

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

CÉLIO ROBERTO DE LIMA OLIVEIRA

**UTILIZAÇÃO DOS ENSAIOS DE ULTRASSOM E CORRENTES
PARASITAS NO ACOMPANHAMENTO DA OXIDAÇÃO EM
REVESTIMENTOS TBC COM NiCrAl E YSZ SOBRE LIGA DE
INCONEL 718 E HASTELLOY X**

DISSERTAÇÃO

PONTA GROSSA

2016

CÉLIO ROBERTO DE LIMA OLIVEIRA

**UTILIZAÇÃO DOS ENSAIOS DE ULTRASSOM E CORRENTES
PARASITAS NO ACOMPANHAMENTO DA OXIDAÇÃO EM
REVESTIMENTOS TBC COM NiCrAl E YSZ SOBRE LIGA DE
INCONEL 718 E HASTELLOY X**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Área de Concentração: Fabricação Mecânica e Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Luciano Augusto Lourençato.

Co-orientador: Prof. Dr. Anderson Geraldo Marena Pukasiewicz

PONTA GROSSA

2016

Ficha catalográfica elaborada pelo Departamento de Biblioteca
da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Ponta Grossa
n.25/16

O48 Oliveira, Célio Roberto de Lima

Utilização dos ensaios de ultrassom e correntes parasitas no acompanhamento da oxidação em revestimentos TBC com (NiCrAl) e (YSZ) sobre liga de Inconel 718 e Hastelloy X / Célio Roberto de Lima Oliveira. -- 2016.

103 f. : il. ; 30 cm.

Orientador: Prof. Dr. Luciano Augusto Lourençato.

Coorientador: Prof. Dr. Anderson Geraldo Marena Pukasiewicz

Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2016.

1. Revestimentos. 2. Oxidação. 3. Testes não-destrutivos. 4. Ultrassom. 5. Metalurgia. I. Lourençato, Luciano Augusto. II. Pukasiewicz, Anderson Geraldo Marena. III. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Ponta Grossa. IV. Título.

CDD 620.1

FOLHA DE APROVAÇÃO

Título de Dissertação Nº 09/2016

“UTILIZAÇÃO DOS ENSAIOS DE ULTRASSOM E CORRENTES PARASITAS NO ACOMPANHAMENTO DA OXIDAÇÃO EM REVESTIMENTOS TBC COM NiCrAl E YSZ SOBRE LIGA DE INCONEL 718 E HASTELLOY X”

Por

Célio Roberto de Lima Oliveira

Esta dissertação foi apresentada às **8 horas e 30 minutos de 11 de agosto de 2016** como requisito parcial para a obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA, com Área de Concentração em Fabricação Mecânica e Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora, composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho APROVADO.

Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo
(DEMA/UEPG)

**Prof. Dr. Prof. Dr. Anderson Geraldo
Marenda Pukasiewicz** (DAMEC UTFPR -
PG) – ***Coorientador***

Prof. Dr. Prof. Dr. Aldo Braghini Junior
(DAENP/UTFPR - PG)

Prof. Dr. Luciano Augusto Lourenço
(DAMEC/UTFPR-PG) – ***Orientador***



Visto do Coordenador:

Prof. Dr. Thiago Antonini Alves
Coordenador do PPGEM
UTFPR – Câmpus Ponta Grossa

Dedico este trabalho aos meus irmãos,
Eduardo, André e Bruna, a minha esposa
Jéssica, a minha mãe Jane e ao grande
homem que é o meu Pai Renato.

AGRADECIMENTOS

Agradeço acima de tudo à Deus, por me dar forças para conseguir alcançar meus objetivos.

Ao meu Professor, orientador e amigo, Luciano Lourençato, pelos ensinamentos, orientação e grande apoio no desenvolvimento do mestrado. Agradeço também ao professor Anderson Pukasiewicz, pela grande ajuda desde a preparação das amostras no início do projeto até a última formatação do trabalho.

Ao João Paulo que sem seu apoio este trabalho não estaria completo.

Ao Ricardo Biscaia meu amigo e “irmão”, pela parceria que tivemos durante a graduação e mestrado que certamente teremos ao longo da vida, assim como aos amigos Bruno, Henrique, André, David, e a todos que contribuíram ou participaram de alguma maneira nessa etapa da minha vida.

Ao Instituto Lactec, pela oportunidade de trabalho, suporte financeiro e disponibilização de equipamentos para os ensaios.

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Câmpus Ponta Grossa, pela disponibilização dos equipamentos para ensaios e análises e ao Técnico do Laboratório Eriel Sabino pela ajuda com as análises.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPGEM, pela oportunidade de realização desse curso.

À todos muito obrigado.

RESUMO

OLIVEIRA, Célio Roberto de Lima. **Utilização dos ensaios de ultrassom e correntes parasitas no acompanhamento da oxidação em revestimentos TBC com (NiCrAl) e (YSZ) sobre liga de Inconel 718 e Hastelloy X.** 2016. 108 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2016.

Este trabalho apresenta a utilização de métodos não destrutivos (ultrassom e correntes parasitas) no acompanhamento da vida útil de revestimentos de barreiras térmica (TBC). As amostras estudadas possuíam como metal de base as superligas de Inconel 718 e Hastelloy X, um revestimento de NiCrAl usado como metal de ligação e um revestimento superior de cerâmica YSZ usado com a finalidade de isolamento térmico. Estas amostras foram submetidas a ciclos térmicos simulando as condições térmicas de trabalho de componentes de turbinas a gás. Com o ensaio de ultrassom foi feita a caracterização da camada cerâmica, fazendo uma estimativa de sua porosidade através da velocidade de propagação do som no revestimento, conforme ciclagem térmica. O ensaio com correntes parasitas foi utilizado para caracterização elétrica dos materiais com revestimento, acompanhando as mudanças de condutividade elétrica através do monitoramento do ângulo de fase segundo seu ciclo de vida útil. Também com este método foram feitas medidas de espessuras dos revestimentos, acompanhando do crescimento da camada de óxido crescida termicamente e a sinterização da camada cerâmica. Para validação dos resultados obtidos pelos métodos não destrutivos adotados, estes resultados foram comparados com resultados de análises por micrografia das amostras utilizadas. Para avaliação da pré-oxidação nos revestimentos as amostras foram separadas em dois grupos, com metal de base Inconel 718 e com metal de base Hastelloy X. O grupo de amostras com Inconel 718 quando submetido ao ensaio de oxidação apresentou a formação de uma camada de alumina, isto até 30 ciclos do ensaio, com o decorrer dos ciclos foram formados óxidos de níquel e cromo que tiveram um rápido crescimento levando o revestimento ao deslocamento. As amostras com substrato Hastelloy X no ensaio de oxidação apresentaram predominantemente a alumina, formando até mais de uma camada deste mesmo óxido, não apresentou óxidos de níquel e cromo, sendo que nenhuma amostra ensaiada apresentou deslocamento de camada TBC. A utilização dos ensaios não destrutivos se mostrou eficiente para acompanhar o ciclo de vida dos revestimentos TBC, onde o acompanhamento das variações de espessuras mostrou pouca diferença de valor com relação a medições com método metalográfico. A leitura de condutividade elétrica através do ângulo de fases foi um bom indicativo da formação de óxidos prejudiciais, que foram os óxidos de níquel e cromo, os quais foram evidenciados por ensaios em MEV/EDS. Foi observado que a velocidade do ultrassom tem uma relação inversamente proporcional à porosidade da camada cerâmica, esta analisada com método metalográfico.

Palavras-Chave: Revestimento de Barreira térmica. Ensaio de oxidação cíclica. Ensaios não destrutivos. Ultrassom. Correntes Parasitas.

ABSTRACT

OLIVEIRA, Célio R.L. **Use of ultrasound and eddy currents tests in monitoring the oxidation in TBC coats with (NiCrAl) and (YSZ) on alloy Inconel 718 and Hastelloy X.**, 2016. 108 p. Dissertation (Masters in Mechanical Engineering) - Graduate Program in Mechanical Engineering, Federal Technological University of Paraná. Ponta Grossa, 2016.

This paper presents an evaluation of the use of non-destructive methods with ultrasound and eddy currents, monitoring of life and characterization of thermal barrier coatings (TBC). These coatings are used to protect base metal components that operate at high temperatures. With the method that uses the ultrasonic characterization of ceramic layer, an estimation of their porosity through the sound propagation of velocity in the coating was made. The test with eddy currents was used here to make an electrical characterization of materials coated, following the changes of electrical conductivity through the phase angle monitoring following their lifecycle. Also with this method, measurements of coatings thickness, following the growth of the thermally grown oxide layer and sintering of the ceramic layer, were made. To validate the results obtained by non-destructive methods, these results were compared with results from analyzed micrographs of the samples used. For evaluation of pre-oxidation, the sample coatings were separated into two groups based on metal Inconel 718 and Hastelloy X base metal. The group of samples with Inconel 718, when subjected to the oxidation test, showed the formation of an alumina layer up to 30 cycles of the test, with the passing of the cycles, oxides of nickel and chromium were formed, which grew quickly, leading the coating to cracks. The samples of Hastelloy X, in substrate oxidation test, showed predominantly alumina to form up more than one layer of the same oxide, no oxides of nickel and chromium, and no cracks in the test sample were shown in TBC layer. The use of non-destructive testing has shown effective to follow the life cycle of TBC coatings. Where the monitoring of variations in thickness, showed little difference in value with respect to measurements by metallographic method. The reading of electrical conductivity through the phase angle is a good indicator of formation of harmful oxides, which were nickel and chromium oxides, which was evidenced by tests on MEV/EDS. It was observed that the ultrasound velocity has an inversely proportional relation to the porosity of the ceramic layer, that was analyzed using metallographic method.

Keywords: Thermal Barrier Coating. Cyclic Oxidation Tests. Ultrasound. Eddy Current. Thermal coating layer.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 – TEMPERATURAS TÍPICAS DE ALGUNS PROCESSOS INDUSTRIAIS	19
FIGURA 2- PALHETA DE TURBINA COM TBC	20
FIGURA 3 - DIAGRAMA COM ENERGIA LIVRE DE GIBBS PELA TEMPERATURA.	22
FIGURA 4 - DIFERENTES FORMAS DE CRESCIMENTO DA TGO	23
FIGURA 5 - IMAGEM POR EDS DE TBC OXIDADO. (A) REGIÃO OXIDADA, (B) MAPA DE OXIGÊNIO, (C) MAPA DE ALUMÍNIO (D) MAPA DE CROMO (E) MAPA DE NIQUEL.....	26
FIGURA 6 – SEQUÊNCIA DE EVENTOS ATÉ O DESPLACAMENTOS DEVIDO À OXIDAÇÃO.	29
FIGURA 7-GERAÇÃO DE CORRENTES PARASITAS NA PEÇA.	35
FIGURA 8 - ORGANOGRAMA ENSAIO CORRENTES PARASITAS.....	37
FIGURA 9- EFEITO DA ESPESSURA DO MATERIAL NO ENSAIO DE CORRENTES PARASITAS.	39
FIGURA 10 - IMAGENS DAS METALOGRAFIAS ÓPTICA REALIZADAS EM REVESTIMENTOS DE CERÂMICAS POROSAS. (A) MICROGRAFIA ÓPTICA DO REVESTIMENTO, (B) MICROGRAFIA EM PRETO E BRANCO, (C) REVESTIMENTOS COM ALTO PERCENTUAL DE POROSIDADE (D) REVESTIMENTOS COM BAIXO PERCENTUAL DE POROSIDADE	42
FIGURA 11 - DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DOS ECOS ULTRASSÔNICOS EM UMA SUPERFÍCIE REVESTIDA	43
FIGURA 12 - PONTOS DE COLETAS DO TEMPO DE VÔO.....	45
FIGURA 13 – VARIÇÃO DOS ECOS NO ENSAIO DE ULTRASSOM OCASIONADO POR MÁ ADESÃO DO REVESTIMENTO E PELA FORMAÇÃO DE ÓXIDO	46
FIGURA 14-IMAGEM DAS SECÇÕES TRANSVERSAIS DAS AMOSTRAS COM REVESTIMENTOS DE BOA E MÁ QUALIDADE EM CAMADA DE LIGAÇÃO	47
FIGURA 15-SINAIS DE CP CONFRONTANDO REATÂNCIA (ORDENADA) E RESISTÊNCIA (ABSCISSA).	48
FIGURA 16-SISTEMA DE AQUISIÇÃO DE DADOS.	50
FIGURA 17-PADRÃO DE GRADE TRAÇADO PARA EFETUAR A VARREDURA POR CORRENTES PARASITAS.	52
FIGURA 18- DIMENSÕES DAS AMOSTRAS ANALISADAS.	54
FIGURA 19- MICROGRAFIA DAS AMOSTRAS DOS PARÂMETROS 1 E 2 ANTES DE SEREM SUBMETIDAS A CICLOS TÉRMICOS.....	55
FIGURA 20- MICROGRAFIA DAS AMOSTRAS DOS PARÂMETROS 4 ANTES DE SEREM SUBMETIDAS A CICLOS TÉRMICOS.	56
FIGURA 21- MICROESTRUTURA DA AMOSTRA ANALISADAS COM MEV.....	57
FIGURA 22 - (A) DISPOSITIVO DE LOCOMOÇÃO; (B) FORNO.	59
FIGURA 23 - (A) EQUIPAMENTO DE CORRENTES PARASITAS DA MARCA OLYMPUS E MOD. NORTEC® 500 D, (B) SONDA DE CONDUTIVIDADE NORTEC 480KHZ, (C) SONDA NORTEC SL/300HZ-10KHZ E (D) PADRÃO DE CONDUTIVIDADE NORTEC (IACS% CERTIFICADO).	60
FIGURA 24 - (A) EQUIPAMENTO DE ULTRASSOM OLYMPUS MODELO 5077PR; (B) TRANSDUTOR OLYMPUS MODELO V 327/10 MHZ; (C) OSCILOSCÓPIO INFINI VISION MODELO DSO-X 2022 ^a	61
FIGURA 25 - TELA DE ÂNGULO DE FASE COM A SONDA NORTEC POWER LINK SL/1KHZ-10KHZ...	63
FIGURA 26 - MÉTODO DE MEDIDA DO ÂNGULO DE FASE DA AMPLITUDE. (A) TELA DO EQUIPAMENTO E (B) CURVAS TRANSFORMADAS EM RETAS EM SOFTWARE DE DESENHO.....	63
FIGURA 27- IMAGEM DO OBTIDA DA TELA DO OSCILOSCÓPIO DURANTE O ENSAIO DE ULTRASS ONDE O SINAL “A” REPRESENTA O PULSO ULTRASSÔNICO INICIAL, “B” PRIMEIRO ECO DE FUNDO E “C” O SEGUNDO ECO DE FUNDO, EM DESTAQUE NO RETÂNGULO VERMELHO ESTA O TEMPO.....	65
FIGURA 28-CURVAS DE TODAS AS AMOSTRAS COM 0, 6, 12 E 30 CICLOS, COM COBRE COMO MATERIAL REFERÊNCIA.	79
FIGURA 29-MICROESTRUTURAS DAS AMOSTRAS DO PARÂMETRO 1 DA RÉPLICA AO PASSAR DOS CICLOS DE OXIDAÇÃO.....	81
FIGURA 30- MICROESTRUTURAS DAS AMOSTRAS DO PARÂMETRO 2 DA REPLICA AO PASSAR DO: CICLOS DE OXIDAÇÃO.....	82
FIGURA 31- MICROESTRUTURAS DO P4 SEM PRÉ-AQUECIMENTO E COM AQUECIMENTO.	83
FIGURA 32-ANÁLISE DA AMOSTRA COM PARÂMETRO 4 E 320°C DE TEMPERATURA DE DEPOSIÇÃO. (A) ZERO CICLOS, (B) 6 CICLOS, (C) 12 CICLOS E (D) 30 CICLOS.....	84

FIGURA 33-LINHA DE COMPOSIÇÕES DAS AMOSTRAS COM 30 CICLOS.	85
FIGURA 34- MAPA DE COMPOSIÇÕES DAS AMOSTRAS COM 30 CICLOS.....	86
FIGURA 35 - ANÁLISE POR EDS DAS AMOSTRAS COM 0 CICLOS, 24 CICLOS, 36 CICLOS E 48 CICLOS.	93
FIGURA 36- ANÁLISE POR MEV/ELÉTRON SECUNDÁRIO, DAS AMOSTRAS COM META DE BASE HASTELLOY X COM 0 CICLOS, 24 CICLOS, 36 CICLOS E 48 CICLOS	94
FIGURA 37- ANÁLISE POR EDS DA AMOSTRA COM METAL DE BASE HASTELLOY X COM 48 CICLOS.	95

LISTA DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1-VELOCIDADES DE ULTRASSOM POR NÍVEL DE POROSIDADE DAS AMOSTRAS COM ZIRCÔNIA ESTABILIZADA COM 8% ÍTRIA	44
GRÁFICO 2-INTENSIDADE E ÂNGULO DE FASE DA IMPEDÂNCIA, NO ENSAIO DE CORRENTES PARASITAS	48
GRÁFICO 3-IMPEDÂNCIA NORMALIZADA VERSUS FREQUÊNCIA MOSTRANDO QUALITATIVAMENTE A RESPOSTA DAS CURVAS IMPEDÂNCIA, LADO DA SUCÇÃO.....	51
GRÁFICO 4-IMPEDÂNCIA NORMALIZADA VERSUS FREQUÊNCIA DA SECÇÃO E.....	52
GRÁFICO 5-COMPORTAMENTO DAS ESPESSURAS DO TBC PARA DETECTAR O CRESCIMENTO DA TGO AO LONGO DOS CICLOS DE OXIDAÇÃO.	67
GRÁFICO 6-ÂNGULOS DE FASE DE TODAS AS AMOSTRAS COM O PASSAR DOS CICLOS.	70
GRÁFICO 7-GRÁFICO DE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DO SOM EM RELAÇÃO AO NÚMERO DE CICLOS DE OXIDAÇÃO.....	71
GRÁFICO 8-ANÁLISE DE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DO SOM DOS PRIMEIROS CICLOS DE OXIDAÇÃO.	73
GRÁFICO 9-COMPARAÇÃO DA ESPESSURA E AMPLITUDE DA CURVA DE CONDUTIVIDADE.	75
GRÁFICO 10-COMPARAÇÃO ENTRE AS LEITURAS DE ESPESSURAS COM CORRENTES PARASITAS E MICROSCOPIA ÓTICA.	77
GRÁFICO 11-EVOLUÇÃO DO ÂNGULO DE FASES DAS AMOSTRAS.	80
GRÁFICO 12-VALORES DA VELOCIDADE DO ULTRASSOM OBTIDAS EM FUNÇÃO DA PERCENTAGEM DE POROSIDADE AFERIDA NO ENSAIO DE MICROSCOPIA.	88
GRÁFICO 13-GRÁFICO DE POROSIDADE EM RELAÇÃO A VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DO SOM GERADO A PARTIR DE TODOS OS PONTOS ANALISADOS PARA O REVESTIMENTO CERÂMICO DA AMOSTRA DA RÉPLICA.	89
GRÁFICO 14-COMPARAÇÃO ESPESSURA E AMPLITUDE DA CURVA DE CONDUTIVIDADE DAS AMOSTRAS COM HASTELLOY X.	90
GRÁFICO 15-COMPARAÇÃO MEDIDAS DE ESPESSURAS DE TGO NÃO CONDUTIVAS, PELOS MÉTODOS NÃO DESTRUTIVO E DESTRUTIVO.	91
GRÁFICO 16-EVOLUÇÃO DO ÂNGULO DE FASE NAS AMOSTRAS DE HASTELLOY X.	92
GRÁFICO 17-EVOLUÇÃO DA VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DO SOM E RELAÇÃO A NÚMEROS DE CICLOS DE OXIDAÇÃO.....	96
GRÁFICO 18-RELAÇÃO DA POROSIDADE COM O NÚMERO DE CICLOS DURANTE ENSAIO DE OXIDAÇÃO DO REVESTIMENTO NAS AMOSTRAS COM HASTELLOY X.....	97

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - CAPACIDADE DE PROTEÇÃO DOS ÓXIDOS.	24
TABELA 2 - RESISTIVIDADE E CONDUTIVIDADE DE MATERIAIS METÁLICOS.	38
TABELA 3- COMPOSIÇÕES DOS MATERIAIS USADOS PARA FORMAR O TBC DO GRUPO DE AMOSTRAS COM METAL DE BASE INCONEL 718	55
TABELA 4- PARÂMETROS HVOF	56
TABELA 5 - PARÂMETROS FIXOS PLASMA APS DO CERÂMICO YSZ	56
TABELA 6 – CONDIÇÕES DA DEPOSIÇÃO POR PLASMA APS DA CERÂMICA YSZ	57
TABELA 7 - COMPOSIÇÕES DOS MATERIAIS USADOS PARA FORMAR O TBC NAS AMOSTRAS COM METAL DE BASE HASTELLOY X.....	58
TABELA 8 - NÚMERO DE CICLOS DE DURAÇÃO DOS REVESTIMENTOS.....	66

LISTA DE SIGLAS

APS	Air Plasma Spray (Aspersão de Plasma a Ar)
BSE	Backscattering Electron (Elétrons Retroespalhados)
END	Ensaio Não Destrutivo
EDS	Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X
HVOF	High Velocity Oxi-Fuel - Alta Velocidade de Oxigênio e Combustível
TBC	Thermal Barrier Coating - Revestimento de Barreira Térmica
TGO	Thermally Grown Oxide - Óxido Crescido Termicamente
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
YSZ	Yttria Stabilized Zirconia - Zircônia Estabilizada com Ítria

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	JUSTIFICATIVA	16
1.2	OBJETIVOS	17
1.2.1	Objetivo Geral	17
1.2.2	Objetivos Específicos	17
1.3	ESTRUTURA DO TRABALHO	18
2	REFERENCIAL TEÓRICO	19
2.1	UTILIZAÇÃO DE CAMADA DE BARREIRA TÉRMICA	19
2.2	OXIDAÇÃO	21
2.2.1	Cinética da Oxidação	22
2.2.2	Taxas de oxidação	23
2.2.3	Teste de Oxidação	23
2.2.4	Camada de Óxido Protetora	24
2.2.5	TGO	25
2.3	MODOS DE FALHA DOS REVESTIMENTOS	27
2.4	ENSAIO POR ULTRASSOM	30
2.4.1	Geração e recepção de ondas ultrassônicas – efeito piezoelétrico	31
2.4.2	Variáveis importantes no ensaio ultrassom	31
A)	Velocidade de onda	31
B)	Comprimento da onda	32
C)	Reflexão Sônica	32
D)	Refração Sônica	33
E)	Atenuação Sônica	33
2.5	CORRENTES PARASITAS	34
2.5.1	Ensaio de correntes parasitas	34
2.5.2	Propriedades que afetam as correntes parasitas	37
A)	Condutividade elétrica	37
B)	Dimensão e forma da peça ensaiada	39
C)	Espaçamento entre a peça e a bobina	39
D)	Frequência	40
2.6	Aplicação do ultrassom em TBC	40
2.6.1	Aplicação de ensaio de correntes parasitas em TBC	46
3	MATERIAIS E MÉTODOS	54
3.1	AMOSTRAS	54
3.1.1	Amostras com metal de Base Inconel 718	54
3.1.2	Amostras com metal de Base Hastelloy X	57
3.1.1	Equipamento para ensaio de oxidação	58
3.1.2	Equipamento e Acessórios Adotados no Ensaio de Correntes Parasitas	59
3.1.3	Equipamento e Acessórios Adotados no Ensaio por Ultrassom	60
3.1.4	Equipamentos para preparação e análise metalográfica	61
3.2	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	61
3.2.1	Metodologia dos ensaios de oxidação	61
3.2.2	Medição da espessura do revestimento e condutividade por correntes parasitas	62
3.2.3	Ensaio da medição de porosidade por ultrassom	63
3.2.4	Procedimento experimental para a análise metalográfica	65

4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	66
4.1	ANÁLISE DE OXIDAÇÃO CÍCLICA DAS AMOSTRAS COM METAL DE BASE INCONEL 718.....	66
4.1.1.1	Medição de espessuras (Ensaio com Correntes Parasitas)	67
4.1.1.2	Caracterização da condutividade e ângulo de fase (Ensaio com Correntes Parasitas)	68
4.1.1.3	Análise da porosidade pela velocidade de propagação do som.	71
4.2.1	Comparação de espessura e amplitude da curva de condutividade	74
4.2.2	Caracterização da condutividade pelo ângulo de fase da réplica.	78
4.2.3	Análise da Variação da Microestrutura com a Oxidação	80
4.3	AMOSTRAS COM METAL DE BASE HASTELLOY X (AMOSTRAS COM “FLASH COAT”).....	89
4.3.1	Espessuras e Amplitude de Curva	89
4.3.2	Caracterização da condutividade pelo ângulo de fase.....	91
4.3.3	Caracterização da formação da TGO por EDS.....	92
5	CONCLUSÕES.....	98
	REFERÊNCIAS.....	100

1 INTRODUÇÃO

Vários processos industriais operam em ambientes agressivos caracterizados por gradientes de temperatura, pressão elevada, grandes tensões nos componentes individuais, e a presença de atmosfera oxidante. Como exemplo de sistemas que trabalham em ambientes agressivos, tem-se as turbinas a vapor, turbinas de aviões, turbinas a gás industriais, equipamentos para refino de petróleo e produção de energia nuclear (Bose, 2007). Todos esses processos exigem materiais de construção com capacidade de operar a elevadas temperaturas atendendo requisitos de desempenho e durabilidade.

A necessidade de produção de energia por termoelétricas vem crescendo, onde severas condições de trabalho dos componentes de turbinas a gás trazem diversos problemas para a vida útil e eficiência destes componentes. Intensas pesquisas nesta área trazem um aumento significativo na confiabilidade desses sistemas. O desenvolvimento de camadas de barreiras térmicas ou TBC's (*thermal barrier coating*) é um dos meios que proporcionam um aumento na eficiência e durabilidade de componentes de secções quentes. Os TBC's são amplamente utilizados em turbinas a gás e outros equipamentos que operam em ambientes agressivos e podem ser agrupados como um sistema de duas camadas de materiais, que consistem em (1) metal de ligação entre as camadas e (2) revestimento superior de cerâmica, que são depositados por aspersione térmica sobre um substrato de superliga.

Quando em operação os equipamentos que possuem TBC's depositados, tendem a apresentar com o passar do tempo uma camada de óxido, chamada camada de óxido crescido termicamente (*Thermally Grown Oxide – TGO*). Esta camada é a principal responsável pela falha do TBC, pois o aumento do volume desta camada gera tensões entre a camada cerâmica e de ligação, o aumento das tensões trás pequenas fissuras que quando se juntam geram os deslocamentos, que é a separação entre as camadas, levando a falha do revestimento.

O monitoramento da eficiência dos TBC's deve levar em consideração as seguintes propriedades dos revestimentos: porosidade, espessuras dos revestimentos, a formação da camada TGO que pode ser avaliada pela condutividade elétrica deste revestimento. Para fazer esta avaliação faz-se necessário um estudo da variação das propriedades dos revestimentos TBC à medida que se vai aumentando o número de ciclos térmicos aplicados, a partir das alterações físicas ou químicas nos componentes analisados. Esta avaliação pode

ser através do uso de diferentes técnicas de ensaios não destrutivos, os quais têm a vantagem de serem realizados sem a retirada do componente do local de operação. Vale destacar que atualmente, somente métodos destrutivos são adotados na avaliação.

O ensaio de ultrassom é um método de inspeção não destrutivo que pode ser usado para análise de revestimentos. Esta técnica pode ser utilizada para a determinação da velocidade de propagação do som na camada cerâmica, podendo ser relacionada com a porosidade deste revestimento. Uma vez que estas duas variáveis são inversamente proporcionais, ou seja, maiores velocidades ocorrem em revestimentos com menores porosidades. Vale ressaltar que a porosidade é um fator importante na eficiência da camada cerâmica, proporcionando melhor isolamento térmico, assim protegendo o metal de base. Outro ponto importante a ser analisado é a formação de óxidos durante a vida útil do revestimento. Esta avaliação é realizada normalmente com ensaios destrutivos pela observação da microestrutura do revestimento. Para este fim pode ser utilizado o método de correntes parasitas, a qual pode realizar a caracterização elétrica de componentes usados em seções quentes com revestimentos. Onde a variação da condutividade elétrica pode ser ligada à degradação do material usado como metal de ligação, e também à formação de óxidos devido à penetração do oxigênio entre as camadas de revestimento.

Para avaliar as propriedades dos materiais que compõem os TBC's em condições similares as das turbinas há alguns ensaios e equipamentos, que simulam os ambientes de operação dos componentes. Dentre eles destacam-se os ensaios em forno de oxidação cíclica ou isotérmica, utilizado para avaliar os mecanismos de falhas induzidas por ciclos térmicos e tensões mecânicas. Com a simulação de componentes de turbinas em seu ambiente de trabalho, é possível acompanhar a evolução do crescimento da TGO que traz a falha do conjunto de TBC's. Neste caso a avaliação dos revestimentos através de ensaios não destrutivos pode ser uma metodologia interessante em ser realizada objetivando elevar a confiabilidade do sistema em operação.

1.1 JUSTIFICATIVA

Contínuos avanços nos materiais estruturais, revestimentos e em conceitos de *design* para os componentes de seção quente tornam possíveis os aumentos na temperatura de entrada do rotor de turbinas a gás, resultando em maiores ganhos

de eficiência. Para proteger certas superfícies contra a corrosão a quente geradas pelas altas temperaturas torna-se obrigatória a utilização de revestimentos. A degradação destes revestimentos protetores representa um dos maiores problemas ao funcionamento das turbinas.

A integridade de revestimentos utilizados em componentes da seção quente de turbinas de combustão é fundamental para sua confiabilidade, fazendo-se necessário prever a vida útil de revestimentos analiticamente, sendo que um dos meios para isto seria de forma não destrutiva por intermédio de ensaios no local.

O tempo de inatividade para a inspeção de revestimento e reposição requer a parada do gerador de energia, tornando-o menos eficiente. A falha no revestimento pode conduzir a um rápido e grave dano ao substrato, levando a necessidade da substituição da palheta da turbina.

Um adequado sistema de gerenciamento de vida para revestimentos representa um grande passo em prevenção de grandes perdas financeiras (VISWANATHAN et al., 2004). Desta forma então, a possibilidade da utilização de ensaios não destrutivos em inspeções preventivas dos revestimentos acarretaria um grande ganho financeiro e de vida útil ao componente.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo Geral.

Avaliar o processo de sinterização e formação da TGO em amostras de TBC submetidas ao ensaio de oxidação cíclica através da utilização de ensaios não destrutivos.

1.2.2 Objetivos Específicos.

Os objetivos específicos a serem alcançados no estudo realizado nas amostras de TBC's submetidas ao ensaio de oxidação cíclica serão:

- Avaliação da variação da espessura da camada de TBC ao longo dos ciclos de oxidação;
- Avaliação do efeito da oxidação na condutividade elétrica através de ensaios de correntes parasitas;
- Avaliação da formação da TGO ao longo dos ciclos de oxidação dos revestimentos;

- Caracterização da evolução da porosidade ao longo dos ciclos térmicos por meio de ensaios de ultrassom e metalografia.

1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

No capítulo 2 está apresentado o desenvolvimento teórico, com o objetivo de ilustrar a utilização dos TBC's, sua importância e fenômenos que levam a sua falha. Também apresenta as duas técnicas de ensaio não destrutivos que foram empregadas para avaliação dos revestimentos.

A apresentação da técnica de ultrassom começa com uma definição, seguida de explicação do efeito piezoelétrico que é o responsável pela criação das ondas sônicas, mostrando as variáveis importantes do ensaio de ultrassom e os métodos e técnicas de inspeção, com análises de porosidades em revestimentos.

Já para o ensaio de correntes parasitas, faz-se uma descrição da técnica, demonstrando as propriedades que afetam a aplicação do método e a aplicação do método em revestimentos, fazendo a caracterização eletromagnética e medidas de espessuras.

O capítulo 3 explica os materiais e métodos utilizados, sendo que este capítulo define as amostras que foram utilizadas, e descreve as técnicas e os equipamentos que foram utilizados neste trabalho.

O capítulo 4 apresenta os resultados dos ensaios de oxidação, mostrando os resultados obtidos com ensaios não destrutivos e destrutivos (ensaios metalográficos).

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 UTILIZAÇÃO DE CAMADA DE BARREIRA TÉRMICA

Durante a operação de equipamentos que trabalham em ambientes corrosivos, os materiais tendem a degradar. Isto se dá devido à fadiga, oxidação, corrosão, e desgastes erosivos. Pois, componentes submetidos à altas temperaturas sofrem com a geração da oxidação, acarretando assim a redução da sua vida útil. Típicas temperaturas de alguns dos processos industriais são ilustradas na Fig. 1, onde nota-se que a temperatura de trabalho de turbinas a gás são próximas a 1200°C.

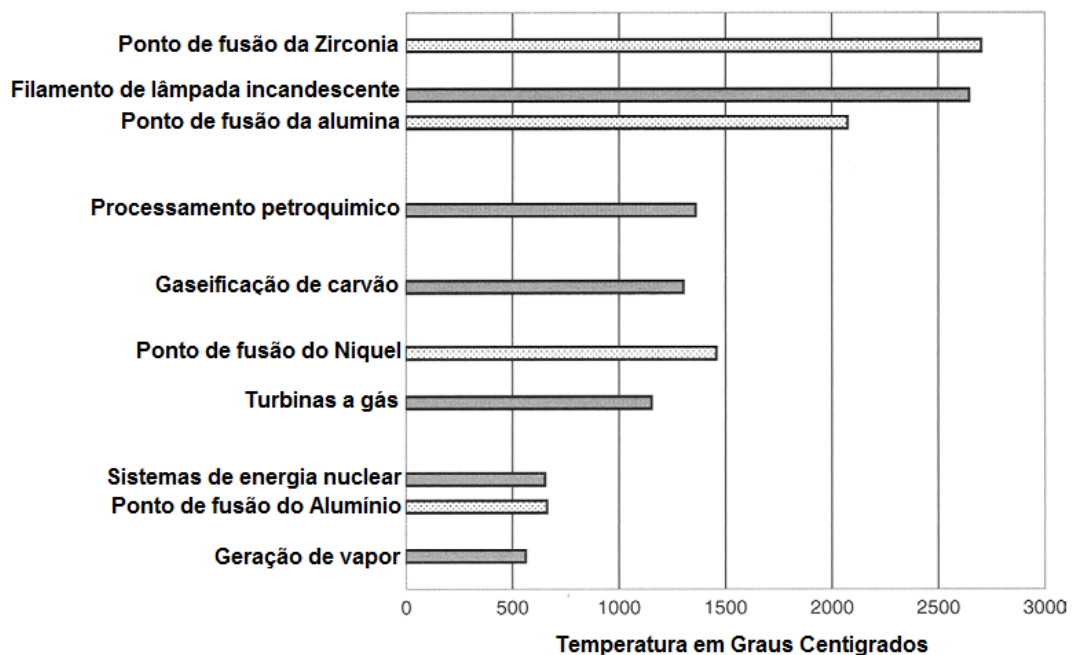


Figura 1 – Temperaturas típicas de alguns processos industriais
Fonte - Adaptado de Bose (2007).

