  $\Delta E$ , a variação de tensão do potencial de corrosão (V) e  $\Delta i$  a variação da densidade de corrente para a variação da tensão varrida ( $\text{A}/\text{cm}^2$ ). Os dados obtidos na micropolarização são representados em um gráfico como mostra o exemplo da Figura 6 (SOBJAK, 2019).

Figura 6 - Gráfico para análise de resultados da micropolarização



Fonte: Sobjak (2019).

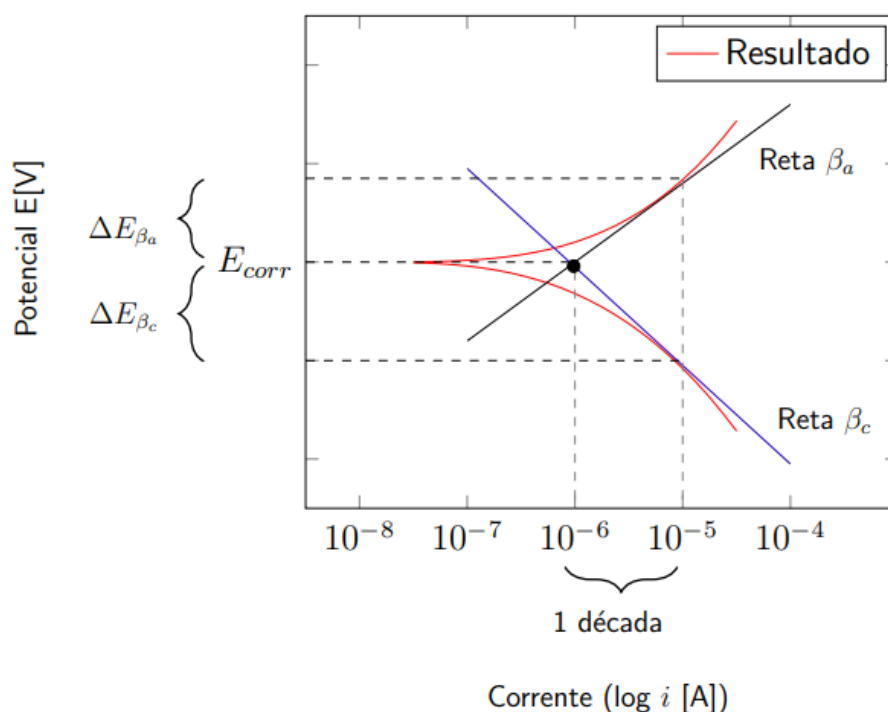
A partir o cálculo do inverso do coeficiente angular da reta entre dois pontos, é possível obter o valor da  $R_p$ .

### 2.6.3 Macropolarização

A macropolarização é estabelecida pela variação de potencial entre  $\pm 100$  mV e  $\pm 150$  mV em torno do  $E_{corr}$ , conforme norma ASTM G59-97. O gráfico que se obtém da corrente elétrica pelo potencial, relaciona-se com as informações das reações anódicas e catódicas, e pela análise de Tafel, os coeficientes das retas, sendo a reta catódica ( $\beta_c$ ) e a anódica ( $\beta_a$ ), em V/década (TELEGINSKI, 2012). Também é possível o cálculo da corrente de corrosão ( $i_{corr}$ ).

No gráfico da Figura 7, é possível observar o comportamento genérico do potencial pela corrente elétrica na macropolarização.

Figura 7 - Cálculo da corrente de corrosão anódica ( $i_{corr}$ )



Fonte: Sobjak (2019).

A inclinação das retas  $\beta_a$  e  $\beta_c$ , são encontradas com o auxílio das retas traçadas nas regiões de Tafel e obtendo os valores exponenciais de Log da corrente, representando o intervalo de uma década. Os valores de  $E_{corr}$  e da corrente de corrosão ( $I_{corr}$ ) são encontrados pelo ponto de intersecção das retas  $\beta_a$  e  $\beta_c$ .

### 3 ASPECTOS METODOLÓGICOS

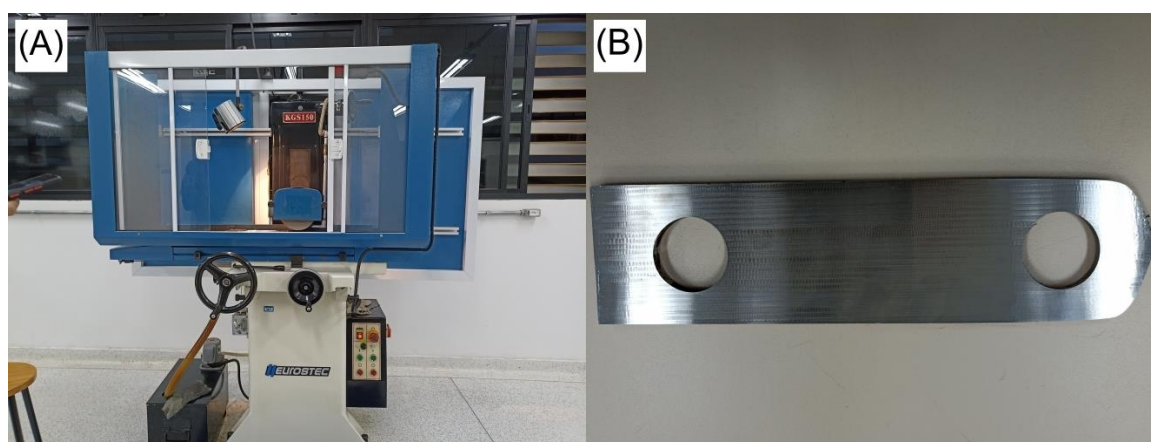
Nesta seção estão apresentados os materiais e os métodos utilizados para a preparação das amostras, os ensaios de corrosão e as técnicas de análise dos resultados.

#### 3.1 MATERIAL BASE - MB

O material base, chamado de MB, consistem em uma chapa de aço DOMEX 700, com as dimensões (300 x 40 x 5) mm.

O substrato do aço DOMEX 700 foi retificado, utilizando retificadora manual da marca Eurostec, modelo KGS150, como mostrado na Figura 8, com rebolo do tipo óxido de alumínio com granulometria 80. Foram dados passes de 0,05 mm, com avanço lateral de 5 mm, de forma longitudinal.

**Figura 8 - (a) Retificadora manual e (b) Substrato retificado**



Fonte: autoria própria

Foram cortadas amostras no tamanho de (60,05 x 28,85) mm, com disco de corte para metais ferrosos, liso, de dureza HRC 35 a 60, utilizando uma cortadora metalográfica, da marca Teclago, modelo CM60. Depois do corte, os substratos foram limpos com detergente neutro e água corrente. Um soprador térmico foi utilizado para secagem. Antes da realização de cada ensaio, as amostras foram separadas seguindo a metodologia mostrada na descrição no Quadro 1.

Quadro 1 - Nomenclatura das amostras

Amostra	Descrição
MB 1 MB 2	Material base do aço DOMEX 700, lixado e polido, lavado em água corrente e seco com papel absorvente
Nb+Ar 1 Nb+Ar 2	Aço DOMEX 700 com deposição de nióbio via PMS utilizando argônio como gás de trabalho
Nb+N <sub>2</sub> 1 Nb+N <sub>2</sub> 2	Aço DOMEX 700 com deposição de nióbio via PMS utilizando nitrogênio como gás de trabalho
Nb+O <sub>2</sub> 1 Nb+O <sub>2</sub> 2	Aço DOMEX 700 com deposição de nióbio via PMS utilizando oxigênio como gás de trabalho
MB Soldado 1	Material base do aço DOMEX 700, lixado e polido, com o cordão de solda
Nb+O <sub>2</sub> Soldado 1 Nb+O <sub>2</sub> Soldado 2	Aço DOMEX 700 com deposição de nióbio via PMS utilizando oxigênio como gás de trabalho, com o cordão de solda

