

**UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA – UDESC
CENTRO DE CIÊNCIAS TECNOLÓGICAS - CCT
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA - PPGF**

GABRIELE EMIDIO

**RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE AÇOS ELÉTRICOS ABNT 1006
OXIDADOS POR PLASMA BIPOLAR PULSADO**

**JOINVILLE
2021**

**Ficha catalográfica elaborada pelo programa de geração automática da
Biblioteca Setorial do CCT/UDESC,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)**

Emidio, Gabriele

Resistência à corrosão de aços elétricos ABNT 1006 oxidados
por plasma bipolar pulsado / Gabriele Emidio. -- 2022.

84 p.

Orientador: Luís César Fontana

Coorientador: Luís César Sagás

Dissertação (mestrado) -- Universidade do Estado de Santa
Catarina, Centro de Ciências Tecnológicas, Programa de
Pós-Graduação em Física, Joinville, 2022.

1. Oxidação de superfície por Plasma. 2. Aços elétricos. 3.
Corrosão. I. Fontana, Luís César. II. Sagás, Luís César . III.
Universidade do Estado de Santa Catarina, Centro de Ciências
Tecnológicas, Programa de Pós-Graduação em Física. IV. Título.

GABRIELE EMIDIO

**RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE AÇOS ELÉTRICOS ABNT 1006
OXIDADOS POR PLASMA BIPOLAR PULSADO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física, da Universidade do Estado de Santa Catarina, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Física, área de concentração Ciência e Tecnologia de Plasmas.

Orientador: Prof. Dr. Luis César Fontana.

Coorientador: Prof. Dr. Julio César Sagás

JOINVILLE
2021

GABRIELE EMIDIO

**RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE AÇOS ELÉTRICOS ABNT 1006
OXIDADOS POR PLASMA BIPOLAR PULSADO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física, da Universidade do Estado de Santa Catarina, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Física, área de concentração Ciência e Tecnologia de Plasmas.

BANCA EXAMINADORA

Membros:

Prof. Dr. Júlio César Sagás
Universidade do Estado de Santa Catarina (Presidente/coorientador)

Prf. Dr. Carla Dalmolin
Universidade do Estado de Santa Catarina

Profº. Dr. Francisco Alfaro
Universidade do Estado de Santa Catarina

Joinville, 31 de janeiro de 2022.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer imensamente ao prof. Dr. Luis Cesar Fontana, pela orientação deste trabalho, pela amizade e oportunidade de participar desse projeto.

Ao prof. Dr. Julio César Sagás, pela coorientação deste trabalho.

À colega Paula Fin, pelos ensinamentos compartilhados.

Ao prof. Dr. Abel André Cândido Recco e a prof. Dra. Carla Dalmolin pela colaboração nos ensaios de caracterização das amostras.

Aos membros do nosso grupo de pesquisa do PRONEM.

Aos meus amigos e colegas de curso que me acolheram e tanto contribuíram para meu aprendizado.

À instituição de ensino UDESC e aos agentes financeiros, CNPq, CAPES e FAPESC pelo apoio e suporte.

À empresa colaboradora WEG por ceder as amostras de material para realização deste trabalho.

E à minha família, pelo carinho e incentivo que sempre demonstraram.

RESUMO

Amostras de aço baixo carbono ABNT 1006 foram tratadas através de oxidação por plasma utilizando uma fonte de tensão pulsada bipolar assimétrica (ABiPPs). O objetivo é aumentar a resistência à corrosão através da formação de uma camada de óxido na superfície das chapas. Quando o plasma é alimentado por uma fonte ABiPPS ocorrem bombardeamentos intercalados de elétrons e íons sobre a superfície com períodos curtos ($T \leq 1 \mu\text{s}$) garantindo a sustentação e estabilidade do plasma, pois o acúmulo de cargas estáticas sobre a superfície isolante é neutralizado a cada inversão de polaridade do pulso. A utilização da fonte ABiPPS aumenta a taxa de ionização do plasma. As amostras foram tratadas em duas configurações de eletrodos: 1- potencial flutuante (PF), no qual a amostra fica eletricamente isolada e imersa na região luminescente do plasma; 2- em potencial catódico (PC), no qual a amostra fica polarizada negativamente e funciona como o catodo da descarga. Além disso, um grupo de amostras recebeu um tratamento superficial prévio de jateamento ao processo de oxidação. Na análise do ensaio eletroquímico, foi observado que a película de óxido formada nas diferentes configurações de tratamento é mais resistente à corrosão em comparação com amostras não oxidadas. A amostra não jateada e oxidada em PF, em plasma de oxigênio, apresentou resultados eletroquímicos que indicam maior resistência à corrosão em comparação com as demais configurações de tratamento, mostrando uma redução na susceptibilidade à corrosão de 88% e 7,3% de redução no valor da corrente de polarização. As análises através de MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) mostram que houve formação de uma película uniforme de óxido com pequenas fissuras da camada. Nessas fissuras há início do processo corrosivo na interface camada/substrato, rompendo a camada de óxido.

Palavras chaves: Oxidação de superfície por Plasma; Aços elétricos; Corrosão.

ABSTRACT

ABNT 1006 low carbon steel samples were treated by plasma oxidation using an asymmetric bipolar pulsed voltage source (ABiPPs). The objective is to increase corrosion resistance through the formation of an oxide layer on the surface of the sheets. When the plasma is generated through ABiPPS power supply, there are intercalated bombardments of electrons and ions on the surface with short periods ($T \leq 1 \mu\text{s}$) guaranteeing the support and stability of the plasma, since the accumulation of static charges on the insulating surface is neutralized in each pulse polarity reversal. The use of the ABiPPS power supply increases the ionization rate of the plasma. The samples were treated in two electrode configurations: 1- floating potential (PF), in which the sample is electrically isolated and immersed in the luminescent region of the plasma; 2- in cathodic potential (PC), in which the sample is negatively polarized and works as the cathode of the discharge. In addition, a group of samples received a surface treatment of sandblasting prior to the oxidation process. In the analysis of the electrochemical test, it was observed that the oxide film formed in the different treatment configurations is more resistant to corrosion compared to the non-oxidized sample. The sample not blasted and oxidized in PF with oxygen showed better performance compared to the other configurations, showing a reduction in corrosion susceptibility of 88% and a 7.3% reduction in the value of the polarization current. SEM analysis show that there was formation of a uniform oxide film with small cracks in the layer. The corrosion begins in these cracks, and propagates at interface layer/substrate. The mechanical stress generated by the corrosion at interface, leads to detachment of the oxide layer.

Keywords: Plasma surface oxidation; Electrical steel; Corrosion.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - MOTOR ELÉTRICO E SEUS COMPONENTES	19
FIGURA 2 - CORRENTES DE FOUCAULT EM: A) UM NÚCLEO MACIÇO, E B) UM NÚCLEO LAMINADO.....	22
FIGURA 3 - VISUALIZAÇÃO ESQUEMÁTICA DO A) PLASMA B) DESCARGA	25
FIGURA 4 - CURVA DE TENSÃO POR CORRENTE DE UMA DESCARGA ELÉTRICA.....	26
FIGURA 5 - DISTRIBUIÇÃO DO POTENCIAL NO PLASMA	28
FIGURA 6 - FORMA DA ONDA DA FONTE ABiPPS.....	30
FIGURA 7- REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DE AMOSTRA SUBMETIDA A TRATAMENTOS POR PLASMA EM DUAS CONFIGURAÇÕES EXPERIMENTAIS: A) AMOSTRA EM POTENCIAL CATÓDICO B) AMOSTRA EM POTENCIAL FLUTUANTE.....	31
FIGURA 8 - INTERAÇÃO DE ÍONS COM A SUPERFÍCIE.....	32
FIGURA 9 - ESQUEMATIZAÇÃO DA CAMADA DE COMPOSTOS E ESTRUTURA DA ZONA DE DIFUSÃO DE ÁTOMOS DE OXIGÊNIO NO AÇO.....	33
FIGURA 10 - A) JATEAMENTO DA SUPERFÍCIE DE UMA AMOSTRA COM MICROPARTÍCULAS ACELERADAS EM JATO DE AR; B) DEFORMAÇÃO PRODUZIDA POR UMA MICROPARTÍCULA, GERANDO UM CAMPO DE TENSÕES COMPRESSIVAS NA SUPERFÍCIE; C) ILUSTRAÇÃO DE POSSÍVEIS CAMADAS DE ÓXIDO FORMADAS	36
FIGURA 11 ESTRUTURA DOS ÓXIDOS: A) HEMATITA (α - Fe_2O_3); B) MAGNETITA (Fe_3O_4); C) MAGHEMITA (Γ - Fe_2O_3).	37
FIGURA 12 – ESQUEMA DE CORROSÃO ELETROQUÍMICA	40
FIGURA 13 - REATOR DE PLASMA E FONTE DE ALIMENTAÇÃO.....	43
FIGURA 14 – CÉLULA ELETROQUÍMICA.....	46
FIGURA 15- CURVA DE POLARIZAÇÃO POTENCIODINÂMICA.....	47
FIGURA 16 - VOLUME DE INTERAÇÃO E ORIGEM DE ALGUNS SINAIS	48
FIGURA 17 - MICROSCOPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA.....	49
FIGURA 18 - MICROSCÓPIO ÓTICO	50
FIGURA 19 - AMOSTRA SPO: A) E B) REGIÃO COM ACÚMULO DE PRODUTO DE CORROSÃO; C) ESPECTRO EDS INDICANDO A PRESENÇA DE C, O, Fe NO PRODUTO DA CORROSÃO.....	52
FIGURA 20 - SUPERFÍCIE DA AMOSTRA OXIDADA POR PLASMA ABiPPS, APÓS ENSAIO DE CORROSÃO ELETROQUÍMICO. OBSERVA-SE QUE OCORRE CORROSÃO LOCALIZADA, A	