Uma das técnicas adotadas para proteger os materiais estruturais de componentes que são submetidos a altos níveis de temperatura é agregar características que eles não possuem por intermédio da deposição de Revestimentos de Barreira Térmica (TBC's -Thermal Barrier Coating). A Fig. 2 ilustra uma palheta de turbina com a utilização de TBC, detalhando também a forma construtiva do componente.

A principal função do uso dos TBC's é a de reduzir a temperatura dos componentes e, assim, aumentar a vida útil. É uma combinação de várias camadas de revestimentos, onde cada camada tem uma função específica (Bose, 2007).

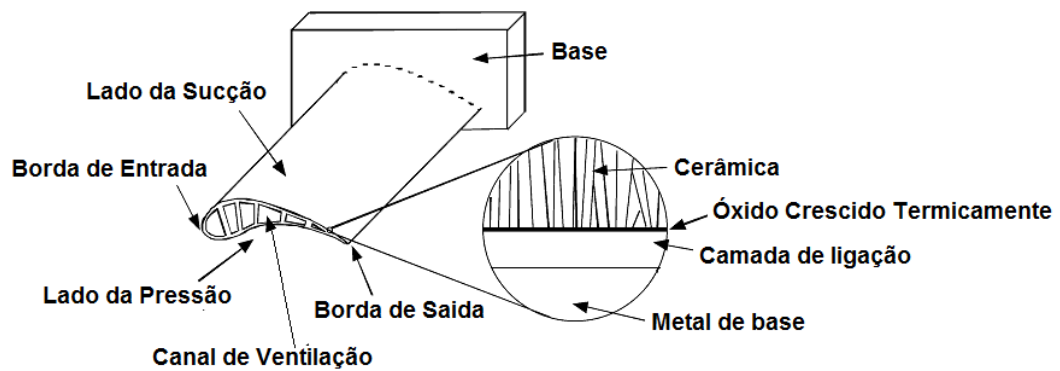


Figura 2- Palheta de turbina com TBC
Fonte: Adaptado de Sohn et al. (2001).

A camada superior de cerâmica proporciona isolamento térmico por possuir baixa condutividade térmica. O material típico utilizado é o dióxido de zircônio (ZrO_2). Uma dos principais métodos de deposição da camada cerâmica é a deposição pelo processo de pulverização por plasma ao ar (Air Plasma Spray - APS). Esta deposição é feita sobre uma liga metálica resistente à oxidação que tem uma superfície rugosa, servindo como uma camada de ligação entre o metal de base e a cerâmica. Esta camada é chamada de "revestimento adesivo" ou camada de ligação ou "*Bond Coat*" (BOSE, 2007).

A camada de ligação é composta geralmente por NiCoCrAl, qual foi depositada sobre o metal de base por método de alta velocidade de oxigênio e combustível denominado de HVOF (High Velocity Oxi-Fuel).

Com a aplicação de TBC's em palhetas de turbina a gás, a temperatura sobre o metal de base pode ser reduzida de $100^\circ C$ a $300^\circ C$. Esta redução da temperatura de trabalho dos componentes revestidos conduziu a um aumento significativo da eficiência da turbina (LI et al., 2014).

Outro exemplo do ganho de performance devido a execução deste procedimento, refere-se ao uso de revestimentos de barreira térmica aplicados em palhetas de turbinas de motores de aviões a jato, que oferecem redução significativa da temperatura do metal de base, que por sua vez resulta em maior tempo de vida e aumento da eficiência dos componentes (SWADÚBA et al., 2014).

Cada vez mais os revestimentos de barreira térmica estão sendo usados em componentes de isolamento térmico nas seções de turbinas a gás a fim de possibilitar o aumento a temperatura de operação e ganho de sua eficiência em operação (ESTARKI et al., 2014).

Os sistemas TBC's também podem ser utilizados como um isolante térmico em componentes de motores a diesel. O revestimento proporciona a possibilidade de

umentar a temperatura de combustão, levando a uma maior eficiência térmica. Também, a temperatura do metal de base diminui o que leva a um maior tempo de vida dos componentes. Para motores a diesel, outros benefícios incluem uma redução tanto no consumo de combustível quanto as emissões de gases, tais como hidrocarbonetos (RAD et al., 2014).

2.2 OXIDAÇÃO

A oxidação é um fenômeno em que os metais e ligas sofrem quando expostos ao oxigênio ou gases contendo oxigênio, sendo que, em temperaturas elevadas convertem alguns ou todos os elementos metálicos em óxidos. O óxido pode servir como uma camada de proteção se permanecer aderido a superfície, reduzindo a oxidação, ou pode deslocar continuamente, expondo o metal ainda não oxidado, recomeçando o processo até consumir todo o metal pela oxidação.

Também pode ocorrer a oxidação interna através do processo de difusão do oxigênio. Neste caso, as conseqüências estão diretamente ligadas à perdas de resistência do metal, resultando em falhas, como trincas e deslocamentos entre camadas.

A tendência de um metal oxidar é indicada pela mudança de energia livre de Gibbs (ΔG) que acompanha a formação do óxido. Sendo que a maioria dos metais oxida facilmente, onde o ΔG é negativo para a formação de óxido. O valor numérico de ΔG para reações de oxidação aumenta com aumento na temperatura (SMALLMAN; Ngan 2007).

A figura 3 mostra o diagrama de energia livre de Gibbs, onde em destaque visualiza-se a oxidação dos três componentes da liga aqui estudada (NiCrAlY), iniciando-se com oxidação do Alumínio (1), posteriormente a oxidação do Cromo (2) e por último a oxidação do Níquel (3).

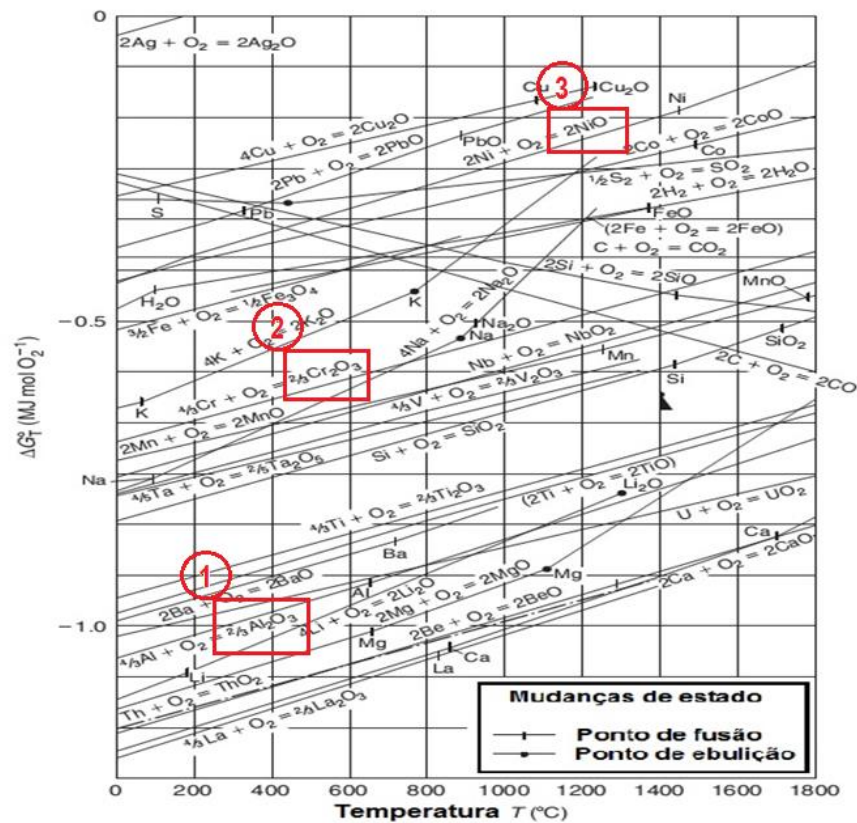


Figura 3 - Diagrama com energia livre de Gibbs pela temperatura.
Fonte: Adaptado de Smallman e Ngan (2007).

Como ilustrado na figura 3 a alumina surge antes dos outros óxidos, formando uma densa e contínua camada de óxido, protegendo o restante da liga, funcionando como uma barreira à passagem de oxigênio.

2.2.1 Cinética da Oxidação.

A consideração termodinâmica de mudança de energia livre ΔG prevê os vários produtos de oxidação, porém ela não fornece as taxas com que a oxidação progride.

As etapas individuais que conduzem à formação do óxido também não são abordadas pela termodinâmica. A cinética de sua ocorrência pode ser qualitativamente resumida como se segue:

1. O oxigênio é adsorvido na superfície do metal;
2. Oxigênio molecular se dissocia em oxigênio atômico;
3. Os átomos de oxigênio migram para locais de menor energia sobre a superfície do metal;
4. O oxigênio atômico ioniza e forma ligações como átomos de metal da superfície;
5. São construídas múltiplas camadas absorvidas;

6. “Ilhas” de óxido crescem e se sobrepõem formando uma camada de óxido transitória;
7. Ions de Oxigênio/Metal se difundem através da película para permitir a formação e crescimento contínuo de óxido (BOSE, 2007).

2.2.2 Taxas de oxidação

A taxa em que um metal ou uma liga oxida depende da sua composição, da sua área de superfície real, da temperatura, da composição do gás ambiente, e da natureza do ciclo de oxidação.

Como ilustrado na Fig. 4, o crescimento da oxidação pode ser dar de várias maneiras, seja o crescimento parabólico, linear, logaritmico e alternado. Segundo estudo de Daroonparvar (2013), a forma de crescimento da camada de óxido em ligas de NiCrAlY é do tipo parabólica, que segundo BOSE segue a equação geral derivada da Lei de Fick ($x^2 = kt$). Sendo x = espessura do óxido, k = taxa de crescimento parabólico dependente diretamente da temperatura, e t = tempo de exposição à temperatura (BOSE, 2007).

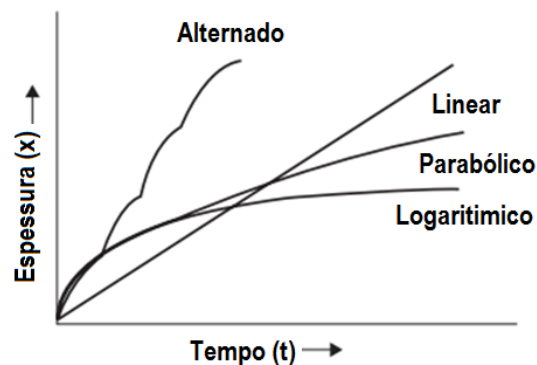


Figura 4 - Diferentes formas de crescimento da TGO
 Fonte: Adaptado de SMALLMAN; NGAN (2007).

2.2.3 Teste de Oxidação

Geralmente dois tipos distintos de testes de oxidação são utilizados, testes isotérmicos e teste cíclico.

Neste trabalho foi utilizado o método de teste isotérmico, onde a cinética de oxidação é estudada pela medição do crescimento da espessura da camada de óxido e mudança de composições, como uma função do tempo de exposição a uma temperatura.

O teste isotérmico é conduzido num forno, onde as condições de temperatura e de gás são mantidas próximas às observadas no ambiente de aplicação, tal como na seção quente de um motor de turbina a gás.

As velocidades de gás, no entanto, raramente são compatíveis com o ambiente real. Por exemplo, nos motores de turbina a gás, as velocidades dos gases são da ordem da velocidade do som à temperatura ambiente (330m/s), com o aumento da temperatura para 1093°C a velocidade chega a 1000m/s o que não é possível num forno (BOSE, 2007, DAROONPARVAR et al., 2013). Também, deve-se salientar que no forno não consegue-se reproduzir o efeito dos gases contaminantes, que são gerados durante a queima do combustível e de certa forma podem afetar a formação da camada de óxido.

2.2.4 Camada de Óxido Protetora

A camada de óxido pode ser protetora contra oxidação se for contínua ou ser porosa, sendo que a porosa permite a passagem de oxigênio e, portanto, a continuação do processo de oxidação. Um indicador geral da capacidade de proteção da camada de óxido é dado pela razão *Pilling-Bedworth* (PBR).

Sendo definido como $PBR = \text{Volume de óxido formado} / \text{volume de metal consumido}$, ou seja, $PBR = 1/n[(m/r')/(M/R')]$, em que m e M são os pesos moleculares e atômicos do óxido e do metal respectivamente, r' e R' são as respectivas densidades, e n é o número de átomos de metal no óxido (BOSE, 2007). Alguns valores de PBR e a capacidade de proteção da camada de óxido estão listados na Tabela 1.

Tabela 1 - Capacidade de proteção dos óxidos.

Sistema	PBR	Proteção
Al/Al ₂ O ₃	1,28	P
Cr/Cr ₂ O ₃	1,99	P
Si/SiO ₂	2,15	P
Ca/CaO	0,64	NP
Ta/Ta ₂ O ₅	2,47	NP

P=Protetor; NP=Não protetor.

Fonte: Adaptado de Bose (2007)

Conforme ilustrado na Tabela 1, os óxidos de alumínio e de cromo são protetores, ou seja, impedem a passagem de oxigênio. Como o alumínio oxida

antes, segundo Fig. 3, ele é o principal responsável por fazer a proteção da liga à passagem de oxigênio.

2.2.5 TGO

A TGO é a camada de óxido formada entre as camadas de cerâmica e de ligação, devido ao oxigênio que penetra através da camada cerâmica, e reage com os elementos da camada de ligação NiCrAl. Primeiramente formam-se os óxidos de alumínio e depois os óxidos de níquel e de cromo, sendo que estes óxidos desempenham um papel significativo na falha dos revestimentos, devido ao seu crescimento mais acentuado, que gera tensões entre as camadas (CAI et al., 2014).

Após a acumulação de oxigênio na superfície, a camada de óxido é absorvida e nucleada em camadas finas em locais favoráveis, como vacâncias e átomos de impureza. Cada região nucleada cresce, coalescendo uma com outra até que se forme um filme de óxido sobre a totalidade da superfície. A TGO é, portanto, um agregado de grãos individuais envoltos por camadas finas de óxidos (SMALLMAN; e NGAN, 2007).

Normalmente a película não é porosa e a continuação da oxidação se dá por meio de difusão através da camada de óxido.

Grandes tensões, de compressão ou de tração, podem muitas vezes se acumular em filmes de óxidos e levar a pequenos deslocamentos. A quebra repetida pode prevenir o desenvolvimento rápido, então a oxidação assume uma taxa aproximadamente linear.

Também pode ocorrer a formação de óxidos chamados CSN ou óxidos mistos, sendo $(Cr,Al)_2O_3$ Óxido de cromo, $Ni(Cr, Al)_2O_4$ -Espinélio, (NiO) -Óxido de Níquel, abreviados como CSN. Se a camada de TGO for composta principalmente por uma camada contínua e densa de Al_2O_3 , ela pode atuar como uma barreira de difusão para suprimir a formação de óxidos mistos, protegendo o substrato de oxidação adicional (MERCER, 2006).

Segundo Daroonparvar (2013), a tensão radial que o óxido misto provoca no TBC é cinco vezes maior do que a alumina, também a tensão axial é dez vezes maior para óxidos mistos quando comparados com a alumina pura.

Formação CSNs (óxidos mistos) é principalmente devida à difusão de oxigênio para dentro do TBC (Revestimentos de Barreira Térmica) e da infiltração de alumínio, níquel e cromo para fora da camada de ligação, durante a oxidação. A figura 5 ilustra imagem de EDS, de um TBC oxidado com regiões contendo óxidos

mistos (pontos 2) que são cercados por alumina (pontos 1). Na Fig.5 estão as imagens realizadas por metalografia, a imagem (a) mostra a região oxidada, a imagem (b) destaca o oxigênio, a imagem (c) destaca o alumínio, a imagem (d) destaca o cromo e a imagem (e) destaca o níquel.

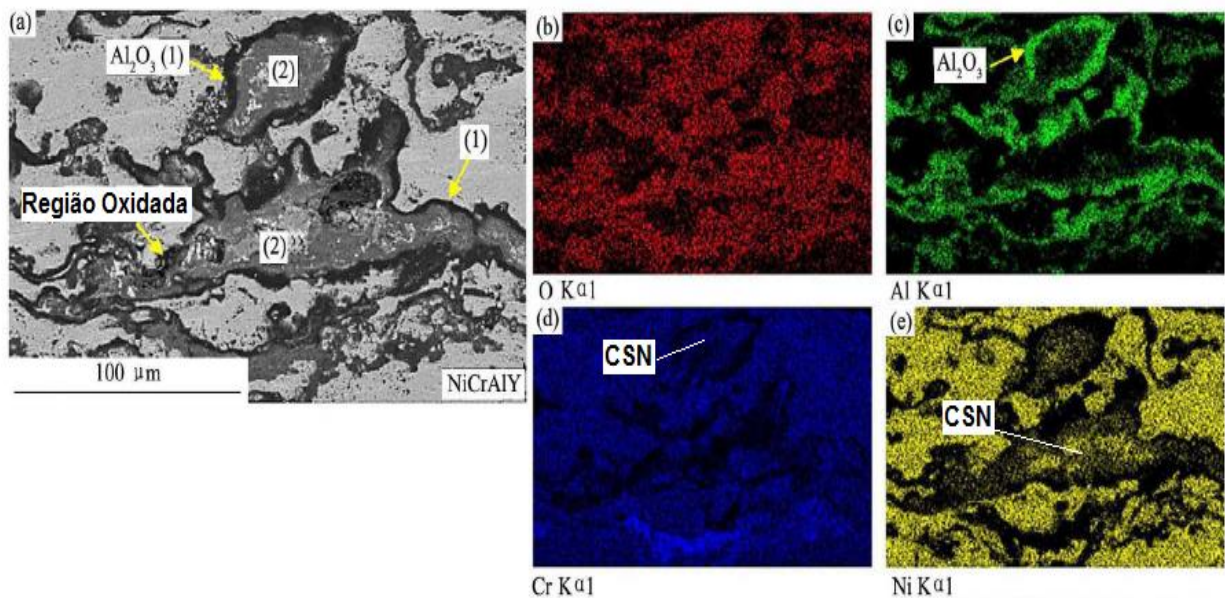


Figura 5 - Imagem por EDS de TBC oxidado. (a) região oxidada, (b) mapa de Oxigênio, (c) mapa de Alumínio (d) mapa de Cromo (e) mapa de Níquel.
 Fonte: Adptado de Daroonparvar (2013).

Estes CSN são compostos principalmente de óxidos NiCrO_4 , NiCrO_3 e NiCr_2O_4 , que são acompanhadas por aumento de volume rápido que gera elevadas tensões.

A fase β (NiAl) da camada NiCrAlY pode levar à formação de fase Al_2O_3 , de acordo com a reação seguinte ($4\text{NiAl} + 3\text{O}_2 \rightarrow 2\text{Al}_2\text{O}_3 + 4\text{Ni}$). Portanto, a camada de Al é esgotada durante a oxidação formando óxidos com Ni e Cr. Os óxidos NiCrO_4 , NiCrO_3 , NiCr_2O_4 trazem um aumento de volume rápido que gera tensões localizadas entre os revestimentos. Os CSN são prejudiciais, pois formam saliências na TGO que iniciam mecanismos de falha do revestimento (DAROONPARVAR et al., 2013).

Segundo Mercer (2006), a TGO consiste essencialmente de três componentes: (a) α -alumina (Al_2O_3), (b) revestimento retido NiCoCrAlY e (c) uma distribuição de partículas de óxido em nano-escala ricas em Al, Y e Hf também chamada de segunda fase.

Esta segunda fase pode ser formada por difusão de Hf, Al e Y na TGO vindos da camada de ligação ou substrato durante o ciclo térmico, seguido de precipitação, devido à baixa solubilidade de Hf e Y na alumina, que pode levar à formação de

partículas precipitadas. Outro mecanismo que leva a formação de segunda fase é a retenção em nano-escala de regiões da camada de ligação rica em Háfnio (Hf) e Ítrio (Y), possivelmente intermetálicos, durante o avanço da oxidação.

A TGO sempre é formada em sistemas do tipo TBC, ocorrendo a infiltração do oxigênio e o empobrecimento das fases da camada de ligação. O crescimento da TGO tem uma grande taxa de crescimento no início e se estabiliza com o passar do tempo, formando um crescimento parabólico.

2.3 MODOS DE FALHA DOS REVESTIMENTOS

Segundo Wright (1999) o desenvolvimento de um estudo de sistemas TBC exige que pelo menos duas bifurcações básicas sejam reconhecidas e caracterizadas, além das diferenças relacionadas à composição química do revestimento adesivo.

1. Camadas de TBC depositados por APS (Air Plasma Spray) e EB-PVD (*Electron Beam Phase Vapor Deposition*) são muito diferentes em suas propriedades microestruturais, morfológicas, térmicas e físicas o que implicam em diferentes mecanismos de falha.

Revestimentos depositados por plasma geralmente tem alta rugosidade, sendo que a falha ocorre pela evolução das trincas que ocorrem em planos normalmente paralelos ao substrato. Por outro lado, os revestimentos depositados por EB-PVD são menos rugosos e tipicamente falham por perda de aderência na interface com a TGO. Em ambos os casos, a falha é motivada pela densidade de energia na TGO e agravadas pela sinterização da cerâmica.

2. Os mecanismos de falha dominantes são diferentes para as duas áreas predominantes de aplicação (de propulsão e geração de energia), por causa das diferentes cargas térmicas.

Os sistemas usados para a propulsão sofrem múltiplos ciclos térmicos que resultam em falha quando a espessura TGO está no intervalo 1-5 μ m. A maioria dos outros sistemas de energia operam em grande parte em um modo isotérmico com alguns ciclos. Estes falham tipicamente quando a espessura da TGO está na gama de 5-15 mm. Ou seja, o ciclo térmico diminui a durabilidade do sistema de TBC.

A camada de revestimento adesivo contém uma relativamente grande reserva de Al, sendo também um dos motivos da alumina ter preferência na formação. A

preferência por alumina é relacionada à sua rápida taxa de crescimento e adesão superior.

A alumina é formada porque o TBC permite a entrada de oxigênio que reage com o Al na camada do revestimento de ligação. Seu crescimento é controlado pela difusão do Oxigênio para dentro do TBC. Quando o sistema esfria até à temperatura ambiente a camada de alumina sofre grandes compressões residuais (3 a 5GPa). As tensões que surgem durante o crescimento de outros óxidos são muito menores (< 1GPa).

Embora fina (1-5 μm), a alta densidade de energia nesta camada motiva os mecanismos de falha (WRIGHT,1999). Por outro lado por ser contínua, densa e com crescimento lento a alumina tem baixa difusividade iônica de oxigênio e adia a oxidação adicional protegendo o revestimento abaixo dela (DAROONPARVAR,2013).

Com o passar dos ciclos de trabalho os revestimentos tendem a degradar por processos mecânicos e químicos. O TBC quase sempre falha por quebras locais do revestimento cerâmico. Os meios de falha observados são descritos por BOSE (2007) como:

- Falhas prematuras: relacionadas a problemas durante a deposição, como sujeiras na superfície ou parâmetros de deposição errados. Causando baixa aderência do revestimento, trazendo a falha do mesmo;
- Degradação causada por ciclos térmicos: considerado o mais importante nas falhas de turbinas a gás. Geralmente essas falhas são originadas por tensões mecânicas no revestimento cerâmico causadas pelos ciclos térmicos da turbina, e pelo crescimento da TGO;
- Degradações pelo processo de erosão: falha devido aos choques de pequenas partículas que entram na turbina contra os revestimentos;
- Deposição de materiais corrosivos: ocorre através da deposição de materiais sobre o revestimento cerâmico durante o tempo de trabalho da turbina. Um exemplo é o enxofre que pode entrar através do ar ou do combustível se acumulando sobre os revestimentos, podendo gerar corrosão.

Segundo Bose (2007), as falhas seguem um processo de ocorrências, sendo:

1. Nucleação das trincas;
2. Aumento e junção de trincas vizinhas;

3. Surgimento de trincas maiores próximas a interface da cerâmica com a camada de ligação pela junção de trincas menores;
4. Deslocamento da camada, causando a falha do revestimento cerâmico

Segundo Wright (1999), a falha segue o caminho ilustrado na figura 6, começando com pequena separação das camadas e seguindo até o deslocamento total.

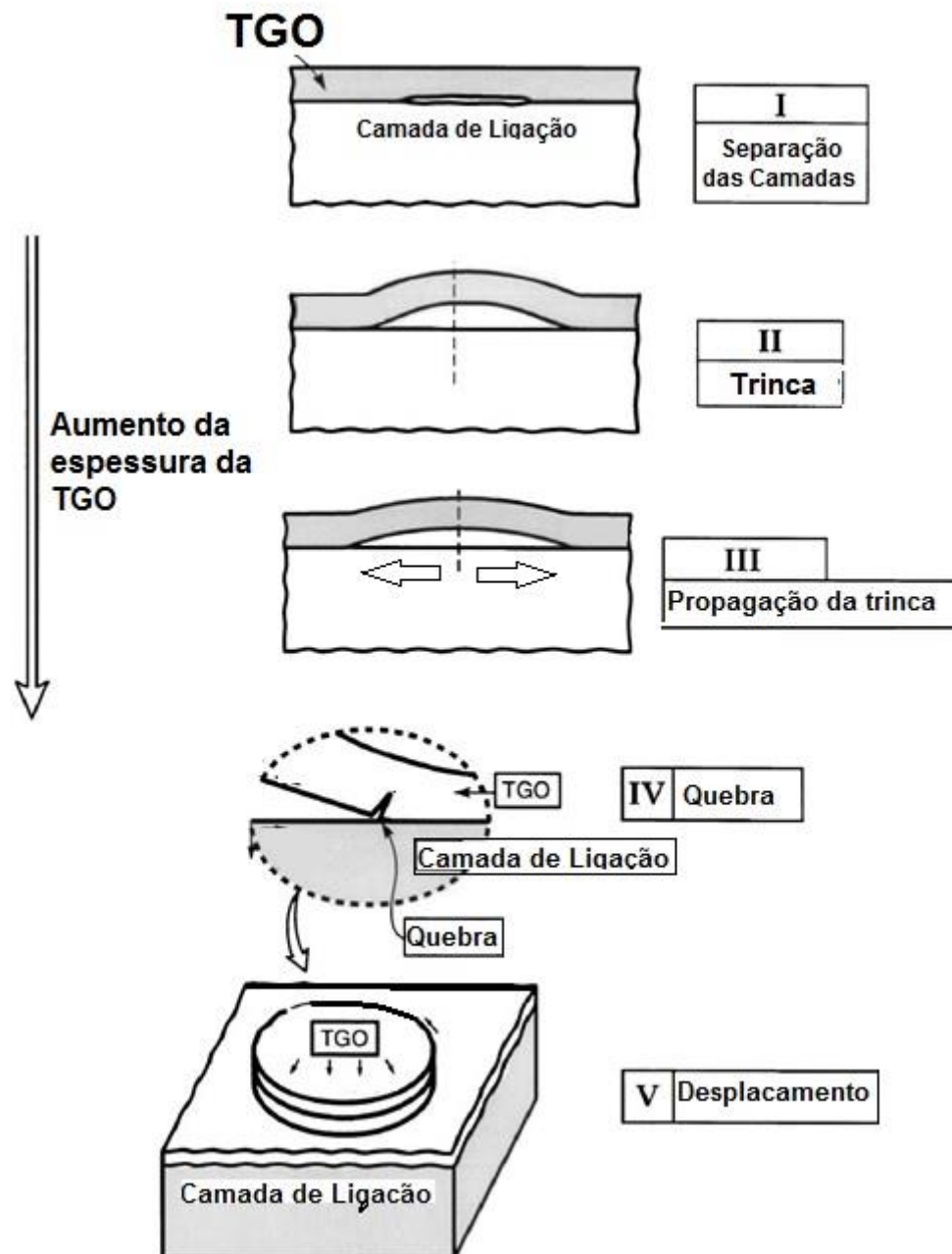


Figura 6 – Sequência de eventos até o deslocamentos devido à oxidação.
Fonte: Adaptado de Wright, (1999).

2.4 ENSAIO POR ULTRASSOM

O ensaio de ultrassom é um método não destrutivo no qual feixes de ondas sonoras são introduzidos nos metais para detecção de falhas na superfície ou abaixo da superfície do material. As ondas de som viajam através do material com alguma perda de energia (atenuação) e são refletidas nas interfaces. O feixe refletido é captado e depois analisado para definir a presença e localização de falhas ou descontinuidades (SANTIN, 1997).

O ensaio por ultrassom, comparado com outros métodos não destrutivos, apresenta as seguintes vantagens:

- Localização precisa das descontinuidades existentes nas peças, sem processos intermediários, como, por exemplo, a revelação de filmes;
- Alta sensibilidade ao detectar pequenas descontinuidades;
- Maior penetração para detectar descontinuidades internas na peça;
- Respostas imediatas pelo uso de equipamento eletrônico;
- Não oferece perigo para operações ou para pessoal próximo, e não tem efeito sobre equipamentos e materiais na vizinhança. É uma técnica mais segura e simples que técnicas com raio γ (gama) ou raio (X);

Como desvantagens, pode-se citar:

- Exigência de bons conhecimentos técnicos do operador;
- Atenção durante todo o ensaio;
- Obediência a padrões para calibração do equipamento;
- Necessidade de aplicar substâncias que façam a ligação entre o equipamento de ensaio e a peça (acoplantes);
- Peças que são de forma rugosa e irregulares, muito pequenas ou finas, ou não homogêneas são difíceis de inspecionar;
- Padrões de referência são necessários, tanto para calibrar o equipamento e para caracterização de falhas;
- Possibilidade de existência de alto poder de atenuação do sinal de ultrassom para certos tipos de materiais (fibras, emulsões e misturas), necessidades de processamento de sinais de alta frequência.

A inspeção com ultrassom também é um eficiente instrumento para avaliação do módulo de elasticidade, resistência, rigidez e outros parâmetros que são vitais para análise e dimensionamento de estruturas.

Quanto ao campo de aplicação, a inspeção ultrassônica é usada principalmente nas áreas de caldeiraria e estruturas marítimas, na garantia de qualidade de peças de grande espessura, na inspeção de juntas soldadas e de chapas (ANDREUCCI, 2011).

2.4.1 Geração e recepção de ondas ultrassônicas – efeito piezoelétrico

O efeito piezoelétrico é o mais usual dentre todos os métodos de geração de ondas ultrassônicas, e é baseado na capacidade de certos cristais em gerar uma deformação mecânica ao serem submetidos a uma corrente elétrica. Caso uma corrente elétrica alternada seja aplicada nesse tipo de cristal, ele irá vibrar na mesma frequência dessa corrente.

As ondas ultrassônicas são geradas ou introduzidas no material através de um elemento emissor com uma determinada dimensão, e que vibra com certa frequência. Este emissor pode se apresentar com determinadas formas, seja circular ou retangular. Tanto o elemento emissor e receptor são denominados transdutores, também designados por cabeçotes.

O elemento ativo da maioria dos transdutores acústicos utilizados hoje é uma cerâmica piezoelétrica, que pode ser cortada de várias maneiras para produzir modo de ondas diferentes (HELLIER, 2003).

2.4.2 Variáveis importantes no ensaio ultrassom

A) Velocidade de onda

Tratando o som como uma onda mecânica, é razoável afirmar que ele apresenta diferentes velocidades de propagação para diferentes situações. Contudo, essa variação de velocidade, ao contrário do que se pode pensar, é independente das características da onda, como frequência ou comprimento de onda, mas sim das propriedades do meio em que ela se propaga. Por exemplo, se duas ondas de diferentes comprimentos e frequências forem geradas num mesmo meio, elas irão se propagar com a mesma velocidade. Por outro lado, se duas ondas com as mesmas características forem geradas em meios diferentes, suas velocidades serão também diferentes.

As duas principais características dos materiais que afetam a velocidade são a densidade e o módulo de elasticidade. A velocidade em materiais menos densos será maior, e também quanto mais rígida for a ligação entre essas moléculas, mais

fácil será a transmissão dessa vibração, logo materiais com maior módulo de elasticidade terão maior velocidade de propagação do som (HELLIER, 2003).

B) Comprimento da onda

O comprimento de onda é descrito como a distância entre dois vales ou dois picos sucessivos de uma onda, sendo representado pela letra grega λ (lambda). O comprimento de onda pode ser calculado por uma relação entre a velocidade de propagação da onda e a frequência de vibração, conforme a equação (1).

$$\lambda = v / f \quad (1)$$

Onde:

λ = Comprimento de onda.

v = velocidade de propagação do som.

f = frequência de vibração.

Apenas defeitos que apresentam dimensões maiores, cerca da metade do comprimento de onda, podem ser detectados pelo teste de ultrassom. Tendo conhecimento do tamanho crítico que um defeito pode ter para determinada aplicação, pode-se determinar a frequência necessária a ser aplicada no teste (HELLIER, 2003).

C) Reflexão Sônica.