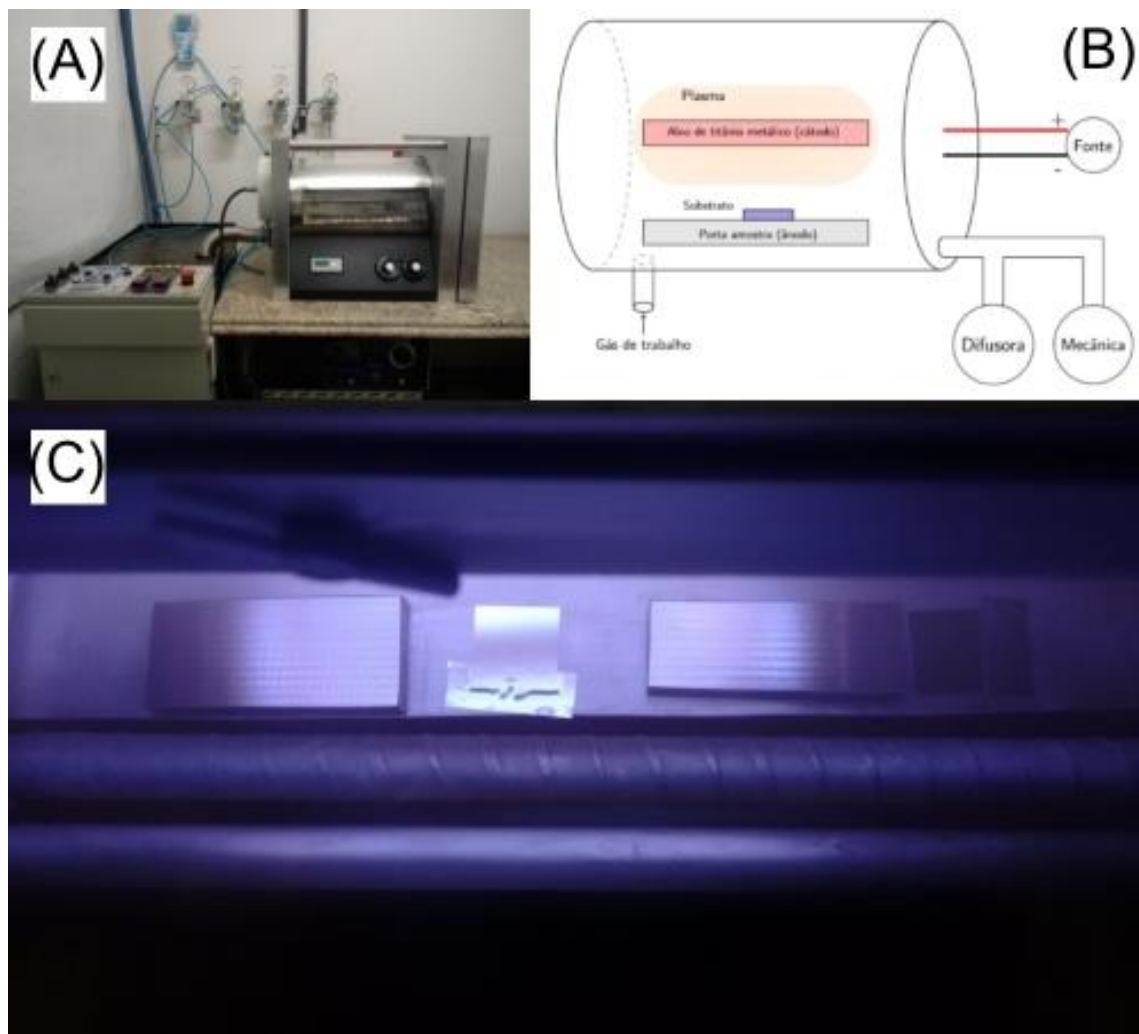
Fonte: autoria própria

### 3.2 DEPOSIÇÃO A PLASMA DOS REVESTIMENTOS

Antes da deposição por PMS, as amostras foram limpas utilizando um equipamento de ultrassom marca Unique, modelo UltraCleaner 1450. As amostras foram inseridas em um béquer contendo álcool isopropílico que foi colocado na cuba do ultrassom, a qual é preenchida com água. Após 15 minutos no ultrassom, as amostras foram retiradas do béquer e mantidas em uma estufa a 70 °C, durante 10 minutos. Após este tempo, as amostras foram inseridas no reator de *Plasma Magnetron Sputtering*, como mostrado na Figura 9(a).



Figura 9 - (a) Equipamento de Plasma Magnetron Sputtering; (b) esquema do equipamento e (c) fotografia da deposição de Nb com gás de trabalho  $N_2$



Fonte: (a) autoria própria (b) adaptado de Mazur (2014) e (c) autoria própria

A câmara do equipamento PMS mostrado na Figura 9(b), está ligada a duas bombas de vácuo, uma mecânica e outra difusora. Na câmara havia uma entrada para injetar o gás de trabalho que pode ser selecionado utilizando os registros localizados na parede, como mostrado na Figura 9(a). O fornecimento de energia ao sistema foi realizado utilizando uma fonte de corrente contínua.

Os parâmetros de deposição utilizando tecnologias a plasma são dependentes do formato da câmara, das características construtivas do equipamento, da fonte de tensão entre outros. Desta forma, os parâmetros de deposição dos revestimentos foram realizados com base nas indicações do operador do equipamento. A pressão de vácuo de  $10^{-2}$  mbar foi atingida utilizando a bomba

mecânica. Após isso, com o acionamento da bomba difusora atingiu-se a pressão de  $10^{-5}$  mbar.

Com o intuito de obter um filme homogêneo para analisar seus efeitos na taxa de corrosão após deposição de nióbio, utilizou-se os gases de trabalho oxigênio, nitrogênio e argônio, com pureza 99,999%. Após inserção do gás de trabalho, a pressão de vácuo foi de  $3 \cdot 10^{-3}$  mbar. Na Figura 9(c) está mostrada uma fotografia do momento da deposição, onde a luz intensa do plasma de nitrogênio com cor lilás pode ser observada. Durante a deposição o equipamento apresentou picos de tensão de trabalho de 489 V, corrente de 1,45 A e potência de 0,71 kW, a deposição foi realizada em ciclos de trabalho de 50%. O tempo de deposição foi de 5 minutos e foi obtido um filme fino.

### 3.3 REFUSÃO

A partir dos resultados obtidos para os diferentes tipos de gases de deposição de Nb, o oxigênio apresentou melhores resultados em relação ao aumento da resistência à corrosão, como será mostrado no capítulo de resultados. A refusão foi então realizada para promover a consolidação do nióbio no MB. Para isso, foi feito um cordão de solda com uma tocha de plasma a quente, tipo TIG. O processo de soldagem TIG autógena manual, sem metal de adição, foi realizado seguindo os parâmetros definidos em laboratório de acordo com experimentos iniciais para o ajuste da profundidade de penetração e largura do cordão de solda. Após os ajustes, foram definidos os parâmetros de soldagem, conforme Tabela 3. Foi utilizado um equipamento de solda TIG da marca SUMIG TIG LION 300, com corrente contínua de 130 A, com uma tensão de 220 V com um eletrodo de tungstênio. O gás inerte utilizado foi o argônio industrial, com pureza 99%, com uma vazão de 25 L/min e uma pressão de 85 kgf/cm<sup>2</sup>.

**Tabela 3 - Parâmetros de soldagem TIG**

Amostra	Distância (mm)	Velocidade (mm/s)	Corrente (A)
MB	20,3	5,67	130
Nb + O <sub>2</sub>	55,7	4,28	130

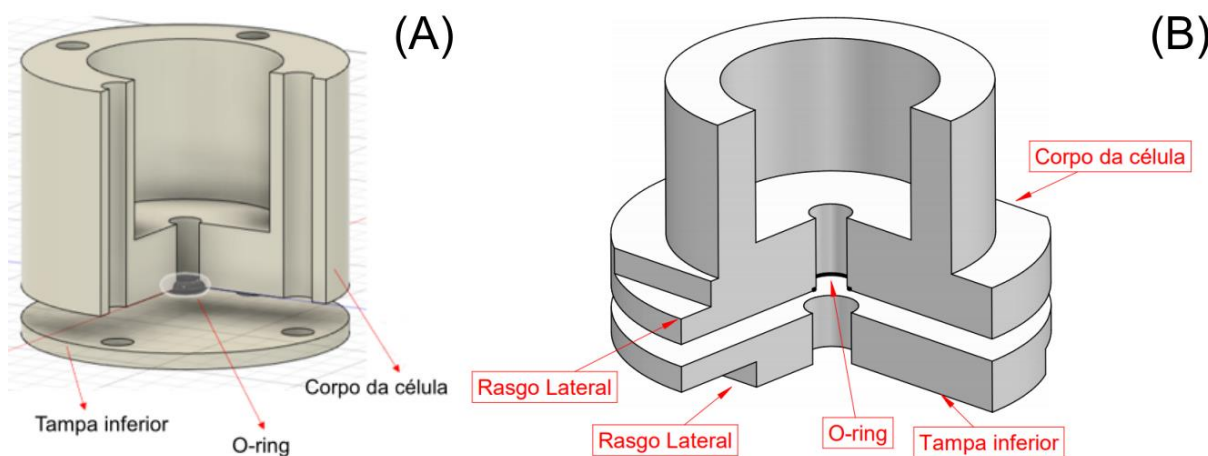
**Fonte: autoria própria**

Foram soldadas amostras do MB com e sem o filme de Nb obtido com o gás de trabalho oxigênio.

### 3.4 CARACTERIZAÇÃO ELETROQUÍMICA

Para análises da taxa de corrosão no aço DOMEX 700 foram realizados ensaios eletroquímicos nas amostras. Uma célula eletroquímica desenvolvida por Andrade (2019) e adaptada por Lima, Mazur e Mazur (2020), mostrada na Figura 10, foi utilizada para os ensaios de corrosão. Esta fixação permite expor apenas a área do furo de diâmetro 1 cm e área de 0,785 cm<sup>2</sup>, que é vedado com anel de borracha (o-ring). O contato elétrico foi feito pela parte inferior da amostra com um fio de cobre.