QUAL INICIA EM POSSÍVEIS FALHAS NA CAMADA. NÃO OCORRE CORROSÃO GENERALIZADA.....	53
FIGURA 21 - CORROSÃO LOCALIZADA DE UMA AMOSTRA OXIDADA EM PC COM OXIGÊNIO.....	54
FIGURA 22 - AMOSTRA OXIDADA EM PC COM OXIGÊNIO E ARGÔNIO A) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 1000X; B) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 500X; C) RESULTADO DE EDS.....	55
FIGURA 23 - AMOSTRA OXIDADA EM PF COM OXIGÊNIO E ARGÔNIO A) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 1000X; B) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 500X; C) RESULTADO DE EDS.....	56
FIGURA 24 - IMAGENS OBTIDAS ATRAVÉS DE A) MEV; B) DRX; DA AMOSTRA OXIDADA EM PF – O ₂ +AR	57
FIGURA 25 - IMAGENS OBTIDAS ATRAVÉS DE A) MEV; B) DRX; DA AMOSTRA OXIDADA EM PC- O ₂ +AR	57
FIGURA 26 - CURVAS DE POLARIZAÇÃO POTENCIODINÂMICA DAS AMOSTRAS OXIDADAS EM O ₂ +AR	58
FIGURA 27 - AMOSTRA OXIDADA EM PC COM OXIGÊNIO A) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 1000X; B) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 500X; C-D) RESULTADO DE EDS.....	61
FIGURA 28 - AMOSTRA OXIDADA EM PF COM OXIGÊNIO A) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 1000X; B) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 500X; C-D) RESULTADO DE EDS.....	61
FIGURA 29 - IMAGENS OBTIDAS ATRAVÉS DE A) MEV; B) DRX; DA AMOSTRA OXIDADA EM PC.....	62
FIGURA 30 - IMAGENS OBTIDAS ATRAVÉS DE A) MEV; B) DRX; DA AMOSTRA OXIDADA EM PF.....	62
FIGURA 31 -CURVAS DE POLARIZAÇÃO POTENCIODINÂMICA DAS AMOSTRAS OXIDADAS COM OXIGÊNIO OXIGÊNIO (PC- O ₂ E PF- O ₂) EM COMPARAÇÃO COM AMOSTRA NÃO TRATADA (SPO).	64
FIGURA 32- MICROGRAFIA DA SUPERFÍCIE DE AMOSTRAS DO AÇO ABNT1006 COM ACABAMENTO INDUSTRIAL - COMO RECEBIDAS- (A) E APÓS JATEAMENTO COM MICROESFERAS VIDRO, COM DIÂMETRO MÉDIO DE 80 μ M (B). AS AMOSTRAS FORAM OXIDADAS EM PLASMA DE OXIGÊNIO, A 350°C, DURANTE 2,0H, EM PC	66

FIGURA 33 - AMOSTRA COM 2 REPETIÇÕES DE JATEAMENTO TRATADA EM PC COM O ₂ A) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 1000X; b) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 500X; c) RESULTADO DE EDS.	67
FIGURA 34 - AMOSTRA COM 3 REPETIÇÕES DE JATEAMENTO TRATADA EM PC COM O ₂ A) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 1000X; b) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 500X; c) RESULTADO DE EDS.	67
FIGURA 35 - AMOSTRA COM 4 REPETIÇÕES DE JATEAMENTO TRATADA EM PC COM O ₂ A) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 1000X; b) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 500X; c) RESULTADO DE EDS	68
FIGURA 36 - AMOSTRA COM 6 REPETIÇÕES DE JATEAMENTO TRATADA EM PC COM O ₂ A) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 1000X; b) RESULTADO DE MEV COM AUMENTO DE 500X; c) RESULTADO DE EDS.	68
FIGURA 37 - CORROSÃO POR PITE DA AMOSTRA COM JATEAMENTO (DUPLA PASSAGEM DO JATO ABRASIVO.	69
FIGURA 38 - CURVAS DE POLARIZAÇÃO POTENCIODINÂMICA DAS AMOSTRAS JATEADAS E OXIDADAS EM PLASMA CATÓDICO COM OXIGÊNIO	70
FIGURA 39 - CURVAS DE POLARIZAÇÃO POTENCIODINÂMICAS DOS MELHORES RESULTADOS.....	72

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - FATOR DE TEMPERATURA.....	35
TABELA 2 - CONFIGURAÇÕES DE TRATAMENTO	43
TABELA 3 - PARÂMETROS E CONFIGURAÇÕES DE OXIDAÇÃO.....	44
TABELA 4 - ESPESSURA DAS CAMADAS DE ÓXIDO E FASES CRISTALINAS OBTIDAS POR MEV E DRX, RESPECTIVAMENTE, PARA AMOSTRAS OXIDADAS EM PLASMA O ₂ +AR.....	58
TABELA 5 - DADOS EXTRAÍDOS DA CURVA DE POLARIZAÇÃO DE AMOSTRAS OXIDADAS EM O ₂ +AR	59
TABELA 6 - ESPESSURA DAS CAMADAS DE ÓXIDO E FASES CRISTALINAS OBTIDAS POR MEV E DRX, RESPECTIVAMENTE, PARA AMOSTRAS OXIDADAS EM PLASMA O ₂	63
TABELA 7 - DADOS EXTRAÍDOS DA CURVA DE POLARIZAÇÃO DE AMOSTRAS OXIDADAS EM OXIGÊNIO	64
TABELA 8 - DADOS EXTRAÍDOS DA CURVA DE POLARIZAÇÃO DE AMOSTRAS JATEADAS E OXIDADAS EM POTENCIAL CATÓDICO COM OXIGÊNIO.....	70
TABELA 9 -DADOS EXTRAÍDOS DA CURVA DE POLARIZAÇÃO DOS MELHORES RESULTADOS	72
TABELA 10 - ESPESSURA DAS CAMADAS DE ÓXIDO E FASES CRISTALINAS OBTIDAS POR MEV E DRX, RESPECTIVAMENTE, PARA AMOSTRAS OXIDADAS EM PF COM OXIGÊNIO E EM PC COM OXIGÊNIO E ARGÔNIO.....	73

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ABiPPS,	Asymmetric Bipolar Plasma Power Supply (Fonte de Alimentação de Plasma Bipolas Assimétrico)
μ s	Microssegundo
\leq	Menor ou igual
PF	Potencial Flutuante
PC	Potencial Catódico
Torr	Unidade de Medida de Pressão
$^{\circ}$ C	Gruas Célsius - Unidade de Medida de Temperatura
O ₂	Oxigênio
%	Porcentagem
Ar	Argônio
EDS	Espectroscopia de Raios X por Dispersão de Energia
DRX	Espectroscopia de Difração de Raios-X
KCl	Cloreto de Sódio
GO	Aços de Grão Orientado
GNO	Aços de Grão Não Orientado
Fe	Ferro
Si	Silício
C	Carbono
μ	Permeabilidade Magnética
B	Indução Magnética
H	Intensidade do Campo Magnético
S	Enxofre
N	Nitrogênio
μ m	Micrometro
eV	Temperatura
k_B	Constante de Boltzmann
K	Kelvin
T_e	Temperatura dos elétrons
V	Tensão

Vb	Tensão Mínima
d	Distância
P	Pressão
Vp	Potencial do Plasma
CC	Corrente Contínua
CA	Corrente Alternada
RF	Rádio Frequência
KV	Kilovolt
KHz	Klohertz
<i>Vcn</i>	Tensão Negativa Curta
<i>Tcn</i>	Período de Picos Negativo Curto
<i>Vln</i>	Tensão negativa longa
<i>Tln</i>	Período de Pico Negativo Longo
<i>Vcp</i>	Tensão Positiva Curta
<i>Tcp</i>	Período de Tensão Positiva Curta
Fe_3O_4	Magnetita
$\alpha\text{-}Fe_2O_3$	Hematita
$\gamma\text{-}Fe_2O_3$	Maghemita
OCP	Potencial de Circuito Aberto
E_R	Eletrodo de Referência
E_T	Eletrodo de Trabalho
C_E	Contra Eletrodo
cm	Centímetros
mV	Milivolt
Ecorr	Potencial de Corrosão

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	OBJETIVOS.....	18
1.1.1	Objetivo geral	18
1.1.2	Objetivo específico.....	18
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1	MOTOR ELÉTRICO.....	19
2.2	AÇOS ELÉTRICOS E SUAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS	20
2.3	TRATAMENTOS TÉRMICOS DE CHAPAS DE AÇO ABNT 1006.....	22
2.4	FUNDAMENTOS DA FÍSICA DE PLASMAS	24
2.4.1	Regimes de operação de uma descarga elétrica.....	26
2.4.2	Fonte de alimentação de plasma bipolar assimétrica (ABiPPS)	29
2.5	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DE OXIDAÇÃO POR PLASMA	30
2.6	TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE POR JATEAMENTO ABRASIVO	35
2.7	ÓXIDOS DE FERRO E SUAS PROPRIEDADES.....	37
2.8	FUNDAMENTOS BÁSICOS DA CORROSÃO.....	38
3	METODOLOGIA	42
3.1	MATERIAIS E MÉTODOS	42
3.2	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DAS CAMADAS OXIDADAS	45
3.2.1	Ensaio de polarização potenciodinâmica	45
3.2.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	48
3.2.3	Espectroscopia de raios x por dispersão de energia (EDS)	49
3.2.4	Microscopia ótica.....	50
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	51
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	51
4.1.1	Amostras tratadas em plasma de oxigênio e argônio.....	54
4.1.2	Amostras tratadas em plasma de oxigênio.....	60
4.1.3	Amostras jateadas e oxidadas em potencial catódico com oxigênio	65

4.1.4	Comparação dos resultados obtidos nas diferentes configurações de tratamento	71
5	CONCLUSÕES	75
6	TRABALHOS FUTUROS	77
7	REFERÊNCIAS	78

1 INTRODUÇÃO

Motores elétricos são a principal fonte de consumo de energia elétrica nas indústrias. Por conta disto, há uma crescente demanda por motores de alta eficiência, com o intuito de diminuir o gasto com eletricidade e reduzir os impactos ambientais, principalmente quando a energia é gerada por termoelétricas. A pressão por maiores eficiências energéticas cria uma demanda por soluções que permitam alcançar níveis de excelência.

A corrosão em motores elétricos pode ser um problema sério e existem muitas causas para isso. Condições operacionais e ambientais severas são o principal fator, incluindo combinação de calor, umidade, sal e gases corrosivos (UUTALA, 2008).

Algumas aplicações, como na indústria petrolífera, exigem motores condicionados a operar em condições extremas e por longo período de tempo. Para atingir esse grau de durabilidade é essencial compreender a corrosão.

Um motor elétrico é constituído basicamente por rotor, estator e uma bobina de cabos de cobre. Sabe-se que as propriedades do aço que constituem as lâminas do rotor influenciam diretamente seu desempenho frente à corrosão e eficiência do motor, uma vez que há dissipação de energia (perdas magnéticas) no núcleo magnético. A correta relação entre a especificação do material e a seleção dos processos de tratamentos térmicos e superficiais torna-se um fator decisivo para a obtenção de peças com menores custos e propriedades específicas, tornando-as adequadas para sua determinada aplicação. Nesse sentido, tratamentos superficiais têm como característica proteger a superfície do material, formando uma barreira protetora e proporcionando um aumento, por exemplo, da resistência à corrosão (TOMIELLO, 2010). Habitualmente, aplica-se o tratamento térmico de recozimento às chapas de aço, a fim de, otimizar as propriedades magnéticas, reduzir perdas, e promover proteção contra a corrosão através da formação de uma camada de óxido, prolongando a vida útil do material. Contudo, essas camadas são, comumente, não homogêneas, e apresentam falhas na isolação elétrica das chapas. Além do mais, existe certa dificuldade em controlar simultaneamente a espessura da camada de óxido formada, sua textura e as fases cristalográficas obtidas (GLEBER, 2000). O presente trabalho propõe a oxidação superficial por plasma como uma alternativa para aumentar a resistência à corrosão de chapas elétricas.