A reflexão é um fenômeno inevitável quando se trata da transmissão da energia sonora entre dois meios distintos. Quando uma onda sonora atinge uma determinada interface entre dois materiais, uma parcela dela é transmitida e outra parcela é refletida, sendo que o tamanho dessas parcelas irá depender das propriedades de cada material. Por exemplo, em uma interface metal/ar, a energia refletida é praticamente 100%, porém já para um interface metal/água, a energia refletida é cerca de 88% da energia total. Quanto mais distintas forem as características entre os dois materiais, maior será a parcela de energia refletida (HELLIER, 2003).

Quando uma onda sonora que atravessa o metal encontra uma descontinuidade, parte da energia ou 100% dela será refletida (isso irá depender de qual for o tipo da descontinuidade), e essa energia refletida é o que nos informa a presença ou não dessas descontinuidades.

Ao mesmo tempo em que o fenômeno da reflexão é o que torna possível a detecção de discontinuidades, ele também pode ser considerado um problema quando se trata da transmissão da onda sonora do transdutor para o material. Pois, como se sabe, nenhuma superfície é perfeitamente lisa, logo pequenas regiões de ar irão existir se o transdutor for simplesmente encostado na peça que se deseja ensaiar. Para diminuir esse problema comumente são utilizadas substâncias com características um pouco mais similares aos metais do que o ar para realizar a interface entre o metal e o transdutor. Essas substâncias são chamadas acoplantes. Os acoplantes mais comuns utilizadas são: água, graxa, óleo, glicerina, géis especiais, dentre outras. A determinação da melhor substância acoplante a ser utilizada irá depender das características do ensaio a ser realizado (HELLIER, 2003).

D) Refração Sônica

Quando as ondas são introduzidas no material com um ângulo formado diferente de 90° com a superfície, ocorre o fenômeno chamado de refração.

O som viaja com diferentes velocidades e diferentes meios. Se considera uma frente de onda que atinge uma interface não perpendicularmente, logo essa frente de onda não atinge a superfície igualmente. Com isso, conforme ela vai sendo transmitida para o outro meio e começa desigualmente a se propagar com velocidade diferente da anterior, começa a sofrer um desvio, e tal desvio é chamado de refração. O ângulo com que o feixe de som atinge a superfície é chamado de ângulo de incidência, e o ângulo que o feixe se propaga após ser refratado é chamado de ângulo de refração (HELLIER, 2003).

E) Atenuação Sônica

A energia do feixe sônico recebido por um transdutor é consideravelmente menor que a intensidade inicial de transmissão, esse fato se deve principalmente aos efeitos atenuante à que um feixe sônico é submetido. Estes podem ser classificados em efeitos de interferência, perdas por transmissão e dispersão do feixe.

Os efeitos de interferência também podem ser chamados de difração e ocorrem quando uma frente de onda passa pela borda de uma superfície refletiva, então ela contorna a borda de uma maneira similar a um feixe de luz que contorna um objeto opaco. Quando o refletor é muito pequeno comparado com o feixe, a onda curva-se ao redor das bordas produzindo um padrão vibratório diferente na zona imediatamente atrás deste.

As perdas por transmissão podem ser separadas em três tipos, o primeiro já foi discutido e se trata da reflexão do feixe devido à diferença de impedâncias acústicas quando ele cruza uma interface entre duas substâncias diferentes. O segundo tipo de perda por transmissão é conhecida por absorção e ocorre basicamente pela conversão da energia mecânica em energia térmica. Também em frequências mais elevadas a absorção é entendida como frenagem do movimento oscilatório.

As perdas por absorção são proporcionais ao aumento da frequência. A terceira perda por transmissão é o espalhamento que ocorre quando um feixe sônico atinge descontinuidades cristalinas, tais como o contorno de grão e inclusões não metálicas. Estas descontinuidades tendem a desviar pequenas quantidades de energia para fora do feixe principal (SANTIN, 1997).

2.5 CORRENTES PARASITAS

2.5.1 Ensaio de correntes parasitas

A aplicação do ensaio de correntes parasitas em peças para várias aplicações é capaz de mostrar a presença de descontinuidades, determinação de algumas características físicas, medição de espessuras de camadas e condutividade elétrica, fazendo a diferenciação entre metais no que diz respeito à composição química, microestrutura, dureza e tratamento térmico (MENDES, 2009).

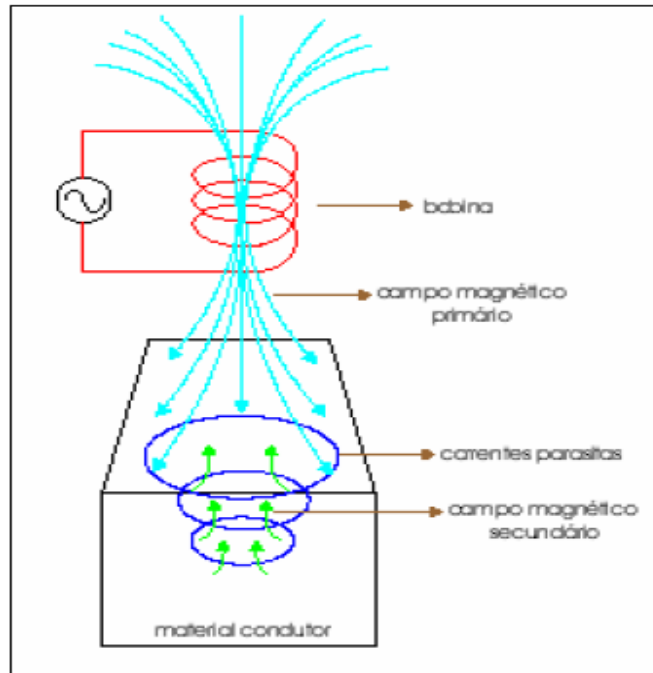
O ensaio de correntes parasitas pode ser aplicado em materiais ferromagnéticos ou não ferromagnéticos, sendo utilizado em peças siderúrgicas, automobilísticas, detectando trincas por fadiga ou corrosão em componentes estruturais aeronáuticos e em diversos equipamentos presentes na área térmica.

O método requer tecnologia e prática para aplicação e interpretação dos resultados, mas destaca-se por ser rápido e limpo, não apresentando alto custo operacional e possibilitando uma automatização com alta velocidade de inspeção.

A peça a ser ensaiada é disposta em contato com uma sonda, ou dentro de uma bobina, pela qual circula uma corrente alternada, denominada corrente de excitação. Nas proximidades da bobina é gerado um campo eletromagnético denominado campo primário (HP), o qual induz um fluxo de correntes parasitas na peça que está sendo ensaiada. As correntes parasitas geradas são correntes alternadas que apresentam uma defasagem de 90° em relação à tensão indutora.

Já na peça as correntes parasitas induzidas criam um segundo campo eletromagnético, denominado campo secundário (HS) tendo sentido contrário ao primário.

No ensaio a bobina reflete a influência de dois campos magnéticos, ou dois fluxos magnéticos que ocorrem ao mesmo tempo, o induzido e o indutor. Sendo assim se tem um campo magnético resultante, $HP - HS$, em que o campo total fica definido como $HT = HP - HS$. A Figura 7 mostra uma peça sendo ensaiada (MENDES, 2009).



**Figura 7-Geração de correntes parasitas na peça.
Fonte: Mendes (2009).**

O campo secundário pode sofrer uma variação devido a uma mudança no fluxo de correntes parasitas. Mudança esta que é resultante de variações nas características do material que está sendo ensaiado, tais como condição do tratamento térmico, composição química, espessura de camada endurecida, geometria, descontinuidade, dimensões, dureza, etc. Esta mudança de fluxo promove uma variação da impedância e da tensão induzida da bobina, e pode ser mostrada num instrumento digital ou analógico.

O campo primário tem sua intensidade dependendo fundamentalmente da intensidade da corrente de excitação, já a intensidade do campo secundário depende da permeabilidade magnética, da condutividade elétrica, da frequência da corrente de excitação e das características geométricas do material a ser ensaiado.

A tensão induzida é proporcional à variação do campo resultante, com relação ao tempo. Sendo definidas as variáveis externas, a frequência e a corrente de excitação, o ensaio passa a depender exclusivamente das características da peça.

Se as características geométricas, são constantes então o ensaio depende apenas de variações de permeabilidade magnética e de variações de condutividade elétrica.

As variações de permeabilidade magnética são decorrentes das variações na dureza do material. Variações na liga do material mudam a condutividade elétrica, assim como descontinuidades superficiais no material provocam o mesmo efeito (MENDES, 2009).

A Fig. 8 mostra um organograma que traz discriminadas as vantagens, limitações e aplicações do ensaio de correntes parasitas.

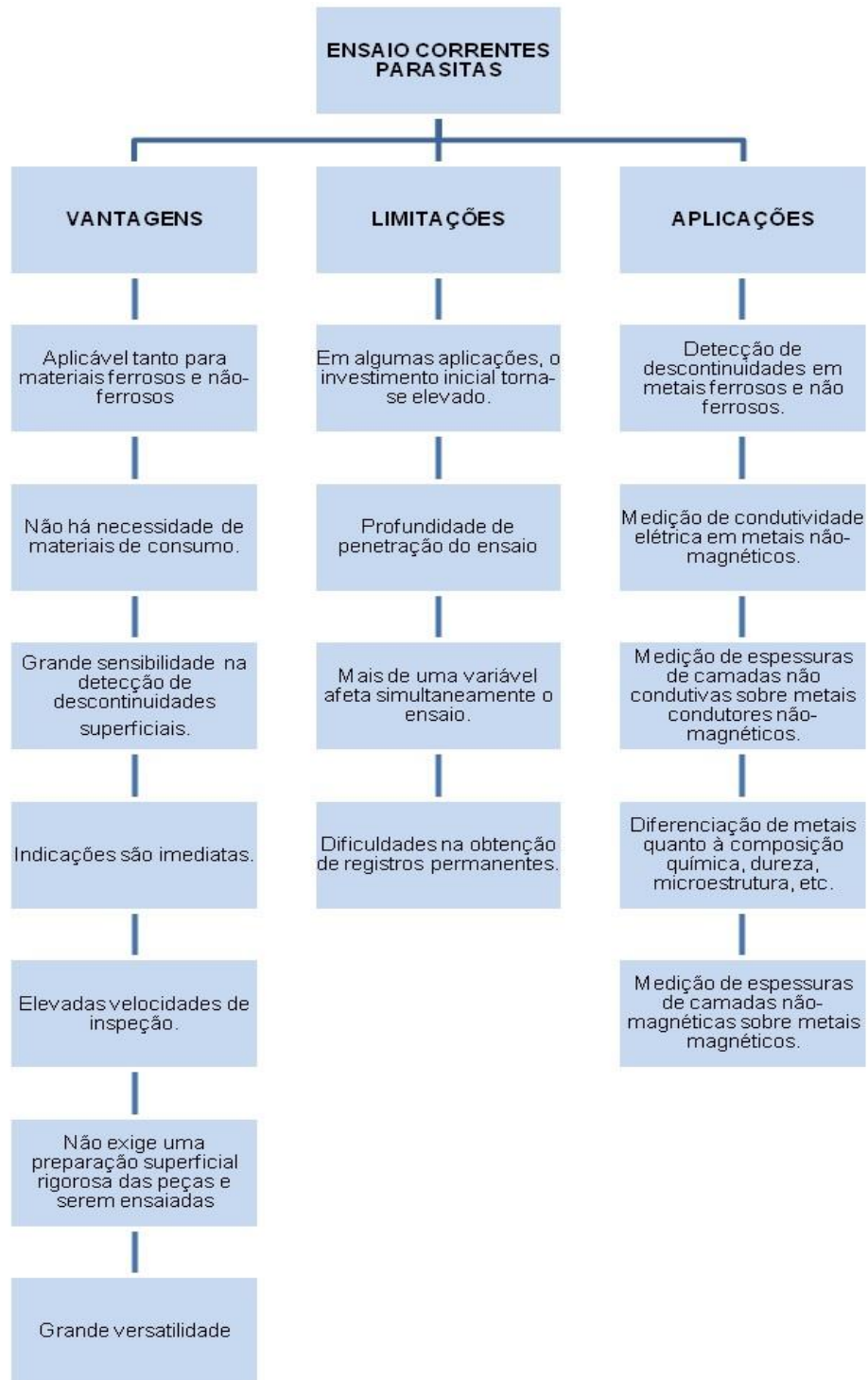


Figura 8 - Organograma Ensaio Correntes Parasitas

Fonte: Autoria própria

2.5.2 Propriedades que afetam as correntes parasitas

A) Condutividade elétrica

Quanto maior for a condutividade elétrica do material de teste, maior será a sensibilidade para descontinuidades superficiais. Porém, menor será a penetração

das correntes parasitas para o material. Inicialmente, essa penetração reduzida pode parecer contraditória, mas pode ser facilmente explicado. Como o campo de fluxo da bobina se expande, a tensão é induzida primeiramente na superfície e, em seguida, aumentando a profundidade no material de teste. Em materiais de alta condutividade, há um considerável fluxo de corrente parasita, e assim, um forte fluxo secundário é desenvolvido à superfície. Isto resulta num substancial cancelamento do fluxo primário. Como o fluxo primário foi muito enfraquecido, esse se torna menos disponível para desenvolver correntes parasitas em maior profundidade (HELLIER, 2003).

A condutividade elétrica é uma propriedade característica de cada material, havendo certos fatores que podem mudar a condutividade do mesmo. A deposição de um material de revestimento muda a condutividade inerente do material de base, sendo que uma mudança na espessura da camada de revestimento trás uma variação nesta condutividade. Então, pela mudança de condutividade é possível detectar uma mudança na espessura através do ensaio de correntes parasitas (PEREIRA, 2007).

A condutividade é uma grandeza inversamente proporcional à resistividade, tendo como unidade de medida no *International Annealed Copper Standard* (IACS) ou *Siemens por metro* ($S/m=1/\Omega.m$).

O valor da condutividade de vários materiais é tomado a partir de um padrão que é o do cobre puro recozido a uma temperatura de 20°C, sendo este arbitrado como 100%, pelo IACS. Na Tabela 2 são apresentados valores da resistividade e da condutividade elétrica de vários materiais.

Tabela 2 - Resistividade e Condutividade de materiais metálicos.

Material	Resistividade	Condutividade
	$\mu\Omega.cm$	%IACS
Prata	1,63	105
Cobre Recozido	1,72	100
Ouro	2,46	70
Alumínio	2,82	61
Magnésio	4,65	37
Zircônio	50,6	3,4
Inconel 600	101	1,7

Fonte: Adaptado de Pereira (2007).

B) Dimensão e forma da peça ensaiada

Pode existir a situação na qual a peça a ser ensaiada é muito fina, sendo que o campo magnético gerado irá ultrapassar toda a espessura. Há também casos onde a peça a ser ensaiada é muito espessa, impossibilitando a inspeção de todo o material, podendo deixar de detectar discontinuidades importantes. Na Fig. 9 estão ilustradas as situações de delimitações devido à espessura do material.

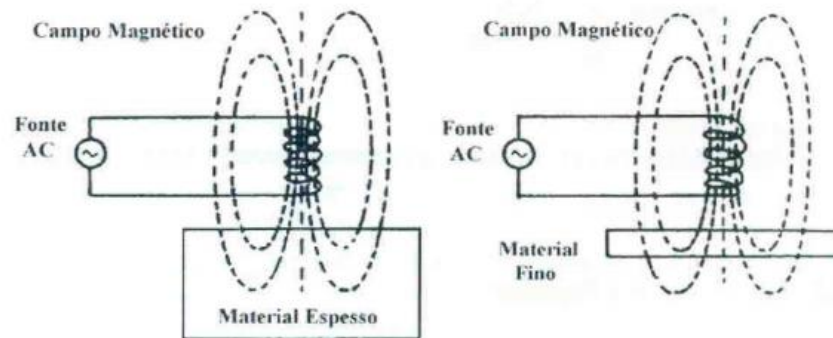


Figura 9- Efeito da espessura do material no ensaio de correntes parasitas.
Fonte: Adaptado de Pereira (2007).

C) Espaçamento entre a peça e a bobina

Quando no ensaio a bobina é usada na superfície da peça, a variação do espaço existente entre a peça e a bobina provoca um efeito na formação do sinal, e este efeito é chamado de decolagem ou *lift-off*, que sempre ocorre na aplicação do método, independente do tipo sonda utilizada.

O efeito *lift-off* pode ser utilizado para medir espessuras de camadas de revestimento não condutor tais como tintas, cerâmicas, camadas de óxidos ou camadas anodizadas, utilizadas sobre materiais condutores.

A medida de espessura é possível, pois uma bobina de ensaio quando energizada e mantida ao ar afastado de algum material condutor, apresenta um determinado valor de impedância, ao qual tem correspondente um sinal de saída mostrado no aparelho indicador do ensaio. Se a bobina é posicionada próxima a algum material condutor o valor inicial da impedância da bobina começa a mudar, logo que o campo magnético indutor intercepta o material. Esta variação de impedância continua até que a bobina esteja em contato com a peça. Em consequência a variação da impedância da bobina há uma variação também no sinal apresentado no instrumento de indicação (PEREIRA, 2007).

D) Frequência

A frequência de trabalho ocorre dentro de uma faixa de cerca de 50 Hz a 10 MHz, embora a maioria das aplicações seja realizada dentro dos extremos do intervalo. Quando a frequência de teste é aumentada, aumenta-se a sensibilidade as descontinuidades de superfície, que permitam detectar defeitos superficiais menores.

Com a diminuição da frequência, a penetração no material aumenta, devendo assim diminuir a velocidade do movimento da bobina, a fim de obter uma cobertura completa (HELLIER, 2003).

2.6 Aplicação do ultrassom em TBC

A porosidade dos revestimentos cerâmicos reduzem a transferência de calor ao longo da espessura do revestimento e possibilitam a obtenção das propriedades de isolamento térmico desejadas. Porosidade e micro fissuras são elementos essenciais para a funcionalidade do TBC, pois influenciam na condutividade térmica, bem como outros parâmetros de desempenho, tais como a tenacidade à fratura e a resistência à erosão.

Entretanto, uma quantidade inadequada ou uma distribuição desigual de porosidade pode afetar negativamente a durabilidade do revestimento, particularmente em áreas onde o revestimento é mais fino. Portanto, há uma possibilidade da utilização de técnicas de END para medir a espessura do revestimento e avaliar o nível e uniformidade de porosidade.

Para um dado material, desde que haja uma relação direta entre a sua densidade e o nível de porosidade, a velocidade de ultrassom pode ser utilizada para estimar o nível porosidade. Conforme constatado na literatura, a velocidade de ultrassom em cerâmicas porosas e revestimentos depositados por processo de aspersão térmica a plasma tende a decrescer linearmente conforme o nível de porosidade do revestimento aumenta (ROGÉ et al., 2003).

A velocidade longitudinal de ultrassom é dependente do módulo de elasticidade, da densidade do material e do coeficiente de Poisson (Liang et al., 2012). A densidade dos revestimentos cerâmicos é diretamente e linearmente dependente do seu nível de porosidade, a densidade é inversamente proporcional à velocidade longitudinal do ultrassom, o que leva a pensar em um primeiro momento que a sua velocidade aumenta com uma menor densidade. Porém, esse fato não ocorre, e isso é explicado, pois os poros e micro trincas que proporcionam essa

diminuição da densidade também acarretam em uma queda brusca das propriedades mecânicas do material, sendo neste caso mais específico o módulo de elasticidade (CRUTZEN et al., 1996). O decréscimo acentuado do módulo de elasticidade torna este o elemento de maior relevância sobre a variação da velocidade de ultrassom, com isso é possível explicar decréscimo da velocidade quando se aumenta o nível de porosidade nesse tipo de estrutura.

Segundo Sibert et al. (1999), TBC's apresentam uma microestrutura não homogênea e anisotrópica. Por esse motivo um dos melhores métodos para a determinação do módulo de elasticidade em TBC's é realizado por indentação esférica, como a descrita no trabalho de Eskner et al. (2004).

Em vários dos trabalhos avaliados é comum a adoção de um coeficiente de Poisson constante entre 0.25 e 0.20, independente do nível de porosidade. Tal medida acarreta um pequeno erro, menor que 5% (LIANG et al., 2012). Portanto, se tomado o coeficiente de Poisson como uma constante, as únicas propriedades que influenciam na velocidade de propagação das ondas ultrassônicas, sendo afetadas pela porosidade, são a densidade e o módulo de elasticidade.

Devido à relação direta entre a densidade e a porosidade, estas se tornam as principais propriedades para a determinação da porcentagem de poros em estruturas de revestimentos. A densidade dos revestimentos é um parâmetro difícil de obter em campo, porém em laboratório ela pode ser calculada facilmente pelo método de Arquimedes, como realizado por Crutzen et al. (1996), desde que se conheça o peso e o volume da camada de revestimento. Ambos esses parâmetros podem ser obtidos realizando uma análise comparativa entre amostras similares com e sem revestimento. A relação entre o nível de porosidade e a densidade é expressa pela equação 2:

$$P = 1 - (\rho/\rho_0) \quad (2)$$

Onde:

P : é a porosidade

ρ : é a densidade do revestimento poroso

ρ_0 : é densidade do revestimento sem porosidade

Outra maneira de se obter o percentual de porosidade é por ensaios destrutivos de metalografia óptica. Imagens de amostras revestidas retiradas do trabalho de Rogé et al. (2003), podem ser observadas na Fig. 10, onde a imagem (a)

representa a micrografia óptica do revestimento, (b) é equivalente a imagem (a) porém em preto e branco, e as imagens (c) e (d) são de revestimentos com alto e um baixo percentual de porosidade respectivamente. Nas imagens (b), (c) e (d), os pontos brancos representam os poros, sendo que é interessante notar os diferentes formatos e a desigual distribuição dos mesmos.

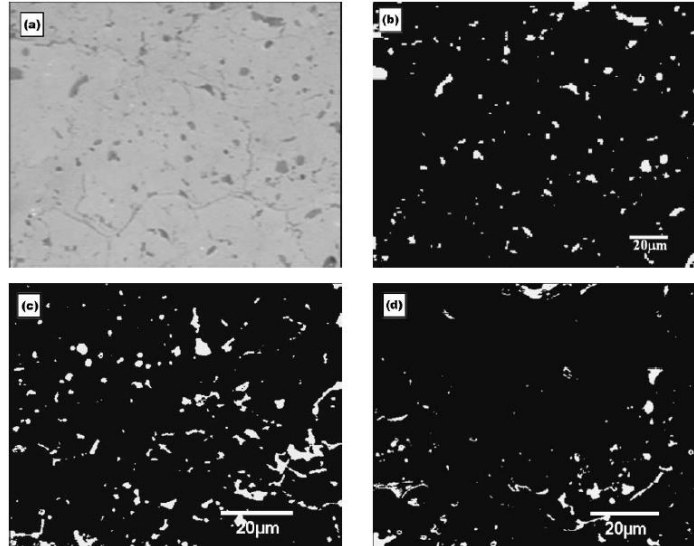


Figura 10 - Imagens das metalografias óptica realizadas em revestimentos de cerâmicas porosas. (a) micrografia óptica do revestimento, (b) micrografia em preto e branco, (c) revestimentos com alto percentual de porosidade (d) revestimentos com baixo percentual de porosidade .

Fonte: Adaptado de Rogé et al. (2003).

A velocidade de ultrassom também pode ser determinada de forma experimental dividindo a espessura do revestimento pelo tempo que um pulso sônico leva para atravessar essa espessura, também chamado de tempo de vôo (ROGÉ et al. 2003). A espessura do revestimento pode ser obtida utilizando o ensaio por correntes parasitas. Já o tempo de vôo é obtido pela leitura dos sinais no osciloscópio no ensaio de ultrassom. Rogé et al. (2003), descreve de forma clara o procedimento e os problemas na obtenção do tempo de vôo.

A Figura 11 representa de forma esquemática um digrama dos ecos obtidos em um ensaio de ultrassom pelo método pulso-eco numa amostra de metal revestido com material cerâmico.

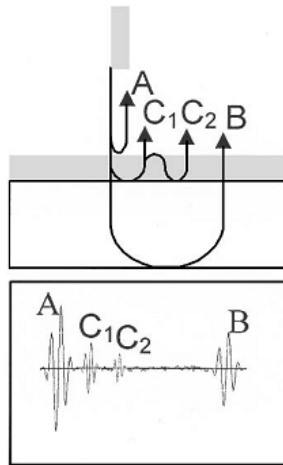


Figura 11 - Diagrama esquemático dos ecos ultrassônicos em uma superfície revestida
Fonte: Rogé et al., (2003).

O eco “A” representa a reflexão do pulso sônico na interface ar/revestimento, já os ecos C1 e C2 representam a reflexão do pulso sônico na interface formada entre o revestimento e o metal base, e por fim o eco “B” é oriundo da reflexão na interface metal base/ar no fundo da amostra. Como descrito por Rogé et al. (2003), os ecos A, C1 e C2 muitas vezes se sobrepõem tornando difícil a sua diferenciação, esse fato acontece devido o comprimento de onda na frequência utilizada ser relativamente grande em relação a espessura do revestimento. O recurso utilizado tanto por Rogé et al. (2003), quanto por H. P. Crutzen et al. 1996, e por Liang et al. (2012), para superar esse problema e obter o tempo de voo do ultrassom no revestimento, foi realizar a medição do tempo de voo de toda a amostra revestida, e subtrair desse valor o tempo de voo obtido realizando o ensaio em uma amostra sem o revestimento superior, com isso é possível obter o resultado indiretamente mesmo sem a visualização do eco na interface entre o revestimento e o metal base.

A resolução dos ecos é dependente da espessura (do revestimento, do material de base e a soma das duas) e da frequência utilizada no ensaio, sendo que um acréscimo na frequência promove uma melhor resolução dos ecos. Porém, devido à elevada atenuação do revestimento, frequências muito altas se tornam impróprias de se utilizar. Conforme constatado nos trabalhos avaliados, as frequências utilizadas nos ensaios de ultrassom na técnica pulso-eco de incidência normal variavam em torno de 10 e 20 Hz.

O uso do ultrassom busca apresentar uma solução para a determinação do percentual de porosidade nos revestimentos cerâmicos para barreira térmica. Devido à dificuldade em avaliar tanto a densidade quanto o módulo de elasticidade do revestimento em campo, o uso das equações que relacionam essas propriedades

com a porosidade torna-se inviável. A solução mais adequada seria comparar graficamente os resultados experimentais de percentual de porosidade, obtidos por metalografia e pelo método de Arquimedes, em relação à variação da velocidade de ultrassom, uma vez que elas são na prática são linearmente dependentes.

Com isso, os valores de porosidade podem ser facilmente estimados em campo apenas com a medição da velocidade do ultrassom. O gráfico 1 mostra diferentes valores de porosidade e suas respectivas velocidades de ultrassom para um revestimento de zircônia estabilizada com 8% ítria. Tais valores de porosidade, nas amostras I5-1 à I5-4, foram obtidos por ensaio metalográfico e também por informações fornecidas pela empresa que realizou a deposição do revestimento.

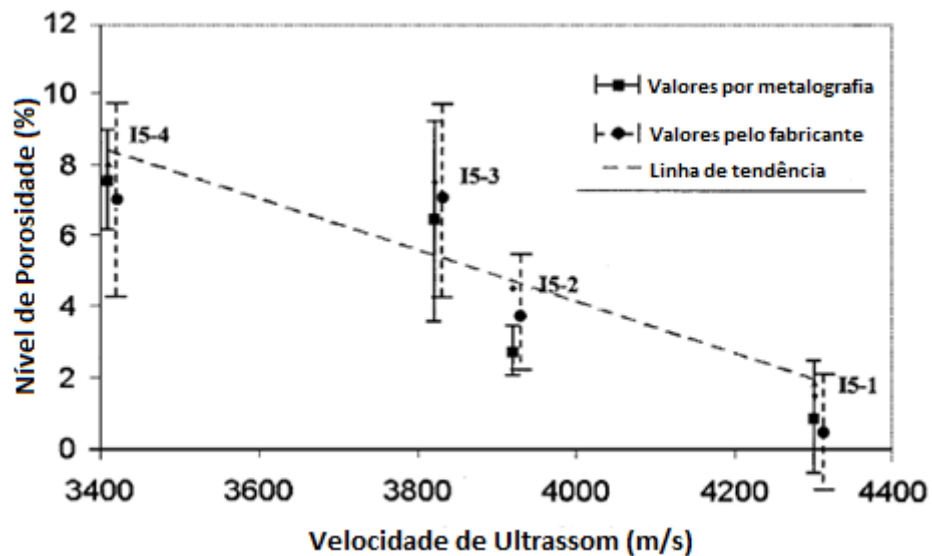


Gráfico 1-Velocidades de ultrassom por nível de porosidade das amostras com zircônia estabilizada com 8% ítria .

Fonte: Adaptado de Rogé et al., (2003).

Na inspeção da seção quente de turbinas a gás é necessário a tomada dos valores de velocidade em vários pontos, como o realizado por Liang (2012), como pode-se ver na Fig. 12. Esta leitura de pontos é necessária uma vez que os valores podem variar devido aos efeitos provenientes de possíveis irregularidades na deposição e diferenças de temperaturas de operação ao longo do componente.

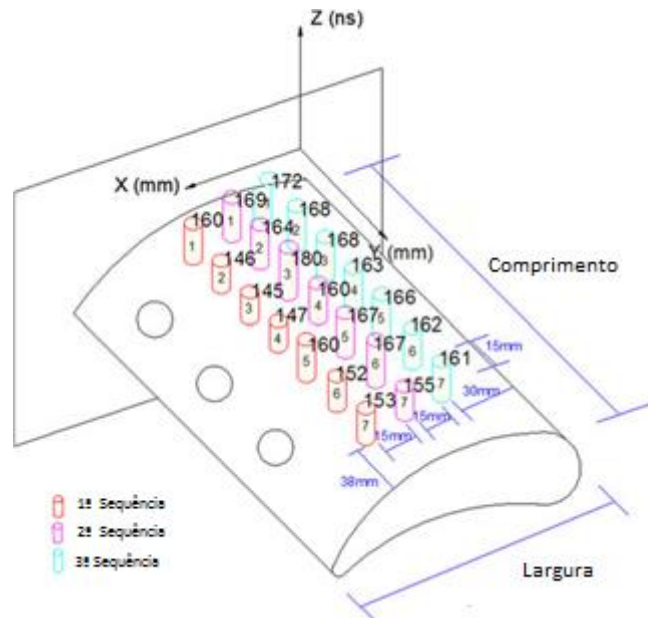


Figura 12 - Pontos de coletas do tempo de vôo
Fonte: Adaptado de Liang et al., (2012).

Além da porosidade, outra característica importante dos revestimentos do tipo TBC que pode ser avaliada por ultrassom, é a adesão. Tal estudo pode ser encontrado no trabalho realizado por Fahr et al. (2005), onde quatro amostras de material revestidas foram ensaiadas. Duas delas foram revestidas utilizando-se um pó com um grande tamanho médio de partícula, bem como uma grande quantidade de segregação, o que proporcionou uma camada de adesão menos uniforme. Já nas outras duas amostras foi depositado um revestimento de melhor qualidade, posteriormente uma amostra de cada tipo de revestimento de adesão foi submetida a um tratamento térmico.

Nas amostras com pior adesão, os ecos obtidos no ensaio de ultrassom sofreram uma maior atenuação do que nas amostras com melhor adesão. O mesmo fato ocorre quando comparadas as amostras de maior tempo de tratamento térmico, com as que ficaram menos tempo expostas ao calor. As amostras que ficaram mais tempo expostas ao calor apresentam um maior crescimento da TGO. Essa camada intermediária proporciona uma menor atenuação das ondas ultrassônicas, como pode ser vista na Fig. 13, onde as amostras com pior revestimento apresentam uma maior atenuação.

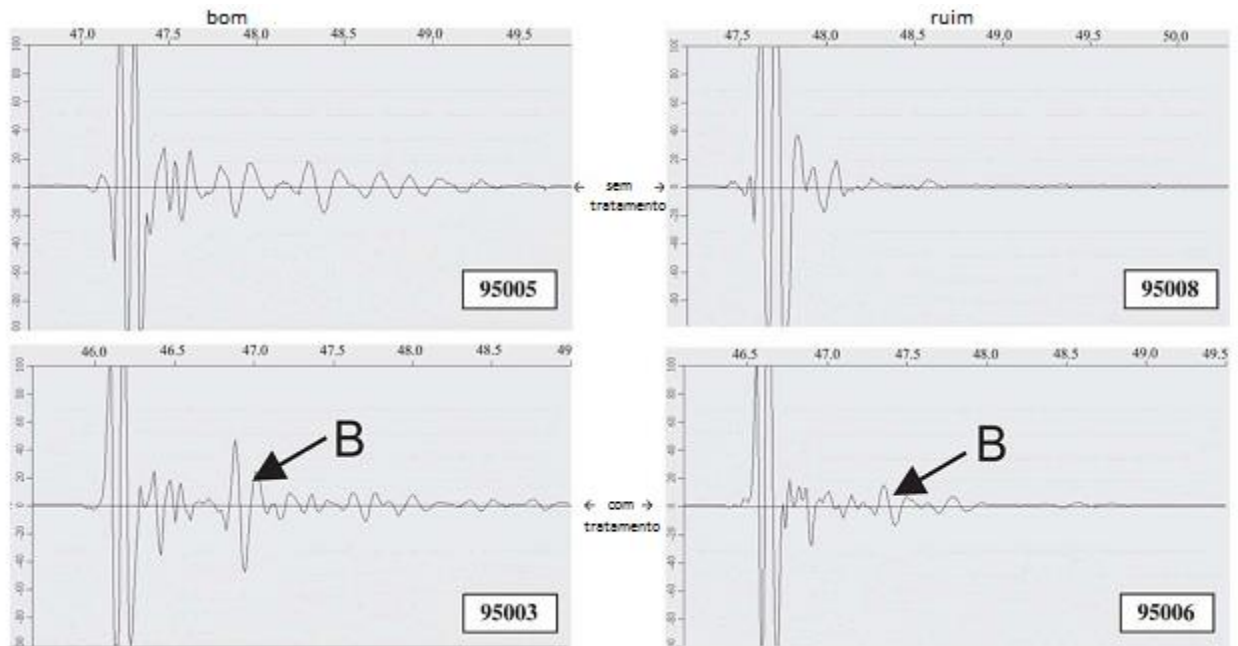


Figura 13 – Variação dos ecos no ensaio de ultrassom ocasionado por má adesão do revestimento e pela formação de óxido
 Fonte: Fahr et al., (2005).