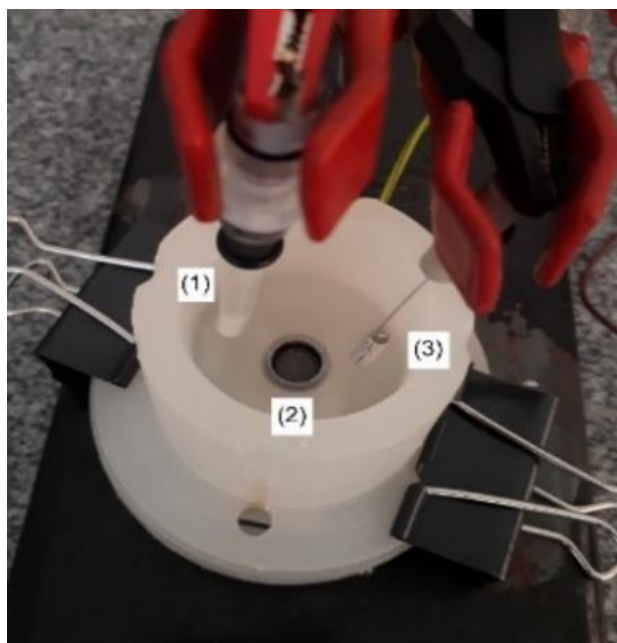
**Figura 10 - Célula de corrosão (a) desenvolvida por Andrade (2019) e (b) adaptada por Lima, Mazur e Mazur (2020)**



**Fonte: (a) Andrade (2019) (b) Lima, Mazur e Mazur (2020)**

Na Figura 11 está representada a célula eletroquímica utilizada e montada com os três eletrodos, sendo (1) de referência, (2) de trabalho e (3) o contra-eletrodo. O eletrodo de referência utilizado foi Ag/AgCl e o contra-eletrodo de platina. Foi utilizada uma solução de 0,1 mol/L de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), pois a sua influência na resistência à corrosão e a formação de óxidos estáveis de nióbio em solução aquosa já vem sendo objeto de estudo (ARSOV et al., 2006).

**Figura 11 - Célula eletroquímica de 3 eletrodos: (1) de referência, (2) de trabalho e (3) o contra-eletrodo**



**Fonte: Lima, Mazur e Mazur (2020)**

Os ensaios de caracterização eletroquímica foram realizados em duplicata, utilizando um equipamento galvanostato/potenciostato marca Autolab, modelo PGSTAT204.

#### 3.4.1 Ensaio de corrosão

Foram realizados ensaios para medir o potencial de circuito aberto durante 55 minutos de imersão na solução, conforme norma (ASTM G59-97, 2009). O potencial medido ao final deste tempo foi considerado como o Potencial de Corrosão ( $E_{corr}$ ). A partir do valor de  $E_{corr}$ , a micropolarização foi realizada impondo às amostras uma variação de tensão de  $\pm 10$  mV em torno do  $E_{corr}$ . A resistência à polarização,  $R_p$  ( $\Omega$ ), foi calculada a partir dos resultados da micropolarização.

Para a macropolarização a variação de tensão aplicada foi de  $\pm 100$  mV em torno do  $E_{corr}$ . O gráfico log da corrente elétrica versus o potencial aplicado, obtido na macropolarização foi utilizado para se obter informações quanto às reações catódicas e anódicas na superfície das amostras. Utilizou-se a extrapolação de Tafel, a partir dos coeficientes angulares das retas catódica e anódica foi possível se obter

os coeficientes de Tafel catódico  $\beta_c$  (V/década) e anódica  $\beta_a$  (V/década) (WOLYNEC, 2003). Com os coeficientes Tafel e a  $R_p$  foi calculada a corrente de corrosão,  $I_{corr}$  (A/cm<sup>2</sup>) de acordo com a Equação 6 proposta por Stern e Geary (1957):

$$I_{corr} = \frac{|\beta_c| \cdot \beta_a}{2,303 R_p (\beta_a + |\beta_c|)} \quad (6)$$

Também, foi possível calcular a taxa de corrosão como mostrado pela Equação 7, em mm/ano, relacionando a  $I_{corr}$ , o peso atômico do nióbio  $PA$  (52 g/mol), o número de elétrons envolvidos na reação  $n$  (Nb=3+), a área do eletrodo de trabalho  $S$  (0,785 cm<sup>2</sup>), a constante de Faraday  $F$  (96487 Coulomb), a densidade dos elementos em questão  $\rho$  (g/cm<sup>3</sup>) e o tempo de um ano em segundos  $t$  (31536000 s):

$$Taxa\ de\ corros\tilde{a}o = \frac{PA \cdot I_{corr} \cdot t}{n \cdot \rho \cdot S \cdot F} \quad (7)$$

A taxa de corrosão permitiu avaliar a efetividade do revestimento depositado em relação ao metal base lixado.

### 3.5 METALOGRAFIA E ANÁLISE MICROSCÓPICA

Com o intuito de verificar a microestrutura do MB e das amostras após a deposição e o processo de soldagem foi realizada a preparação metalográfica das amostras, as quais foram cortadas nas dimensões de (6 x 4) mm utilizando a cortadora metalográfica. Realizou-se o embutimento utilizando uma embutidora metalográfica marca Teclago, modelo EM30D Manual, pertencente ao Laboratório de Materiais da UTFPR, campus Guarapuava.

As amostras foram lixadas com lixas d'água de SiC (360#, 600#, 1200#, 1900#, 2500#) e o polimento com tecido de polimento e alumina de 1  $\mu$ m na lixadeira/politriz metalográfica marca TECLAGO, modelo PL02 E. O ataque químico para a revelação microestrutural foi realizado com Nital 3% (3mL HNO<sub>3</sub> + 97mL de metanol).

As análises microscópicas foram realizadas com microscópio óptico Olympus, modelo UC30, com componentes de iluminação em LED para luz refletida, em campo claro.

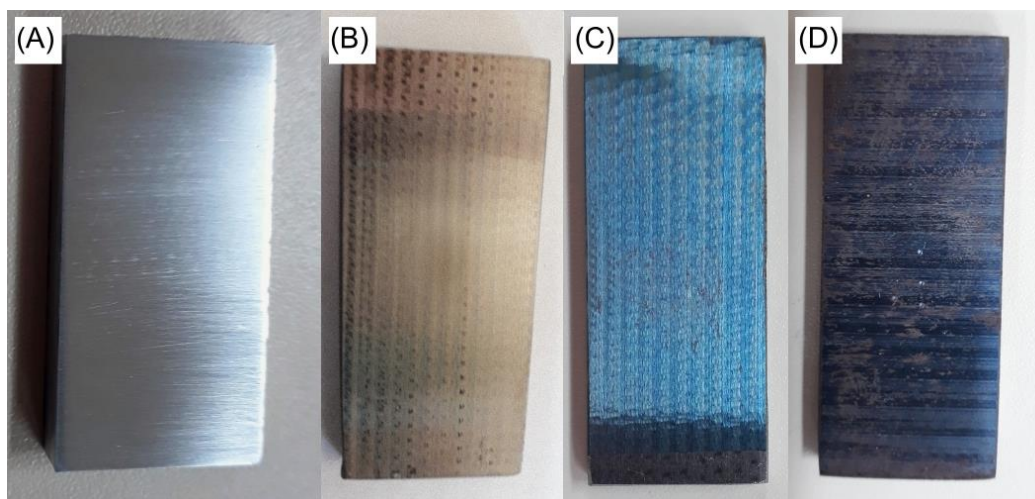
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo estão apresentados e discutidos os resultados obtidos experimentalmente, que incluem os resultados de deposição por PMS dos revestimentos sobre as amostras com diferentes gases de trabalho e suas análises de corrosão. Na segunda parte estão mostrados os resultados para o revestimento consolidado pela refusão com TIG, sua análise de corrosão e a metalografia das amostras, comparando os resultados com as características do metal base.

### 4.1 ASPECTO VISUAL DAS AMOSTRAS

Com o intuito de comparar e identificar as características e a aparência dos revestimentos após o processo de oxidação, na Figura 12 está apresentado o resultado final das amostras após a deposição por PMS.

**Figura 12 - Amostra (a) metal base; (b) com deposição de Nb com gás de trabalho de Ar; (c) com gás de trabalho de  $N_2$  e (d) com gás de trabalho de  $O_2$**



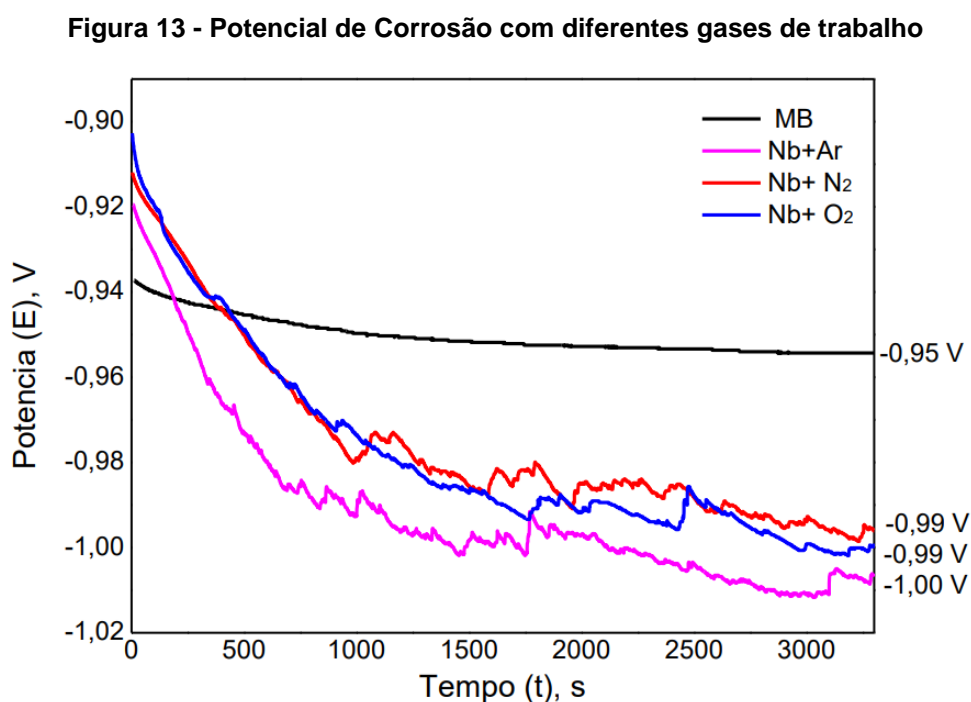
**Fonte: autoria própria**

A Figura 12(a) corresponde ao metal base (MB). A Figura 12(b) apresenta aspecto metálico brilhante, resultante da deposição de Nb com argônio. O argônio é um gás inerte e a camada formada é provavelmente metálica. Já a Figura 12(c) apresenta aspecto azul claro metálico brilhante e homogêneo que foi resultante da

deposição com nitrogênio. O nitrogênio aplicado durante a deposição possivelmente promoveu nitretação de toda a camada depositada, mudando sua coloração, ou também há a possibilidade da presença de  $O_2$  na deposição com  $N_2$ , indicado pela coloração semelhante entre as duas deposições e semelhante taxa de corrosão. A Figura 12(d) apresenta aspecto azul escuro metálico, com imperfeições na superfície que foram se intensificando com o tempo que a amostra ficou exposta ao ar e é resultante da deposição com oxigênio. O oxigênio aplicado durante a deposição possivelmente promoveu oxidação de toda a camada depositada, mudando sua coloração.