As vantagens do tratamento de oxidação por plasma frente ao tratamento convencional de recozimento do aço, incluem menor tempo de tratamento, menores temperaturas, maior

controle da espessura da camada de óxido formada, maior eficiência energética, baixo consumo de gás e menor impacto ambiental, devido à baixa emissão de resíduos tóxicos ou poluentes (BALLES, 2004; BATISTELA, 2001; BASSO, 2007; SCHEUER, 2015).

A geração de camadas finas de óxidos isolantes na superfície de aços elétricos podem, além de aumentar a resistência à corrosão, minimizar as perdas de potência devido a mitigação de correntes de Foucault entre chapas adjacentes (FIN, 2021).

O desafio associado aos tratamentos por plasma é melhorar as propriedades da superfície sem comprometer a confiabilidade do substrato. As condições do plasma durante a oxidação afetam a formação do filme passivo. Parâmetros como composição, pressão e fluxo do gás de trabalho, temperatura da amostra, variação da potência da fonte, configuração de tratamento da amostra em relação ao plasma, e geometria da câmara do plasma afetarão as características finais da camada de óxido formada (ABDALLA, 2006; DUARTE, 2010).

Neste trabalho o plasma foi gerado em uma câmara de vácuo, utilizando uma fonte pulsada bipolar assimétrica (ABiPPS, sigla em inglês para *Asymmetric Bipolar Plasma Power Supply*). A oxidação das chapas de aço cria uma camada de óxido na superfície das amostras o que pode dificultar a sustentação do plasma. No entanto, quando o plasma é alimentado por fonte ABiPPS, ocorrem bombardeamentos intercalados de elétrons e de íons sobre a superfície com períodos curtos ($T \leq 1\mu s$) garantindo a sustentação do plasma, pois a acúmulo de cargas estáticas sobre a superfície isolante é neutralizado a cada inversão de polaridade dos pulsos (FIN, 2019). Além disso, a utilização de fonte pulsada bipolar pode aumentar a emissão de elétrons secundários da superfície do eletrodo, uma vez que a superfície é bombardeada por íons e elétrons sequencialmente, levando a uma maior taxa de ionização do plasma.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Avaliar a resistência à corrosão de chapas de aço ABNT 1006 utilizadas na fabricação de motores elétricos através do tratamento superficial de oxidação por plasma.

1.1.2 Objetivo específico

- Oxidar as chapas de aço ABNT 1006 por plasma ABiPPS em baixa temperatura e pressão;
- Analisar a resistência à corrosão em função dos parâmetros de tratamento;
- Caracterizar as camadas de óxidos.

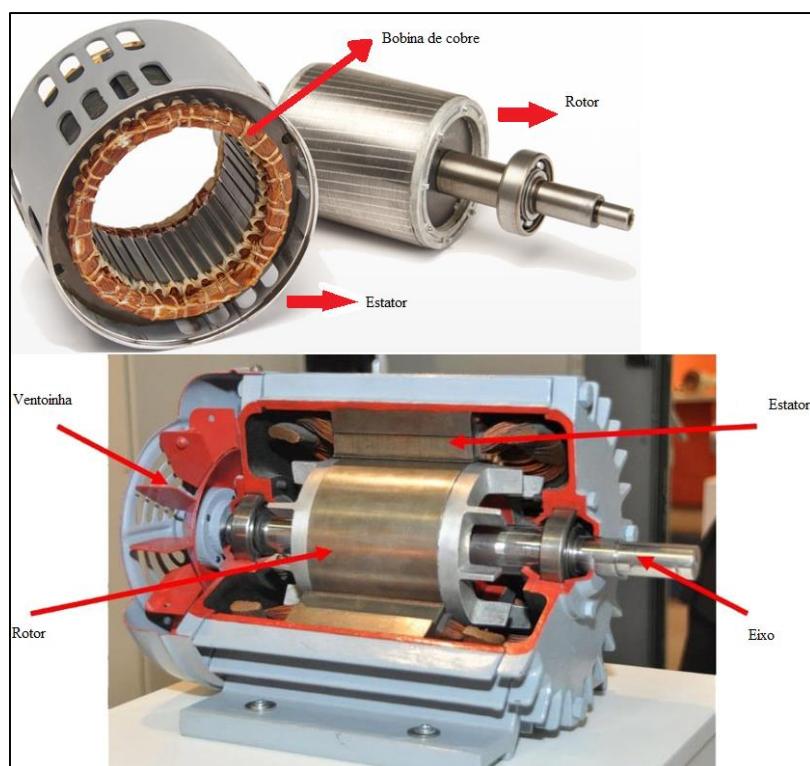
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 MOTOR ELÉTRICO

Motores elétricos convertem energia elétrica em movimento ou em energia mecânica através da interação entre campos eletromagnéticos. Segundo WEG (2017), representam cerca de 70% de todo consumo industrial e 25% do consumo mundial de eletricidade.

O motor elétrico é formado basicamente por rotor, estator e uma bobina de cabos de cobre por onde circula uma corrente elétrica. A Figura 1 ilustra um motor elétrico, e seus componentes

Figura 1 - Motor elétrico e seus componentes



Fonte: DMAC (2019).

O estator é a parte fixa do motor e é formado por centenas de lâminas de aços elétricos, enquanto o rotor é a parte giratória. A bobina pode estar tanto em um quanto no outro, ou até nos dois, dependendo do tipo de motor.

De maneira geral alimenta-se o motor com energia elétrica, ao passar uma corrente elétrica por um fio, criando-se ali um eletroímã cujo campo magnético é variável.

Tanto o rotor como o estator do motor devem ser feitos de um material ferromagnético, comumente chamado de aço elétrico, assim, existirão forças magnéticas entre os polos do rotor e do estator que vão produzir o torque necessário para o funcionamento do motor. Além disso, as propriedades do aço influenciam diretamente o desempenho e eficiência de motores, uma vez que há dissipação de energia (perdas magnéticas) no núcleo magnético (BOURCHAS, 2015; SCHOPPA, SCHNEIDER, 2000).

2.2 AÇOS ELÉTRICOS E SUAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

Os aços utilizados para fins elétricos dispõem de propriedades magnéticas específicas, projetadas para reduzir as perdas magnéticas no núcleo do motor. Esses aços podem ser divididos em dois grupos: os de grãos orientados (GO) e os de grãos não orientados (GNO).

Os aços de GO são basicamente ligas de ferro-silício (Fe-Si) produzidas pelo processo de laminação à quente e recozimento final a altas temperaturas (GLEBER, 2000). Apresentam uma porcentagem de Si em sua composição da ordem de 3%, e sua adição aos aços baixo carbono tem o efeito benéfico de aumentar a resistividade elétrica, entretanto, com um aumento na fragilidade e no custo de produção (RODRIGUES, 2011; santos, 2005). Esse tipo de material é anisotrópico (as propriedades do material variam dependendo da direção em que são medidas), o que resulta em boas propriedades magnéticas na direção de laminação e ruins nas outras, dispondo de baixas perdas e elevada permeabilidade magnética na direção de laminação. São aços frequentemente utilizados em transformadores, portanto, o corte e a montagem das chapas no transformador devem ser projetados para que o fluxo magnético seja conduzido paralelamente à direção de laminação das chapas (NEGRI, 2011; RODRIGUES, 2011).

Os aços elétricos de GNO diferem dos de GO por sua anisotropia de orientações cristalográficas. Esses aços possuem as propriedades magnéticas similares em todas as direções, ou seja, é isotrópico e não possuem uma textura cristalográfica (orientação preferencial dos grãos) tão pronunciada como é o caso dos aços de GO (MONTEIRO, 2015). Esse tipo de aço é empregado na fabricação de componentes do núcleo de motores elétricos (estator e rotor), em que o campo magnético é aplicado paralelamente à superfície da chapa, mas mudando continuamente de direção (PETROVIC, 2010; RODRIGUES, 2011).

Os aços de GNO podem ser divididos em três subgrupos: os aços siliciosos totalmente processados, os aços semiprocessados, siliciosos ou não, e por fim, os aços carbono ABNT 1006/1008 que não são produzidos especialmente para fins eletromagnéticos, mas são usados em larga escala, por serem aços de mais baixo custo (LANDGRAF, 1999; NEGRI, 2011).

A produção de motores elétricos de alta eficiência está atrelada ao processo de fabricação dos materiais magnéticos de GNO, o qual, visa a obtenção das propriedades magnéticas finais, que devem apresentar grande permeabilidade magnética, característica do aço em ampliar um campo magnético externamente aplicado à ele, e baixas perdas magnéticas.

Os aços de GNO totalmente processados, são aços siliciosos, cujas propriedades magnéticas são desenvolvidas plenamente pelo fabricante, ou seja, têm sua textura final desenvolvida na própria usina siderúrgica, que entrega o material na condição recozida (NEGRI, 2011; RODRIGUES, 2011).

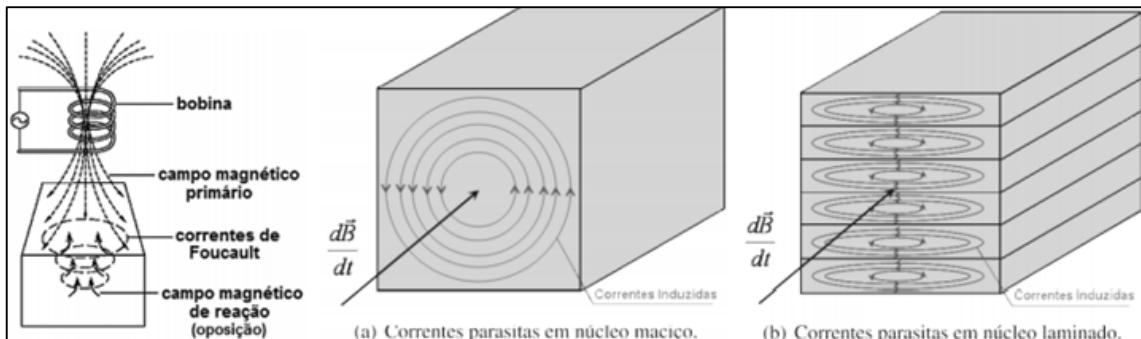
Já os aços de GNO semiprocessados são fornecidos com um pequeno encruamento que facilita o recozimento final a ser realizado pelo usuário para a obtenção de tamanho de grão adequado, eliminação de tensões residuais e descarbonetação, redução do teor de carbono (C), desenvolvendo suas propriedades magnéticas (LANDGRAF, TAKANOHASHI, CAMPOS, 2003).