2.6.1 Aplicação de ensaio de correntes parasitas em TBC

O ensaio de correntes parasitas (CP) tem como um dos objetivos avaliar a oxidação entre as camadas de revestimentos, e dar uma indicação de sua gravidade. Embora o teste de ultrassom possa fornecer alguma indicação do grau de oxidação, a técnica de Foucault identifica claramente a formação de óxido do tipo TGO. Os sinais obtidos no ensaio, em função do local da sonda, fornecem informações sobre as variações do grau de oxidação, e desse modo identifica quais os componentes ou áreas são propensas a danos prematuros (FAHR et al., 2005).

Sendo que uma correta separação do que é camada de óxido ou deslocamento (camada de ar), depende da resposta do sinal obtido na análise do plano de impedâncias, ou seja, cada tipo de falha tende a apresentar um tipo de curva apresentada na tela do equipamento, sendo este um desafio para o operador do ensaio, que deve ter experiência para definir cada caso.

Fahr et al. (2005) realizou ensaios comparativos em revestimentos, onde previamente preparou amostras para análise. Foram utilizadas amostras com mesmo substrato e camada de cerâmica, diferenciando apenas os pós de camada de ligação. Nas amostras 95003 e 95005, foi utilizado NiCoCrAlY com composição (23Co18Cr13Al0.2Y Ni) sendo este balanço em porcentagem de peso, esta composição resultou em uma camada de ligação mais uniforme com espessura que variou de 0,12 à 0,16mm. Estas amostras foram chamadas de "boas" amostras. O

outro conjunto 95.006 e 95.008 foram feitos de um pó com composição (2.5Co17.5Cr5.5Al 0.5Y₂O₃Ni), onde se obteve uma distribuição de tamanho de partícula maior e uma maior quantidade de segregação, que resulta num revestimento menos uniforme, sendo então chamadas como amostras "pobres".

As amostras 95.003 e 95.006 foram expostas a temperatura de 1.150 °C durante 20h com arrefecimento lento a fim de acelerar a formação de óxidos. Nas amostras 95.005 e 95.008 foram mantidas sem ensaios de oxidação. A Fig. 14 mostra a seção transversal destas amostras. Estas micrografias mostram formação de óxidos em ambas às amostras expostas ao calor. No entanto, na amostra "boa" a concentração de óxidos foi na interface entre a camada de cerâmica e a camada de ligação, enquanto que os na amostra "pobre" a oxidação ocorreu de forma dispersa dentro da camada de ligação.

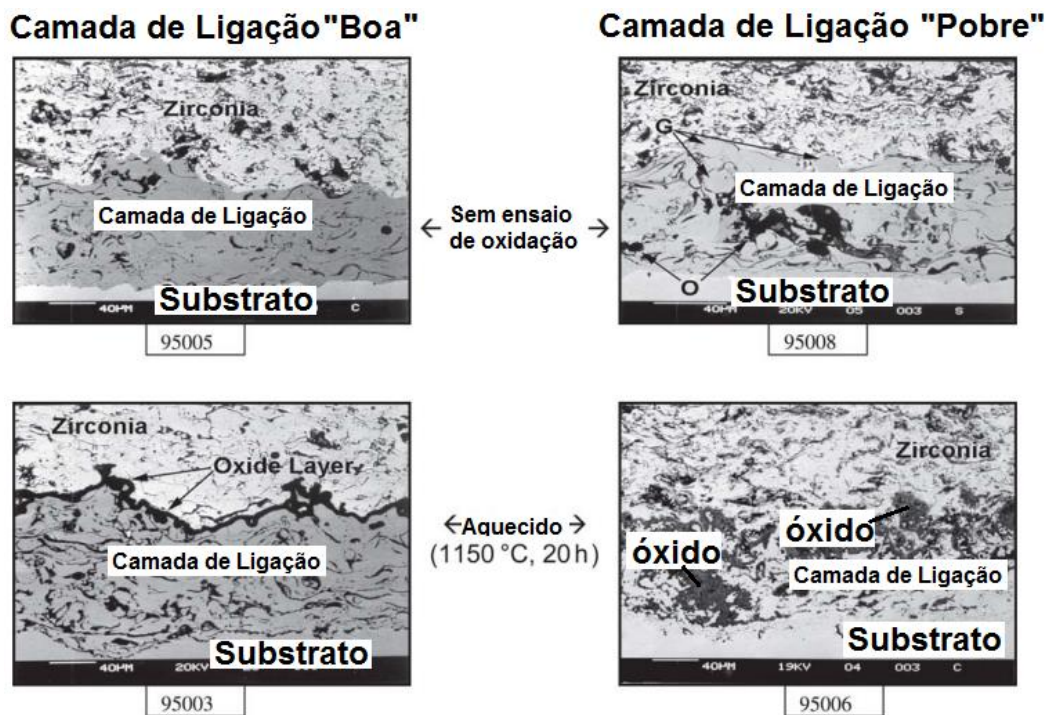


Figura 14-Imagem das secções transversais das amostras com Revestimentos de boa e má qualidade em camada de ligação
 Fonte: Fahr et al. (2005).

Como pode ser visto na Fig. 15, quando os testes de correntes parasitas (CP) foram realizados por Fahr et al. 2005, todas as amostras tiveram como base de comparação o sinal de referência do cobre que possui condutividade de 100% IACS e apresentaram resposta semelhante, exceto a amostra (95.006), onde foi aplicado o revestimento camada de ligação "pobre", ou seja, de baixa qualidade, e que teve formado uma extensa oxidação durante a exposição a altas temperaturas.

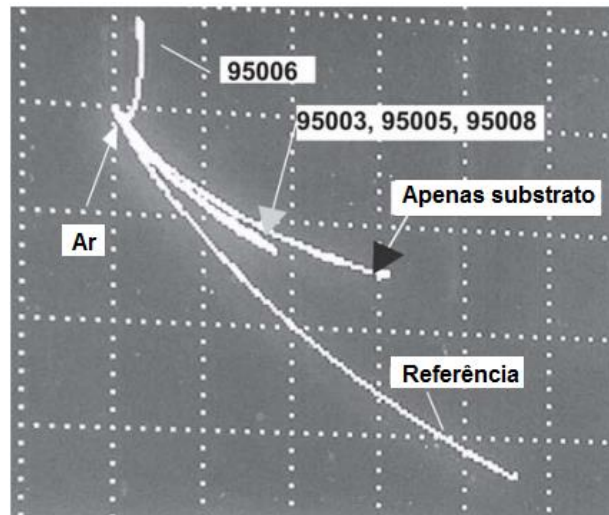


Figura 15-Sinais de CP confrontando reatância (Ordenada) e resistência (Abscissa).
Fonte: Fahr et al. (2005).

Os sinais mostrados na tela da Fig. 15 seguem o princípio de corrente de Foucault, que podem ser explicado pelas equações 5 e 6:

$$Z = \sqrt{(R_0^2 + \omega^2 L_0^2)} \quad (5)$$

$$\Phi = \tan^{-1}(\omega L_0 / R_0) \quad (6)$$

Onde:

Z= Intensidade da impedância

Φ = Ângulo de fase da impedância.

R_0 = Resistência elétrica

ωL_0 = Reatância indutiva.

A interação entre a resistência e a reatância é plotada na tela, da forma do gráfico 2.

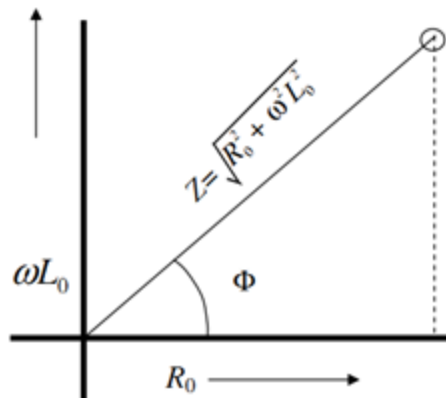


Gráfico 2-Intensidade e ângulo de fase da impedância, no ensaio de correntes parasitas
Fonte: Khan et al. (2008)

A tensão induzida é diferente quando a bobina é colocada em diferentes materiais ou os materiais têm alguma alteração metalúrgica, em comparação com a referência. Esta variação na tensão induzida em diferentes materiais é utilizada para a triagem de materiais.

Nas amostras TBCs investigadas por Fahr et al. 2005, foi utilizado o substrato de Hastelloy X que é um metal à base de níquel, sendo esse condutor e não magnético. Verificou-se que a condutividade do substrato permanece inalterada em 1,35% IACS. Assim, a influência do substrato sobre a resposta da CP sob idênticas condições de teste é a mesma para todas as amostras.

Segundo Fahr et al. (2005) a cerâmica de zircônia é não condutora e não magnética e, portanto, comporta-se como um espaço de ar entre a sonda e o substrato condutor e cria um efeito *lift-off*. Como a espessura de zircônia é a mesma em toda a amostra, o *lift-off* permanece inalterado e, portanto, a influência da camada de cerâmica sobre o sinal também permanece inalterado.

Exceto para o óxido de alumínio e óxido de zircônio, os quais são não magnéticos, todos os outros óxidos formados na camada de ligação, especialmente óxido de níquel, óxido de cromo e óxido ferro, tem uma permeabilidade magnética maior que 1.

A camada de ligação antes da formação de óxidos é condutora e a sua influência sobre a resposta do ensaio é semelhante à do substrato. No entanto, após a formação de óxidos, suas características eletromagnéticas sofrem mudanças.

Testes repetidos sobre vários locais da mesma peça utilizando sondas de correntes parasitas convencionais em diferentes frequências confirmaram os resultados, que mostram que nas partes oxidadas há um aumento do ângulo de fase (FAHR et al., 2005).

Assim, medições do ângulo de fase das CP têm o potencial para detectar a formação de óxidos magnéticos, devido à oxidação intensa da camada de ligação. Outros testes com um maior número de amostras são necessários com diferentes graus de oxidação para estabelecer maior exatidão dos resultados, e também a correlação entre a quantidade de óxidos e a resposta resultante do ensaio de CP.

Viswanathan et al. 2002, em seu trabalho utilizou um sistema de ensaio de correntes parasitas diferenciado, mostrado na Figura 17. Seu sistema apresenta uma elevada estabilidade e sensibilidade em medições de correntes com frequências na faixa de 500 kHz - 10 MHz. Os dados adquiridos pelo sistema são analisados pelo próprio software, baseado num modelo simplificado da interação

entre o material e o campo eletromagnético. A análise reproduz simultaneamente a espessura e o parâmetro eletromagnético, caracterizando os TBCs.



Figura 16-Sistema de aquisição de dados.
Fonte: Viswanathan et al. (2002)

A sonda padrão utilizada por Viswanathan et al. (2002) é uma sonda auto equilibrada de alta frequência, otimizada especificamente para uso com revestimentos do tipo MCrAlY.

Segundo Viswanathan et al. (2002), o sistema mostrado na Figura 16 é capaz de fornecer informações qualitativas e quantitativas sobre condições de revestimento multicamada. Sendo que para análise de duas camadas, a base de variáveis de interesse estão na camada de cerâmica buscando a espessura da camada (L1), a condutividade (σ_1), e a condutividade da base (σ_2). Para a análise de três camadas, as variáveis de interesse são as espessuras das duas camadas de revestimento, (L1) e (L2), os valores de condutividade de revestimento associados, (σ_1) e (σ_2), e da camada de base (σ_3).

NiCoCrAlY é um revestimento que possui uma microestrutura de duas fases, consistindo uma de alto teor de Alumínio a fase- β (NiAl), e a outra consistindo de baixo teor de Alumínio a fase- γ -(Ni). Este revestimento é usado para formar uma camada de Al_2O_3 contínua. A fase beta, que é rica em Al, é dissolvida no topo do revestimento pela formação e manutenção de uma camada de óxido protetora de Al_2O_3 . Esta fase- β (NiAl) é consumida na base do revestimento pela interdifusão com um substrato de superliga. Sendo que quanto maior a espessura da TGO, menor a porcentagem de fase β na camada de ligação. Como a TGO é não condutora, funciona como um espaço de ar ou “lift-off” entre a sonda e o substrato. Então quando a TGO aumenta, diminui o valor de condutividade elétrica apresentado na tela do ensaio.

Sendo assim como o resultado do ensaio é baseado na condutividade elétrica em %IACS, esta condutividade diminui em função da diminuição do teor de alumínio.

A falha dos revestimentos NiCoCrAlY pode ser definida pela dissolução completa de fase- β (VISWANATHAN et al., 2002).

O gráfico 3 mostra a caracterização eletromagnética de uma palheta de turbina, onde se pode observar diferentes condições de revestimento dependendo da localização da leitura realizada. Em geral, o valor da impedância normalizada é maior para o revestimento duplex normal, sem degradação do revestimento superior, mostrado na curva 9 do gráfico 3. A fase-beta se esgota devido à operação do componente. A condutividade global do revestimento diminui em função da diminuição do teor de alumínio. Isso faz com que a curva normalizada da impedância seja deslocada para baixo. Este efeito é mostrado sobre a impedância nas curvas 8 e 13 do gráfico 3.

O metal exposto, superliga de níquel GTD 111, mostra-se como uma linha reta plana, devido seu valor de condutividade se apresentar de forma homogênea, em torno de 7.8×10^5 S/m (Siemens/metro). Quando a curva de impedância segue uma trajetória negativa, é uma indicação de diminuição da condutividade causada pela presença de fratura no metal de base, sendo ilustrado do gráfico 3 nas curvas de impedância 7 e 17.

As curvas descendentes 4 e 5 indicam a presença de corrosão no substrato GTD 111 e/ou algumas fissuras penetrando no interior do metal de base (VISWANATHAN et al., 2002).

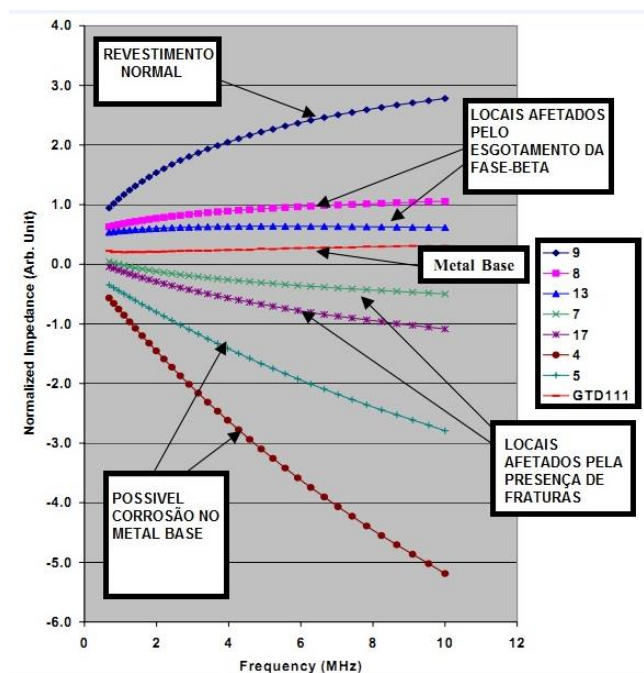


Gráfico 3-Impedância normalizada versus frequência mostrando qualitativamente a resposta das curvas impedância, lado da sucção.

Fonte: Viswanathan et al. (2002).

Os valores de condutividade (σ) e da permeabilidade (μ) representam um objetivo das medições de correntes de Foucault, uma vez que se correlacionam com a estrutura do sistema de revestimento. Para obter valores de σ , outros parâmetros de revestimento, tais como a espessura do revestimento para cada camada, deve ser identificada, a fim de minimizar o número de variáveis para análise (VISWANATHAN et al., 2002).

A Fig. 17 mostra o padrão de grade traçado para efetuar a varredura por correntes parasitas.

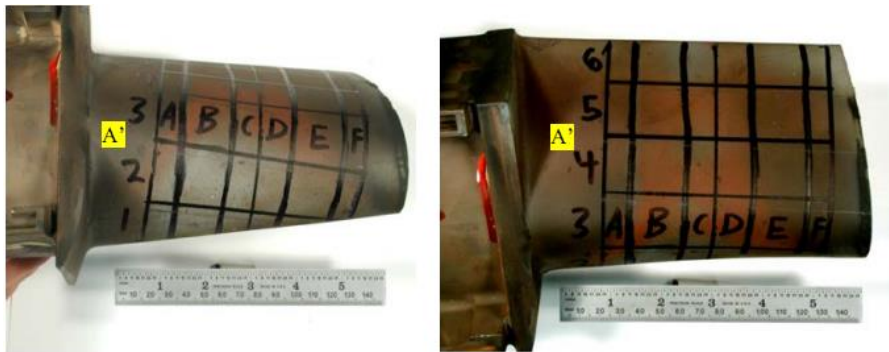


Figura 17-Padrão de grade traçado para efetuar a varredura por correntes parasitas.
Fonte: Viswanathan et al. (2002).

Uma análise qualitativa permite a indicação da impedância da bobina normalizada versus a curva de frequência de operação em cada local medido da palheta. O gráfico 4 mostra um exemplo de resultados obtidos de análise de uma faixa transversal da palheta. Há três condições que são identificadas a partir desta seção transversal: 1) condições normais no revestimento, 2) esgotamento da fase β no revestimento e 3) quebra do revestimento.

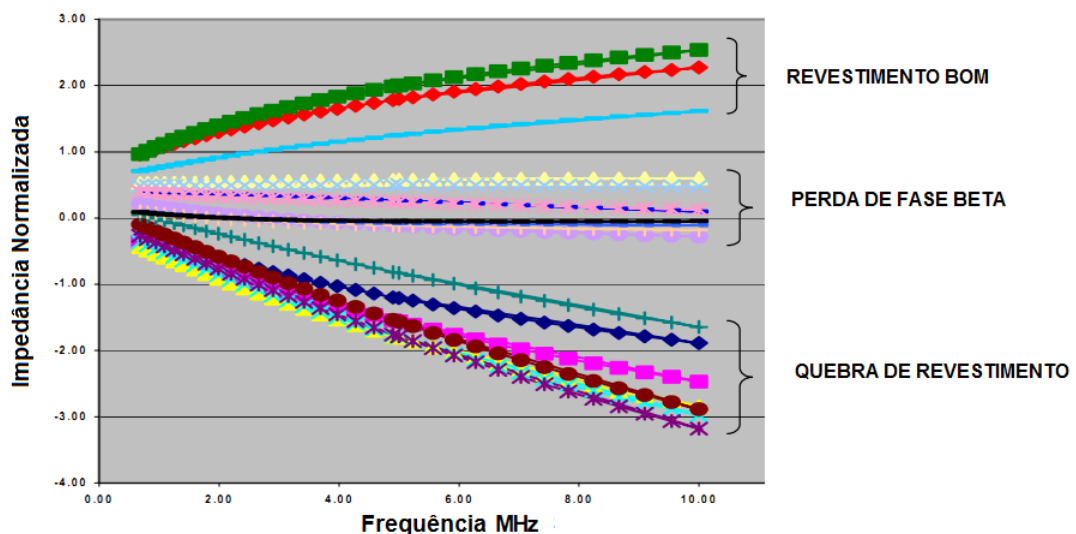


Gráfico 4-Impedância normalizada versus frequência da seção E.
Fonte: Viswanathan et al. (2002)

Devido ao alto teor de alumínio encontrado na camada superior, os valores de σ são altos, resultando em valores de impedância normalizada mais elevada. Porém, o empobrecimento da fase β resulta numa redução na condutividade, causando assim a queda dos valores da impedância normalizada. Quando o teor de fase β está quase esgotado, os valores da impedância normalizados se aproximam do valor do metal de base. Isto resulta em uma planificação das curvas normalizadas de impedância, mostradas no gráfico 4. Constatou-se também no gráfico 4, que o grupo inferior das curvas de impedância com declives negativos tiveram sua diminuição contínua nos valores de impedância normalizada devido a presença de fissuras (VISWANATHAN et al., 2002).

Deve notar-se que o valor da impedância normalizada de "zero" refere-se à condição onde valor da condutividade elétrica da amostra de palheta numa dada posição é igual a um dado valor de condutividade do metal de base. Basicamente, esta condição ocorre quando a área medida da amostra está sem a fase β de alumínio, e é livre de qualquer quebra de revestimento.

Assim, pode-se concluir que através do monitoramento dos valores de condutividade na camada de cerâmica, é possível discriminar diferentes condições de degradação do revestimento.

Em geral, as condições normais de revestimento/substrato apresentam as maiores curvas de impedância normalizada com inclinações positivas, seguida próxima por curvas praticamente planas representando o esgotamento da fase β , e finalmente, as curvas com inclinações negativas que representam presença de rachaduras e possível corrosão do metal base.

Então como o ensaio é todo comparativo, podem-se definir padrões de estágios de ciclo de vida, definido assim uma curva crítica que quando atingida define a falha no revestimento, onde a curva de condutividade elétrica tende a diminuir com o esgotamento da fase beta que é rica em alumínio, até ficar negativa com a falha do TBC.

Segundo Viswanathan et al. (2003), para o revestimento duplex camada de cerâmica+camada de ligação, a aplicação de correntes parasitas demonstra capacidade para fornecer uma avaliação qualitativa das condições de revestimento, separando o revestimento normal, de revestimento com fase β empobrecida e revestimento defeituoso com quebra.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 AMOSTRAS

Para realização da parte experimental foram analisados dois grupos de amostras, um com metal de base Inconel 718 e outro com metal de base Hastelloy X, preparadas de formas distintas. As amostras com metal de base Inconel 718 foram oriundas do trabalho que de Vanat (2015), e as amostras com metal de base Hastelloy X foram compradas da empresa Allied. Desta forma, todo o procedimento de confecção não foi de responsabilidade deste trabalho, mas mesmo assim todas suas características estão descritas a seguir.

3.1.1 Amostras com metal de Base Inconel 718.

Este primeiro grupo de amostras foi confeccionado conforme ilustração da Fig. 18, compostas de um sistema de TBC com metal base (ou substrato) de uma superliga de Inconel 718, seguido de uma camada de ligação de uma liga comercial de NiCrAlY, e por fim uma camada cerâmica comercial formada por Zircônia estabilizada com Ítrio (Yttria Stabilized Zirconia - YSZ).

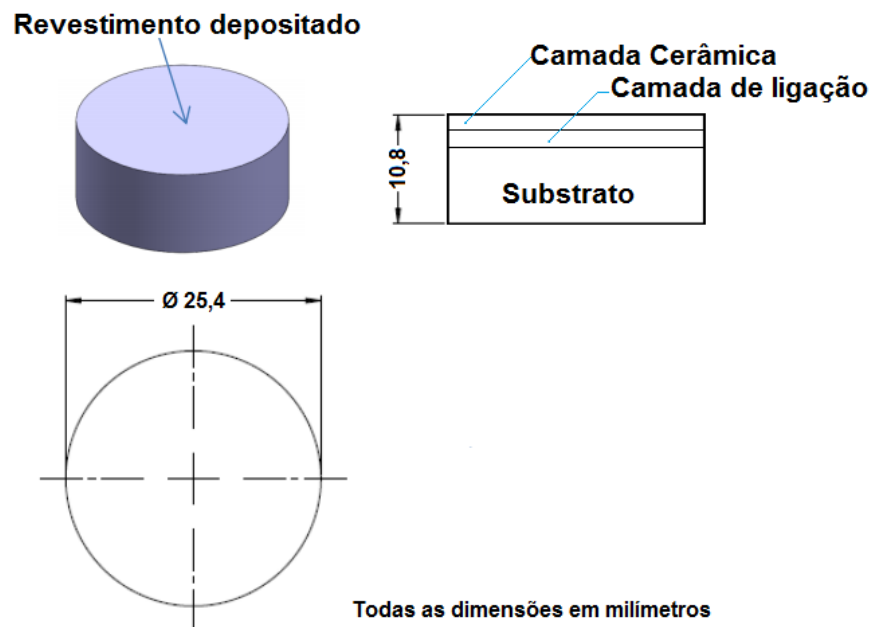


Figura 18- Dimensões das amostras analisadas.

As composições dos materiais adotados para formar o TBC deste grupo de amostras são apresentadas na Tab. 3, conforme especificadas pelo fabricante.

Tabela 3- Composições dos materiais usados para formar o TBC do grupo de amostras com metal de base Inconel 718

Camada	Material	Composição especificada, em (%peso)	Processo de deposição
Substrato – Inconel 718	Barra laminada	50-55%Ni, 17-21%Cr, 4,8-5,5%Nb, 2,8-3,3%Mo	---
Camada de Ligação – Ni343	Pó atomizado em atmosfera de Ar	Ni, 22%Cr, 10% Al, 1,0% Y	HVOF
Camada Cerâmica – ZRO 236-1	Pó aglomerado e sinterizado	ZrO ₂ , 7% Y ₂ O ₃ , 1,7% HfO ₂	APS

Fonte: Substrato - Special Metals (2015), Bond Coat e Top Coat - Praxair (2015).

Para a deposição da camada de ligação foi utilizado um equipamento HVOF da marca Sulzer Metco modelo Diamond Jet 2700. Para a deposição da camada cerâmica foi utilizado o equipamento Sulzer Metco modelo 9MB Plasma Spray Gun. Ambas as deposições da camada de ligação de cerâmica foram feitas na empresa Revesteel Metalização – Pinhais/Paraná.

Os parâmetros das deposições por HVOF e plasma estão descritos nas tabelas 4, 5 e 6. Os parâmetros selecionados para a deposição das amostras foram conduzidos por Vanat (2015), com o objetivo de avaliar a influência de diferentes parâmetros de processo na porosidade. Na deposição a plasma, selecionou-se os parâmetros 1, 2 e 4, com diferentes níveis de porosidade, onde as amostras com Parâmetro 1, ilustradas na Fig. 19, não tiveram pré aquecimento.

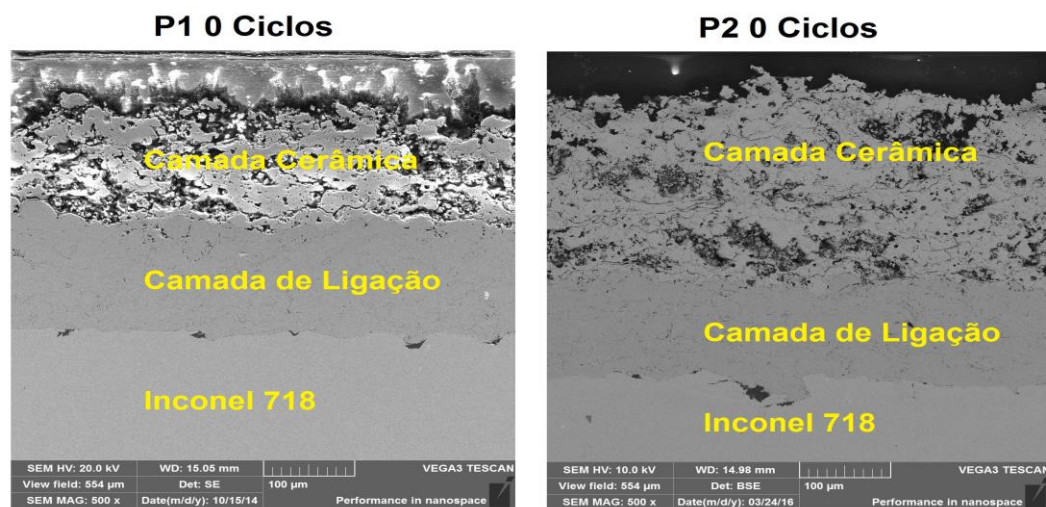


Figura 19- Micrografia das Amostras dos parâmetros 1 e 2 antes de serem submetidas a ciclos térmicos.

O parâmetro 4, ilustrado na Fig. 20, foi selecionado para se avaliar a influência da temperatura de pré-aquecimento de 100°C e 320°C. Neste caso, foram realizados um ensaio mais réplica das amostras. No primeiro ensaio foi realizada a ciclagem de oxidação, onde foram avaliadas pelos ensaios não destrutivos até o final de sua vida útil (até o deslocamento). Já as réplicas foram avaliadas pelos ensaios não destrutivos e destrutivos a cada ciclagem térmica estabelecida.

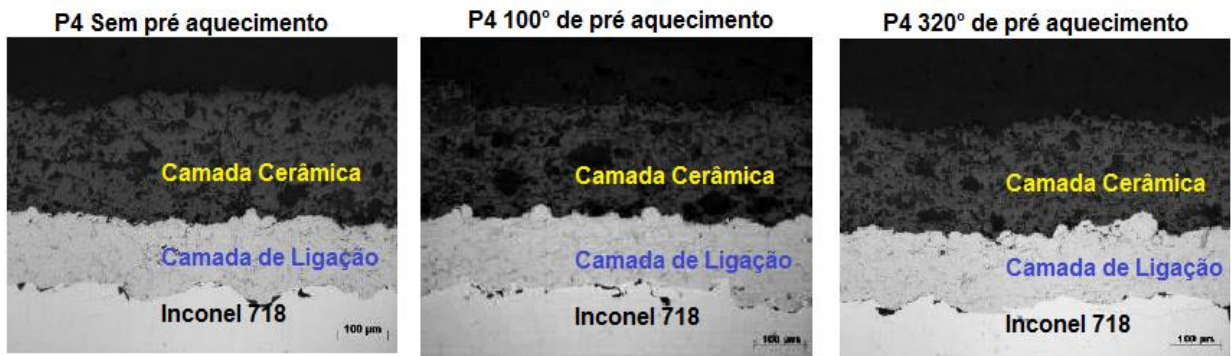


Figura 20- Micrografia das Amostras dos parâmetros 4 antes de serem submetidas a ciclos térmicos.

Tabela 4- Parâmetros HVOF

Tipo de Pistola	DJ 270
Pressão Oxigênio (m ³ /h)	1,034
Fluxo de Oxigênio (MPa)	1,02
Pressão de Propileno (MPa)	0,6205
Pressão de ar (MPa)	0,724
Vazão de ar (m ³ /h)	23,04
Pressão Gás de Arraste N ₂ (MPa)	15
Distância de aspersão (mm)	200
Distância entre passes (mm)	1,02
Fluxo de Propileno (m ³ /h)	1
Taxa de Alimentação (g/min)	40

Tabela 5 - Parâmetros fixos Plasma APS do cerâmico YSZ

Gás de pistola	Ar/H ₂
Tipo de pistola	9MB
Bico da pistola	GH/732
Porta de pó	#2
Pressão de gás primário (MPa)	0,69
Pressão de gás secundário (MPa)	0,55
Distância de aspersão (mm)	120
Velocidade da pistola (mm/s)	300
Distância entre passes (mm)	2,5
Fluxo de gás de arraste (l/min)	20

Tabela 6 – Condições da deposição por Plasma APS da cerâmica YSZ

Item	Par.1	Par.2	Par.4
Fluxo primário (m ³ /h)	1,98	1,98	1,98
Fluxo secundário (m ³ /h)	0,74	0,74	1,02
Potência (kW)	42	49	56
Corrente (A)	600	700	700
Tensão (V)	70	70	80
Taxa de alimentação (g/min)	40	40	40

3.1.2 Amostras com metal de Base Hastelloy X

Este segundo grupo analisado, que têm suas composições descritas na Tab. 7, era constituído de amostras com um sistema de TBC obtido por preparação diferenciada, denominada pela literatura como *flash coat*. Conforme ilustrado na Fig.21, estas amostras tinham como metal de base uma liga Hastelloy X, sobre a qual foi depositada a camada de ligação de NiCrAl com HVOF, tendo espessura média de aproximadamente 277µm.

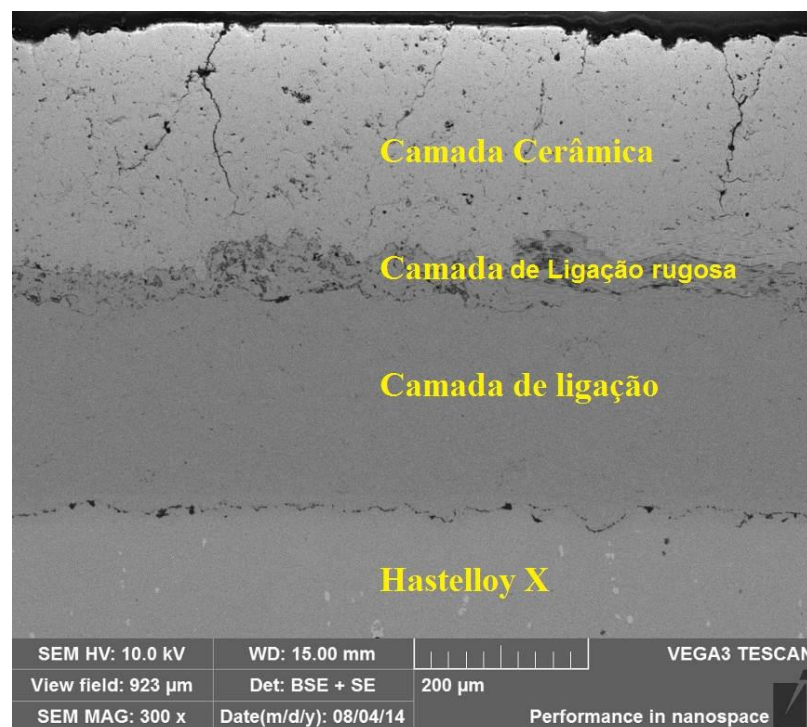


Figura 21- Microestrutura da amostra analisada com MEV.

Tabela 7 - Composições dos materiais usados para formar o TBC nas amostras com metal de base Hastelloy X

Camada	Material	Composição em (%peso)	Processo de deposição
Substrato – Hastelloy X	Barra laminada	47%Ni, 22%Cr, 18%Fe, 9%Mo 1,5%Co, 0,6%W, 0,1%C	---
Camada de Ligação – Ni343	Pó atomizado em atmosfera de Ar	Ni, 22%Cr, 10% Al, 1,0% Y	HVOF
Camada Cerâmica – YSZ	Pó aglomerado e sinterizado	ZrO ₂ , 7% Y ₂ O ₃ , 1,7% HfO ₂	APS

Fonte: Haynes International, Inc (2015).