#### 4.2 GASES DE PROTEÇÃO: INFLUÊNCIA NA TAXA DE CORROSÃO

Os resultados das medidas do potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) estão apresentados na Figura 13. Assim que a medição foi iniciada, o potencial medido para o MB foi de -0,94 V. Após 55 minutos de imersão na solução de  $H_2SO_4$  (0,1 M), o potencial final foi de -0,95 V. Isso indica que o metal base apresentou estabilidade neste tipo de solução.



Fonte: autoria própria



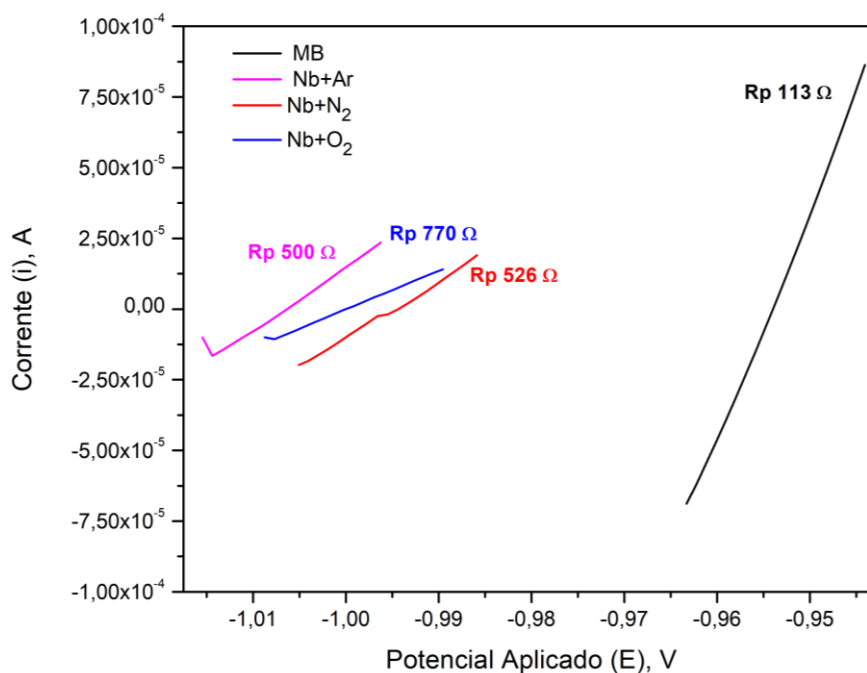
Já para os materiais com a deposição de nióbio, independentemente do gás de trabalho utilizado (Ar, N<sub>2</sub> ou O<sub>2</sub>), observou-se que o comportamento do potencial de corrosão foi bastante diferente do MB, comprovando a deposição de revestimentos. O potencial iniciou com valores mais positivos, -0,9 V e com o passar do tempo foi diminuindo. Até cerca de 16 minutos a redução do potencial foi mais intensa. A partir deste período, houve algumas variações e ao final do ensaio, praticamente todos os materiais apresentaram E<sub>corr</sub> entorno de -1,0 V. Essa redução de potencial ocorreu devido a presença de óxidos de nióbio na superfície.

Segundo Arsov et al. os óxidos estáveis de Nb são NbO, NbO<sub>2</sub> and Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Amostras puras de nióbio metálico expostos ao ar atmosférico em temperatura ambiente, apresentam uma camada externa de espessura menor que 2 nm de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sobre uma camada interna de NbO com espessura menor que 1 nm e em alguns casos uma camada de NbO<sub>x</sub> (x = 2) com espessura entre 1 a 3 nm também foi detectada (ARSOV et al., 2006). Considerando que não houve contaminações da camada depositada por PMS, utilizando gás de trabalho argônio, a camada exposta ao eletrólito pode ser composta de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Já, as outras amostras apresentaram comportamento de potencial de circuito aberto muito similar, sugerindo que a natureza da camada de óxidos não seria tão diferente. Porém, também há a possibilidade de tenha ocorrido interações entre o Nb e os elementos de liga do aço, o que ocasionaria na formação de carbeto de Nb, alterando assim, possivelmente, as propriedades do material.

#### 4.2.1 Micropolarização com diferentes gases de trabalho

Após a medição do E<sub>corr</sub>, realizou-se a micropolarização dos eletrodos, onde foi aplicada uma varredura de potencial de ±10 mV em torno do E<sub>corr</sub>. Na Figura 14, estão mostradas as curvas de polarização obtidas, para o MB polido e para os parâmetros de deposição por PMS de nióbio. Quanto maior a variação de corrente medida para a varredura do potencial, menor é a resistência de polarização (R<sub>p</sub>) do material, conforme a lei de Ohm.

**Figura 14 - Micropolarização com diferentes gases de trabalho**



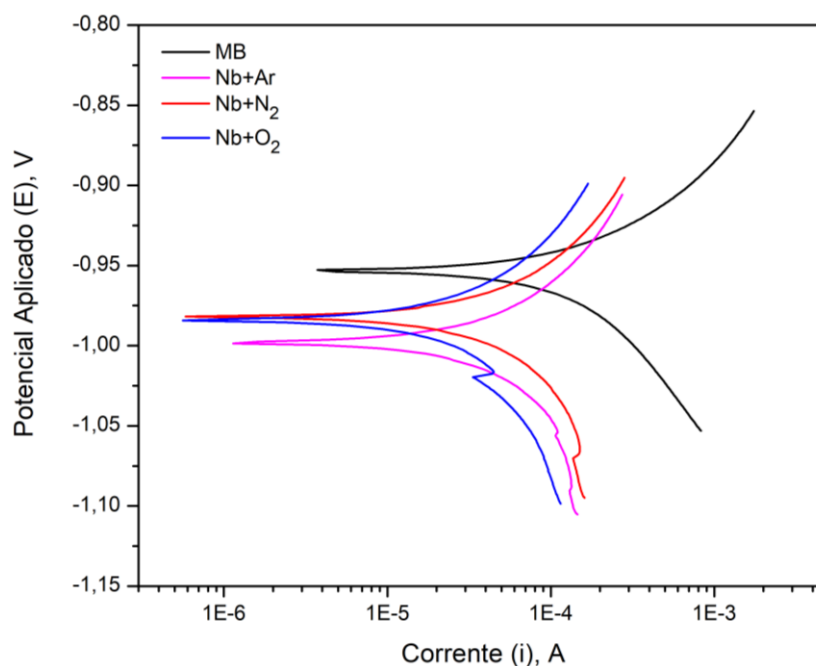
**Fonte: autoria própria**

Observou-se que a Rp do MB se destacou por possuir grande inclinação na curva de micropolarização, o que indica menor resistência de polarização, que ficou em 113 Ω. A deposição dos revestimentos e a presença de uma camada de óxido de nióbio aumentou em pelo menos 4 vezes a resistência de polarização das amostras, pois para os revestimentos depositados com argônio, nitrogênio e oxigênio, a Rp foi de 500, 526 e 770 Ω, respectivamente. Dentre os revestimentos, o nióbio com oxigênio apresentou maior resistência de polarização.

#### 4.2.2 Macropolarização com diferentes gases de trabalho

A macropolarização foi desenvolvida a partir da variação de potencial em torno do Ecorr, de ±100 mV. Na Figura 15 estão mostradas as curvas de polarização obtidas, considerando-se curvas de Tafel para o metal base polido e para os parâmetros de deposição por PMS de nióbio. Não foram observados platôs no braço anódico para as amostras de metal base ou com os revestimentos. Isso indica que o tipo de corrosão foi uniforme, não havendo indícios de corrosão localizada (pite) para a varredura de potenciais realizada.

**Figura 15 - Macropolarização com diferentes gases de trabalho**



**Fonte: autoria própria**

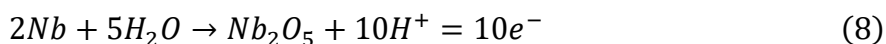
Observou-se que os parâmetros de deposição apresentaram curvas com comportamento semelhante. O MB apresentou um comportamento de Tafel com uma variação em direção a potenciais mais catódicos devido às diferenças do E<sub>corr</sub>, que foi mais positivo para o MB, bem como as correntes de corrosão que foram maiores, devido a sua menor R<sub>p</sub>. No MB, o elemento que, possivelmente, se oxidou foi o ferro e houve evolução de hidrogênio. As regiões onde a amostra de MB entrou em contato com a solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, apresentaram aspecto fosco e escuro, como pode ser observado na Figura 16.