Nos aços elétricos as perdas dependem das características físicas e microestruturais, como textura, espessura e resistividade (PETROVIC, 2010). A superfície do aço deve ser revestida com materiais isolantes para ser utilizado como aço elétrico, a fim de mitigar a circulação de correntes parasitas entre as lâminas de aço do núcleo do motor ao passo que não devem afetar seu desempenho magnético.

As perdas por correntes parasitas ou correntes de Foucault é o nome dado à corrente elétrica induzida dentro de um material ferromagnético, quando sujeito a um campo magnético variável (Lei de Ampère).

Essas correntes circulando no material, produzem aquecimento por efeito Joule, levando à perda de energia (SANTOS, 2015). A tendência do caminho da corrente, visto em uma seção transversal, é a formação de anéis de correntes induzidas perpendiculares à direção do fluxo (Figura 2).

Figura 2 - correntes de Foucault em: a) um núcleo maciço, e b) um núcleo laminado.



Fonte: (DLALA, 2009).

A perda por corrente de Foucault é proporcional ao quadrado da espessura do material, por isso, lama-se o material ferromagnético a fim de dificultar a formação dessas correntes parasitas (ALMEIDA, 2013; BATISTELA, 2001).

É possível ainda minimizar as perdas por corrente de Foucault, através do isolamento das chapas entre si, evitando pontos de contato elétrico na interface entre as chapas, através do processo de oxidação à plasma. Além disso, é importante que o isolamento apresente resistência à corrosão, uniformidade da camada e aderência a superfície. Vale ressaltar que esse isolamento não deve prejudicar a performance magnética da chapa.

As propriedades magnéticas dos aços elétricos de GNO, bem como as perdas magnéticas são influenciadas por alguns fatores, como: composição química, orientação e tamanho de grão, espessura final da chapa, defeitos superficiais, além da presença de impurezas no material. As perdas magnéticas são muito sensíveis à espessura da chapa. Quanto maior o volume de aço, maior é a circulação de correntes parasitas, o que gera dissipação de energia e aumenta as perdas magnéticas, mas quando a chapa de aço é muito fina, as perdas magnéticas aumentam em vez de diminuir (PETROVIC, 2010).

2.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS DE CHAPAS DE AÇO ABNT 1006

Os tratamentos térmicos são realizados com o propósito de desenvolver as propriedades magnéticas desejadas dos aços, ou seja, reduzir as perdas e elevar a permeabilidade magnética.

Usualmente, os aços são submetidos a tratamentos térmicos, que visam, além de reduzir o teor de carbono, promover crescimento de grão, formar uma textura cristalográfica mais

adequada e desenvolver isolamento elétrico pela criação de uma camada contínua de óxidos sobre a superfície do aço (MARRA, BUONO, 2006).

Industrialmente, a camada de óxido é produzida concomitantemente ao processo de recozimento das chapas. Neste processo o material é aquecido em um forno e a temperatura mantida por um período. Após isso o material resfria lentamente no forno.

O processo de recozimento evolve duas etapas, na primeira é realizado o recozimento do aço em temperaturas entre 700 °C e 850 °C, sob atmosfera descarbonetante, promovendo a redução do teor de C, alívio de tensão e crescimento de grãos. A redução do teor de carbono está associada à eliminação dos carbonetos, facilitando a movimentação das paredes de domínio, reduzindo as perdas por histerese e os efeitos do envelhecimento magnético (MARRA, ALVARENGA, BUONO, 2004; NEGRI, 2011). A segunda etapa é realizada em atmosfera oxidante, à temperatura entre 500 °C e 600 °C, o que resulta na formação de uma camada de óxido de ferro na superfície de aço. A descarbonetação ocorre pela interação entre a umidade da atmosfera e átomos de C na superfície do aço, enquanto a reação de oxidação envolve os átomos de Fe e C (MARRA, ALVARENGA, BUONO, 2004).

A camada de óxido criada pode contribuir para a eficiência de motores elétricos, pois promove proteção contra a corrosão e isolamento elétrico entre as chapas, reduzindo as perdas (GLEBER, 2000). Contudo essas camadas são, comumente, porosas, não homogêneas, e apresentam falhas na isolação elétrica das chapas, gerando perda de energia devido às correntes de Foucault que podem se formar entre as chapas do núcleo do motor. Além do mais, existe certa dificuldade em controlar simultaneamente a espessura da camada de óxido formada, sua textura e as fases cristalográficas obtidas.

Uma alternativa competitiva ao tratamento térmico de recozimento é o tratamento térmico assistido por plasma para a formação de camadas isolantes em chapas de aço ABNT 1006.

As vantagens desse tratamento sobre o convencional incluem menor tempo de tratamento, menores temperaturas, maior controle da espessura da camada de óxido formada, maior eficiência energética, baixo consumo de gás e menor impacto ambiental, devido à baixa emissão de resíduos tóxicos ou poluentes (BALLES, 2004; SANTOS 2017).

Antes de iniciar a abordagem ao tratamento de oxidação por plasma são apresentados, na próxima seção, alguns fundamentos da física do plasma.

2.4 FUNDAMENTOS DA FÍSICA DE PLASMAS

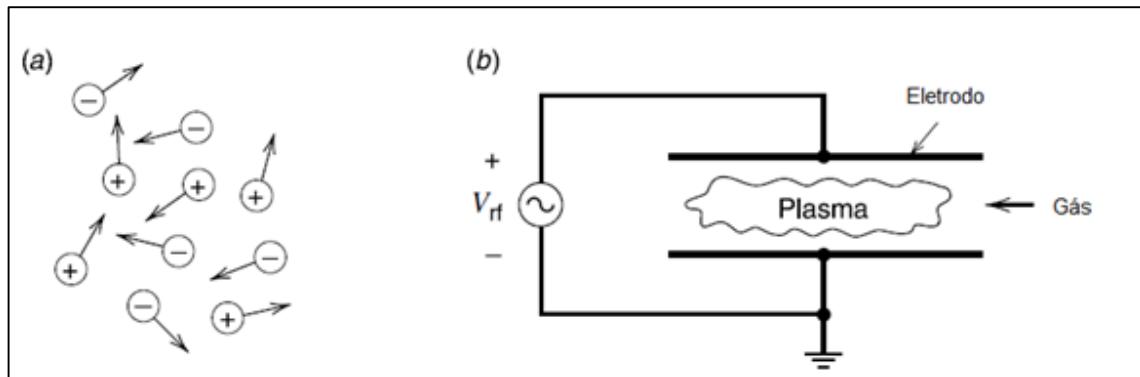
O termo plasma é utilizado para descrever um gás parcialmente ou totalmente ionizado (ganho ou perda de elétrons), contendo partículas eletricamente carregadas (elétrons e íons positivos e/ou negativos) e neutras (átomos e moléculas) e que respeita a condição de quase-neutralidade, ou seja, a densidade de cargas positivas é aproximadamente igual à densidade de cargas negativas, sendo que as partículas carregadas movem-se livremente em direções aleatórias, como representado na Figura 4a. (CHAPMAN, 1980; SAGAS, 2019).

Uma outra característica fundamental para a definição de plasma é o comportamento coletivo, de modo que qualquer desequilíbrio de cargas resultará em um campo elétrico que tende a restaurar o equilíbrio e manter a quase-neutralidade, além disso o comportamento coletivo permite um controle sobre o movimento de átomos e espécies quando sujeitos a um campo eletromagnético (SAGAS, 2019).

Um importante parâmetro no estudo de plasmas é o seu grau de ionização, que é a razão entre o número de partículas ionizadas e neutras. Quando o plasma é totalmente ionizado, seu grau de ionização é igual a 1, assim, 100% dos átomos estão ionizados e esse é comumente chamado de plasma quente, além disso, a densidade de espécies positivas e negativas são aproximadamente iguais. Quando o grau de ionização é menor que a unidade, na ordem de 10^{-4} a 10^{-6} , esse é dito fracamente/parcialmente ionizado e comumente chamado de plasma frio, esse tipo de plasma é amplamente utilizado nos processos de tratamento de materiais. Um plasma em geral pode ser descrito em função de parâmetros como densidade (partículas/ m^3) e energia cinética média de elétrons (eV).

Existem diferentes maneiras de se gerar um plasma, sendo que uma delas é por descargas elétricas através de um gás em baixa pressão (Figura 3b), criando assim um plasma frio fora do equilíbrio termodinâmico em que a temperatura dos elétrons é muito maior do que a temperatura dos íons.

Figura 3 - Visualização esquemática do a) Plasma b) Descarga

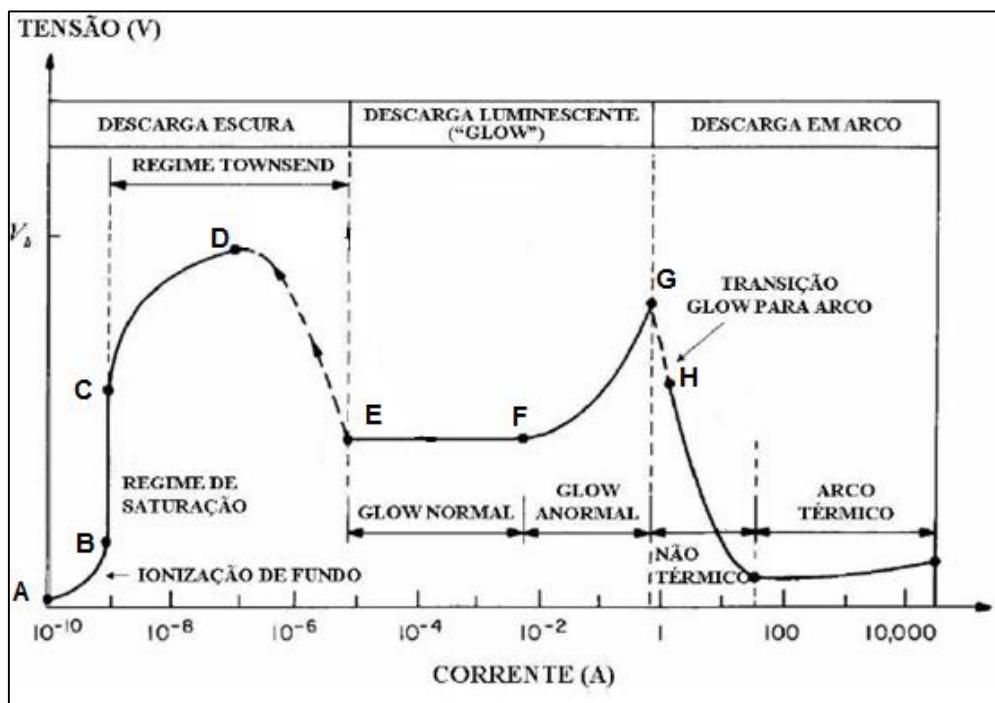


Fonte: Elaborado pelo autor (2020).

A geometria mais utilizada para explicar a geração do plasma é baseada no conjunto de dois eletrodos planos de metal, separados por uma distância fixa e contidos num sistema fechado na presença de um gás a uma determinada pressão (Figura 3b).