Após esta deposição, as amostras passaram por tratamento térmico, sendo com aquecimento num forno a vácuo em temperatura de aproximadamente 1.121°C por 2 horas. Sobre as amostras tratadas foi depositada com APS outra camada de NiCrAlY, com maior rugosidade para melhor aderência (denominada de “Camada Rugosa”), sendo que a espessura média medida foi de aproximadamente 0,0427mm. Novamente após esta deposição foram feitos tratamentos térmicos em condição de vácuo, sendo que o primeiro foi conduzido a 1.121°C por 2 horas, e o segundo foi realizado com 843°C por 24 horas. Posteriormente foi depositada uma camada de cerâmica com espessura média de aproximadamente 283µm por aspersão plasma ao ar. Após todo o processamento descrito anteriormente, finalizou-se a preparação das amostras com um jateamento suave TBC para acabamento de superfície.

Foram usadas quatro amostras, sendo que três foram submetidas aos ensaios de oxidação, e uma foi analisada antes deste ensaio.

Os dados de espessuras, condutividade, porosidade foram tomados da média das três amostras ensaiadas, sempre repetindo cinco vezes as análises.

3.1.1 Equipamento para ensaio de oxidação

Foi adotado para realização do ensaio de oxidação um forno elétrico modelo FT-1200 MAITEC FORNOS INT, qual ilustrado na Fig. 22 modificado com itens do modelo FT-1300, para uma maior vida útil do mesmo segundo o fabricante. Este forno pode ser utilizado até a temperatura de 1.400°C. Para a locomoção das amostras durante os ensaios foi acoplado ao forno um dispositivo automático com trilhos, qual permitia colocar e retirar as amostras de seu interior com tempos pré-

definidos. Ambos os equipamentos utilizados pertencem aos Institutos Lactec de Curitiba-PR. Antes do início do ensaio de oxidação, todas as amostras foram submetidas ao ensaio de ultrassom e correntes parasitas.



Figura 22 - (A) Dispositivo de locomoção; (B) Forno.

3.1.2 Equipamento e Acessórios Adotados no Ensaio de Correntes Parasitas

Foi realizado o ensaio de correntes parasitas com a finalidade de se obter medidas de espessura da camada de barreira térmica e também para se obter uma classificação dos revestimentos por meio de suas condutividades. Para isto, foi utilizado o equipamento de correntes parasitas da marca Olympus do modelo Nortec® 500 D, qual ilustrado na Fig. 23 (A). Foram adotadas a sondas Nortec de condutividade 480 kHz (Fig. 23 B) e a Sonda Nortec SL/300Hz-10kHz (Fig. 23 C). O padrão de condutividade adotado para a padronização dos ensaios (IACS% certificado), apresentado na Fig. 23 (D). Todos estes itens que compunham o equipamento de correntes parasitas ilustrados na Fig. 23 pertencente ao laboratório de materiais da UTFPR-PG.

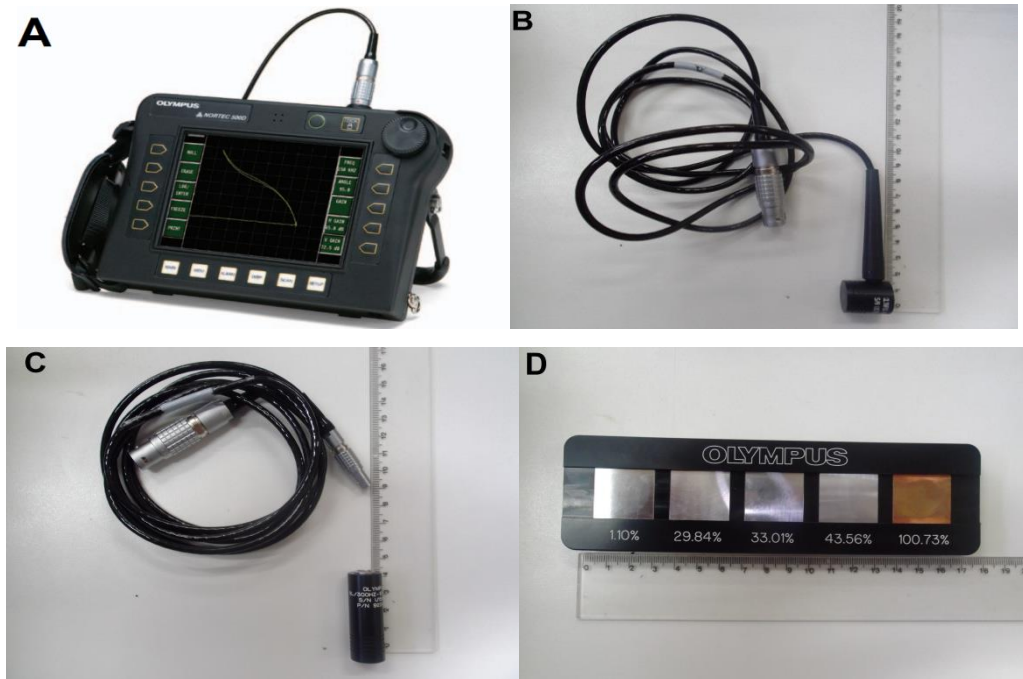


Figura 23 - (A) Equipamento de correntes parasitas da marca Olympus e mod. Nortec® 500 D, (B) Sonda de condutividade Nortec 480kHz, (C) Sonda Nortec SL/300Hz-10kHz e (D) Padrão de Condutividade Nortec (IACS% certificado).

3.1.3 Equipamento e Acessórios Adotados no Ensaio por Ultrassom

Os estudos com ultrassom foram realizados utilizando os equipamentos e acessórios ilustrados na Fig. 24. Foi utilizado um equipamento Olympus modelo 5077PR (Fig. 24 A), adotando um transdutor do tipo reto que possui frequência de operação de 10MHz (Fig. 24B), e para a visualização do resultados foi acoplado ao equipamento um osciloscópio da marca Agilent modelo DSO-X 2022^a (Fig. 24 C). Todos estes itens da Fig. 24 pertencem ao laboratório de materiais da UTFPR-PG. A medição de espessura total de cada amostra foi realizada com um micrômetro Mitutoyo S103 GRAD. 0,001, EXAT. $\pm 0,002$ devidamente calibrado. Por sua vez, as espessuras dos revestimentos cerâmicos foram obtidas pelo ensaio de correntes parasitas.



Figura 24 - (A) Equipamento de Ultrassom Olympus modelo 5077PR; (B) Transdutor Olympus modelo V 327/10 MHz; (C) Osciloscópio Infinii Vision modelo DSO-X 2022^a.

3.1.4 Equipamentos para preparação e análise metalográfica.

Após análise por ultrassom e correntes parasitas, as mesmas amostras foram cortadas com uma cortadeira de precisão Buehler 4000 ISOMET, e posteriormente embutidas em resina epóxi de cura a frio não prejudicar o revestimento cerâmico.

Para análise por microscopia eletrônica foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV) com acessório de espectroscopia por dispersão de energia (EDS) do modelo VEGA 3 da TESCAN e para microscopia ótica foi utilizado o microscópio Zeiss modelo A2.m.

3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.2.1 Metodologia dos ensaios de oxidação

Este ensaio foi conduzido com o objetivo de se analisar a cinética de oxidação, possibilitando posteriormente por métodos não destrutivos, avaliar o comportamento elétrico, espessuras de revestimentos e porosidades da camada cerâmica.

O ensaio de oxidação cíclico foi composto por um ciclo de aquecimento a uma temperatura de 1200°C durante 30 minutos, seguido por um ciclo de resfriamento forçado durante 5 minutos. Esses ciclos de aquecimento e resfriamento foram repetidos em um determinado número de vezes, compondo assim o número de ciclos.

No grupo de amostras com metal de base Inconel 718, foram realizados os ensaios de oxidação, onde foi analisada a evolução do processo de oxidação de uma amostra de cada parâmetro após 6, 12, 18, 24, 30, e 48 ciclos de oxidação. O ensaio de oxidação teve o intuito de se analisar o processo de formação dos óxidos, e de variação da porosidade, por meio dos ensaios não destrutivos de ultrassom e

correntes parasitas. Com os END foram medidas as espessuras, velocidade de ultrassom e ângulo de fase e com ensaios metalográficos foi feita a análise de porosidade, formação da TGO e análise de composição química com EDS e medições de espessuras também para efeito de comparação com os END.

As amostras com metal de base Hastelloy X, foram submetidas ao ensaio de oxidação com 0, 24, 36 e 48 ciclos. Ao final de cada ciclo as amostras foram analisadas por microscopia eletrônica e ótica.

3.2.2 Medição da espessura do revestimento e condutividade por correntes parasitas

Antes da tomada de dados nos ensaios com o equipamento de correntes parasitas, é necessário realizar a sua calibração, usando padrão ilustrado na Fig. 23D.

Para a função de medição de espessuras, os padrões utilizados como base foram os metais de 1.10% (Titânio 6Al4V) e 29.84% (Alumínio- Al2024 T351/3). Pois, a condutividade do Inconel é próxima de 1.5%, então esta faixa de calibração torna mais confiável os resultados (IOWA,2002). Após esta calibração a resposta de espessuras é dada direta na tela do equipamento em milímetros, também é apresentada a condutividade elétrica em IACS.

Para a função de plano de impedâncias não é necessário calibrações, porém os padrões são utilizados para comparação de ângulos de fase, onde a referência de cobre 100% IACS é uma reta posicionada sobre o eixo das abscissas. Pois, quanto maior o ângulo em relação desta reta menor é a condutividade do material analisado.

Para a medição de ângulo de fase e amplitude da curva foi utilizado o método Volts Pico-a-Pico (Vp-p), que segundo Epri (1999), permite a medição de ambos em linha reta entre os pontos iniciais e finais da curva, independentemente da forma ou a complexidade da mesma.

A representação visual obtida na tela do equipamento ensaio é similar a apresentada na Fig. 25. A tela do equipamento apresenta de forma gráfica a variação da impedância devido à diferença de condutividade. No eixo das abscissas tem-se a resistência elétrica e no eixo das ordenadas tem-se a reatância indutiva, quais geradas a partir de uma resposta da amostra às correntes parasitas induzidas no material de ensaio.

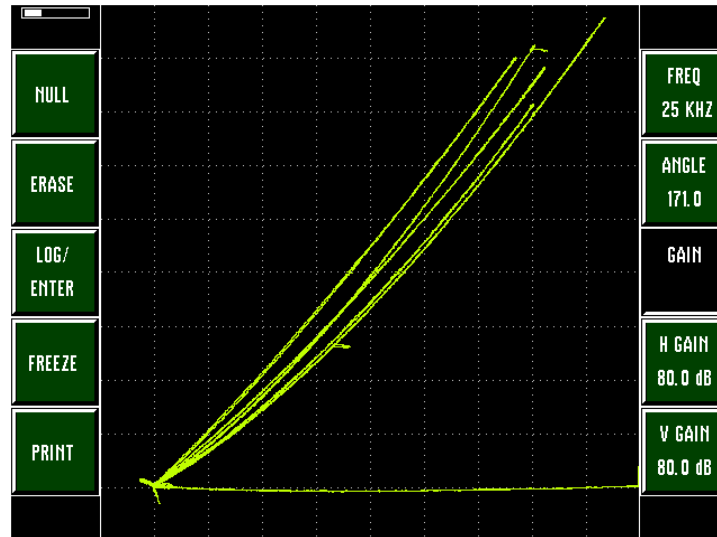


Figura 25 - Tela de ângulo de fase com a sonda Nortec Power Link SL/1kHz-10kHz

Um ajuste de precisão pode ser feito para melhor clareza das curvas apresentadas. Por exemplo, se duas curvas se sobrepuserem, pode-se aumentar o ganho para observar a separação entre as curvas de forma nítida, porém se deve manter o padrão de variáveis, mantendo sempre os mesmos valores para comparações de imagens.

Com as curvas obtidas no equipamento, a imagem é passada para o computador e analisada em um software de desenho, onde as curvas da Fig. 26 (a) são transformadas em retas do ponto de início até o último ponto Fig. 26 (b), e a partir destas retas são feitas as medidas de ângulo de fase e da amplitude (comprimento da curva de ponta a ponta), como ilustrado na Fig. 26.

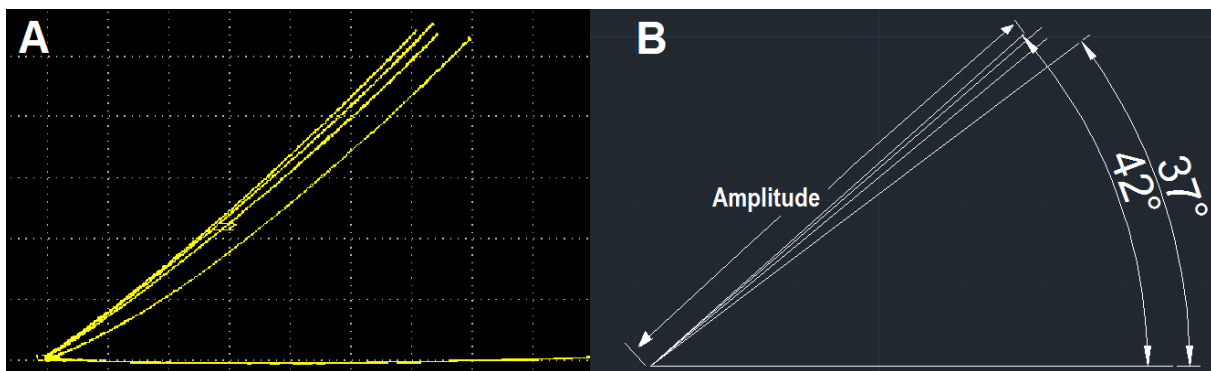


Figura 26 - Método de medida do ângulo de fase da amplitude. (a) tela do equipamento e (b) curvas transformadas em retas em software de desenho.

3.2.3 Ensaio da medição de porosidade por ultrassom

O método adotado para realização do ensaio de ultrassom foi o do tipo pulso-eco. Para a determinação da porosidade em revestimentos de barreira térmica é

necessário a determinação da velocidade de propagação do ultrassom no meio que se deseja avaliar.

Neste trabalho, como as camadas analisadas possuíam pequena espessura, a determinação dos parâmetros necessários para a avaliação da velocidade de ultrassom não ocorre de maneira direta. Para a determinação da velocidade do ultrassom no revestimento (V_{rev}), é necessário ter os valores da espessura do revestimento (E_{rev}) e do tempo que o ultrassom leva para atravessar o revestimento (T_{rev}), conforme equação 3. Os valores de espessuras de revestimento são obtidos com a técnica de correntes parasitas.

$$V_{rev} = (E_{rev}) / (T_{rev}) \quad (3)$$

Para se obter o tempo que se leva para ultrapassar o revestimento é utilizada a equação 4, que subtrai o tempo do metal de base ($T_{m.b.}$ – somente do metal base) do tempo total (T_{total} - que é o tempo da amostra toda). Estes valores de tempos são obtidos com o equipamento de ultrassom.

$$(T_{rev}) = (T_{total}) - (T_{m.b.}) \quad (4)$$

O tempo que o som leva para percorrer a amostra e retornar ao transdutor foram tomados entre o pulso inicial na tela do osciloscópio (A) e o primeiro eco de fundo (B). No primeiro pico de cada sinal, o ponto (C) é o segundo eco de fundo que é referente a varredura da amostra toda. Conforme ilustrado na Fig.27, este tempo está em destaque no retângulo vermelho.

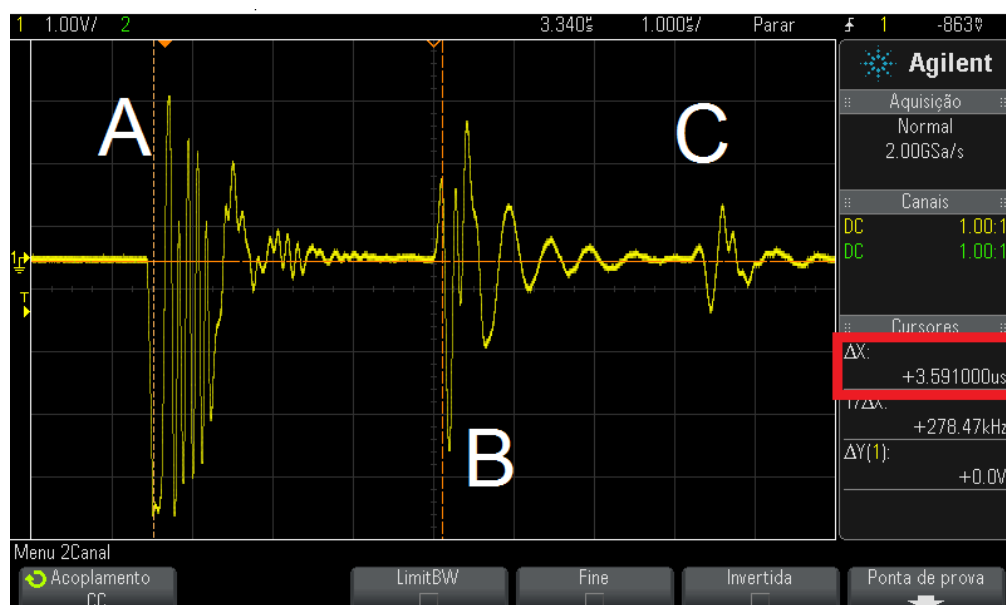


Figura 27- Imagem do obtida da tela do osciloscópio durante o ensaio de ultrassom onde o sinal “A” representa o pulso ultrassônico inicial, “B” primeiro eco de fundo e “C” o segundo eco de fundo, em destaque no retângulo vermelho esta o tempo.

3.2.4 Procedimento experimental para a análise metalográfica.

Foram geradas imagens da microestrutura do revestimento por MEV a partir das técnicas Elétron secundário e Espalhamento de elétrons para identificar trincas e descontinuidades que possam ter afetados os resultados dos END. Com o equipamento de EDS, através de mapas e linhas de composição, foram analisadas as composições químicas presentes nas camadas de óxidos após um determinado número de ciclos de oxidação.

As velocidades obtidas com ultrassom foram comparadas com as medições de porosidade obtidas em imagens capturadas em MEV. O software de análise *AnalySIS* foi adotado para medição das porcentagens de porosidades. Para avaliar a porosidade através das imagens, foi realizado o tratamento das imagens, com alteração para tons de cinza e controle de contraste. Em seguida foi estabelecido o limiar das fases cerâmica e poros, com a área verde representando a leitura da porcentagem dos poros, e a área restante, a porcentagem da fase cerâmica. Com isso, foi possível calcular a porcentagem das fases medidas, com a ferramenta análise de fases (*PhaseAnalysis*), o qual fornece uma relação entre as áreas medidas.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados referentes à avaliação do emprego de ensaios não destrutivos na análise do efeito da sinterização e formação da TGO em amostras de TBC submetidas ao ensaio de oxidação cíclica.

4.1 ANÁLISE DE OXIDAÇÃO CÍCLICA DAS AMOSTRAS COM METAL DE BASE INCONEL 718.

4.1.1 Análise do Número de Ciclos até o deslocamento.

A Tabela 8 ilustra a duração dos revestimentos no decorrer dos ciclos. Observa-se que a amostra do parâmetro 4 (P4) com deposição sem pré aquecimento (com 25°C de temperatura) resistiu 12 ciclos, as amostras com P2 e P4 com 100°C de temperatura de pré aquecimento resistiu 30 ciclos e as amostras com P1 e P4 com 320°C de pré-aquecimento resistiram 48 ciclos. Assim sendo, logo constata-se que uma maior temperatura de pré aquecimento propiciou uma maior vida útil dos revestimentos quando submetidos a ciclagem térmica.

Tabela 8 - Número de ciclos de Duração dos revestimentos

Ciclos	P1	P2	P4 25°C	P4 100°C	P4 320°C
0 ciclos	X	X	X	X	X
6 ciclos	X	X	X	X	X
12 ciclos	X	X	X	X	X
18 ciclos	X	X		X	X
24 ciclos	X	X		X	X
30 ciclos	X	X		X	X
36 ciclos	X				X
42 ciclos	X				X
48 ciclos	X				X

4.1.2 Avaliação do processo de oxidação e sinterização por ensaios não destrutivos

Os ensaios realizados nesta primeira fase, foram com o objetivo de avaliar as alterações nas espessuras do TBC e ângulo de fases de correntes parasitas ao

longo dos ciclos de oxidação, assim como avaliar as variações da porosidade com os ciclos de oxidação.

4.1.1.1 Medição de espessuras (Ensaio com Correntes Parasitas)

Conforme constatado na literatura por Fahr et al. 2005, a ciclagem térmica causa uma variação na espessura dos TBC's devido o efeito de oxidação e sinterização. Desta forma, o caminho comumente adotado para se averiguar o comportamento da espessura ao longo da ciclagem térmica, seria o ensaio destrutivo (metalografia). Porém, como abordado no capítulo de revisão bibliográfica no Item 2.6, outra tecnologia adotada para se averiguar o comportamento da variação da espessura, é o ensaio não destrutivo por correntes parasitas.

Neste trabalho foi realizado um acompanhamento do comportamento das espessuras do TBC, para se detectar a influência dos ciclos de oxidação na medição de espessura do revestimento. Conforme pode ser observado no gráfico 5, observa uma variação da leitura da espessura a medida que o número de ciclos aumenta.

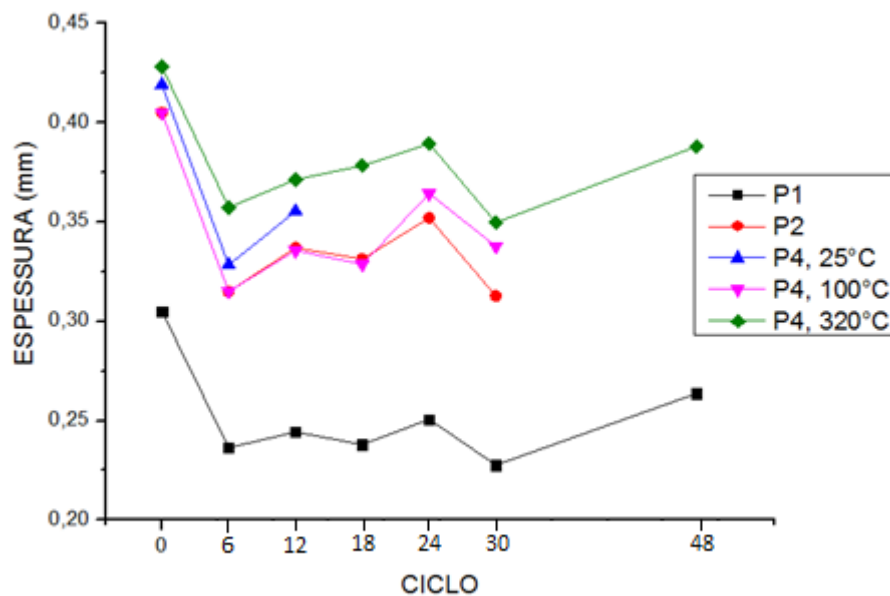


Gráfico 5-Comportamento das espessuras do TBC para detectar o crescimento da TGO ao longo dos ciclos de oxidação.

Também observa-se no gráfico 5 uma tendência parecida de redução da espessura com o passar dos ciclos iniciais, e uma manutenção dos valores após estes ciclos. A seguir são descritas as ocorrências constatadas ao decorrer da realização dos ciclos:

- **0 a 6 ciclos** : houve uma grande diminuição da espessura lida para todas as amostras.
- **6 a 12 ciclos**: pequeno aumento na espessura medida para todas as amostras.
- **12 a 18 ciclos**: pequena diminuição na espessura medida, com exceção da amostra P4 320°C que manteve o crescimento. Já a amostras P4 24°C deslocou ao final do ciclo.
- **18 a 24 ciclos**: todas que se mantiveram no ensaio tiveram aumento da espessura medida.
- **24 a 30 ciclos**: diminuição das espessuras medidas de maneira geral. Porém, a amostra P2 apresentou um grande aumento de espessura até seus 24 ciclos. Esta amostra P2 apresentou deslocamento em suas bordas no resfriamento após os 30 ciclos. Mesmo com esse deslocamento, foi medida a espessura no centro da amostra.
- **30 a 48 ciclos**: aumento da espessura medida, sendo que as amostras P2 e P4 (100°C) deslocaram totalmente.

A amostra com parâmetro 4 sem pré aquecimento foi a primeira a deslocar com apenas 12 ciclos, mostrando que o pré aquecimento pode ter promovido uma melhora na adesão entre as camadas de TBC. Estes resultados estão de acordo com o reportado na literatura por Mellali, et al. 1996, onde foi observado uma melhora na aderência do revestimento com o aumento da temperatura de interpasse. O aumento da vida útil observada com o aumento da temperatura de deposição da cerâmica também está de acordo também com o observado por Sadeghi-Fadaki, et al., 2010, onde as amostras com melhor aderência foram aquelas que apresentaram menor porosidade.

4.1.1.2 Caracterização da condutividade e ângulo de fase (Ensaio com Correntes Parasitas)

O equipamento de correntes parasitas permitiu traçar o comportamento da condutividade elétrica das amostras de 0 a 48 ciclos, permitindo realizar o acompanhamento do ângulo de fases.

O gráfico 6 indica o comportamento do ângulo de fases com o passar dos ciclos, separados pelo tipo de parâmetro usado na deposição do TBC e

temperaturas de pré-aquecimento desta deposição, onde as seguintes as ocorrências podem ser constatadas:

- **Parâmetro 1:** o ângulo de fases apresentou um aumento até atingir 18 ciclos, após isto foi decaindo com pequeno aumento em 30 ciclos até estabilizar de 42 para 48 ciclos.
- **Parâmetro 2 :** ângulo aumentou com 6 ciclos, uma pequena diminuição com 12 e novamente crescendo até 18 ciclos. Mostrou uma queda até 36 ciclos e grande aumento em 42, sendo que após este aumento o revestimento deslocou.
- **Parâmetro 4, 25°C:** o ângulo aumentou com 6 ciclos, pequena diminuição com 12 e novamente crescendo até 24 ciclos. Com 30 ciclos apresentou uma grande queda e deslocou.
- **Parâmetro 4, 100°C:** mostrou um comportamento parabólico, crescendo até 18 ciclos e caindo até completar 30 ciclos.
- **Parâmetro 4, 320°C:**apresentou crescimento até seu máximo em 24 ciclos, depois uma queda de 24 para 30 ciclos assim como a maioria das amostras, seguido de uma estabilização sem ocorrer deslocamento até 48 ciclos.

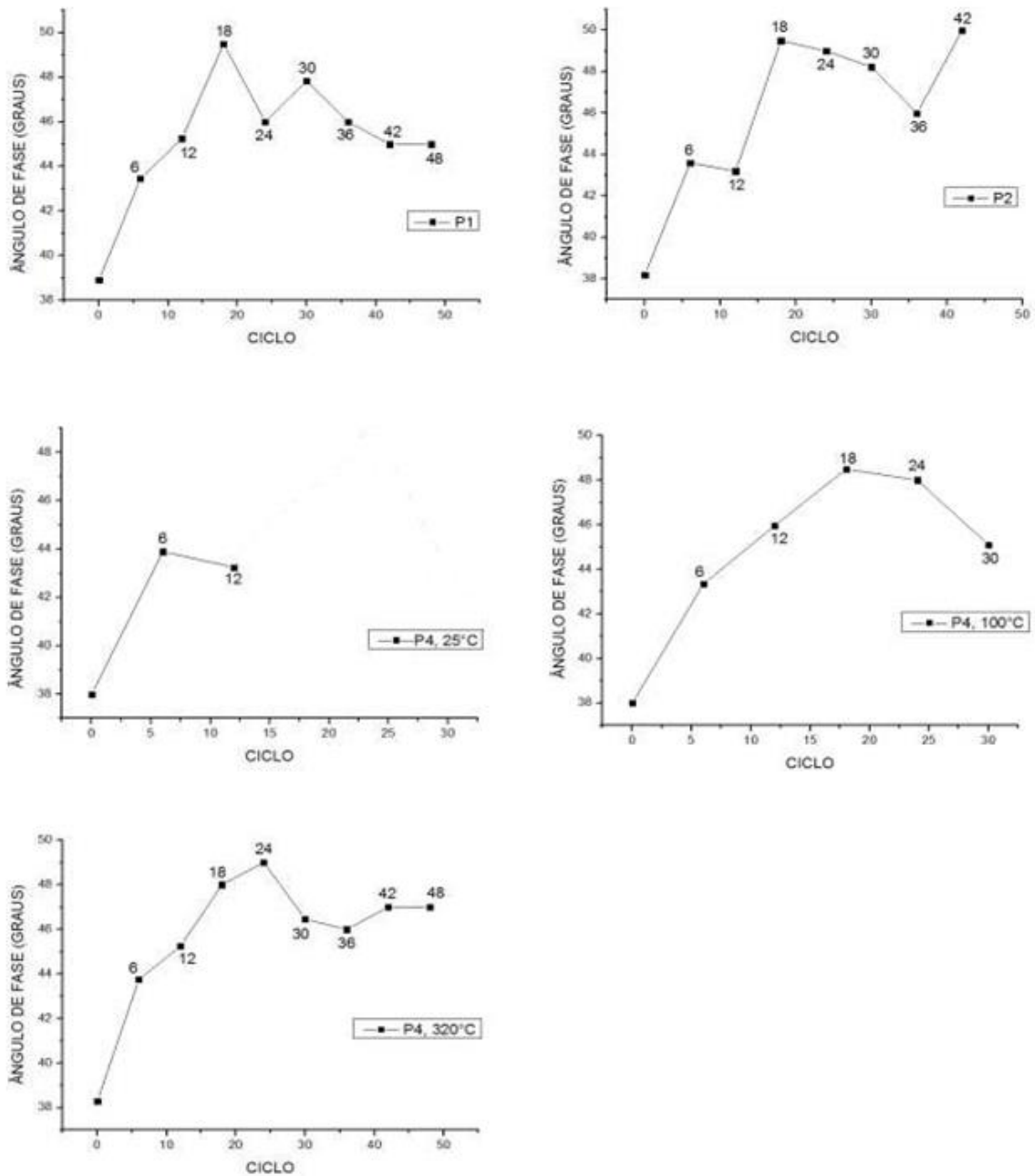


Gráfico 6-Ângulos de fase de todas as amostras com o passar dos ciclos.

A partir dos resultados apresentados acima, podemos constatar que de uma maneira geral as amostras apresentaram um pico de valor de ângulo na faixa de 18 a 24 ciclos, e logo após isto uma diminuição do ângulo. Esta queda no valor do ângulo de fase pode ser supostamente atribuída devido ao aumento de óxidos condutores elétricos que se formaram ao longo da ciclagem térmica. Pois, a formação de óxidos trazem um aumento da condutividade elétrica da amostra.

Conforme observado na literatura, quanto mais o ângulo de fase se afasta da reta do material de referência, maior é a resistividade do material, então menor é sua condutividade. A condutividade elétrica das amostras varia em função da formação

da camada de óxido de alumínio não condutor, onde a formação desta alumina traz um aumento no ângulo, devido à característica de isolamento elétrico desta camada.

A presença de óxidos mistos CSN pode ser detectada com a diminuição do ângulo de fase a partir de 18 ciclos para a amostra P1 e de 24 ciclos para as demais amostras. Os óxidos de níquel, cromo e ferro, trazem esta diminuição do ângulo de fase, pois segundo Fahr et al. (2005) estes óxidos são condutores elétricos. A instabilidade na formação de óxidos é refletida no ângulo de fases, formado óxidos não condutores até 18 ou 24 ciclos e condutores após os mesmos, diminuindo e aumentando o ângulo apresentado no equipamento, como relatado no trabalho de Viswanathan et al. (2002).

4.1.1.3 Análise da porosidade pela velocidade de propagação do som.

O foco principal dessa análise foi identificar o efeito da evolução dos poros conforme ocorre a sinterização dos revestimentos cerâmicos quando exposto às condições severas do ensaio de oxidação. Conforme abordado anteriormente, assim como no estudo de correntes parasitas as amostras foram analisadas com 6, 12, 18, 24, 30, e 48 ciclos até o deslocamento das amostras.

No gráfico 7 é observada a análise com o equipamento de ultrassom, qual relaciona o número de ciclos que as amostras foram submetidas em relação às velocidades de propagação de seus respectivos revestimentos cerâmicos obtidas ao longo do ensaio. Foi possível identificar no gráfico 7 o efeito da evolução dos poros, devida à sinterização sofrida pelos revestimentos cerâmicos quando expostos às condições severas do ensaio de oxidação obtidas.

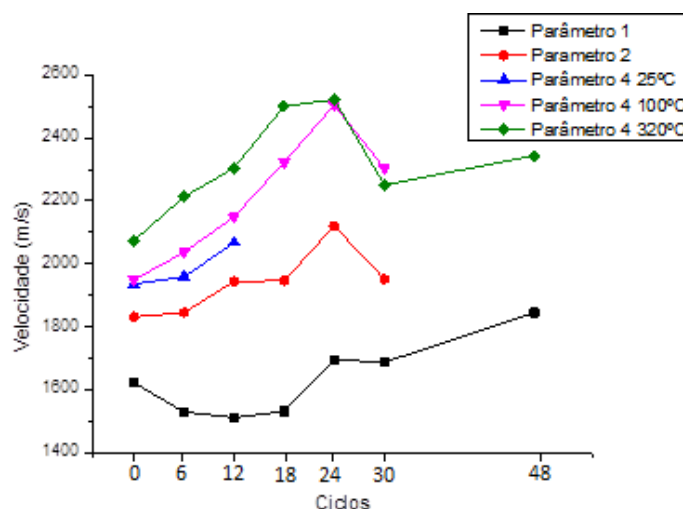


Gráfico 7-Gráfico de velocidade de propagação do som em relação ao número de ciclos de oxidação.