**Figura 16 - Amostra do MB após polarização**



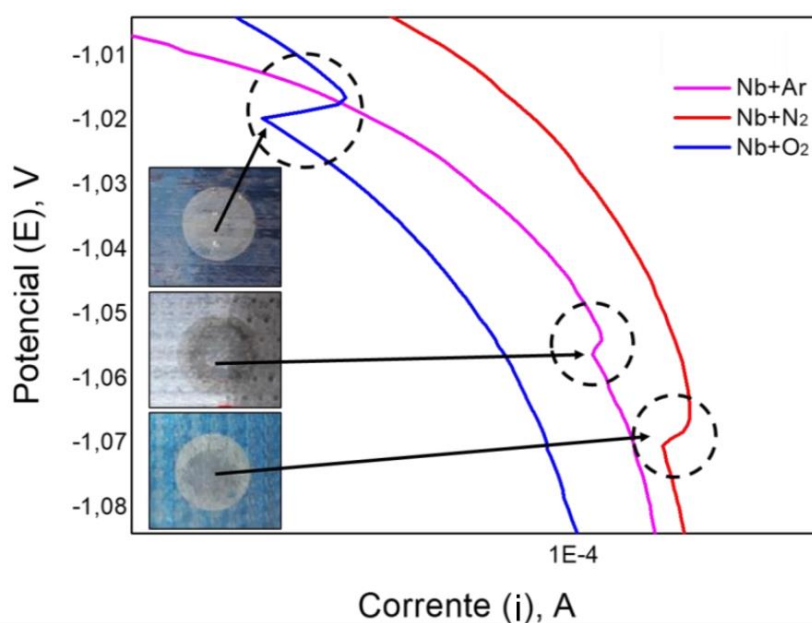
**Fonte: autoria própria**

Para os materiais revestidos, durante a polarização houve evolução de hidrogênio no eletrodo de trabalho e dissolução do nióbio metálico, conforme a Equação 8 (ARSOV et al., 2006).



No final da aplicação da polarização a superfície das amostras com o revestimento apresentaram grande quantidade de bolhas e os revestimentos possivelmente foram degradados, como pode ser observado na Figura 17. Essa degradação provavelmente ocorreu durante a dissolução do Nb e evolução de hidrogênio no eletrodo de trabalho.

**Figura 17 - Ampliação do braço catódico na polarização**



**Fonte: autoria própria**

A curva de polarização apresentou um degrau, indicando que houve mudança nas condições da superfície, devido a diluição dos revestimentos, expondo o MB. Essa região foi ampliada e está mostrada na Figura 17 para o material com os revestimentos de nióbio.

#### 4.2.3 Taxa de corrosão do MB e das amostras com diferentes gases de trabalho

Com os dados dos ensaios de corrosão de macropolarização foi possível obter parâmetros de corrosão  $\beta_c$  e  $\beta_a$ . Juntamente com os resultados de resistência a polarização e cálculos da corrente de corrosão, a taxa de corrosão, em milímetros por ano foi calculada, conforme indicado na Tabela 4. Utilizando os valores dos parâmetros eletroquímicos, aplicando as equações de Stern e Geary (1957), foi possível determinar a taxa de corrosão.

**Tabela 4 - Parâmetros eletroquímicos com diferentes gases de trabalho**

Amostra	$E_{corr}$ (V)	$\beta_c$ (V/dec)	$\beta_a$ (V/dec)	$R_p$ ( $\Omega$ )	$I_{cor}$ (A/cm <sup>2</sup> )	Taxa de corrosão (mm/ano)	Taxa de corrosão média (mm/ano)
MB 1	-0,94	0,156	0,110	80	$3,50 \times 10^{-4}$	3,51	2,72
MB 2	-0,95	0,136	0,079	113	$1,92 \times 10^{-4}$	1,93	
Nb+Ar 1	-1,00	0,121	0,105	406	$6,01 \times 10^{-5}$	0,60	0,56
Nb+Ar 2	-1,00	0,121	0,118	500	$5,18 \times 10^{-5}$	0,52	
Nb+N <sub>2</sub> 1	-0,99	0,126	0,102	540	$4,53 \times 10^{-5}$	0,46	0,46
Nb+N <sub>2</sub> 2	-0,99	0,106	0,118	526	$4,60 \times 10^{-5}$	0,46	
Nb+O <sub>2</sub> 1	-1,00	0,159	0,099	613	$4,32 \times 10^{-5}$	0,43	0,42
Nb+O <sub>2</sub> 2	-0,99	0,165	0,125	770	$4,01 \times 10^{-5}$	0,40	

**Fonte: autoria própria**

A taxa de corrosão para o material base do aço DOMEX 700 em solução de ácido sulfúrico 0,1 M foi de 2,72 mm/ano, em média. Gogola (2014) realizou análises similares, obtendo taxas de 1,56 mm/ano para o aço AISI 1020, 0,94 mm/ano para o aço AISI 304L e 0,008 mm/ano para o aço AISI 316L. Desta forma, o aço DOMEX, apesar de possuir propriedades mecânicas superiores a esses materiais, apresentou uma taxa de corrosão mais elevada.

Já a deposição dos revestimentos de nióbio apresentou resultados muito promissores, reduzindo a taxa de corrosão em 82%, em média. O revestimento

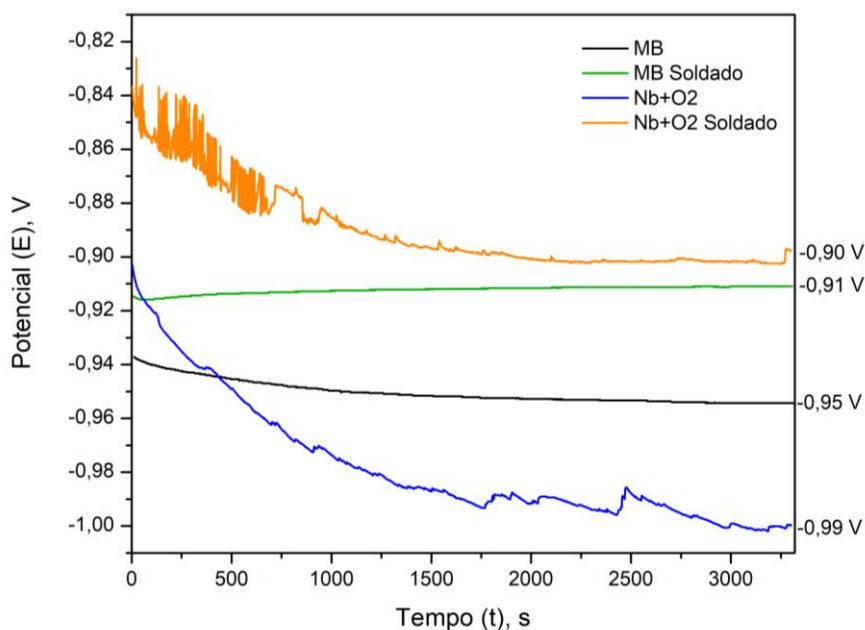
depositado com gás de trabalho argônio, que é um gás inerte e proporciona deposição de nióbio metálico apresentou taxa de corrosão de 0,56 mm/ano. Já os revestimentos obtidos com gás nitrogênio e oxigênio, apresentaram taxas de 0,46 e 0,42 mm/ano, respectivamente. Esses revestimentos possivelmente são constituídos de óxidos mais espessos ou mais estáveis de nióbio. Comparando-se esses resultados aos materiais estudados por Gogola (2014), as taxas de corrosão equivalem à metade da taxa observada para o aço AISI 304L, que é um aço inoxidável, rico em elementos de liga cromo (18-20% em peso) e níquel (8-10% em peso).

#### 4.3 CONSOLIDAÇÃO DOS REVESTIMENTOS COM TIG: INFLUÊNCIA NA TAXA DE CORROSÃO

Como foram obtidas as menores taxas de corrosão para as amostras com a deposição por PMS de nióbio utilizando como gás de trabalho o oxigênio, esse parâmetro foi selecionado para realizar a refusão e promover a consolidação do revestimento de Nb no metal base, pois após os ensaios de corrosão o revestimento como depositado apresentou diluição total do revestimento.

Os resultados das medidas do potencial de circuito aberto comparando-se o MB, o MB com o cordão de solda, o revestimento de Nb como depositado e o revestimento consolidado por TIG estão apresentados na Figura 18.