Quando aplicado uma diferença de potencial entre os eletrodos, os elétrons livres presentes no gás são acelerados pelo campo elétrico colidindo com espécies neutras do gás. Conforme a tensão imposta sob o gás aumenta, o campo elétrico também aumenta e à medida que, entre uma colisão e outra, os elétrons adquirem energia suficiente para provocar novas ionizações, desencadeiam uma série de colisões com outras partículas, causando um aumento exponencial de elétrons promovendo a ruptura do gás, que marca a mudança de gás para plasma. Após a ruptura a descarga é dita autossustentada e se encontra na região da curva VxI (Tensão x Corrente) conhecida como região luminescente (Figura 4).

Figura 4 - Curva de tensão por corrente de uma descarga elétrica



Fonte: MACIEL (2010).

As colisões inelásticas entre elétrons e outros átomos presentes no gás são as principais responsáveis pela geração e manutenção da descarga do plasma (FIN, 2019).

2.4.1 Regimes de operação de uma descarga elétrica

Vários regimes de descarga podem ser estabelecidos, dependendo da relação entre a tensão e a corrente. A Figura 6 mostra uma curva característica de $V_x I$, com regiões de descargas elétricas bem definidas.

Na região entre os pontos A e B a tensão elétrica aplicada entre os eletrodos é relativamente baixa. Ao aumentarmos a tensão sobre o gás teremos um aumento da corrente devido à presença de elétrons livres no espaço como consequência da ionização dos átomos do gás pela radiação de fundo (radiação cósmica, radiação nuclear, etc.). Aumentando a tensão a corrente aumentará até atingir um regime de saturação (trecho B-C), permanecendo constante para um grande intervalo de tensão. À medida que o campo elétrico aumenta os elétrons adquirem energia suficiente para ionizar o gás e a corrente elétrica aumenta devido ao crescimento exponencial de elétrons na descarga (trecho C-D). A região entre os pontos C e D

é chamado de regime de Townsend. Nesse ponto inicia-se um processo de multiplicação de elétrons, resultando em 3 processos simultâneos:

- 1) Os íons acelerados pelo campo elétrico colidem com o cátodo com energia suficiente para provocar a emissão de elétrons secundários, formando mais íons através de colisões com átomos neutros.
- 2) Os novos íons formados são acelerados em direção ao cátodo onde colidem, produzindo mais elétrons, que por sua vez geram mais íons.
- 3) Ao mesmo tempo, os elétrons criados em colisões ionizantes e por processos secundários são removidos do plasma através da difusão com a parede do reator.

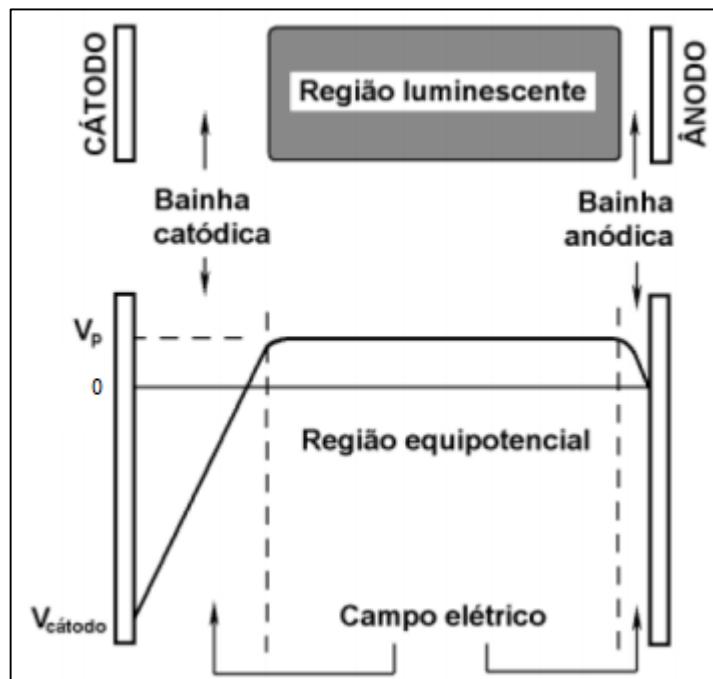
Quando a tensão atinge o valor de ruptura (ponto D), a descarga é dita autossustentada. A tensão de ruptura é a tensão mínima necessária para o estabelecimento de uma descarga.

O aumento da corrente devido a intensificação do processo de ionização conduz a região de descarga luminescente. Essa é dividida em 3 regimes: subnormal, normal e abnormal. O regime subnormal (trecho D-E) marca a transição da descarga Townsend para a descarga luminescente normal, em que a tensão aplicada torna quase constante para uma ampla faixa de corrente (trecho E-F). Se um acréscimo de corrente levar a um aumento da tensão passamos então ao regime abnormal (trecho F-G). Aumentando a tensão aproxima-se do ponto de transição descarga luminescente/descarga de arco (trecho G-H) e, ultrapassando esta tensão crítica, a descarga luminescente entra em regime de arco de alta densidade de corrente. Esta corrente elevada é consequência da emissão termiônica de elétrons pelo aquecimento do cátodo.

No regime de arco o substrato pode ser danificado, devido à alta temperatura, sendo, portanto, um regime de descarga normalmente indesejável. Já a região da descarga luminescente abnormal, por ter maior densidade de corrente (corrente cresce com o potencial) e, portanto, é usada em processos de deposição por plasma proporcionando um tratamento superficial uniforme (FONTANA, 1991).

Numa descarga luminescente em regime abnormal, com o cátodo ligado ao potencial negativo da fonte e o ânodo aterrado, três regiões distintas podem ser observadas, conforme a distribuição de potencial: a região catódica, a região luminescente e a região anódica, como demonstra a Figura 5.

Figura 5 - Distribuição do potencial no plasma



Fonte: PAVANATI (2009).

Há formação de um campo elétrico restrito à região ao redor dos eletrodos, constituindo as bainhas de cada eletrodo. As bainhas anódica e catódica são regiões de transição plasma-superfície. As partículas do plasma, próximo às bainhas, estão sujeitas a ação das forças elétricas ocasionadas por esse campo elétrico, portanto, o potencial das bainhas é responsável pela repulsão ou atração dos elétrons e dos íons, entretanto o campo próximo ao cátodo é muito mais intenso.

Na região luminescente o plasma é eletricamente neutro, ou seja, a quantidade de cargas positivas é aproximadamente igual à de cargas negativas, permanecendo em um potencial V_p (potencial do plasma), que geralmente é próximo a zero (CHAPMAN, 1980). O potencial positivo é gerado pela diferença de mobilidade entre íons e elétrons. Tanto na bainha catódica, como na bainha anódica, os elétrons “fogem” com maior rapidez, logo a densidade de elétrons nesta região é muito menor que a densidade de íons, gerando um desequilíbrio, ou seja, uma diferença de potencial. Isso faz com que o potencial da região luminescente que possui densidade de íons e elétrons equilibrada seja maior que zero (PAVANATI, 2009). Na bainha anódica o potencial decresce de V_p até zero e na região catódica é observada uma queda de potencial muito grande, de V_p até o potencial negativo do cátodo determinado pela tensão da fonte. Nesta região os íons positivos são acelerados pela bainha em direção ao cátodo, colidindo com o eletrodo e produzindo elétrons secundários fundamentais para a manutenção da descarga.

2.4.2 Fonte de alimentação de plasma bipolar assimétrica (ABiPPS)

As fontes de alimentação desempenharam papel crucial para melhorar e ampliar as aplicações de plasma. Nas últimas duas décadas, foram desenvolvidas diversas fontes para geração de descargas elétricas, que podem ser geradas em corrente contínua (CC), corrente alternada (CA), fontes pulsadas, radio frequência (RF) ou micro-ondas (SCHOLTZ, FONTANA, 2018).

Os parâmetros do plasma que podem ser alterados são composição, temperatura e pressão do gás de trabalho, bem como a corrente e tensão da descarga elétrica. Sendo que uma das formas mais fáceis de variar e controlar os parâmetros do plasma é através da energia fornecida pela fonte de alimentação elétrica do plasma (FIN, 2019).

A fonte de alimentação ABiPPS, é uma fonte pulsada bipolar pulsada que gera pulsos positivos e pulsos negativos, ajustáveis de maneira independente, configurável em frequência, amplitude e ciclo de trabalho.

Uma fonte que apresente flexibilidade na geração de pulsos elétricos numa ampla faixa de frequências e tempo de duração desses pulsos, desde nanosegundos até pulsos longos da ordem de segundos, pode gerar plasmas estáveis com controle na densidade e temperatura eletrônica e iônica (FIN, 2019).

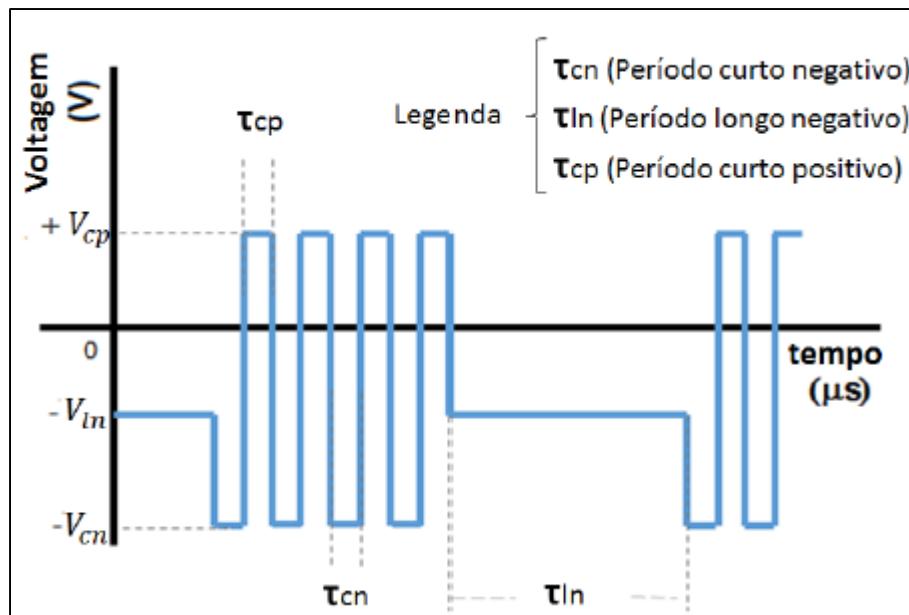
A fonte ABiPPS permite gerar pulsos simétricos e assimétricos de curta ou longa duração, da ordem de nanosegundos à microssegundos, com tensões de até dezenas de kilovolts (kV) e frequências de até centenas de kilohertz (kHz). É possível alternar entre pulsos positivos curtos e intensos com pulsos negativos longos e de menor intensidade e vice-versa, dependendo da necessidade de aplicação. O plasma gerado dessa maneira pode ser mantido estável dentro de uma faixa mais ampla de parâmetros operacionais, principalmente a tensão e a pressão do gás de trabalho, além de reduzir ou evitar a formação de arcos voltaicos (SCHOLTZ, FONTANA, MEZAROBA, 2018). A inversão periódica da tensão de um eletrodo no plasma permite que cargas de sinais opostos cheguem ao eletrodo carregado e neutralizem a carga ali existente.