Nota-se no gráfico 7 as seguintes ocorrências a cada ciclagem, onde a medida com 0 ciclos também leva em consideração a espessura da camada de ligação que foi lida pelo correntes :

- **0 a 6 Ciclos** – no começo do ensaio de oxidação pode-se notar um crescimento acentuado das velocidades de propagação do som em todas as amostras, exceto pelo parâmetro 1, onde ocorreu um pequeno decréscimo.
- **6 a 12 Ciclos** – A tendência de acréscimo da velocidade de propagação do som observada anteriormente permaneceu constante, indicando portanto uma diminuição do percentual de poros no revestimento cerâmico.
- **12 a 18 Ciclos** – Com 18 ciclos de oxidação ocorreu o primeiro deslocamento total, que foi na amostra do parâmetro 4 sem pré-aquecimento. Nenhum indicativo prévio ao deslocamento foi observado durante o ensaio com ultrassom. Com relação às outras amostras, novamente ocorreu o acréscimo da velocidade de propagação do som em todos os parâmetros, exceto pelo parâmetro 1.
- **18 a 24 ciclos** – Nessa etapa do ensaio novamente ocorreu o acréscimo da velocidade de propagação do som, inclusive no parâmetro 1. A amostra depositada com o parâmetro 4 com pré-aquecimento à 320°C, apresentou uma certa estabilização, quando comparada com os outros parâmetros.
- **24 a 30 Ciclos** – Com 30 ciclos a tendência de acréscimo da velocidade deu lugar à um grande decréscimo da velocidade em todos os parâmetros, exceto pelo parâmetro 1. Com o aumento a densidade do revestimento cerâmico, há um aumento das tensões geradas na interface cerâmica/TGO, agravada pelas transformações de fase ocorridas no revestimento YSZ, provocando assim o deslocamento do revestimento. (MOON et al., 2002)
- **30 a 48 Ciclos** – Com 48 ciclos de oxidação o revestimento das amostras depositadas com o parâmetro 2 e parâmetro 4 com pré aquecimento de 100°C deslocaram totalmente. Na amostra com o parâmetro 4 com pré aquecimento de 320°C, após o grande decréscimo da velocidade observado anteriormente, houve leve acréscimo na velocidade de propagação. Por fim, a amostra depositada com o parâmetro 1 continuou a aumentar a velocidade de propagação do som.

Pela análise no gráfico 7, com a observação das ocorrências ao longo dos ensaio de ciclagem térmica, foi possível verificar que próximo à ocorrência do

deslocamento, na maioria das amostras, ocorreu uma queda da velocidade de propagação do som. Esta diminuição da velocidade pode ser um indicativo do início do processo de deslocamento. Em trabalho conduzido por Chen, et al., 2012 observou-se um comportamento semelhante com o aumento gradativo da velocidade de propagação, ligado a redução de porosidade, e que após um período de oxidação a amostra passa a apresentar uma redução na velocidade de propagação do som, ligado a seu deslocamento.

Para analisar melhor o que ocorreu até a primeira metade dos ciclos, que é onde ocorrem as variações mais bruscas de oxidação os dados iniciais foram novamente plotados os resultados referente a propagação do som nas amostras analisadas, como ilustrados no gráfico 8.

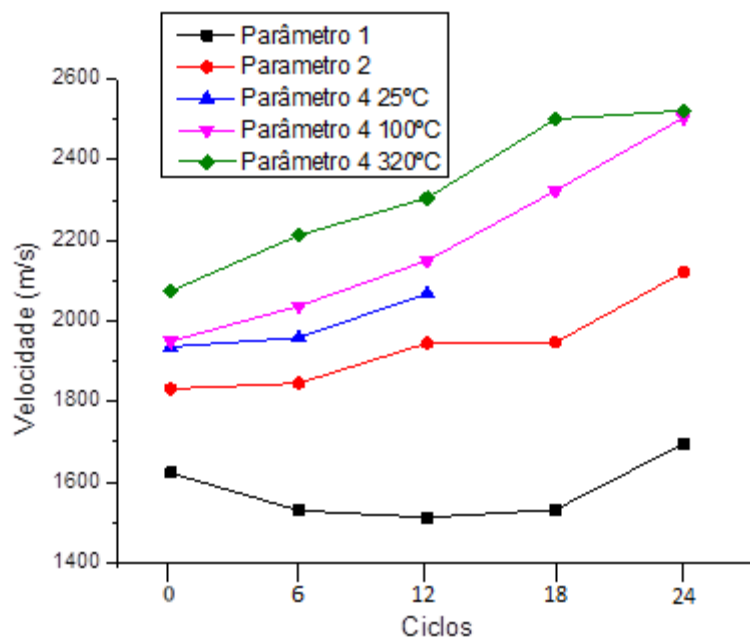


Gráfico 8-Análise de velocidade de propagação do som dos primeiros ciclos de oxidação.

No gráfico 8 é possível notar que os revestimentos mais porosos P1 e P2, apresentam uma menor inclinação da reta que relaciona a velocidade de propagação do som com o número de ciclos térmicos. Isto indica que há um menor efeito de sinterização dos poros em revestimentos mais porosos. Esse fato pode ser devido ao percentual de porosidade dos revestimentos, qual não está ligado somente com a quantidade de poros, mas também com o tamanho dos poros. Então os revestimentos com poros com maior dimensão, possivelmente dificultam o processo de sinterização.

4.2 ANÁLISE DE OXIDAÇÃO CICLICA PARA A RÉPLICA DE AMOSTRAS COM METAL DE BASE INCONEL 718

Conforme constatado anteriormente, as maiores variações de espessuras e deslocamentos das amostras ocorreram antes ou após atingir 30 ciclos. Devido a esta ocorrência, decidiu-se então realizar uma réplica de cada condição de ensaios, ou seja, foram submetidas à ciclagem térmica 3 amostras de cada parâmetro, fazendo assim um estudo mais aprofundado nos ciclos que apresentaram maior relevância neste trabalho, porém desta vez submeteu-se as amostras também aos ensaios destrutivos.

Nestas amostras foram estudados novamente os comportamentos dos ângulos de fase e mudanças de espessuras devidas a formação da TGO e sinterização da camada cerâmica para cada ciclagem.

As medidas de espessuras, ângulo de fases (relativa a composição da TGO) e velocidade de ultrassom (relacionada a porosidade) obtidas por END foram comparadas com métodos metalográficos, onde após os ciclos as amostras foram seccionadas e analisadas também com MEV/EDS, possibilitando assim uma análise mais abrangente dos pontos mais críticos do ciclo de vida das amostras, indo além do que analisado nas amostras com metal de base Inconel 718.

Nesta etapa, os resultados obtidos foram comparados diretamente, sendo os ensaios não destrutivos com a metalografia, averiguando assim a possibilidade de utilizar ensaios não destrutivos ao invés de ensaios destrutivos.

4.2.1 Comparação de espessura e amplitude da curva de condutividade

Com o ensaio de correntes parasitas foi analisada a relação entre a amplitude e espessura, sendo que segundo Fahr et al., 2005 estas medidas tem relação inversamente proporcionais, ou seja, um aumento da espessura traz uma diminuição da amplitude da curva no ensaio de correntes parasitas.

O gráfico 9 apresenta o comportamento da espessura ao passar dos ciclos, e novamente como observado nas amostras com metal de base Inconel 718, constata-se uma grande queda da leitura de espessuras com 6 ciclos, provavelmente devido a formação da camada da TGO. Estes resultados são referentes as medições de espessura e amplitude ao longo do ensaio de ciclagem térmica.

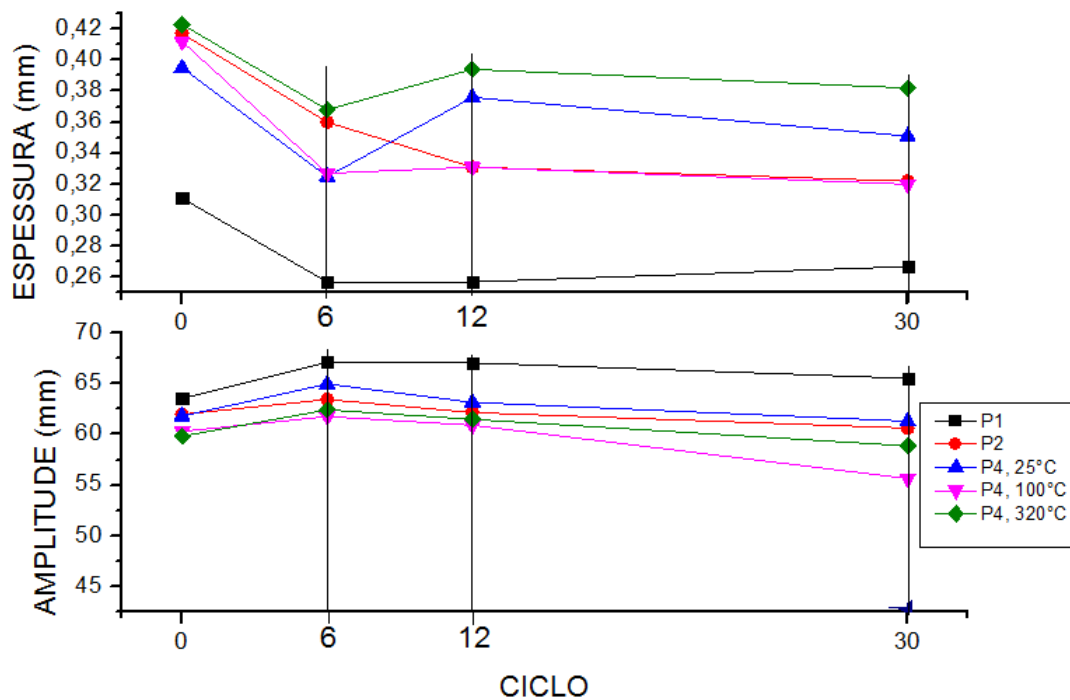


Gráfico 9-Comparação da espessura e amplitude da curva de condutividade.

A comparação entre as espessuras e amplitudes de curvas obtidas com o equipamento de correntes parasitas mostrou que não é sempre que os gráficos têm comportamentos contrários, ou seja, uma diminuição da espessura trás um aumento da amplitude. Analisando o comportamento conforme a ciclagem térmica constatamos então:

- **0 a 6 ciclos:** uma diminuição da espessura de todas as amostras trouxe um aumento na amplitude de todas.
- **6 a 12 ciclos:** todas as amostras exceto a P2 tiveram um aumento de espessura lida, mostrando assim uma diminuição da amplitude, inclusive a amostra P2.
- **12 a 30 ciclos:** todas as amostras, exceto P1, tiveram uma redução da espessura lida, mesmo com esta redução a amplitude também reduziu. Sugere-se que este fato ocorreu devido ter uma influência de mudanças metalúrgicas, ou da formação de óxidos condutores. Pois, segundo Fahr et al. (2005), exceto óxidos de alumínio e de zircônio que são não condutores, pode ocorrer na camada de ligação a formação de óxidos de níquel, cromo e ferro que têm permeabilidade magnética maiores que 1, podendo afetar de forma mais significativa os sinais de correntes parasitas.

O gráfico 9 também apresenta a comparação das medidas tomadas nas imagens geradas por microscopia óptica e as medidas tomadas com correntes parasitas, onde foram medidas camadas de cerâmica, camada de ligação, TGO. Estas espessuras foram comparadas com as obtidas pelo método de correntes parasitas, onde nas medidas de micrografia foram somadas as espessuras tomadas das camadas (cerâmica+NiCrAl+TGO). Esta soma foi feita por observação dos resultados obtidos, onde a sonda de correntes parasitas está lendo também a espessura camada de ligação.

Já a diferença de espessura que se constatou nos 6 primeiros ciclos, sugere-se que pode ser atribuída a influência magnética do começo da formação da camada de óxido. Segundo Smallman e Ngan (2007), durante as fases iniciais do ciclo de oxidação o crescimento da espessura é rápido porque os átomos de oxigênio adquirem elétrons dos átomos do metal na superfície, assim um forte campo elétrico é criado através da película fina de óxido, que puxa os átomos de metal através do óxido, com uma maior espessura este campo diminui, diminuindo a taxa de oxidação.

A também leitura da espessura do revestimento metálico de ligação pode ter ocorrido devido à variação de condutividade elétrica existente entre as camadas metálicas de ligação e o substrato de superliga. Segundo Soares (2009), a sonda de leitura de espessuras de camada não condutiva, pode ler a espessura de uma camada condutiva depositada sobre um metal condutor, desde que suas condutividades elétricas sejam muito diferentes. O autor também relata que a presença de uma camada condutora sobre um material condutor traz uma mudança na condutividade inerente do metal de base, sendo que se houver variação da espessura do revestimento, a condutividade também irá variar, vindo a ocasionar mudança do sinal de resposta do ensaio que busca traçar o plano de impedância.

A comparação realizada no gráfico 10 mostrou que mesmo tendo diferença entre as medidas pelas duas metodologias distintas (metalográfica e correntes parasitas), essas diferenças foram pequenas, sendo de no máximo 38 μm . A amostra que apresentou maior diferença entre espessuras foi a do Parâmetro 1, que ao se realizar micrografia, notou-se presença de micro trincas. Supõem-se então que estas micro trincas podem ter afetado a resposta do equipamento de correntes parasitas, justamente pelos efeitos observados por Chen, et al, 2012. Desta forma então, pode-se logo afirmar que a metodologia de correntes parasitas pode ser

utilizada no lugar da metodologia destrutiva metalográfica, uma vez que a diferença de valores entre as duas técnicas não foram tão significativas.

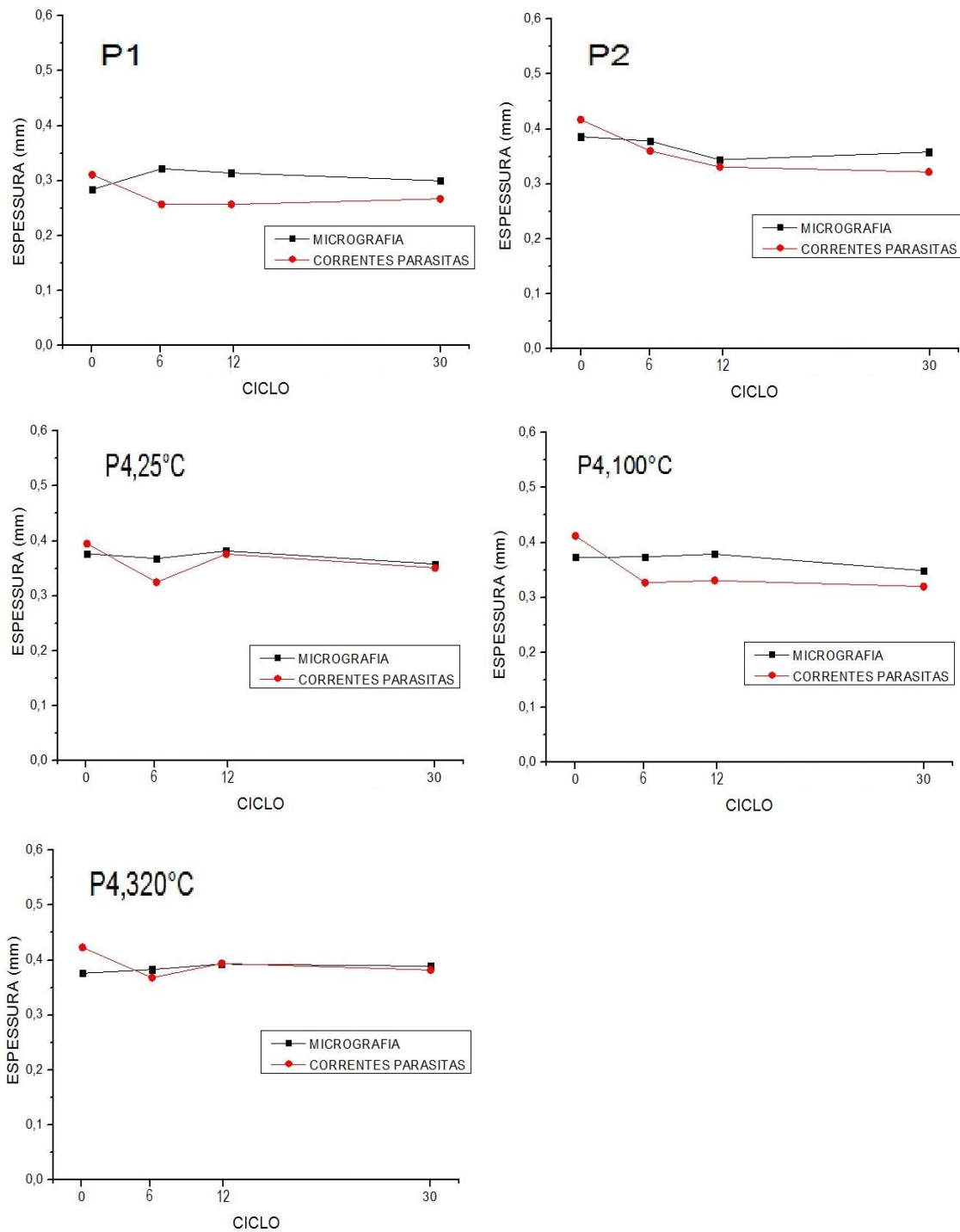


Gráfico 10-Comparação entre as leituras de espessuras com correntes parasitas e microscopia ótica.

4.2.2 Caracterização da condutividade pelo ângulo de fase da réplica.

Os comportamentos da condutividade elétrica dos TBC's com metal de base Inconel foram plotados em função dos valores de ângulos de fases, conforme o número de ciclos realizados no ensaio de oxidação, como se observa na Fig. 28.

A frequência adotada foi determinada por experimentação, onde uma menor frequência mostra uma maior separação entre as curvas de diferentes condições metalúrgicas, porém uma maior frequência faz uma análise próxima à superfície, então se buscou um equilíbrio entre resolução e capacidade de detecção.

A Figura 28 ilustra todas as curvas de condutividade dos ensaios de ciclagem térmica, lembrando que a liga de cobre foi usada como material de referência. Nesta figura são ilustrados as leituras sobre as 5 amostras distintas avaliadas. Já o gráfico 11 ilustra o comportamento da evolução do ângulo de fase conforme a ciclagem térmica, sendo a mesma construída com os ângulos de fases obtidas da figura 28.

Como é observado na Figuras 28 e no gráfico 11, a maior diferença apresentada na angulação é no início do ciclo, ocasionado supostamente pela formação da camada de TGO. Com o passar dos ciclos, observa-se então a diminuição da condutividade elétrica ocasionada pelo aumento parabólico da TGO, resultado qual, influenciou diretamente na elevação do ângulo de fase.

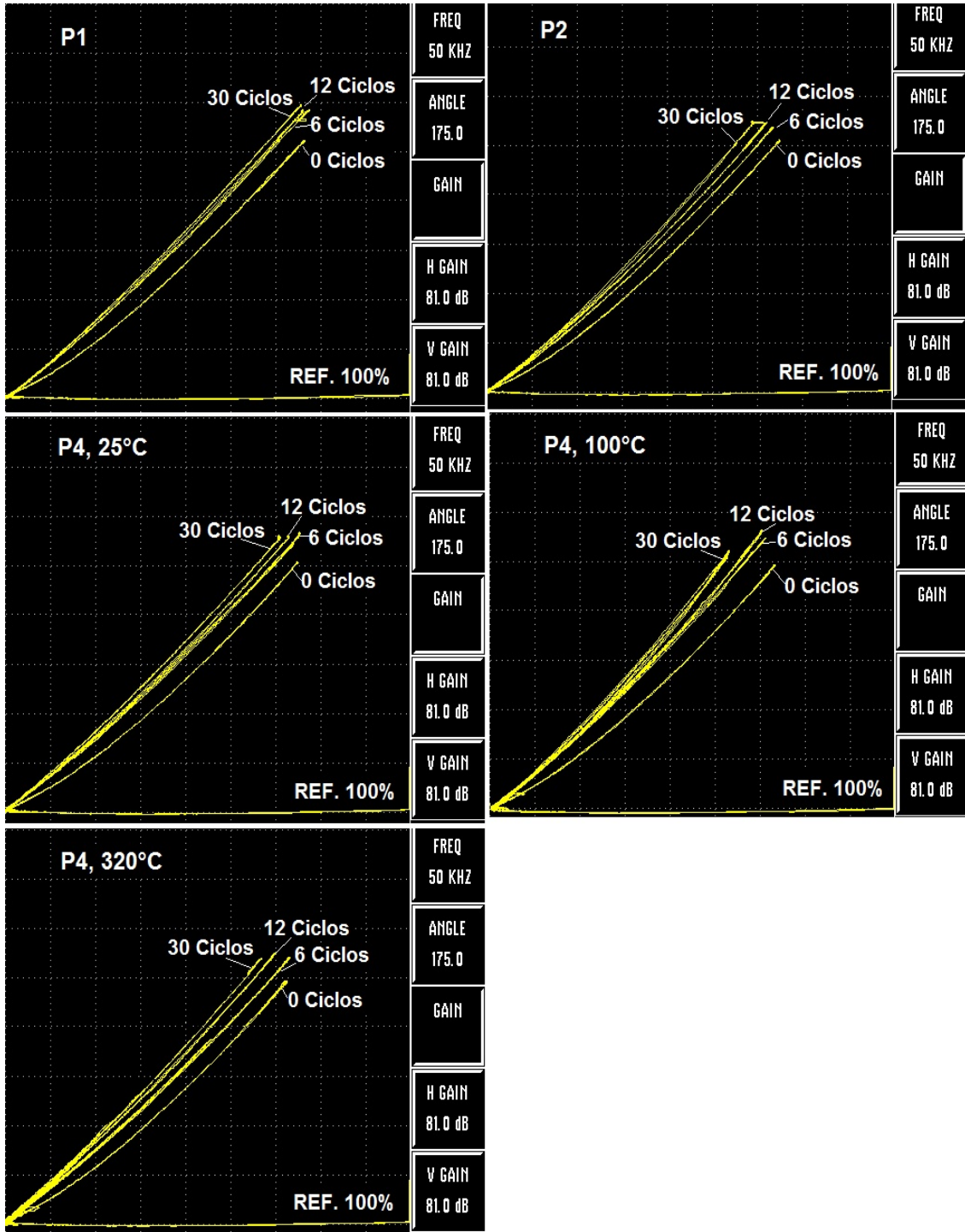


Figura 28-Curvas de todas as amostras com 0, 6, 12 e 30 ciclos, com cobre como material referência.

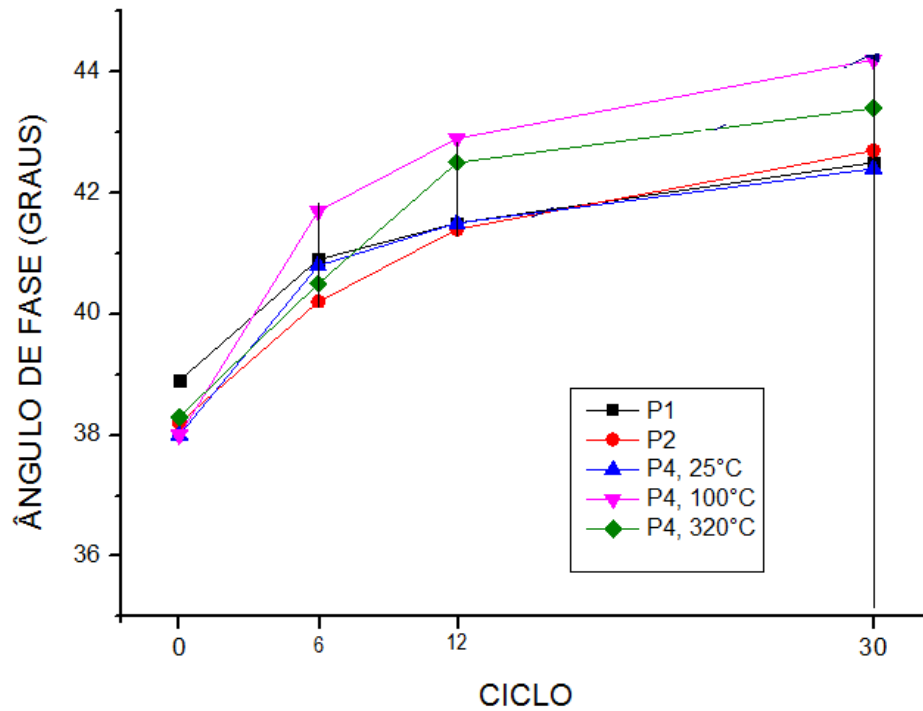


Gráfico 11-Evolução do ângulo de fases das amostras.

4.2.3 Análise da Variação da Microestrutura com a Oxidação

Pode-se perceber nas amostras submetidas à ciclagem térmica que as mesmas apresentaram oxidações e densificação do revestimento cerâmico e uma pequena alteração na forma dos óxidos com o passar dos ciclos. As figuras 29, 30 e 31 ilustram a microestrutura das amostras antes do ensaio de oxidação, e após o ensaio. Para melhor visualização, as microestruturas foram separadas segundo o parâmetro utilizado na deposição e temperaturas de pré-aquecimento.

De maneira geral, observa-se que à medida que as amostras eram submetidas a um maior número de ciclagem térmica, no revestimento cerâmico houve uma diminuição da quantidade de poros, tornando o revestimento mais denso. Pode-se observar que ao longo dos ciclos térmicos houve a formação da camada TGO na interface das camadas cerâmica/ligação. Também se observa, de forma geral, após 30 ciclos, a tendência da formação de óxidos diferentes aos de alumina constatada nos primeiros ciclos, possivelmente óxidos de Cr e Ni.

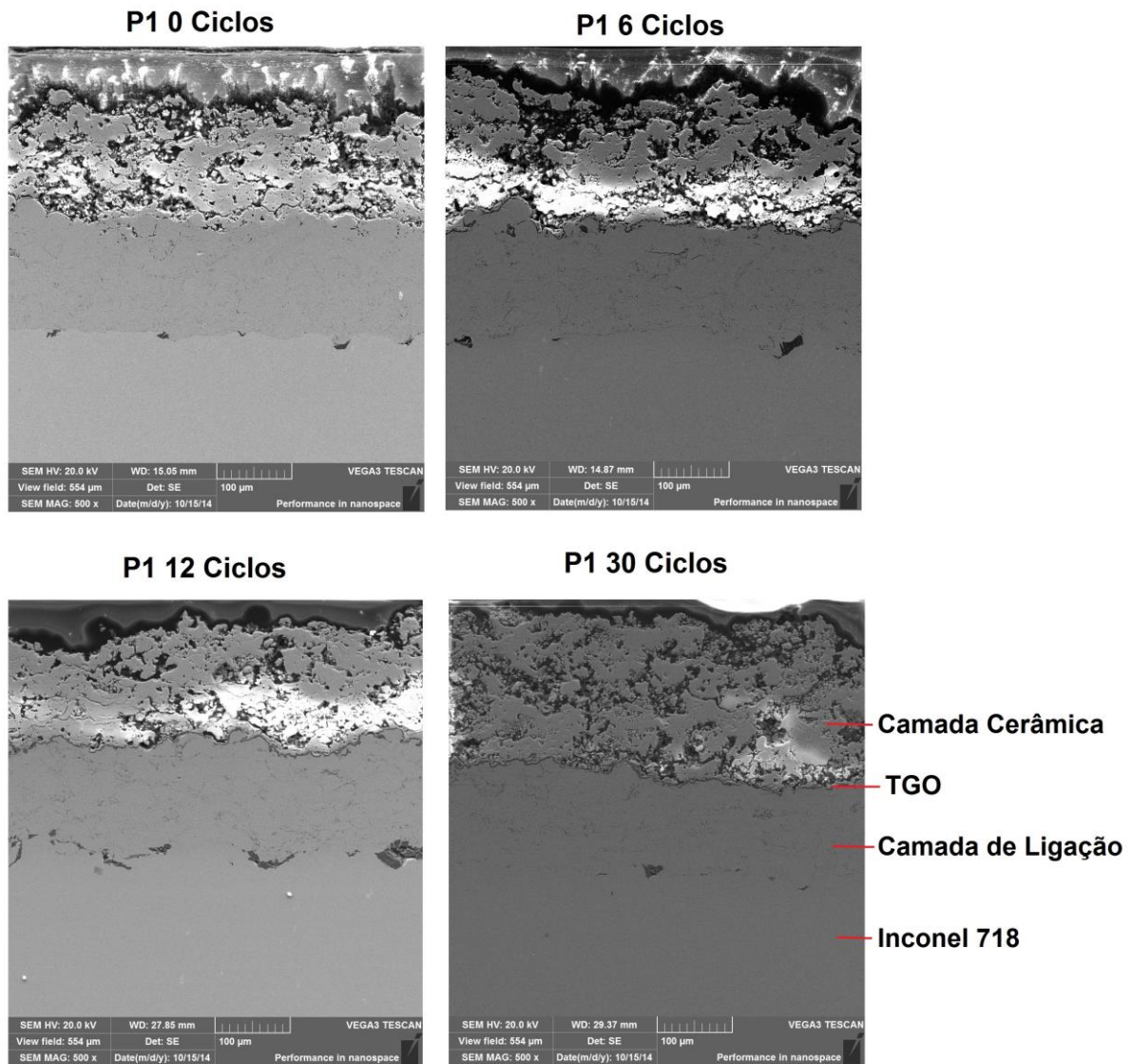


Figura 29-Microestruturas das amostras do Parâmetro 1 da réplica ao passar dos ciclos de oxidação.

As amostras com o parâmetro 2, ilustradas na Fig 30, mostram com 12 ciclos de oxidação um fase secundária na camada de ligação (cor mais escura). A formação desta fase ocorre possivelmente devido à sinterização das partículas, densificando o revestimento. Observa-se que houve uma alteração entre 12 e 30 ciclos, aumentando as áreas escuras o que sugere o futuro deslocamento do revestimento.

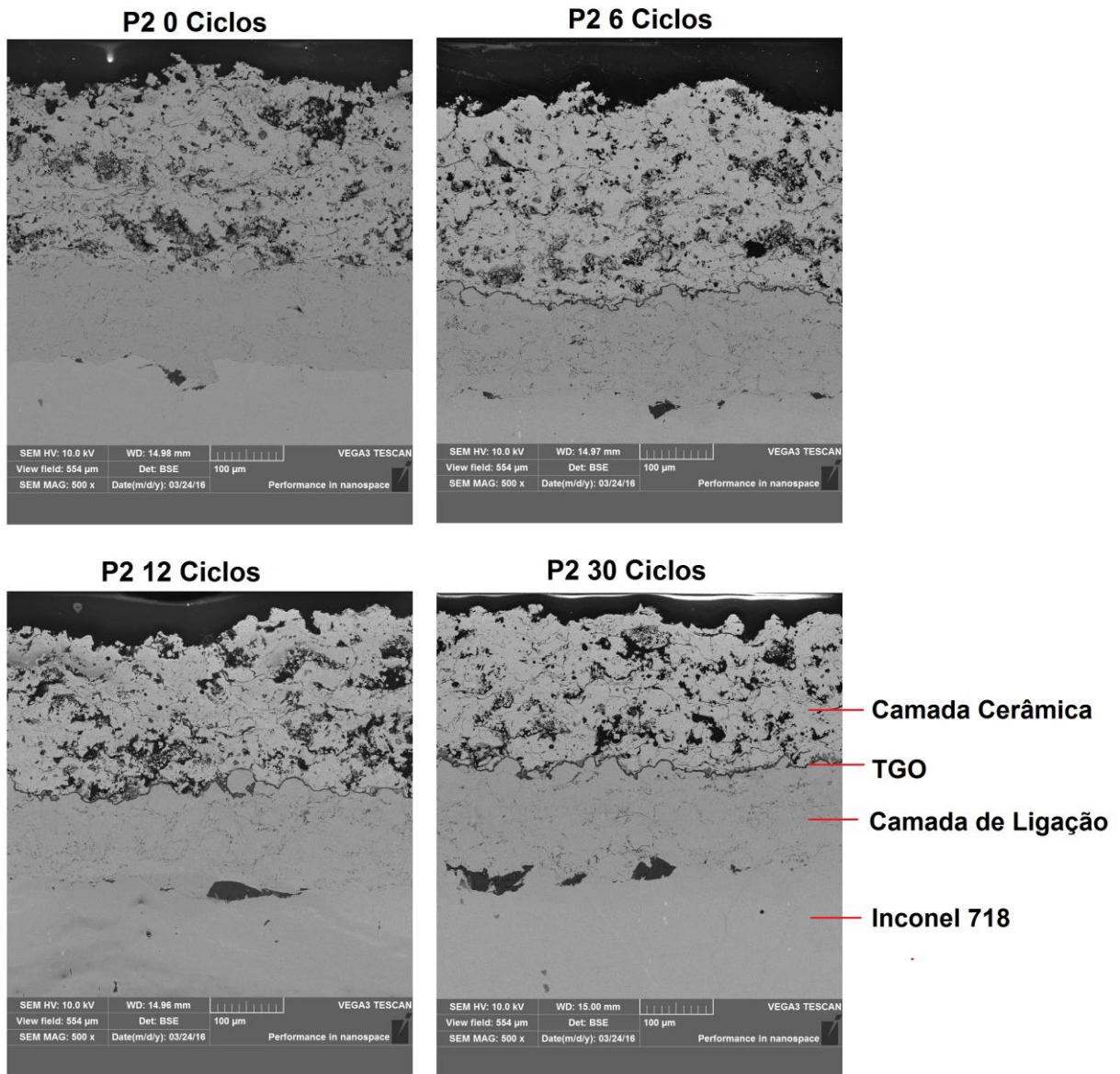


Figura 30- Microestruturas das amostras do Parâmetro 2 da replica ao passar dos ciclos de oxidação.

Nas micrografias do parâmetro 4 (sem e com pré-aquecimento 320°C), ilustradas na Fig. 31, constata-se uma densificação maior da camada cerâmica a medida que se alcança os 12 ciclos. Também visualiza-se que a espessura da camada da TGO se tornou mais significativa com 30 ciclos, apresentando maior quantidade de precipitação de fase secundária e alteração morfológica dos óxidos.