Figura 18 - Potencial de corrosão



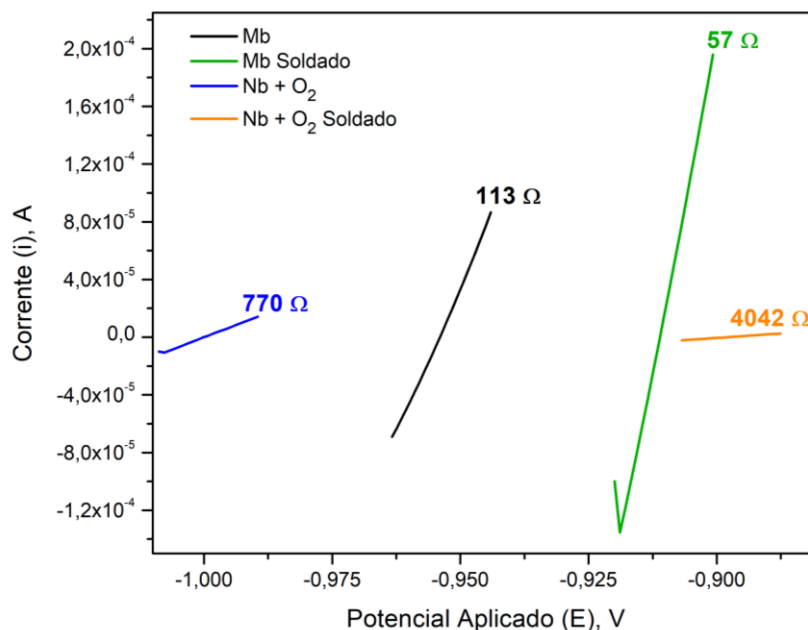
Fonte: autoria própria.

Os valores do potencial  $E_{corr}$ , como já citado, para o MB e para a deposição de Nb com gás de trabalho oxigênio variaram de -0,93 V e -0,90 V, respectivamente, para -0,95 V e -0,99 V, após 55 minutos na solução. As amostras que foram submetidas ao processo de refusão apresentavam inicialmente um valor de potencial  $E_{corr}$  igual a -0,91 V para o MB soldado e -0,83 V para a amostra soldada com a deposição de Nb com gás de trabalho  $O_2$ . Após o período do ensaio, entretanto, o MB soldado apresentou um valor mais positivo de  $E_{corr}$ , igual a -0,91 V. Já na amostra soldada com deposição, houve redução e variação gradual do potencial de corrosão por cerca de 12 minutos, mas após esse período, apresentou estabilidade atingindo o potencial mais positivo para as amostras comparadas de -0,90 V.

#### 4.3.1 Micropolarização

Após a medição do  $E_{corr}$ , realizou-se a micropolarização para as amostras submetidas a refusão. Na Figura 19 estão mostradas as curvas de polarização obtidas, para o MB, o MB soldado, a amostra com deposição de Nb e a amostra consolidada por TIG contendo o revestimento de Nb.

**Figura 19 - Micropolarização da refusão**



**Fonte: autoria própria**

A  $R_p$  do MB e do material base soldado se destacaram por possuírem grande inclinação nas suas curvas de micropolarização, o que indica menor resistência de polarização, que ficaram em torno de 113  $\Omega$  e 57  $\Omega$ , respectivamente. Observa-se que o processo de refusão no metal base interferiu diretamente na curva de micropolarização, diminuindo em cerca de 2 vezes a  $R_p$  do MB.

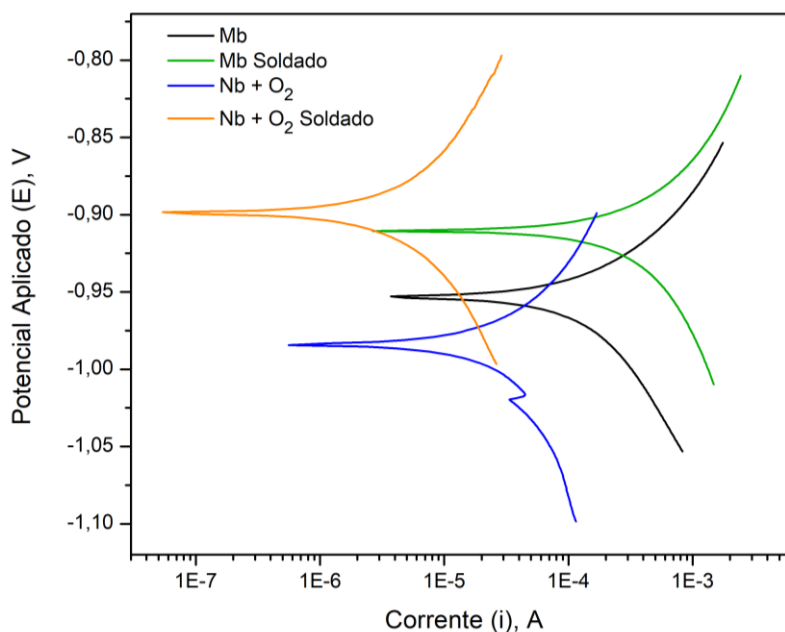
A deposição dos revestimentos e a presença de uma camada de óxido de nióbio aumentou em no mínimo 6 vezes a resistência de polarização do MB, pois para a amostra com o revestimento depositado com oxigênio, a  $R_p$  foi de 770  $\Omega$ , e para a amostra com revestimento consolidado por TIG, foi de 4042  $\Omega$ . Destaca-se a menor inclinação da curva de polarização para a amostra consolidada, onde houve um aumento em 35 vezes da resistência de polarização.

#### 4.3.2 Macropolarização

A Figura 20 mostra as curvas de macropolarização obtidas, considerando-se curvas de Tafel para o MB e para os parâmetros de deposição PMS de nióbio com e sem refusão.



**Figura 20 - Macropolarização da refusão**



**Fonte: autoria própria**

As amostras submetidas a refusão apresentaram um comportamento de Tafel com uma variação em direção a potenciais mais catódicos devido as diferenças do  $E_{corr}$ , que é mais positivo. O Mb soldado apresentou correntes de corrosão maiores, devido a sua menor  $R_p$ . Já a amostra soldada com deposição de Nb apresentou menores correntes de corrosão do que as demais amostras, pois apresentou maior  $R_p$ . Não foram observados degraus nas curvas de polarização das amostras consolidadas, indicando que não houve diluição do revestimento durante o processo de polarização.

#### 4.3.3 Taxa de corrosão

Com os dados dos ensaios de corrosão de macropolarização também foi possível obter parâmetros de corrosão  $\beta_c$  e  $\beta_a$ , e a taxa de corrosão para as amostras foi calculada com os parâmetros eletroquímicos mostrados na Tabela 5.

Tabela 5 - Parâmetros eletroquímicos do MB e da deposição de Nb com e sem refusão

Amostra	$E_{corr}$ (V)	$\beta_c$ (V/dec)	$\beta_a$ (V/dec)	$R_p$ ( $\Omega$ )	$I_{cor}$ (A/cm <sup>2</sup> )	Taxa de corrosão (mm/ano)	Taxa de corrosão média (mm/ano)
MB 1	-0,94	0,156	0,110	80	3,50×10 <sup>-4</sup>	3,51	2,72
MB 2	-0,95	0,136	0,079	113	1,92×10 <sup>-4</sup>	1,93	
MB Soldado 1	-0,91	0,138	0,100	57	3,56×10 <sup>-4</sup>	4,39	4,39
Nb+O <sub>2</sub> 1	-1,00	0,159	0,099	613	4,32×10 <sup>-5</sup>	0,43	0,42
Nb+O <sub>2</sub> 2	-0,99	0,165	0,125	770	4,01×10 <sup>-5</sup>	0,40	
Nb+O <sub>2</sub> Soldado 1	-0,90	0,134	0,138	4042	5,42×10 <sup>-6</sup>	0,07	0,07
Nb+O <sub>2</sub> Soldado 2	-0,92	0,159	0,179	6114	4,32×10 <sup>-6</sup>	0,06	

Fonte: autoria própria

Somente a refusão do MB tornou o aço mais propício à corrosão. Aumentou a taxa de corrosão em cerca de 61%, passando de 2,72 mm/ano para 4,69 mm/ano. A deposição pelo método PMS do revestimento de nióbio com gás de trabalho oxigênio apresentou resultados muito promissores, reduzindo a taxa de corrosão em média em 85% quando comparada ao aço DOMEX 700. Já o revestimento submetido à uma posterior refusão apresentou resultados ainda mais notáveis. Obteve-se, em média, uma taxa de corrosão igual a 0,07 mm/ano, diminuindo em cerca de 98% a taxa de corrosão em relação ao metal base. Diniz, Guedes e Monnerat (2016) realizaram análises similares, com uma solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, obtendo uma taxa de em média 1,27 mpy, aproximadamente 0,03 mm/ano para o aço HARDOX 600. Comparando com o HARDOX 600, que é um aço com maior dureza e tenacidade para suportar elevadas taxas de desgaste, a refusão dos revestimentos de Nb depositados por PMS e consolidados por soldagem autógena TIG manual possuiu o dobro da resistência à corrosão. Considerando os resultados para 0,1 M de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, as taxas de corrosão apresentadas neste trabalho são 13 vezes menores do que a taxa observada para o aço AISI 304L, que é um aço inoxidável (GOGOLA, 2014).