A configuração bipolar, com curto período de pulso positivo entre pulsos negativos, pode produzir alta emissão de elétrons secundários dos eletrodos e, consequentemente,

aumentar a taxa de ionização do plasma. O pulso positivo deve ser curto para manter os íons na região próxima ao eletrodo.

A Figura 6 mostra a forma de onda da tensão fornecida pela fonte de alimentação, configurada para a realização do presente trabalho. A tensão / período de cada pulso são nomeados como $-V_{cn}$ e τ_{cn} (tensão negativa curta / período de picos); $-V_{ln}$ e τ_{ln} (tensão negativa longa / período) e $+V_{cp}$ e τ_{cp} (tensão positiva curta / período) (FIN, 2019).

Figura 6 - Forma da onda da fonte ABiPPS



Fonte: FIN (2019).

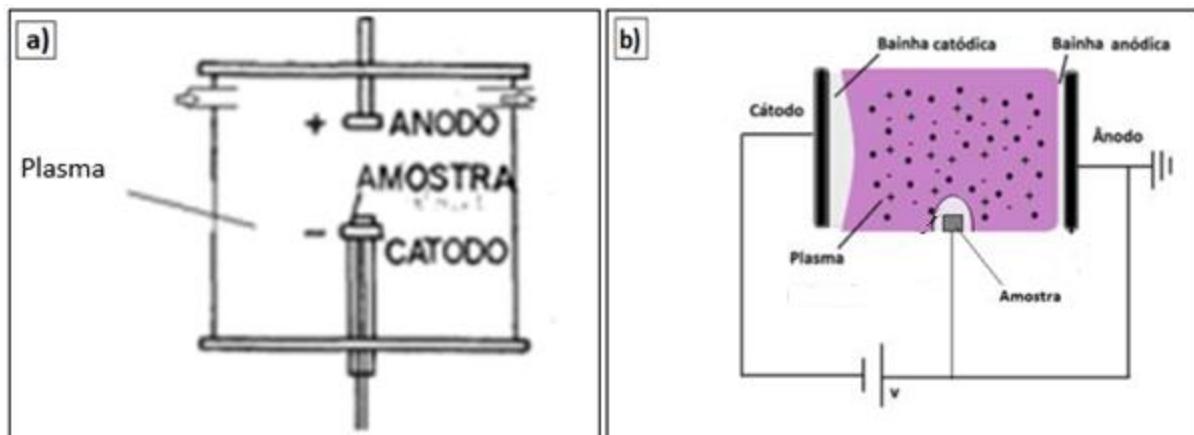
Quando o sinal da fonte é positivo a amostra é carregada positivamente, portanto atrai as partículas negativas, sendo elas elétrons e íons negativos. Quando a amostra é carregada negativamente atrai os íons positivos.

2.5 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DE OXIDAÇÃO POR PLASMA

O tratamento de oxidação por plasma visa a formação de uma camada de óxido isolante fina ($< 1 \mu\text{m}$) para aumentar a resistência à corrosão e, no caso de aplicações em chapas de motores elétricos, diminuir a intensidade de correntes parasitas entre as chapas. Nesse processo as amostras podem ser oxidadas sob diferentes condições de plasma, como composição do gás, pressão e tensão aplicada.

A amostra a ser tratada pode ser posicionada como o cátodo da descarga, configuração em que a amostra fica em contato com o potencial da fonte, ou em potencial flutuante, configuração em que a amostra fica imersa no plasma e eletricamente isolada da fonte de tensão (Figura 7).

Figura 7- Representação esquemática de amostras submetidas a tratamentos por plasma em duas configurações experimentais: a) Amostra em potencial catódico b) Amostra em potencial flutuante



Fonte: Adaptado de FIN (2019)

Quando a amostra a ser tratada é posicionada como o cátodo da descarga, usualmente dizemos que o tratamento ocorre em potencial catódico. Nesse caso, durante o bombardeamento da superfície por íons ou partículas neutras, uma grande parcela da energia dessas partículas é transferida para o cátodo. Esta energia é usada em parte, para aquecer e manter a temperatura de tratamento, enquanto a outra parte é dissipada por condução, convecção e principalmente por radiação para as paredes da câmara (BASSO, 2007). Durante o pico de tensão positivo a superfície é bombardeada por elétrons energéticos e íons negativos de oxigênio. Durante o intenso pulso negativo curto o eletrodo é bombardeado por íons positivos. Durante o pulso negativo de longa duração o eletrodo é bombardeado por íons positivos de baixa energia

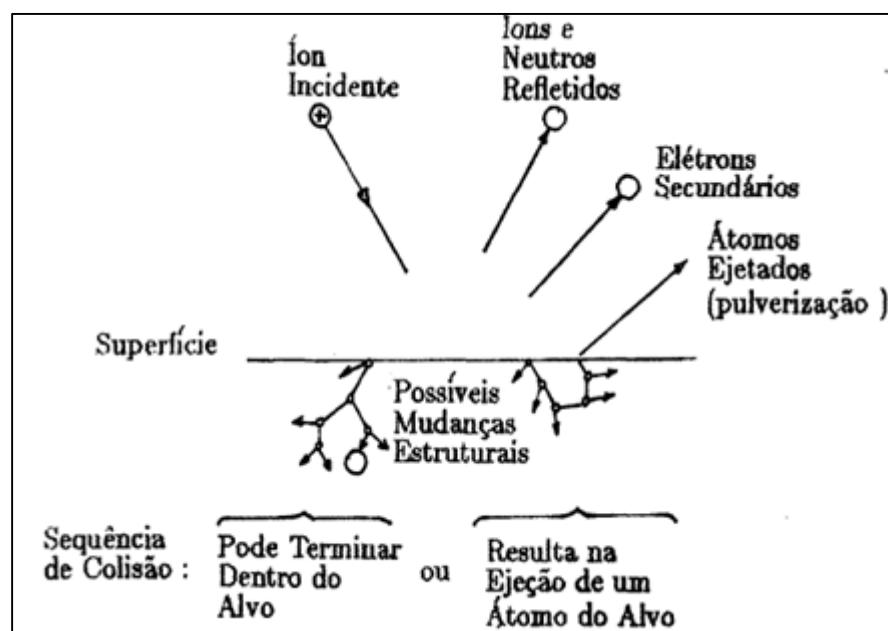
Quando o tratamento é realizado em potencial flutuante a amostra sofre colisões de todas as partículas presentes no plasma. Como a temperatura dos elétrons é consideravelmente superior à temperatura dos íons, a peça em potencial flutuante adquire uma carga líquida negativa e fica em potencial negativo (geralmente entre -10 e -20V), para descargas DC, em baixa pressão. Entretanto as colisões passam a ser menos energéticas, uma vez que o potencial da amostra fica vinculado à diferença de energia entre elétrons e íons.

Dependendo do valor da energia dos íons durante a colisão com a superfície do cátodo, além do aquecimento desta superfície, podem ocorrer outros fenômenos (esquematizados na Figura 8), tais como:

- Implantação ou reflexão do íon incidente com perda de energia do íon incidente,
- Reorganização estrutural da camada superficial devido a colisão em cascata e ejeção de elétrons do alvo (elétrons secundários). Os elétrons ejetados do alvo são acelerados na bainha catódica pelo campo elétrico, contribuindo significativamente para a manutenção da descarga, e sputtering (pulverização) (FONTANA, 1991). No processo de sputtering, átomos do alvo (cátodo) são ejetados da superfície através do bombardeio de espécies de alta energia (íons) sobre a superfície do aço, ocorrendo troca de energia.

Os átomos arrancados da amostra reagem com espécies ativas no plasma formando compostos que são depositados na superfície da amostra. Após a deposição eles são recombinados, formando a camada superficial de óxidos totalmente diferente do substrato, que neste caso consiste em óxidos de ferro.

Figura 8 - Interação de íons com a superfície



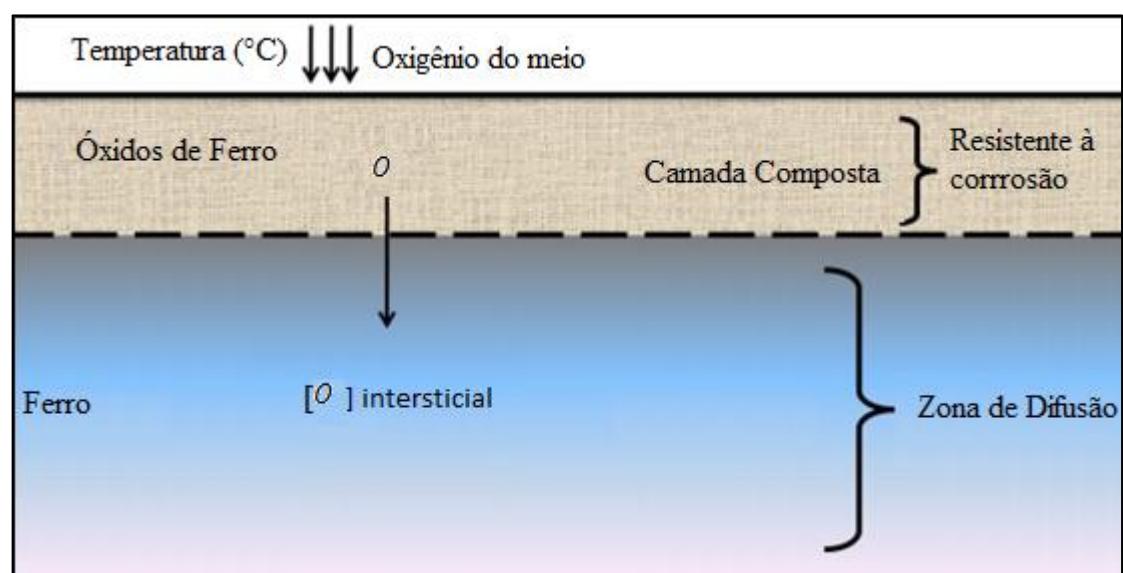
Fonte: FONTANA (1991).

As características finais da camada oxidada estão relacionadas a taxa de pulverização da superfície. Todavia, essa taxa de pulverização depende dos parâmetros de processo, como composição da mistura gasosa, do potencial de plasma e da temperatura. Modificando algumas destas variáveis, é possível obter diferentes estruturas de camadas oxidadas, tanto em relação às espessuras das camadas de compostos e difusão, quanto em relação às fases presentes na camada de compostos.