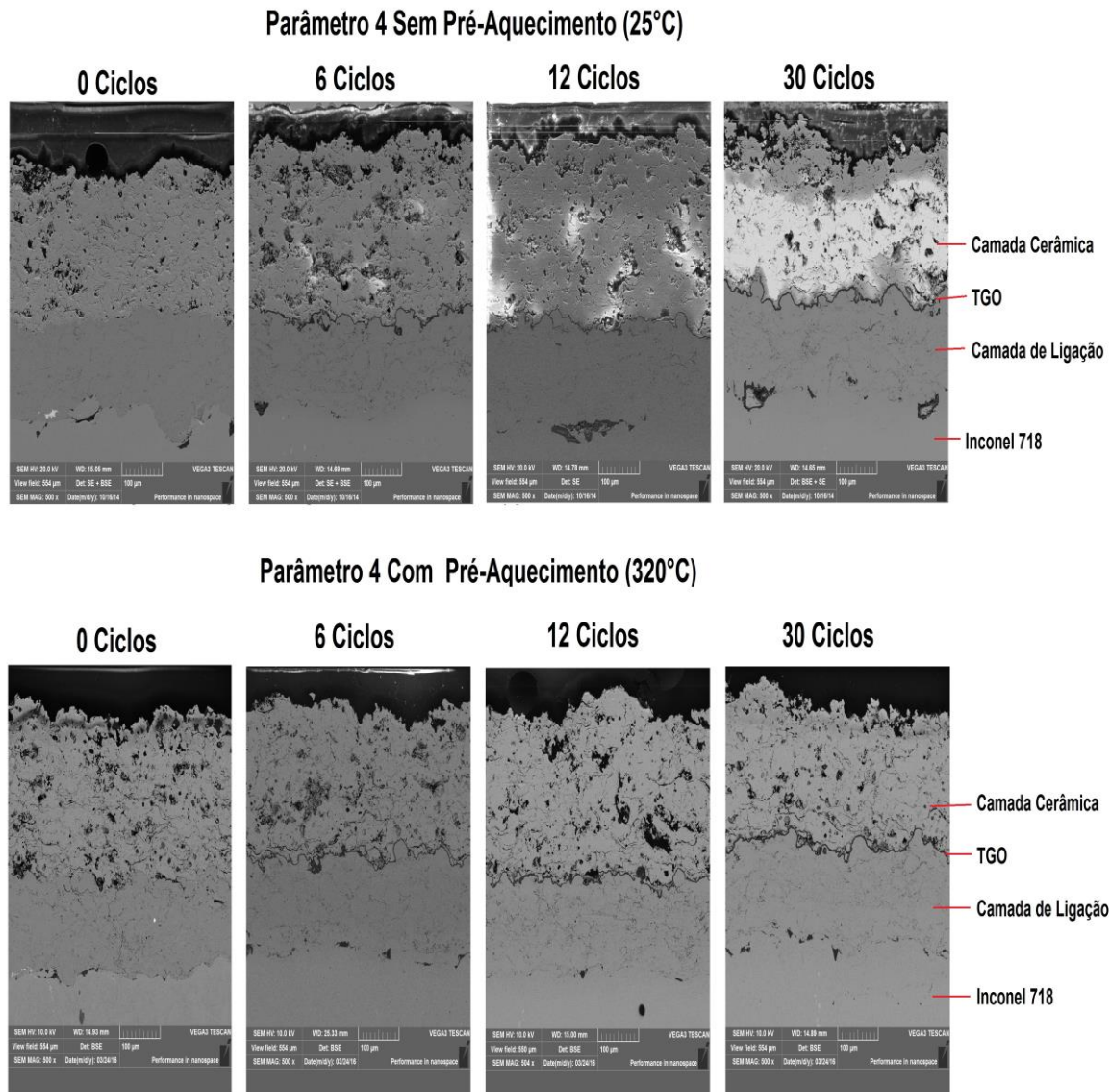


Figura 31- Microestruturas do P4 sem pré-aquecimento e com aquecimento.

Nas micrografias analisadas foi possível observar a evolução do crescimento da TGO. A composição desta camada de óxidos é de grande importância, uma vez que o tipo de óxido formado pode influenciar nas tensões que levam ao deslocamento.

Visto a importância do conhecimento do óxido formado nesta camada, submeteu-se as amostras mais representativas do experimental (amostras do parâmetro 4 com 320°C de temperatura de pré aquecimento) à análises com EDS qual é apresentada na Fig. 32.

A análise indicou que com 6 ciclos de tratamento de oxidação o óxido predominante constatado na amostra era o de alumina. A formação predominante deste óxido logo explica a diminuição da condutividade elétrica. Com 12 ciclos, conforme ilustrado na Fig. 32 (C), a alumina passa a apresentar a difusão de Níquel

e cromo, aparentemente não há a formação de óxidos de níquel e cromo isoladamente. Já com 30 ciclos, ilustrado na Fig. 32 (D), os óxidos de níquel e cromo são formados entre a camada de alumina e o revestimento cerâmico, qual parece não crescer mais tão rapidamente devido possivelmente ao esgotamento do alumínio existente na interface entre os revestimentos. Como observado por Chen, et. al., 2008, Khan, et. al., 2009, Rico, et. al. 2009, a ocorrência de óxidos de Ni e Cr são prejudiciais devido à instabilidade destes a alta temperatura. Os óxidos de cromo como e de níquel são instáveis e apresentam uma menor resistência mecânica. Assim as tensões residuais impostas pela diferença de dilatação térmica entre o metal de base e o revestimento não são suportadas, iniciando então o processo de formação de trincas e em seguida o deslocamento do revestimento.

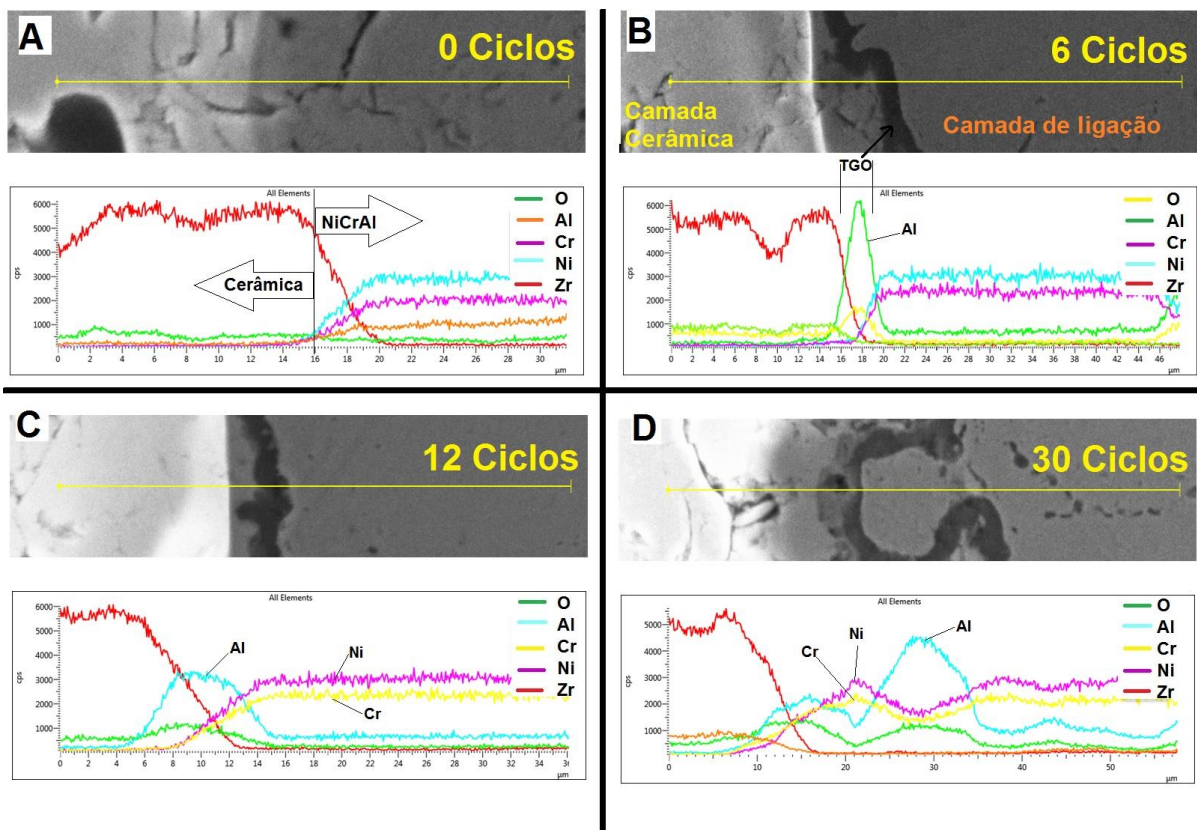


Figura 32-Análise da amostra com parâmetro 4 e 320°C de temperatura de deposição. (A) zero ciclos, (B) 6 ciclos, (C) 12 ciclos e (D) 30 ciclos.

Como mostrado na figura 33 todas as amostras com 30 ciclos analisadas pelo EDS tiveram um comportamento semelhante ao descrito anteriormente. Desta forma então, este resultado demonstra a tendência do aumento da condutividade com o crescimento da formação de óxidos, ou seja, o crescimento da formação da TGO.

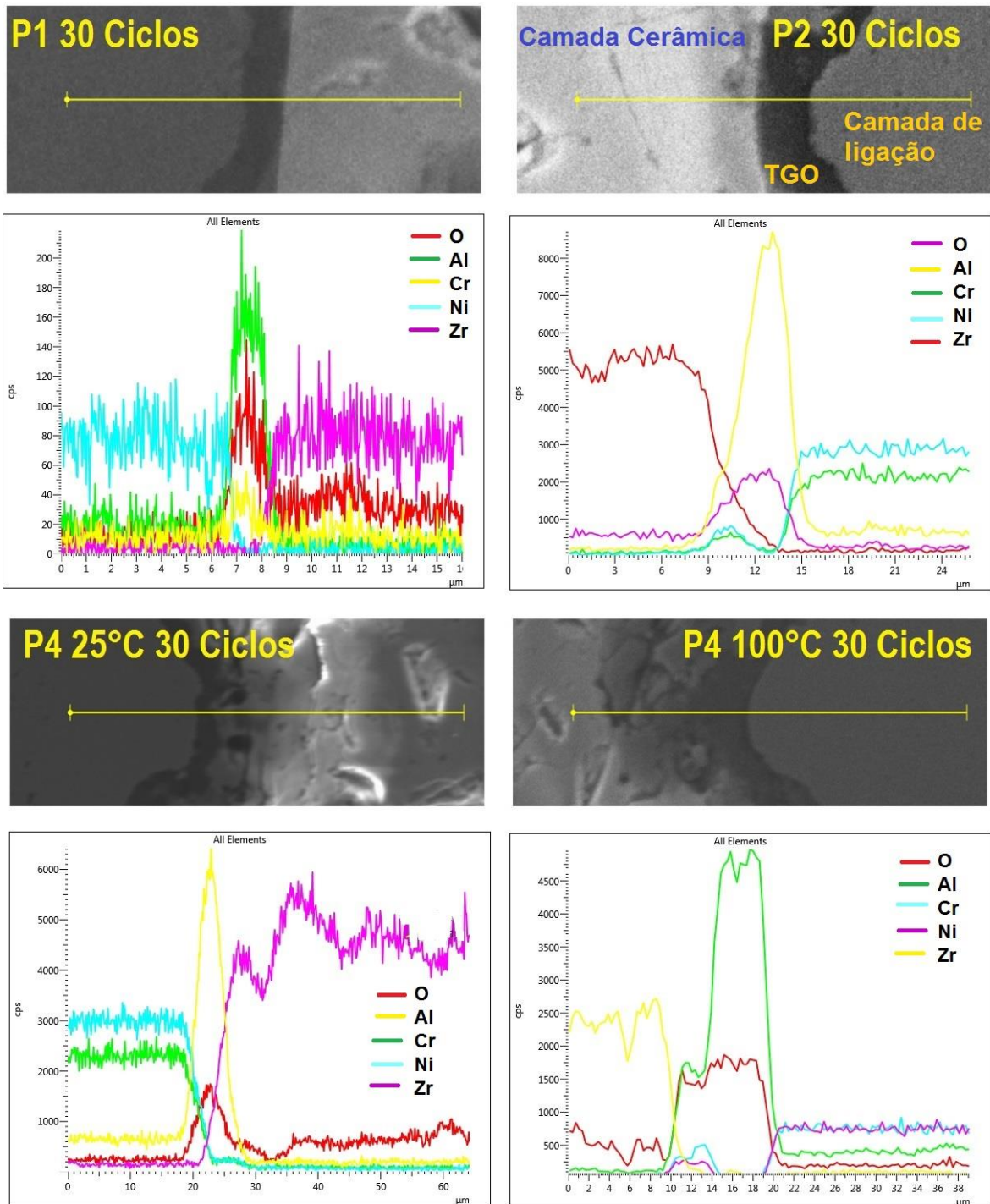


Figura 33-Linha de composições das amostras com 30 ciclos.

Na região da TGO também foram feitas imagens com mapas de composição, conforme ilustrado na Fig. 34, nas quais estão ilustradas que com 30 ciclos todas as amostras apresentaram em predominância além do óxido de alumínio, a presença também de óxidos de Ni e Cr.

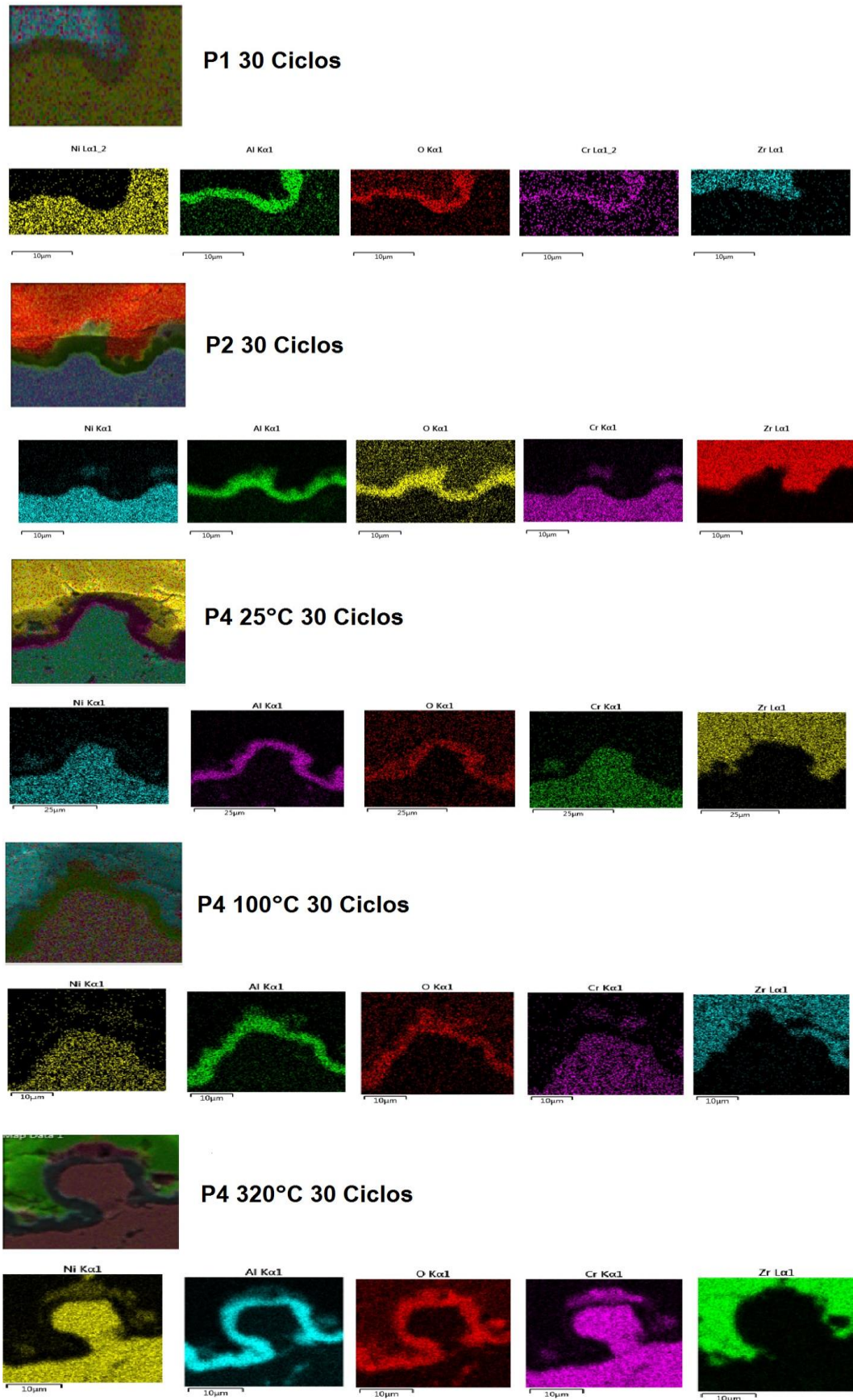


Figura 34- Mapa de composições das amostras com 30 ciclos.

Com a linha e mapas de composição pode-se observar a distribuição de óxidos no TBC, mostrando a existência de óxidos com diferentes composições.

A técnica de correntes parasitas com a análise do ângulo de fase se mostrou eficiente para acompanhar o ciclo de vida do TBC, pois se comparar seus resultados com EDS, logo o aumento do ângulo de fases foi devido a presença de óxidos não condutores (alumina), e a diminuição do ângulo de fases foi devido a presença de óxidos condutores (CSN).

4.2.4 Caracterização da evolução da porosidade (Ultrassom e metalografia)

Durante os ciclos de oxidação, além do crescimento de óxidos também é possível notar a sinterização do revestimento cerâmico do TBC. Esse fato sugere que sejam realizadas também análises por microscopia ótica e eletrônica, de forma a possibilitar a comparação entre o percentual de poros obtidos na leitura de micrografia com os resultados de ultrassom.

Tal estudo é interessante no ponto de vista de se analisar comportamento da velocidade de propagação do som em relação à variação do percentual de poros, decorrente dos ciclos de oxidação. Com isso, foi possível constatar que o ensaio de ultrassom foi capaz de detectar o efeito de sinterização dos poros presentes no revestimento cerâmico no decorrer dos ciclos, conforme já relatado por SIEBERT (1999).

Nos gráficos apresentados no gráfico 12 são observados a variação da velocidade do ultrassom em função da percentagem de porosidade obtida no ensaio de microscopia eletrônica de varredura.

Pode-se verificar que em todas as amostras analisadas a velocidade de propagação do som decresce com o aumento do percentual de poros. Isto indica a capacidade do ensaio de ultrassom em detectar a variação da porosidade dos revestimentos cerâmicos, em decorrenciados ciclos de oxidação isotérmica.

Também é possível observar que a variação da velocidade ocorreu de forma praticamente linear e inversamente proporcional à variação da porosidade, ou seja, no caso do parâmetro 1 onde apenas ocorreu um decréscimo de 3,31% dos poros avaliados, a velocidade de propagação do som variou em 54 m/s. Já no caso da amostra P4 100°C onde ocorreu a maior variação de porosidade, de aproximadamente em 10%, a velocidade de propagação do som teve uma variação total de 216 m/s.

De modo geral, observa-se que houve um acréscimo médio de aproximadamente 25 m/s nas velocidades de propagação do som para cada ponto

percentual de poros, que foi reduzido devido ao efeito da sinterização do revestimento cerâmico ao passar do ensaio de ciclagem térmica. Porém, as variações bruscas de velocidade podem ser atribuídas a trincas na camada cerâmica, conforme constatado ao decorrer do experimento.

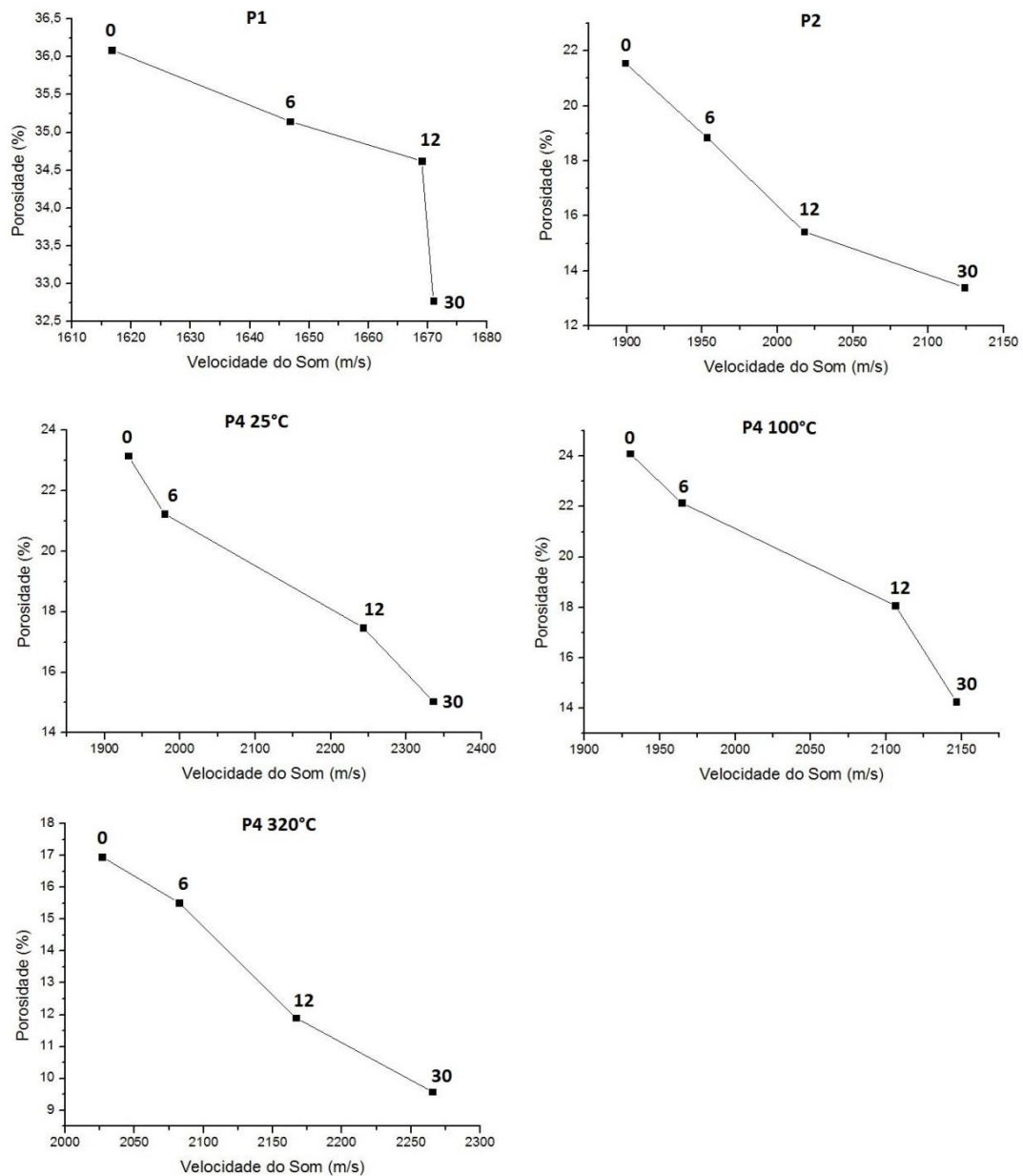


Gráfico 12-Valores da velocidade do ultrassom obtidas em função da percentagem de porosidade aferida no ensaio de microscopia.

Essa proporcionalidade entre os valores de velocidade e porosidade fica mais evidente quando analisa-se todos os valores de velocidade obtidas com seus respectivos percentuais de poros, conforme visto no gráfico apresentado no gráfico 13, o qual obtido num revestimento cerâmico ZRO 236-1. No referido gráfico é possível observar que os valores de velocidade tendem a decrescer linearmente com o aumento do percentual de poros no revestimento cerâmico. Assim sendo,

este fato ilustra a capacidade do ensaio não destrutivo em acompanhar o comportamento da cerâmica ao passar dos ciclos de oxidação. Desta forma então, pode-se definir um limite de porosidade mínima do revestimento e realizar o acompanhamento com o método não destrutivo para poder detectar o limite de vida útil do revestimento cerâmico.

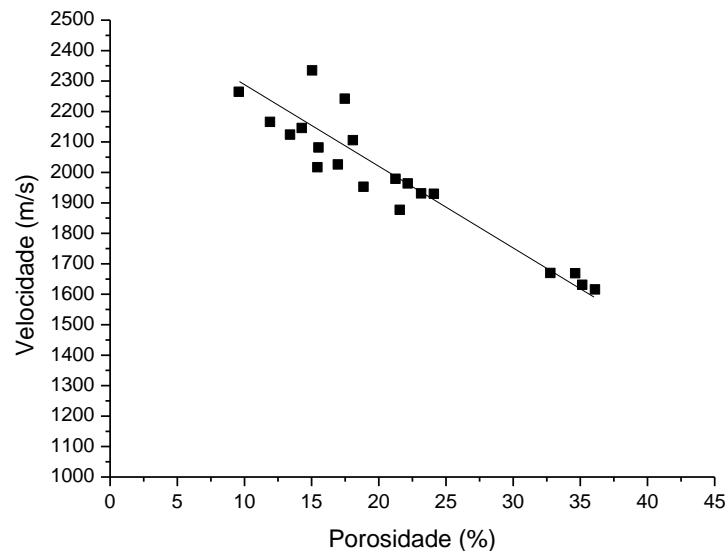


Gráfico 13-Gráfico de porosidade em relação a velocidade de propagação do som gerado a partir de todos os pontos analisados para o revestimento cerâmico da amostra da réplica.

4.3 AMOSTRAS COM METAL DE BASE HASTELLOY X (AMOSTRAS COM “FLASH COAT”)

O estudo sobre as amostras com metal de base Hastelloy X foi conduzido com base no estudo realizado sobre as amostras de Inconel 718, porém não foi feito um acompanhamento do ciclo de vida total das amostras, e sim selecionados alguns ciclos. Os ciclos escolhidos foram, 24, 36 e 48 ciclos de oxidação isotérmica, tomando os valores médios das 3 amostras ensaiadas.

4.3.1 Espessuras e Amplitude de Curva

Como o equipamento de correntes parasitas foram realizadas leituras de espessuras do TBC e análises de curva de condutividade. Nas análises das curvas de condutividade foram medidas as amplitudes ou comprimento, destas curvas, estas amplitudes foram plotadas com relações aos ciclos e comparadas com as medidas de espessuras do TBC, representado de forma gráfica no gráfico 14. Pode-

se notar no gráfico que com o aumento da espessura a densidade das correntes parasitas diminui, levando a diminuição a amplitude da curva de condutividade. Já ao contrário, a diminuição da espessura mostrou um aumento da amplitude seguindo o que foi descrito por Fahr et al., 2005.

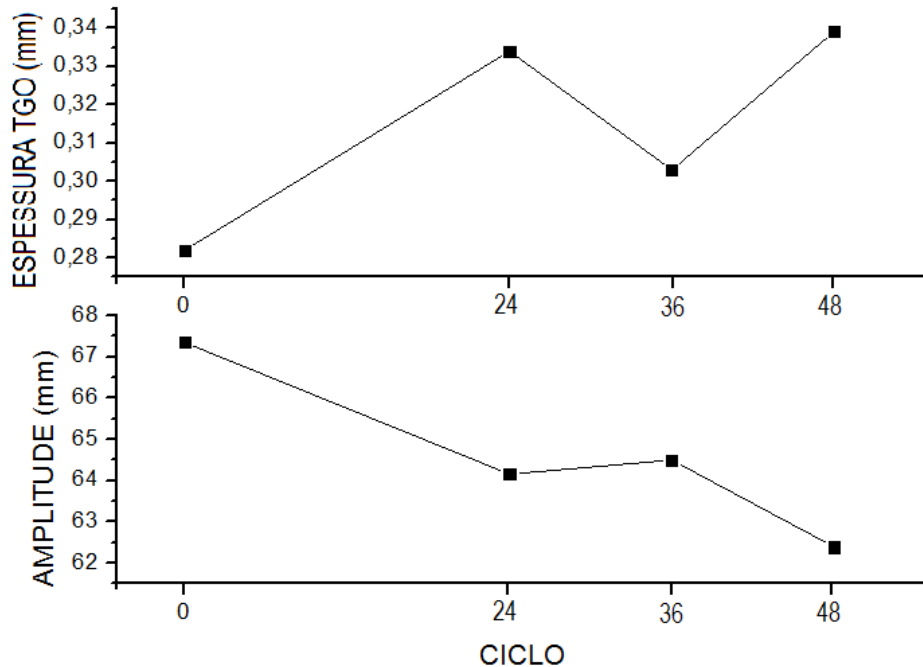


Gráfico 14-Comparação espessura e amplitude da curva de condutividade das amostras com Hastelloy X.

As espessuras foram também medidas por métodos metalográficos, estas medidas foram comparadas com as obtidas pelo método de correntes parasitas, onde nas espessuras de micrografia foram somadas as medidas da camada cerâmica + *flash coat* + TGO. Pois, o método de correntes parasitas não leu a espessura da camada de ligação, apenas a rugosa. Vale lembrar, que as amostras foram tratadas termicamente e já apresentavam uma camada de TGO de Al_2O_3 .

O resultado da comparação das medidas tomadas com END e micrografia encontra-se no gráfico 15, qual mostra que a diferença média apresentada quando comparados os métodos, que se estabeleceu na ordem de 0,024mm, sempre seguindo a mesma tendência. Esta comparação mostra que o método de correntes parasitas obteve medidas muito próximas as medidas por micrografia, desta forma então validando a metodologia de correntes parasitas. Não apresentou queda de espessuras possivelmente devido ao pré tratamento térmico, onde já havia sido formada camada de alumina.

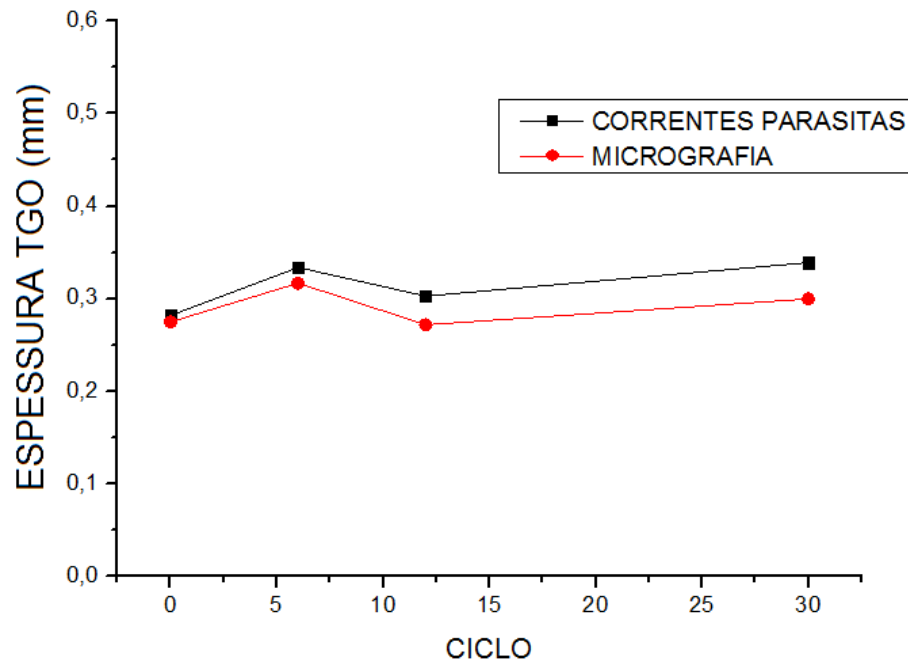


Gráfico 15-Comparação medidas de espessuras de TGO não condutivas, pelos métodos não destrutivo e destrutivo.

4.3.2 Caracterização da condutividade pelo ângulo de fase.

O gráfico 16 apresenta o gráfico da evolução do ângulo de fase à medida que se realizou o ensaio de ciclagem térmica. Pode-se constatar no gráfico que houve um grande aumento do ângulo de fases nos primeiros ciclos. Supõe-se que este aumento pode ter ocorrido devido ao acúmulo da alumina, que é um óxido não condutor. Assim como descrito por Khan et al. (2008), um aumento da camada de alumina traz um aumento do ângulo de fases no ensaio de correntes parasitas.

Devido ao tratamento térmico anterior aos ensaios de oxidação, a camada de óxido de alumínio impediu efetivamente a passagem do oxigênio, impedindo o grande crescimento de óxidos de níquel e cromo, que não foram detectados pelo ensaio de correntes parasitas, uma vez que estes óxidos causam uma diminuição no ângulo de fases, diferente das amostras de Inconel 718 que tiveram uma variação do ângulo de fases devido à presença destes óxidos condutores.

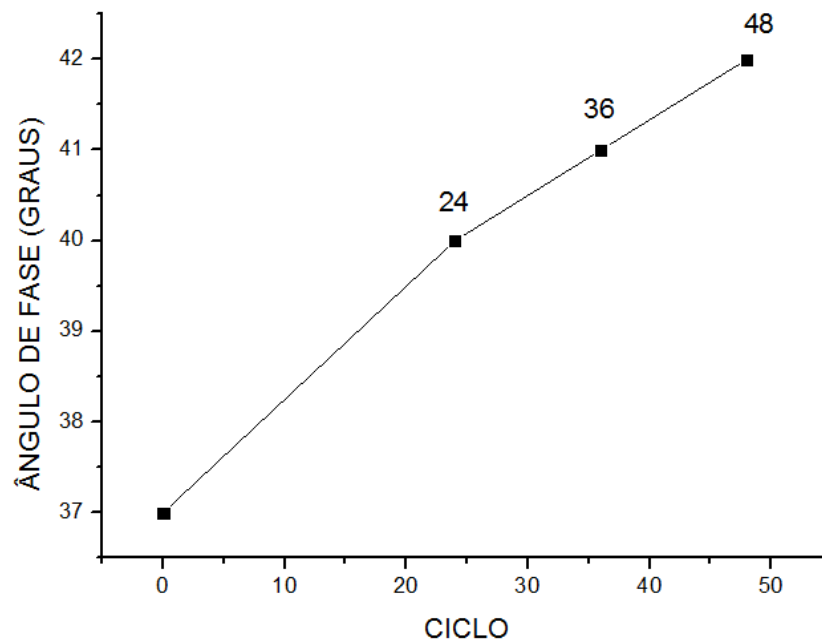


Gráfico 16-Evolução do ângulo de fase nas amostras de Hastelloy X.