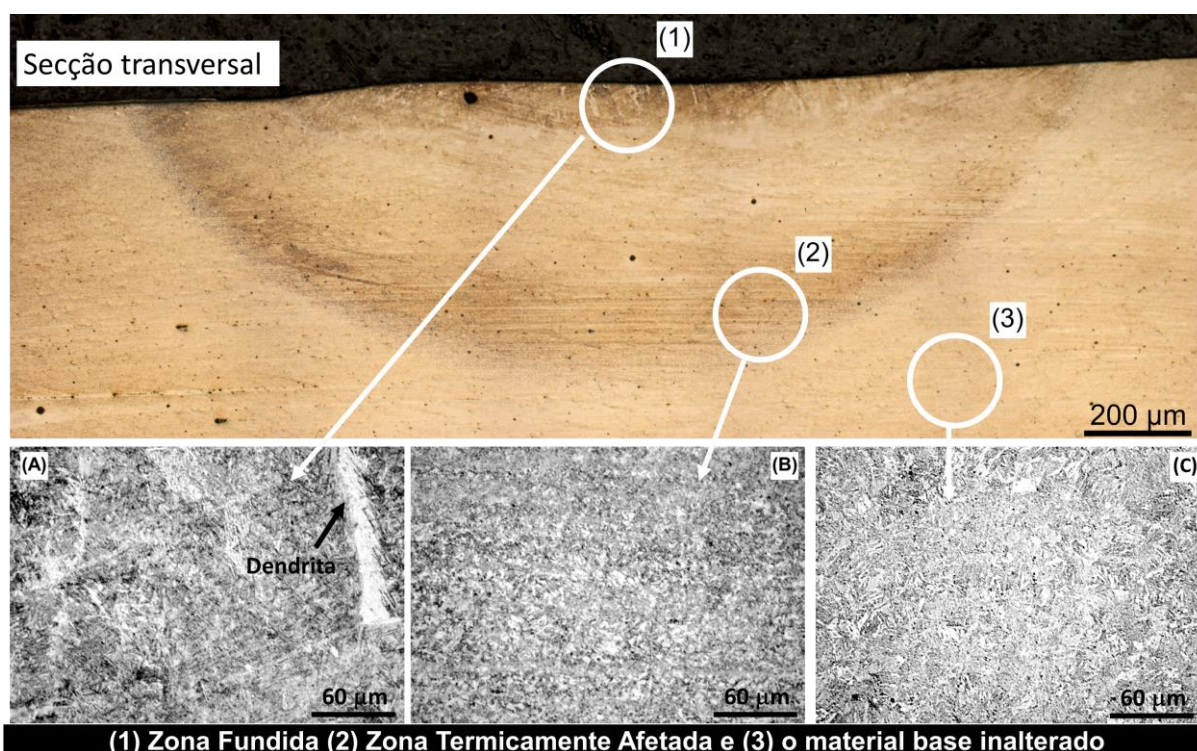
#### 4.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Foi realizada análise do MB para definir a microestrutura do aço DOMEX 700. A Figura 21 mostra uma micrografia obtida por microscopia óptica, onde o aspecto geral do aço pode ser observado.

A ferrita no metal base apareceu como uma região mais clara e seus contornos de grão sendo as regiões mais escuras, conforme descrito em Borko, Hadzima e Jacková (2017). Tamanhos de grãos menores ou mais refinados contribuem para aumentar a dureza e a resistência mecânica da liga (BORGES, 2019).

A micrografia da amostra do DOMEX 700 com deposição de Nb com gás de trabalho O<sub>2</sub> submetida a refusão por TIG para consolidação do revestimento é mostrada na Figura 21. Na micrografia foi possível observar a região da refusão, composta pela Zona Fundida (1), Zona Termicamente Afetada (2) e o material base inalterado (3), conforme indicado.

**Figura 21 - Região de refusão mostrando ampliações da (a) zona fundida, (b) zona termicamente afetada e (c) metal base**



Fonte: autoria própria

A região de refusão mostrada na Figura 21(a) apresenta mudanças microestruturais em comparação com a região de ZTA, indicada na Figura 21(b), e em comparação com o MB, Figura 21(c), apresentando regiões com crescimento dos grãos de ferrita. As mudanças microestruturais causadas pela refusão geraram regiões com diferentes propriedades, levando às mudanças observadas na taxa de corrosão. O nióbio presente no revestimento possivelmente fundiu-se juntamente com o metal de base na região da zona de fusão, gerando uma liga com concentração maior de Nb, o que justifica o aumento considerável na resistência à corrosão.

Durante a soldagem autógena TIG, o material é aquecido, funde e é resfriado, sendo que o calor é extraído em direção ao restante do material pela parte inferior. Isso gera crescimento de grãos dendríticos, conforme indicação na Figura 21(a). Já na região da ZTA os grãos de ferrita apresentaram maior susceptibilidade ao ataque químico com Nital, mas, o tamanho aspecto microestrutural dos grãos foi similar ao MB.

## 5 CONCLUSÃO

Os revestimentos de nióbio depositados via *Plasma Magnetron Sputtering* (PMS), utilizando gases de trabalho argônio, nitrogênio ou oxigênio reduziram em média 82% a taxa de corrosão do aço DOMEX 700. O revestimento depositado utilizando gás de trabalho oxigênio reduziu em 85% a taxa de corrosão, mostrando o melhor desempenho entre os revestimentos estudados.

As análises de corrosão acelerada promoveram um processo de polarização, durante o qual houve a diluição total dos revestimentos de nióbio na solução de  $H_2SO_4$  0,1 M.

Para promover a consolidação e maior aderência dos revestimentos de nióbio depositados via PMS, com gás de trabalho oxigênio, o processo de soldagem TIG autógena foi realizado, causando a refusão do metal base, misturando-o com o nióbio do revestimento. A consolidação ocorreu de forma efetiva, promovendo uma redução significativa na taxa de corrosão em 98%, quando comparada ao DOMEX 700 sem revestimentos.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar ensaios utilizando microscópio eletrônico de varredura (MEV) com espectroscopia por energia dispersiva (EDS) para mapeamento dos elementos químicos antes e após a refusão;
- Analisar a taxa de corrosão após a refusão dos revestimentos de nióbio com gás de trabalho argônio e nitrogênio no aço DOMEX 700;
- Comparar as diferenças entre as técnicas para a consolidação dos revestimentos, como soldagem a laser;
- Caracterizar a superfície dos revestimentos antes e depois da refusão com diferentes técnicas analíticas;
- Realizar voltametria cíclica para obter informações qualitativas e quantitativas das curvas de polarização.

## 7 APRESENTAÇÕES E PUBLICAÇÕES RELACIONADAS

LIMA, A. B. L; MAZUR, M. M; MAZUR, V. M. **Deposição de nióbio para redução da taxa de corrosão do aço DOMEX 700**. XXV Seminário de Iniciação Científica e Tecnológica da UTFPR, 2020. Disponível em: <https://eventos.utfpr.edu.br//sicite/sicite2020/paper/viewFile/6060/2476> Acesso em: 22 jun. 2022.

## REFERÊNCIAS

ANDRADE, L. A. S. **Estudo da alteração em taxa de corrosão da liga DOMEX 700 MC devido a soldagem a laser**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Guarapuava, 2019. Disponível em: <http://repositorio.roca.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/15507>. Acesso em: 20 nov. 2021.

ARSOV, L. et al. Electrochemical characterization of the passive films formed on niobium surfaces in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solutions. **Journal of the Serbian Chemical Society**, V.71, p. 177–187, 2006.

ASM INTERNACIONAL. Alloy Phase Diagrams. **ASM Handbook**, v. 3. United States of America. ISBN-13: 978-1-62708-163-4. 2016.

ASTM. **ASTM G59-97**: Standard test method for conducting potentiodynamic polarization resistance measurements. ASTM G59-97, 2009.

BORGES, G. C. **Estudo de corrosão de revestimento Ferro/Níquel/Cromo em substrato de aço Domex 700**. 44 p. — Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Guarapuava, PR, 2019. Disponível em: [https://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/11806/2/GP\\_COEME\\_2019\\_01\\_04.pdf](https://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/11806/2/GP_COEME_2019_01_04.pdf). Acesso em: 06 jun. 2022.

BORKO, K.; HADZIMA, B.; JACKOVÁ, M. N. Corrosion Resistance of Domex 700 Steel After Combined Surface Treatment in Chloride Environment. **Procedia Engineering**, v. 192, p. 58–63, 2017. ISSN 18777058. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1877705817325560>. Acesso em: 20 nov. 2021.

BRUZIQUESI, C.G. O. et al. Nióbio: um elemento químico estratégico para o Brasil. **Quím. Nova**, v. 42, n. 10, p. 1184-1188. 2019. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/GqJxYfqWsqktQHbVYgTvpnS/?lang=pt>. Acesso em 06 jun. 2022.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Fundamentos da ciência e engenharia de materiais**: uma abordagem integrada. 5. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC. 880 p. 2020.



CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7. ed. São Paulo, SP: ABM, 599 p. 1996.

COSTA, A. F. **Análise comparativa de ferramentas revestidas por PVD e CVD no torneamento do aço ABNT 8620**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2016. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/144680>. Acesso em 20 nov. 2021.

CUNHA, T. V. **Desenvolvimento de equipamento e de metodologia de parametrização para a soldagem orbital TIG**. Florianópolis, SC: Universidade Federal de Santa Catarina, 109 p. 2008. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/91147>. Acesso em: 06 jun. 2022.

DINIZ, A; GUEDES, F. N. J; MONNERAT, C.S. Estudo do efeito corrosivo dos aços inox AISI 304 e microligado Hardox 600 em meios salino e ácido. **Revista Eletrônica Engenharia de Interesse Social**, v. 1, 2016. Disponível em: <https://revista.uemg.br/index.php/reis/article/view/1446>. Acesso em: 6 jun. 2022.

FERRARI, V. F. et al. Usinagem do nióbio comercialmente puro, uma revisão bibliográfica. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, 2021. Disponível em: <https://brazilianjournals.com/index.php/BRJD/article/view/22681>. Acesso em: 6 jun. 2022.