Devido a interação do plasma com a superfície, as espécies presentes no plasma penetram no material e difundem termicamente, formando a zona de difusão. A espessura da zona de difusão depende diretamente da energia dos íons incidentes. Nesta zona é onde são aplicados os modelos de difusão em sólidos (BASSO, 2007).

A zona de difusão é uma região caracterizada por alguma solução sólida na microestrutura original do núcleo (BERTOTTO, 1988), neste caso, o oxigênio. A Figura 9 apresenta esquematicamente a camada de óxidos formada e a estrutura da zona de difusão do aço oxidado.

Figura 9 - Esquematização da camada de compostos e estrutura da zona de difusão de átomos de oxigênio no aço.



Fonte: Adaptado de YANG (2012).

A profundidade da zona de difusão depende também da concentração de oxigênio, da composição do material tratado, do tempo e da temperatura de tratamento. Quando existe um gradiente de concentração de átomos num sólido, poderá ocorrer um fluxo através dele. A taxa na qual um elemento se difunde em um sólido é determinada pela difusividade do elemento

nesse sólido. Sob condições de estado estacionário, a difusividade ou coeficiente de difusão, é obtido usando a primeira lei de Fick:

$$J_i = -D \frac{\partial C_i}{\partial x}$$

Onde J_i é o fluxo líquido de átomos de uma espécie num sólido, ou seja, o número de átomos que atravessam a unidade de área na unidade de tempo, a constante D é a constante de difusão ou difusividade e possui unidade de m^2/s , C_i é a concentração de átomos, isto é, a quantidade de substância difundida por unidade de volume e x é a posição no sólido. O sinal negativo mostra que o fluxo de átomos vai da maior para a menor concentração e isto tende a anular o gradiente de concentração (BJØRSOM, 2013, FONTANA, 1991).

Verifica-se que a constante de difusão aumenta exponencialmente com a temperatura do substrato. Essa maior difusão pode propiciar a formação de camadas mais grossas.

A constante de difusão varia conforme a relação:

$$D = D_0 \exp \frac{-Q_d}{RT}$$

onde R é a constante molar dos gases (8.31 J/mol-K), T é a temperatura em K, Q_d é a energia de ativação para a difusão e D_0 é a constante de difusão independente da temperatura (m^2/s).

O tempo de tratamento também interfere na difusão do oxigênio na amostra, porém sua influência é menos relevante do que o efeito da temperatura, uma vez que a profundidade de penetração varia com a raiz quadrada do tempo, como demonstra a equação a seguir (YANG, 2012):

$$\text{Profundidade de penetração} = K\sqrt{t}$$

onde t é o tempo e K é um fator de temperatura encontrado na Tabela 1.

Tabela 1 - Fator de temperatura

Temperatura		Fator de Temperatura (K)
°C	°F	
460	865	0.00150
470	875	0.00155
475	885	0.00172
480	900	0.00195
500	930	0.00210
510	950	0.00217
515	960	0.00230
525	975	0.00243
540	1000	0.00262

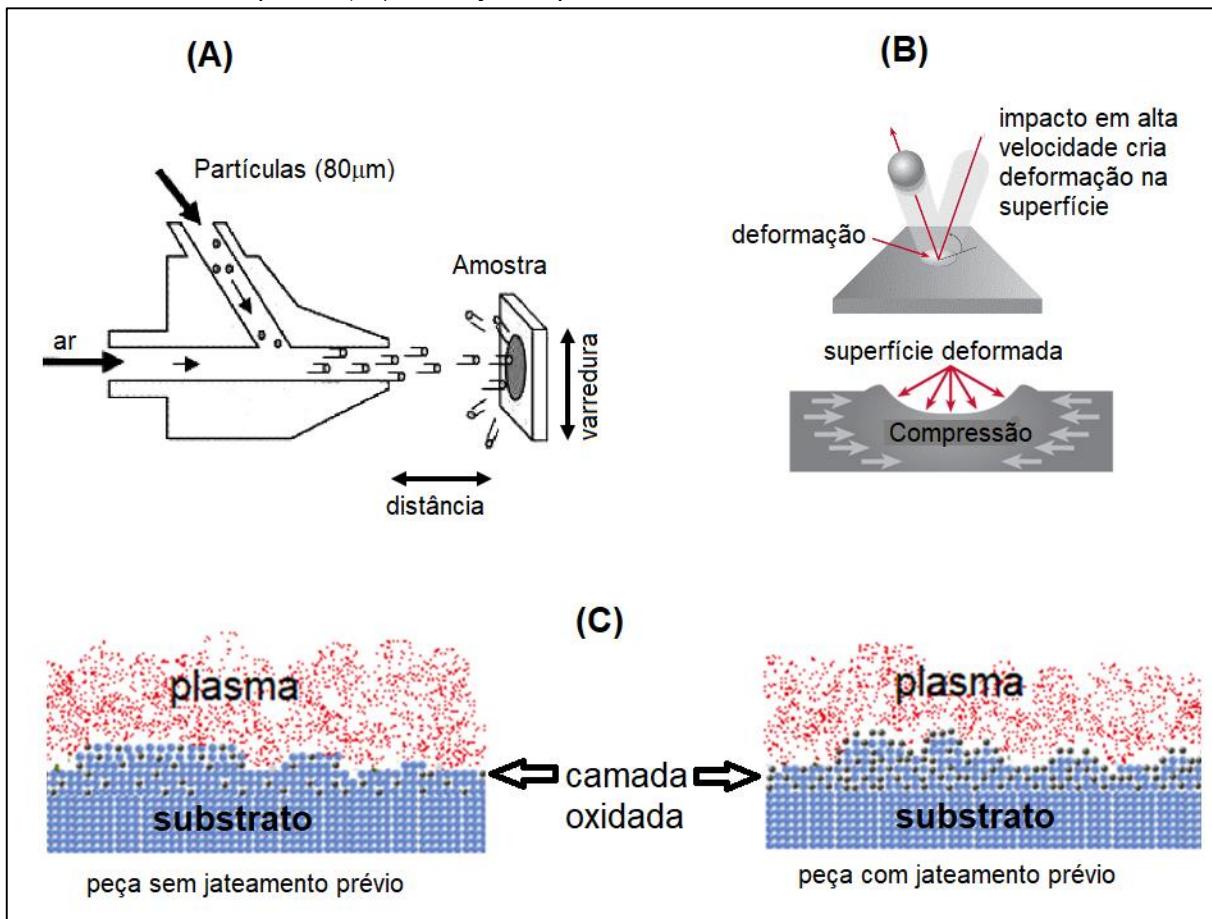
Fonte: YANG (2012).

Controlando parâmetros como pressão do gás de trabalho, fonte de alimentação e polarização da amostra é possível controlar sua temperatura, o que afetará a composição da camada de óxidos.

2.6 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE POR JATEAMENTO ABRASIVO

Este método consiste em projetar um material particulado em alta velocidade, impulsionado através de ar comprimido a alta pressão, sobre a superfície do material. O impacto das partículas micrométricas (aço, vidro, areia, etc) abrasivas contra a superfície do metal produz deformações e gera tensões de compressão (QU, SCATTERGOOD, 2004). Além disso são gerados defeito cristalinos como vacâncias e discordâncias. A figura 10-A ilustra o processo de jateamento (microblasting) e a figura 10-B ilustra a deformação produzida na superfície (devido ao impacto de uma partícula) bem como o campo de tensões compressivas gerado nas vizinhanças dessa deformação. A deformação da superfície e a geração de defeitos cristalinos podem ativar a difusão de átomos intersticiais, a partir da superfície, como no caso da difusão de oxigênio em processos de oxidação por plasma, conforme ilustrado na Fig 10-C.

Figura 10 - A) Jateamento da superfície de uma amostra com micropartículas aceleradas em jato de ar; B) Deformação produzida por uma micropartícula, gerando um campo de tensões compressivas na superfície; C) Ilustração de possíveis camadas de óxido formadas



Fonte: SHOPPA e SCNEIDER (2000).

Em tratamentos de superfície convencionais, em que se utiliza a pintura como forma de melhorar a resistência à corrosão dos metais, o tratamento de superfície por jateamento abrasivo é um dos métodos mais utilizados. É um processo altamente eficiente, proporcionando uma limpeza adequada da superfície, além de gerar um excelente perfil de rugosidade para uma boa ancoragem da película de tinta. Este, também pode ser realizado anteriormente ao tratamento de oxidação à plasma que provoca o aumento volumétrico da camada oxidada, originando tensões superficiais que podem ocasionar o rompimento da camada e dar início à corrosão. A hipótese é que, através do jateamento criam-se defeitos na superfície da amostra que facilitam a difusão de O, originando assim, camadas uniformes. O processo de oxidação induz um grande aumento volumétrico na região da camada de óxido e geram tensões de tração no substrato (abaixo da superfície). Essas tensões de tração podem ser parcialmente compensadas se a região subsuperficial da peça estiver tensionada em modo de compressão, devido ao tratamento prévio de jateamento. Esse alívio de tensões residuais na superfície pode evitar o desplacamento da

camada óxido. Tais fatores podem proporcionar uma melhora nos resultados obtidos frente aos ensaios de resistência à corrosão.

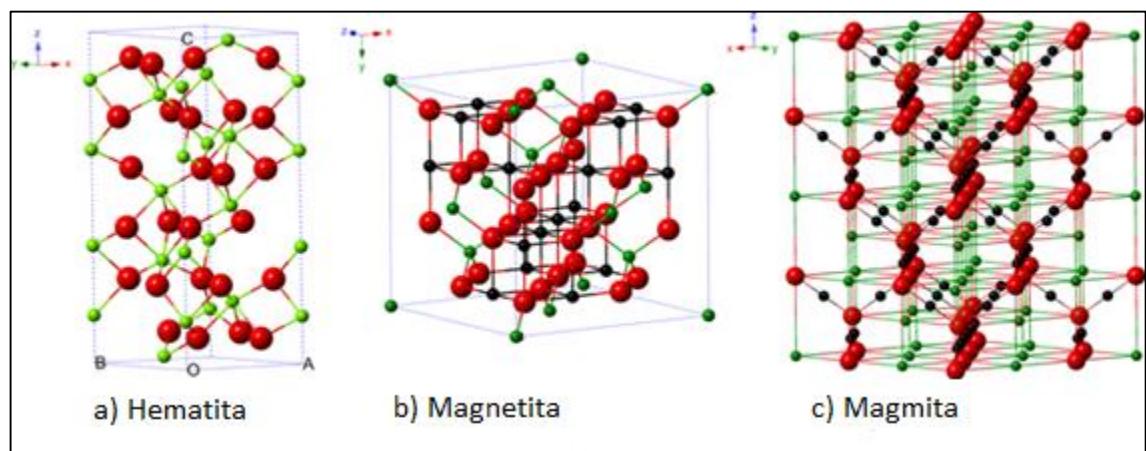
2.7 ÓXIDOS DE FERRO E SUAS PROPRIEDADES

Óxidos de ferro são compostos químicos formados por Fe e O, podendo ser indesejáveis ou benéficos, dependendo da fase formada e da propriedade de interesse para determinado material. No primeiro caso, pode-se citar a ferrugem, uma mistura de vários óxidos de Fe, como produto da corrosão do mesmo. No segundo caso, por outro lado, a moderna indústria siderúrgica beneficia-se da formação da camada de óxidos, provenientes de tratamentos térmicos aplicados, para melhorar as propriedades físico/química dos materiais.