4.3.3 Caracterização da formação da TGO por EDS

A fim de entender os resultados do ângulo de fases apresentados no gráfico 16, que segundo Soares (2009) dependem diretamente da composição química das camadas, submeteu-se algumas amostras à análises com Espectro EDS e MEV. Pois, as amostras submetidas à EDS e MEV foram as com 24, 36 e 48 ciclos de oxidação térmica, e uma para efeito comparativo sem o tratamento de oxidação térmica.

A análise por EDS mostrou que o tratamento térmico realizado antes das amostras serem submetidas a ensaio de oxidação formou uma fina camada de alumina. Esta camada segundo Daroonparvar et. al. (2013) comporta como barreira de proteção para camada de ligação, pois diminui a passagem do oxigênio que formaria óxidos de Ni e Cr.

A figura 35 apresenta a análise realizada por EDS das amostras submetidas a ciclagem térmica. Ao passar dos ciclos a camada de alumina foi aumentando, ocasionando então uma diminuição da condutividade elétrica, assim logo confirmando o aumento no ângulo de fase apresentado.

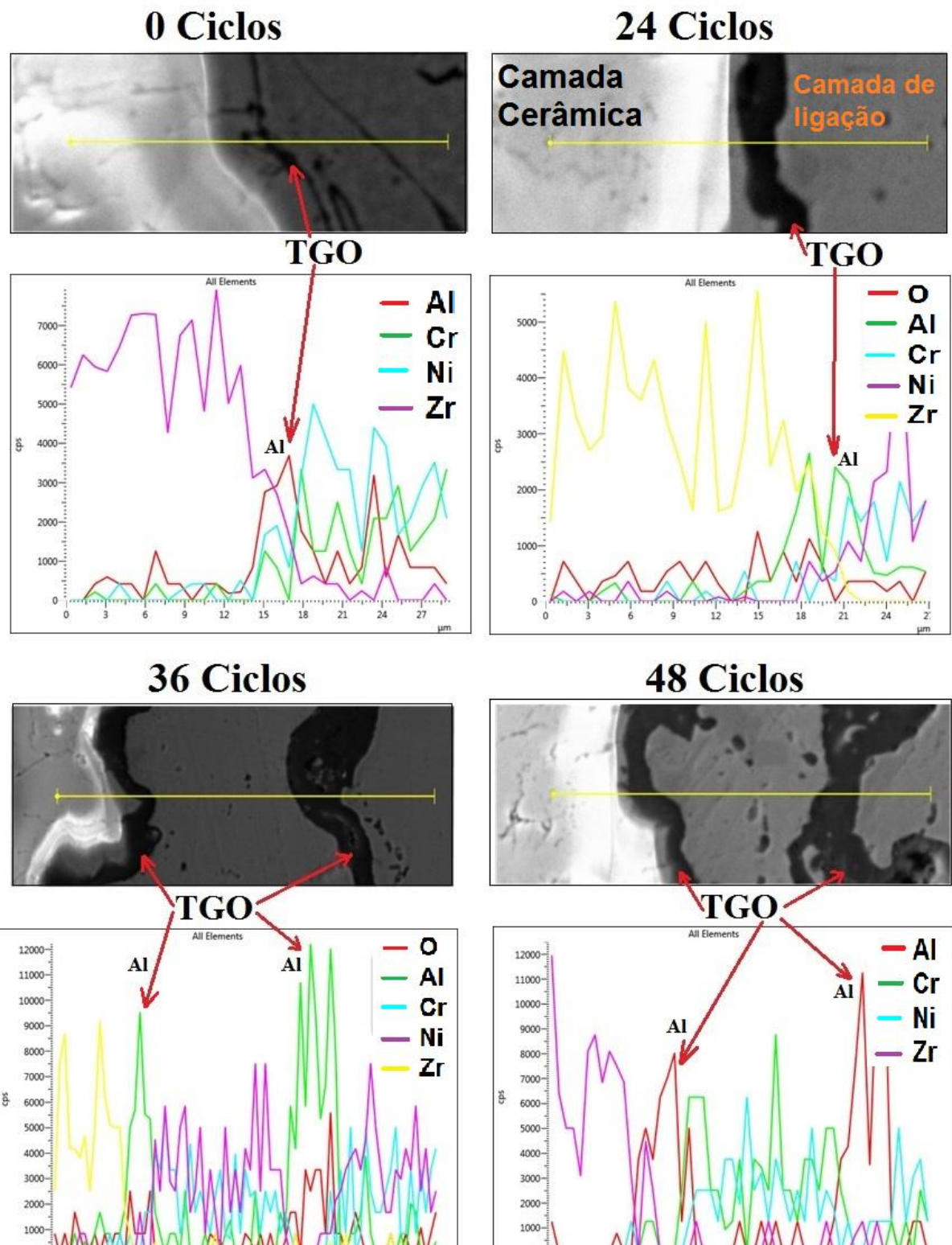


Figura 35 - Análise por EDS das amostras com 0 ciclos, 24 ciclos, 36 ciclos e 48 ciclos.

A análise com EDS/MEV mostrada nas Fig. 35 e 36 mostrou que a partir de 36 ciclos começou a se formar uma segunda camada de óxido contínua paralela a já formada antes, camada esta também formada por alumina, sem presença de óxidos de Ni e Cr ou mistos.

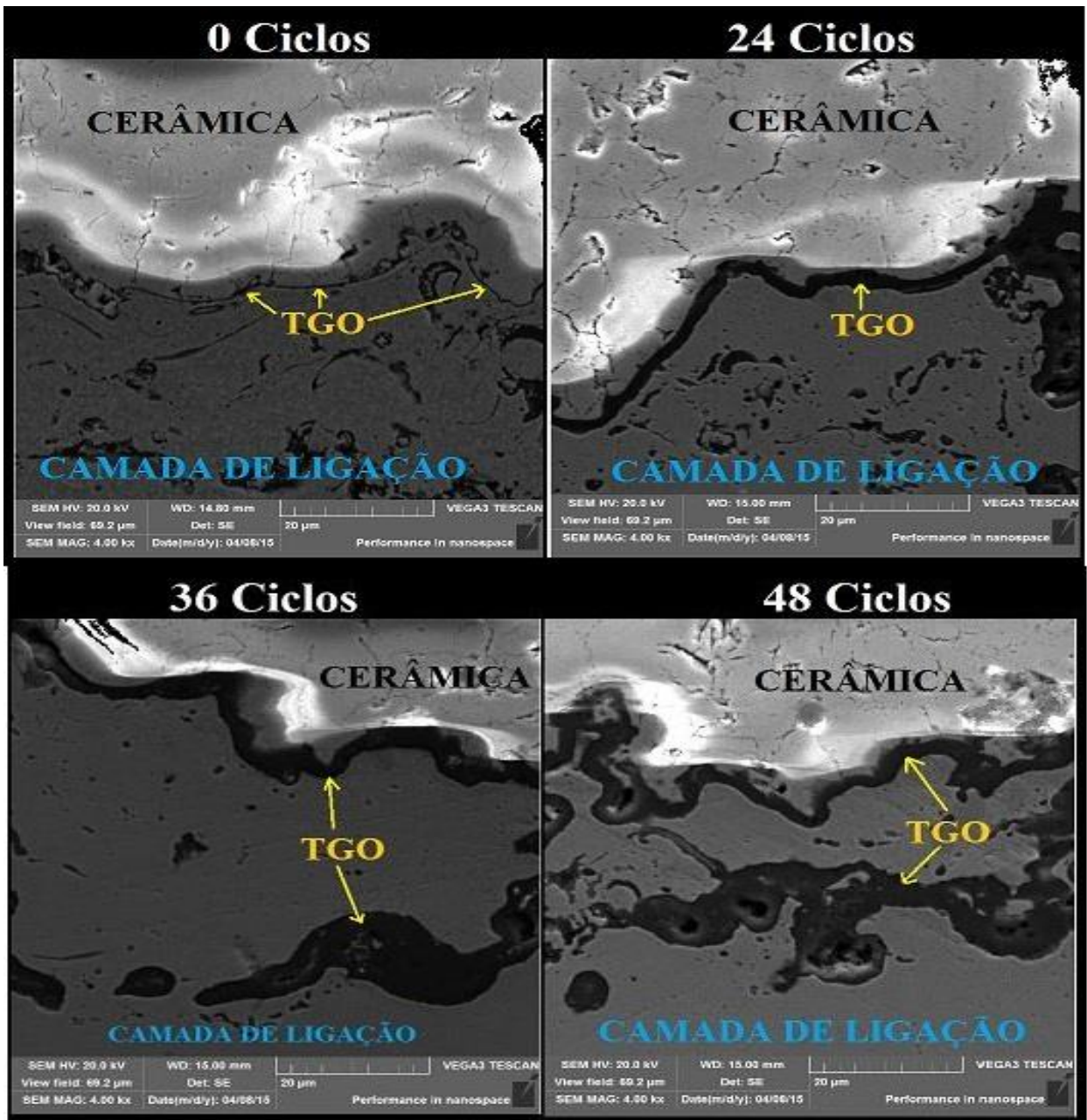


Figura 36- Análise por MEV/Elétron Secundário, das amostras com meta de base Hastelloy X com 0 ciclos, 24 ciclos, 36 ciclos e 48 ciclos .

Para verificar a composição da amostra com 48 ciclos, que é a com maior tempo de oxidação, foi feito um mapa de composições com EDS, apresentado na figura 37. A análise por EDS da amostra confirmou que as duas camadas de óxidos eram compostas por Alumínio e Oxigênio, sem óxidos mistos. Também mostrou a presença de precipitados puros de Cromo, entre as duas camadas de óxido, e também presente na cerâmica. Estes precipitados também foram observados por Daroonparvar et al., (2013) em seu estudos com TBC, cujas amostras quais foram submetidas à pré oxidação, assim como os usados nesta avaliação, ilustrando assim que as constatações observadas aqui conferem às de outros trabalhos experimentais.

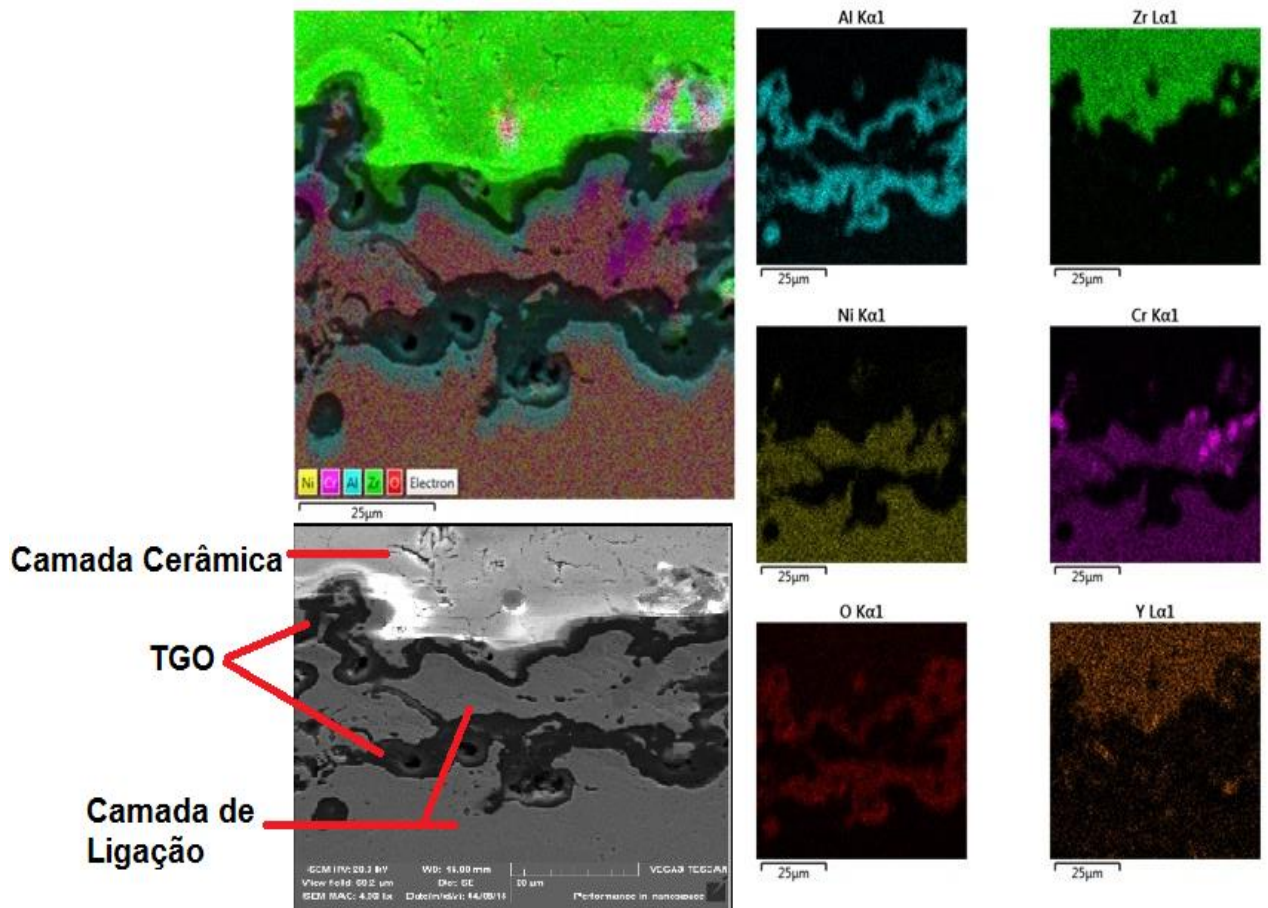


Figura 37- Análise por EDS da amostra com metal de base Hastelloy X com 48 ciclos.

4.3.4 Caracterização da evolução da porosidade por ultrassom e metalografia ao longo dos ciclos de oxidação

Como resultado da inspeção realizada durante os ciclos de oxidação com o ensaio de ultrassom nas amostras de Hastelloy X foi traçado o gráfico 17, que relaciona a velocidade de propagação do som no TBC's em relação ao número de ciclos de oxidação.

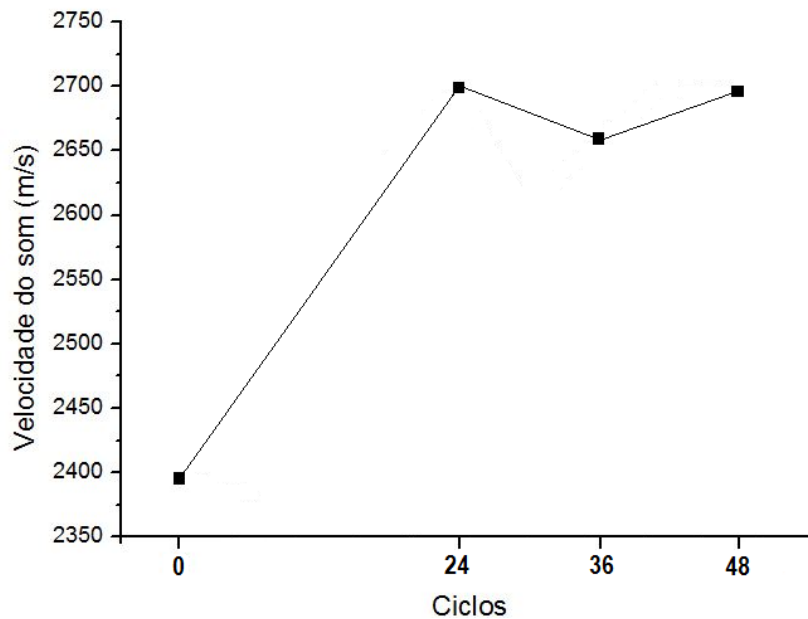


Gráfico 17-Evolução da Velocidade de propagação do som e relação a números de ciclos de oxidação.

No gráfico 17 pode-se observar uma boa relação linear entre as medidas. Durante as análises com o ensaio de ultrassom pode-se observar que as amostras pré-oxidadas quando comparadas as amostras com metal de base Inconel 718, precisaram de um ajuste de ganho menor, sendo este ganho em dB regulado no equipamento de ultrassom para garantir uma boa visualização dos pontos a serem analisados, melhorando assim a nitidez na tela do equipamento pela redução de ruídos apresentados nos gráficos. O fato de se precisar de um menor ganho pode estar ligado a dois fatores:

- O primeiro deles é o menor percentual de poros encontrado na camada cerâmica depositada nas amostras com Hastelloy X como metal de base, promovendo uma menor atenuação do feixe sônico.

- O segundo fator, o qual se acredita ser o de maior relevância neste caso, é a menor rugosidade dos revestimentos devido ao processo de jateamento ao quais as amostras foram submetidas após a deposição dos revestimentos, promovendo assim uma menor dispersão do feixe sônico que atinge a interface formada entre o revestimento e o acoplante durante o ensaio de ultrassom.

Para comparar os resultados de velocidade de ultrassom obtidas com END foram realizadas análises a partir de imagens da cerâmica obtidas em Microscópio Ótico.

A porcentagem de porosidade do revestimento cerâmico, medida nas imagens obtidas, é apresentada no gráfico 18, conforme cada quantidade de ciclos aos quais foram submetidos. Observa-se que a porosidade do revestimento cerâmico

apresentou uma redução na porosidade de aproximadamente 30% entre 0 ciclos e 48 ciclos.

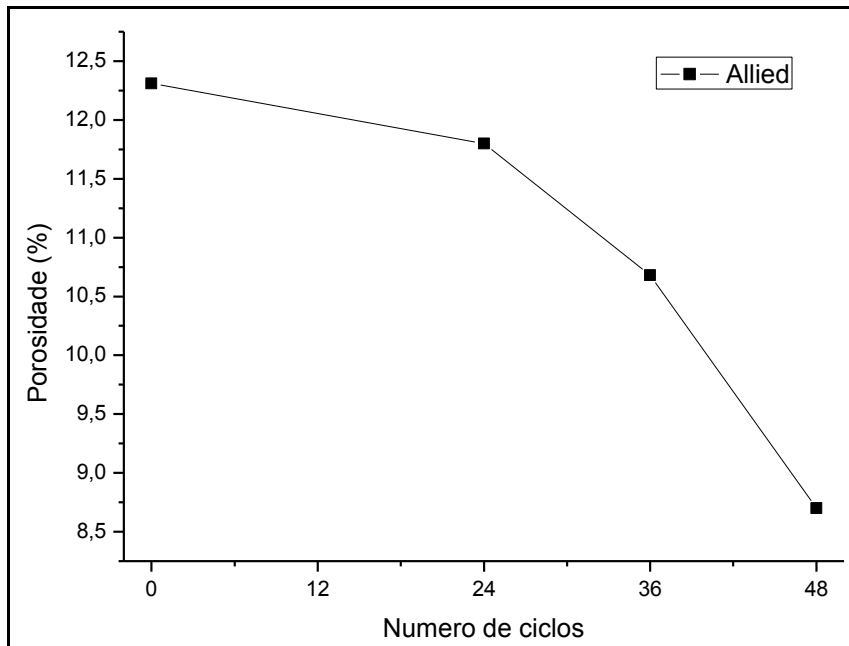


Gráfico 18-Relação da porosidade com o número de ciclos durante ensaio de oxidação do revestimento nas amostras com Hastelloy X.

A baixa porosidade constada no revestimento e a sinterização do mesmo está diretamente correlacionada com o tratamento térmico realizado antes dos ciclos de oxidação. Conforme já relacionado anteriormente nas amostras com metal de base Inconel 718, ao passar dos ciclos térmicos a porosidade diminuiu de forma constante, sendo mais intensa após 36 ciclos.

A variação da porosidade com os ciclos térmicos é muito importante para a vida útil do revestimento. Este fato tem motivado diversos autores a estudar como fenômeno da sinterização afeta a condutividade térmica do revestimento, como Cernuschi, et. al., 2005, e as propriedades mecânicas do revestimento, Choi, et. al., 2005 e Rico, et. al., 2009.

5 CONCLUSÕES

A partir dos resultados descritos no capítulo anterior serão descritas as conclusões de forma separada em quatro tópicos. Nos dois primeiros tópicos as conclusões são referentes às respostas aos ensaios de oxidação dos dois diferentes substratos, nos dois últimos tópicos serão abordadas as conclusões do uso dos ensaios não destrutivos adotados.

I. Amostras com metal de base Inconel 718

Independentemente do parâmetro utilizado na deposição, nos primeiros 6 ciclos do ensaio de oxidação foi formada a camada de alumina que não impediu eficientemente a passagem do oxigênio. No passar dos ciclos o oxigênio reagiu com outros elementos formando óxidos de níquel, cromo e mistos que apareceram na análise por EDS, sendo estes óxidos os principais responsáveis pela falha do revestimento devido ao seu rápido crescimento, causando tensões que levam ao deslocamento.

Toda oxidação formada na amostra foi detectada com a caracterização elétrica por correntes parasitas, onde a presença de óxido de alumínio causou um aumento do ângulo de fase. Porém, perto dos 30 ciclos, quando surgiram os óxidos condutivos (de níquel e cromo), o ângulo de fase diminuiu, sendo que esta queda foi a evidência de futura falha do revestimento.

Os revestimentos cerâmicos mais porosos tiveram uma menor taxa de sinterização, demonstrando então que o percentual de porosidade dos revestimentos não está ligado somente com a quantidade de poros, mas também com o tamanho dos poros. Pois, estes revestimentos cerâmicos apresentaram uma sinterização até 30 ciclos, apontado com o método de ultrassom pelo aumento da velocidade de propagação do som.

II. Amostras com metal de base Hastelloy X

Assim como nas amostras com metal de base Inconel 718, o equipamento de correntes parasitas fornecendo acompanhamento por ângulo de fases conseguiu identificar a mudança de condutividade devido à formação de óxidos. Notou-se um aumento constante no ângulo de fases segundo aumento da camada de alumina. Nestas amostras o ângulo de fases não diminuiu, pois não se teve a formação de óxidos condutivos (de níquel e cromo) como no metal de base de Inconel 718.

A leitura de espessuras com correntes parasitas, assim como para as amostras com metal de base Inconel 718, não leu apenas a camada cerâmica como era esperada para esta função, mas tomou medidas da cerâmica+TGO+*flash coat*,

mostrando novamente que para uso desta função do equipamento em peças de uso reais deve-se conhecer o comportamento do teste frente às condições microestruturais do material a ser analisado.

III. Análise com Correntes parasitas.

O acompanhamento das medidas de ângulo de fase do sinal mostrou que a variação da composição dos óxidos traz uma variação neste ângulo apresentado na tela do equipamento, esta composição foi confirmada com o uso do MEV/EDS. Então se conhecendo o comportamento do material do componente de trabalho pode-se acompanhar sua oxidação.

A análise de espessuras em componentes reais de trabalho deve ser feita conhecendo revestimentos analisados, ou seja, se deve antes fazer estudos em amostras como foi feito aqui, para posteriormente aplicação em campo. Esta necessidade se dá devido ao fato que aqui foi observado, qual onde as amostras com metal de base Inconel 718 o equipamento de correntes parasitas tomou medidas das camadas de (Cerâmica+TGO+Camada de Ligação), já nas amostras com metal de base Hastelloy X, que contiam a camada de ligação dividida em duas, o equipamento de correntes parasitas obteve medidas (Cerâmica+TGO+*flash coat*), não lendo a segunda parte da camada de ligação. Então se faz necessário conhecer comportamento de leitura que vai depender do revestimento depositado e sua característica de oxidação.

IV. Análise com ultrassom

Mostrou que um aumento da velocidade do som está relacionado a uma diminuição da porosidade, mostrando uma relação inversamente proporcional, resultado esse que foi evidenciado quando foi relacionada a velocidade de ultrassom com método de análise de fases que determinou a porcentagem de poros.

A análise da sinterização da cerâmica, qual está diretamente ligada à perda de eficiência, foi avaliada com equipamento de correntes parasitas em conjunto com ultrassom. Esta junção dos ensaios ilustrou o comportamento da cerâmica com o passar dos ciclos de oxidação. Onde a sinterização da cerâmica foi observada com a avaliação da velocidade do ultrassom.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E 1004**: Standard Practice for Determining Electrical Conductivity Using the Electromagnetic (Eddy-Current) Method. Conshohocken, 1999.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E 376**: Standard Practice for Measuring Coating Thickness by Magnetic-Field or Eddy-Current (Electromagnetic) Test Methods. Conshohocken, 1996.

ANDREUCCI, Ricardo. **Ensaio por Ultrassom**. Disponível em <http://www.abendieventos.com/Download/apostilaus_2011.pdf>. Acesso em: 10 set. 2014.

AVIATION METALS. **Inconel 625** .2013. Disponível em: <http://aviationmetals.net/inconel.php#inconel_625>. Acesso em 20 set. 2014.

BIHAN, Y. Le; JOUBERT, P.y.; D.PLACKO. Wall Thickness evaluation of single-crystal hollow blades by eddy current sensor. **Ndt&e International**. Cachan, p. 363-368. 7 nov. 2000.

BOSE, S. **High Temperature Coatings**. Butterworth-Heinemann, Elsevier Inc., 299 p., 2007.

CAI, Jie et al. Isothermal oxidation behaviour of thermal barrier coatings with CoCrAlY camada de ligação irradiated by high-current pulsed electron beam. **Applied Surface Science**. Zhenjiang, p. 360-369. 19 ago. 2014.

CHEN, H.L.R, ZHANG, B., ALVIN, A., LIN, Y., Ultrasonic Detection of Delamination and Material Characterization of Thermal Barrier Coatings, *Journal of Thermal Spray Technology*, vol 21, 6, p.1184-1194, 2012
CRUTZEN, H. P. et al. **Ultrasonic Characterization of Thermal Barrier Coatings**: IEEE Ultrasonics Symposium, p. 731-734. 1996.

CHOI, S. R.; ZHU, D.; MILLER, R. A. Effect of Sintering on Mechanical Properties of Plasma-Sprayed Zirconia-Based Thermal Barrier Coatings, **Journal of the American Ceramic Society**, vol. 88, p. 2859-2867, 2005.

DAROONPARVAR, Mohammadreza et al. Effect of Y₂O₃ stabilized ZrO₂ coating with tri-model structure on bi-layered thermally grown oxide evolution in nano thermal barrier coating systems at elevated temperatures. **Journal Of Rare Earths**. Bahru, p. 57-78. 6 out. 2013.

DAROONPARVAR, Mohammadreza; et al. The role of formation of continuous thermally grown oxide layer on the nanostructured NiCrAlY camada de ligação during thermal exposure in air. **Applied Surface Science**, 2012.

EPRI- **Eddy Current Testing of Service Water Heat Exchangers for Engineers Guideline**, Palo Alto CA: Report TR-110392, 1999.

ESKNER, M. et al. **Measurement of the Elastic Modulus of a Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coating Using Spherical Indentation**: Surface and Coatings Technology, Stockholm, p.165-171. 2004.

ESTARKI, Mohammad Reza Loghman et al. Evaluation of hot corrosion behavior of plasma sprayed scandia and yttria co-stabilized nanostructured thermal barrier coatings in the presence of molten sulfate and vanadate salt. **Journal Of The European Ceramic Society**. Isfahan, p. 10-20. 18 set. 2014.

FAHR, A. et al. Detection of Thermally Grown Oxides in Thermal Barrier Coatings by Nondestructive Evaluation. **Journal Of Thermal Spray Technology: ASM International**, Melbourne, p. 46-52. 2005.

HAYNES International, Inc. **HASTELLOY® X alloy Information**. Acesso em Setembro de 2015. Disponível em: <<https://www.haynesintl.com/HASTELLOYXAlloy/HastelloyXAlloyPF.htm>>.

HELLIER, Charles. **Handbook of Nondestructive Evaluation**. New York: Mcgraw-hill, 2003.

IOWA. Ndt Education. Iowa State University. **Conductivity and Resistivity Values for Iron & Alloys**. 2002. Disponível em: <http://www.ndt-ed.org/GeneralResources/MaterialProperties/ET/Conductivity_Iron.pdf>. Acesso em: 10 out. 2014.

JACKSON, R.w.; LIPKIN, D.m.; POLLOCK, T.m.. Thermal barrier coating adherence to Hf-modified B2 NiAl camada de ligaçãoings. **Acta Materialia**. Santa Barbara, Ca, p. 39-47. 24 ago. 2014.

KHAN A.N.; et al. Iqbal, Evaluation of ZrO₂-24MgO ceramic coating by eddy current method, **Computational Materials Science**,. 2008.

LESCRIBAA, D. et al. **Ultrasonic characterization of plasma-sprayed coatings**: Surface and Coatings technology 81. Villeurbnne: 1996.

LI, Xiaolong et al. Effects of substrate material and TBC structure on the cyclic oxidation resistance of TBC systems. **Surface & Coatings Technology**. Ontario, p. 100-113. 3 out. 2014.

LIANG, H. et al. **Ultrasonic Detection of Delamination and Material Characterization of Thermal Barrier Coatings**: Journal of Thermal Spray Technology: ASM International, p. 1184-1193. 2012.

MENDES, G. M. **Separação de Diferentes Composições Químicas de Aço pelo Método de Correntes Parasitas: Otimização dos Parâmetros de Ajuste**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia, Modalidade Profissional, Especialidade Siderurgia) – Departamento de Metalurgia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

MERCER, C.et al. Investigation of the chemical composition of the thermally grown oxide layer in thermal barrier systems with NiCoCrAlY bond coats. **Surface & Coatings Technology**. Santa Barbara, Ca, p. 1495-1502. 6 mar. 2006

MOON, J.; CHOI, H.; KIM, H.; LEE, C. **The effects of heat treatment on the phase transformation behavior of plasma-sprayed stabilized ZrO₂**, *Surface and Coatings Technology*, vol. 155, p. 1-10, 2002.

NATH, Subhasisa; MANNA, Indranil; MAJUMDAR, Jyotsna Dutta. Kinetics and mechanism of isothermal oxidation of compositionally graded yttria stabilized zirconia (YSZ) based thermal barrier coating. **Corrosion Science**. Kharagpur, p. 10-22. 11 jul. 2014.

NOWAK, W. et al. Effect of processing parameters on MCrAlY bondcoat roughness and lifetime of APS–TBC systems. **Surface & Coatings Technology**. Jülich, p. 10-18. 25 jun. 2014.

PEREIRA, P. **Estudo preliminar da aplicação da técnica de correntes parasitas visando a inspeção submersa de elementos combustíveis**. 2007. 80 f. Dissertação (Mestrado) - Departamento de Engenharia Naval e Oceânica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.

PRAXAIR SURFACE Technologies. **Catálogo**. Acesso em Setembro de 2015. Disponível em: <http://www.praxairsurfacetechologies.com/na/us/pst/pst.nsf/0/1C2C4D0B75A5A5DB852576A50059A04B?OpenDocument>>.

P.K. Wright, A.G. Evans. Mechanisms governing the performance of thermal barrier coatings. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, p. 255 –265. Abril, 1999.

RAD, M. Rezvani et al. Effects of preheating temperature and cooling rate on two-step residual stress in thermal barrier coatings considering real roughness and porosity effect. **Ceramics International**. Tehran, p. 15925-15940. 30 jul. 2014.

RICO, A., et. al., Mechanical properties of thermal barrier coatings after isothermal oxidation. Depth sensing indentation analysis, **Surface and Coatings Technology**, 203, p. 2307-2314, 2009.

ROGÉ, B. et al. Nondestructive Measurement of Porosity in Thermal Barrier Coatings. **Journal Of Thermal Spray Technology: ASM International**, Ottawa, p. 530-535. 2002.

SANTIN, J. L. **Ultra Som: Técnica e Aplicação** : Rio de Janeiro: Qualitymark, 1997.

SIEBERT, B. et al. **Changes in Porosity and Young's Modulus Due to Sintering of Plasma Sprayed Thermal Barrier Coatings**: *Journal of Materials Processing Technology*, Julich, p. 217-223. 1999.

SMALLMAN, R. E.; NGAN, A. H. W.. **Physical Metallurgy and Advanced Materials Engineering**. 7. ed. Burlington, Ma: Butterworth-Heinemann/Elsevier, 2007. 672 p.

SOARES A.(SP). Abendi. **Correntes Parasitas**. 2. ed. São Paulo: Companygraf, 2009. 200 p.

SOHN, Y.h. et al. Microstructural characterization of thermal barrier coatings on high pressure turbine blades. **Surface And Coatings Technology**. Florida, p. 132-139. out. 2001.

SONG, Y.; ZHUAN, X.; WANG, T. J.; CHEN X. **Evolution of thermal stress in a coating/substrate system during the cooling process of fabrication**, *Mechanics of Materials*, vol. 74, p. 26-40, 2014.

SPECIAL METALS. **Special Metals Nickel Alloy Handbook**. Acesso em Setembro de 2015. Disponível em: <http://www.specialmetals.com/files/PCC-8064-SM-AlloyHandbook_v04.pdf>.

SWADÚBA, R. et al. High temperature oxidation of EB-PVD TBCs on Pt-diffused single crystal Ni superalloy. **Surface & Coatings Technology**. Ontario, p. 113-120. 10 out. 2014.

VANAT, Karen Juliana. **Influência da temperatura de pré-aquecimento Sobre a morfologia e ciclos térmicos de revestimentos YSZ**. 2015. 107f. Dissertação - Curso de Mestrado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2015.

VISWANATHAN, R. et al. **Combustion turbine (ct) hot section coating life management**: Annual Report. Palo Alto: 2002.

VISWANATHAN, R. et al. **Combustion turbine (ct) hot section coating life management**: Annual Report. Palo Alto: 2003.

VISWANATHAN, R. et al. **Combustion turbine (ct) hot section coating life management**: Annual Report. Palo Alto: 2004.

VISWANATHAN, R. et al. **Combustion turbine (ct) hot section coating life management**: Annual Report. Palo Alto: 2005.

VISWANATHAN, R. et al. **Combustion turbine (ct) hot section coating life management**: Final Report. Palo Alto: 2006.

WU, L.t. et al. Microstructure parameters affecting interfacial adhesion of thermal barrier coatings by the EB-PVD method. **Materials Science & Engineering A**. Manchester, p. 193-202. 23 nov. 2013.

XU, Z.h. et al. Thermal barrier coatings of new rare-earth composite oxide by EB-PVD. **Journal Of Alloys And Compounds**. Beijing, p. 126-132. 30 out. 2014.