FREITAS, L. R. et al. Corrosion behaviour of reactive sputtering deposition niobium oxide-based coating on the 2198-T851 aluminium alloy. **Surface & Coatings Technology**, v. 434, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128197>. Acesso em: 6 jun. 2022.

GENTIL, V. **Corrosão**. 3. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 345 p. 1996.

GENTIL, V. **Corrosão**. 6 ed. Grupo GEN. Rio de Janeiro, 2011. Disponível em: <https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/978-85-216-1944-4/>. Acesso em: 22 jun. 2022.

GOGOLA, E. E. **Estudo da corrosão dos aços AISI 1020, 304L, 316L e duplex SAF2205 em planta de tratamento de efluentes em indústria de celulose**

**e papel. 2014.** Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2014. Disponível em: <https://tede2.uepg.br/jspui/handle/prefix/1457>. Acesso em 06 jun. 2022.

KELLY, P. J.; ARNELL, R. D. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications. **Vacuum**, v. 56, n. 3, p. 159-172, 2000. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0042207X9900189X?via%3Dihub#aep-section-id26>. Acesso em: 20 nov. 2021.

LIMA, A. B. L; MAZUR, M. M; MAZUR, V. M. Deposição de nióbio para redução da taxa de corrosão do aço DOMEX 700. **XXV Seminário de Iniciação Científica e Tecnológica da UTFPR**, 2020.

LOPES, O. F. et al. Óxidos de nióbio: uma visão sobre a síntese do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e sua aplicação em fotocatalise heterogênea. **Quím. Nova**, v. 38, n. 1, p. 106-117. ISSN 0100-4042. 2015. Disponível em: [http://quimicanova.sbq.org.br/detalhe\\_artigo.asp?id=6123](http://quimicanova.sbq.org.br/detalhe_artigo.asp?id=6123). Acesso em: 20 nov. 2021.

LUZ, G. Aço AISI 304 propriedades químicas e mecânicas. **Blog Materiais**, 2018. Disponível em: <https://www.materiais.gelsonluz.com/2018/08/aco-aisi-304-propriedades-quimicas-e.html>. Acesso em: 20 nov. 2021.

LUZ, G. Aço SAE 1020 propriedades (e fornecedores do aço 1020). **Blog Materiais**, 2017. Disponível em: <https://www.materiais.gelsonluz.com/2017/10/aco-sae-1020-propriedades-mecanicas.html>. Acesso em: 20 nov. 2021.

MARIANO, C. **Obtenção de revestimentos de nióbio depositados por aspensão térmica para proteção a corrosão marinha.** Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/22536/343o%20final%20corrigida.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 20 nov. 2021.

MAZUR, M. M. **Desenvolvimento de filmes hidrofóbicos por plasma cc pulsado para isoladores elétricos de porcelana.** Ponta Grossa, PR: Universidade Estadual de Ponta Grossa, 88 p. 2014. Disponível em: <https://tede2.uepg.br/jspui/handle/prefix/1454>. Acesso em: 20 nov. 2021.

MAZUR, M. et al. The structure and mechanical properties of Domex 700 MC steel. **Communications-Scientific letters of the University of Zilina**, v. 15, n. 4, p. 54-57, 2013. Disponível em: <http://komunikacie.uniza.sk/index.php/communications/article/view/710>. Acesso em: 20 nov. 2021.

MELO, R. S.; MAIA, F. T. M. Avaliação do uso de circuitos equivalentes na análise por impedância eletroquímica de revestimentos anticorrosivos. **Revista de Engenharias da Faculdade Salesiana**, n. 02, p. 2-9, 2016. Disponível em: [http://www.fsma.edu.br/RESA/Edicao2/FSMA\\_RESAS\\_2015\\_2\\_01.pdf](http://www.fsma.edu.br/RESA/Edicao2/FSMA_RESAS_2015_2_01.pdf). Acesso em: 20 nov. 2021.

MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA. **Boletim do setor mineral**. Fevereiro, 2021. Disponível em: <https://www.gov.br/mme/pt-br/assuntos/secretarias/geologia-mineracao-e-transformacao-mineral/publicacoes-1/boletim-do-setor-mineral/boletim-do-setor-mineral-2013-4o-trim-2020.pdf/view>. Acesso em 20 nov. 2021.

MORETO, J. A. et al. Improving the corrosion protection of 2524-T3-Al alloy through reactive sputtering Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> coatings. **Applied Surface Science**, v. 556, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.149750>. Acesso em: 6 jun. 2022.

NASCIMENTO, C. L. **Diagnóstico de corrosividade em eletrodo de aterramento elétrico cobreado**. Curitiba, PR: Universidade Federal do Paraná, 114 p. 2013. Disponível em: <http://hdl.handle.net/1884/32030>. Acesso em 20 nov. 2021.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS. **Objetivos de desenvolvimento sustentável**. Disponível em: <https://brasil.un.org/pt-br/sdgs>. Acesso em 05 jun. 2022.

PAES, L. E. S. **Soldagem TIG orbital: técnica de alimentação dinâmica do arame visando aumento na produtividade**. Florianópolis, SC: Universidade Federal de Santa Catarina, 206 p. 2016. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/176703>. Acesso em: 06 jun. 2022.

PINTO, B. A. **Revestimentos de silicetos de nióbio para a melhoria da resistência à oxidação por pack cementation**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2019. Disponível

em: <https://hdl.handle.net/1884/69505>. Acesso em 20 nov. 2021.

PUKASIEWICZ, A. G. M. et al. Influência da refusão por plasma na microestrutura de um revestimento Fe-Mn-Cr-Si depositado por aspensão térmica arco elétrico sobre aço inoxidável ASTM A743-CA6NMs. **Soldagem & Inspeção**, v. 17, 2012. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/si/a/chLYzMGPswtMLrQDMfyV9k/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 6 jun. 2022.

QABAN, A. et.al. The effect of Al and Nb contents, cooling rate and rolling condition on the microstructure and corrosion behaviour of HSLA steel. **Materials Today Communications**, v. 25. Article 101362. Jun. 2020.

QUELAS, K. A. S. **Estudo da corrosão do nióbio em meio metanólico**. Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Tese - Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE. 2007. Disponível em: <http://www.metalmat.ufrj.br/index.php/br/pesquisa/producao-academica/teses/2007/50--41/file>. Acesso em: 20 nov. 2021.

RESENDE, C. et al. Avaliação da eficiência de inibidores de corrosão para concretos em ambientes contaminados com CO<sub>2</sub> e íons cloretos. **Revista Virtual de Química**, v. 9, n. 2, p. 699–716, ISSN 19846835. 2017. Disponível em: <http://static.sites.s bq.org.br/rvq.s bq.org.br/pdf/v9n2a17.pdf>. Acesso em 20 nov. 2021.

RODRIGUES, J. A. **Estudo da soldabilidade entre o aço austenítico alto manganês de efeito TRIP e o aço microligado ARBL pelo processo de soldagem TIG**. São Carlos, SP: Universidade de São Paulo, 84 p. 2013. Disponível em: <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18158/tde-16102014-152401/publico/JulianaAparecidaRodriguesCorrigidapdf.pdf>. Acesso em: 6 jun. 2022.

SILVA, L. G. O. **Nióbio: mercado nacional e internacional: modelo de previsão do consumo de ferro-niobio**. 1994. Disponível em: <http://repositorioslatinoamericanos.uchile.cl/handle/2250/1318225>. Acesso em: 20 nov. 2021

SOBJAK, T. W. **Análise de corrosão em aço STREX 700 com revestimento de óxido de titânio**. 62 p. — Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Guarapuava, PR, 2019. Disponível em: <http://repositorio.roca.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/15511>.

Acesso em: 20 nov. 2021.

SSAB. **Data Sheet Strenx R 700MC**. 2019. Disponível em: <https://www.ssab.com.br/products/brands/strenx/products/strenx-700-mc>. Acesso em: 20 nov. 2021.

STERN, M.; GEARY, A.L. Electrochemical polarization: a theoretical analysis of the shape of polarization curves. **Journal of the Electrochemical Society**, v. 104, p. 56-63. 1957.

TATSCH, P. J. Deposição de filmes finos. **Oficina de Microfabricação: Projeto e Construção de CI's MOS**. Campinas, SP. Cap. 11, p. 22. 2006. Disponível em: <<https://www.ccs.unicamp.br/cursos/ee941/download/cap11.pdf> >. Acesso em: 20 nov. 2021.

TELEGINSKI, V. **Resistência à corrosão e simulação numérica da temperatura e tensões induzidas na refusão superficial a laser da liga aeroespacial Al-1,5% Fe**. Ponta Grossa, PR: Universidade Estadual de Ponta Grossa, 94 p. 2012. Disponível em: <https://tede2.uepg.br/jspui/handle/prefix/1418>. Acesso em: 20 nov. 2021.

WEI, B. et.al. Corrosion and wear resistance of AZ31 Mg alloy treated by duplex process of magnetron sputtering and plasma electrolytic oxidation. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 31, p. 2287-2306. ISSN 1003-6326. 2021. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(21\)65655-8](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65655-8). Acesso em: 06 jun. 2022.

WOLYNEC, S. **Técnicas eletroquímicas em corrosão**. São Paulo: EDUSP - Editora da Universidade de São Paulo. 192 p. ISBN 85-314-1749-4. 2003.

ZHENG, W. et.al. Pitting corrosion behavior of cerium treated HSLA steel induced by sulfide inclusions in 3.5 wt% NaCl solution. **Journal of Rare Earths**. Available online. Jul. 2020.