Os principais óxidos formados durante o tratamento térmico assistido por oxidação à plasma são: magnetita (Fe_3O_4) e hematita ($\alpha-Fe_2O_3$). Outro importante óxido formado é a maghemita ($\gamma-Fe_2O_3$).

As estruturas dos óxidos supracitados estão representadas na figura abaixo.

Figura 11 - Estrutura dos óxidos: a) hematita ($\alpha-Fe_2O_3$); b) magnetita (Fe_3O_4); c) maghemita ($\gamma-Fe_2O_3$).



Fonte: WU (2015).

Magnetita (Fe_3O_4) - A magnetita é um óxido (com íons Fe^{2+} e Fe^{3+}) semicondutor e apresenta um sistema de cristalização cúbico de face centrada com estrutura do tipo espinélio invertido (BLANEY, 2007). É um material com pouca anisotropia magnética, ou seja, as propriedades do material variam dependendo da direção em que são medidas. A magnetita

forma uma camada compacta, homogênea e aderente à superfície, com baixo coeficiente de atrito, boa estabilidade química, elevada resistência à corrosão, e em temperatura ambiente é um óxido ferrimagnético, contribuindo para a magnetização do material, por outro lado é um semicondutor elétrico, o que facilitaria a existência de correntes de Foucault (BLANEY, 2007, ROVANI, 2012).

Maghemita (γ - Fe_2O_3) - A maghemita apresenta uma estrutura semelhante à da magnetita. É um óxido ferrimagnético a temperatura ambiente (MAGALHÃES, 2008) e altamente isolante. Dessa forma torna-se possível uma melhoria no confinamento magnético e minimização de perdas por correntes parasitas. A maghemita pode ser formada pela oxidação da magnetita (CORNELL, 2000).

Hematita (α - Fe_2O_3) - A hematita apresenta célula unitária hexagonal. É um óxido de ferro estável, mas que possui baixa resistência à corrosão (TOMIELLO, 2010) e pode ser obtida a partir do tratamento térmico da maghemita que provoca a mudança da estrutura cúbica para hexagonal. Diferente da magnetita e da maghemita, a hematita é um óxido fracamente ferrimagnético a temperatura ambiente (MAGALHÃES, 2008), porém é um material isolante.

As fases formadas podem ser controladas alterando parâmetros do processo de oxidação por plasma, como temperatura, tempo e proporção da mistura gasosa A/O₂. Desta forma propõe-se o uso do tratamento de oxidação por plasma de chapas de aço ABNT 1006 com a finalidade de formar uma camada de óxido superficial e, assim, aumentar a resistência à corrosão das chapas.

2.8 FUNDAMENTOS BÁSICOS DA CORROSÃO

Os elementos metálicos presentes nos aços são geralmente encontrados na natureza na forma de compostos estáveis, como os óxidos. A maioria dos metais é obtida a partir desses compostos, através do processo de metalurgia. A partir desse processo, os metais adquirem níveis energéticos superior ao dos compostos que lhe deram origem, permanecendo termodinamicamente instáveis. Devido a essa instabilidade, eles têm uma tendência natural para sofrerem corrosão, tendendo a retornar ao estado de óxido, seu estado termodinamicamente estável, de forma lenta e progressiva, devido a reações com o meio ambiente. Assim, quando uma peça de aço oxida o ferro está retornando ao seu estado de óxido.

Corrosão pode ser definida como um processo de destruição total, parcial, superficial ou estrutural de determinado material causado pela ação do meio. O processo corrosivo afeta o desempenho e durabilidade dos materiais, uma vez que ocorrem alterações em suas propriedades físico / químicas.

A corrosão pode ocorrer de várias formas, sendo que as mais comuns podem ser classificadas em: 1- corrosão generalizada, em que toda a superfície do material é atacada, com uma redução uniforme na espessura do material; 2- corrosão localizada, onde algumas regiões da superfície são parcialmente atacadas e, 3- corrosão puntiforme (pite) na qual o ataque ocorre preferencialmente em pontos localizados de forma muito intensa. Geralmente a corrosão por pite ocorre preferencialmente em metais passivados ou protegidos superficialmente por uma camada passiva, pois esse tipo de proteção pode ter defeitos possibilitando uma corrosão localizada muito intensa.

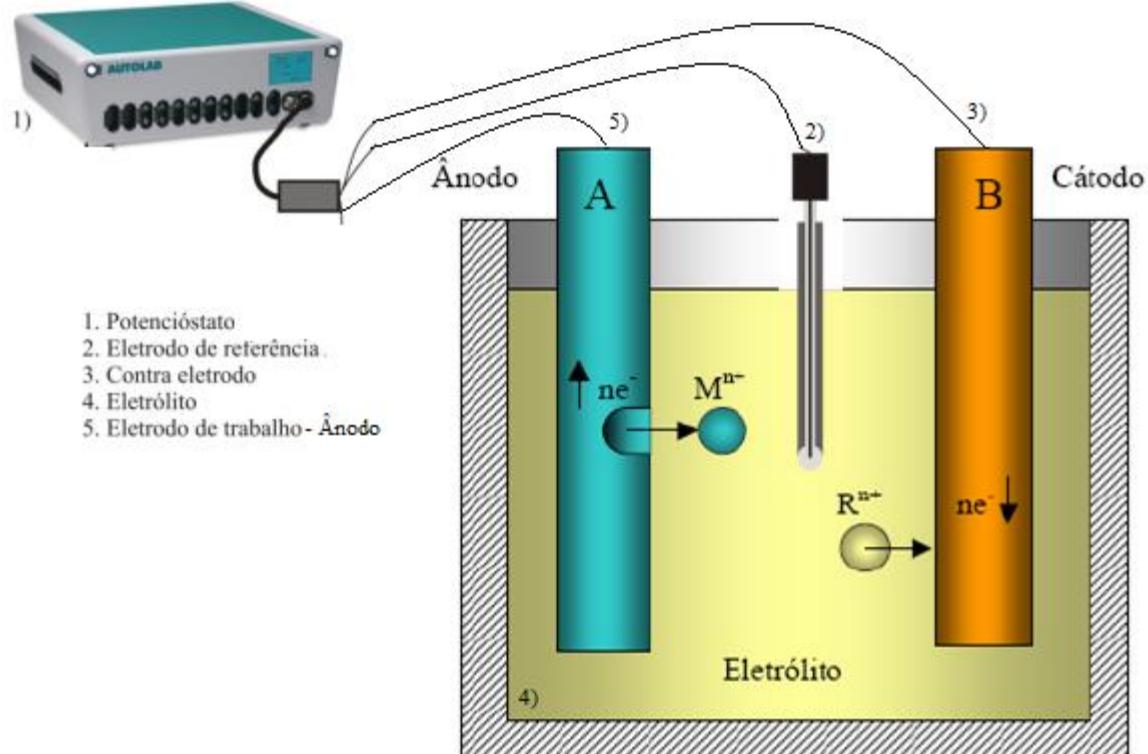
A corrosão do aço é um fenômeno eletroquímico e pode ocorrer em qualquer local que o aço esteja exposto ao meio ambiente. Este tipo de corrosão está associado a uma passagem de corrente elétrica que envolve o movimento de partículas carregadas: íons, elétrons ou ambos. Na maioria das reações eletroquímicas, os íons se movimentam através de eletrólito líquido, normalmente aquoso (WOLYNEC, 2002). A transferência de íons positivos do metal para o eletrólito desenvolve entre eles uma diferença de potencial elétrico, dando origem a pilha de corrosão, responsável pelo processo corrosivo.

Para que ocorra transferência de cargas num processo corrosivo, é necessário a presença de quatro componentes básicos:

- 1) Ânodo: eletrodo no qual ocorre a reação de oxidação (perda de elétrons) liberando íons positivos para o eletrólito.
- 2) Eletrólito: solução condutora em que ocorre a difusão dos íons, podendo existir eletrólitos que se opõem fortemente a passagem dos íons ou eletrólitos que pouco vão impedir a passagem destes.
- 3) Cátodo: eletrodo onde ocorre a reação de redução (ganho de elétrons).
- 4) Circuito elétrico: ligação metálica entre o ânodo e o cátodo, por onde fluem os elétrons, no sentido ânodo-cátodo.

A Figura 12 apresenta um esquema de corrosão eletroquímica.

Figura 12 – Esquema de corrosão eletroquímica



Fonte: BASSO (2007).

Nessa ilustração, o termo R^{n+} representa uma espécie iônica contida na solução, M^{n+} representa um íon do metal “A” diluído no eletrólito e ne^- representa os elétrons livres liberados no metal (BASSO, 2007).

A reação anódica tem como consequência a dissolução do metal, portanto corrosão, ao passo que a reação catódica consiste na redução de íons contidos no eletrólito na superfície catódica (MITTELSTADT, 1993).

Quando um metal é mergulhado em uma solução aquosa, imediatamente se iniciam as reações anódicas e catódicas, com formação dos íons dentro da solução e com a permanência dos elétrons dentro do metal, respectivamente. As reações de caráter anódico e catódico ocorrem simultaneamente, ou seja, a passagem de um íon para a solução no ânodo é acompanhada da descarga simultânea de outro íon no cátodo.

Estes elétrons carregam eletricamente o metal e criam um campo elétrico dentro da solução, que faz com que os íons, que são carregados positivamente, tendam a ficar retidos na vizinhança da interface metal-solução. Após um tempo relativamente curto (fração de

segundos) estabelece-se uma situação de equilíbrio ou estado estacionário, caracterizado pela formação da dupla camada. O exame de uma dupla camada elétrica mostra claramente que na interface metal-solução há uma distribuição de cargas elétricas tal que uma diferença de potencial se estabelece entre o metal e a solução. A medida do valor absoluto dessa diferença de potencial é inviável, pois qualquer que seja o sistema de medida adotado, implicará a imersão dentro da solução de um terminal metálico que irá dar origem a um outro eletrodo (WOLYNEC 2002).

Para haver corrosão é necessário que o potencial de equilíbrio da reação catódica seja maior do que o potencial de equilíbrio da reação anódica (WOLYNEC 2002). Um metal que sofre corrosão em dada solução assume um potencial característico, designado como potencial de corrosão. Se por um processo qualquer ocorra uma mudança no ponto de equilíbrio do sistema corrosivo (alteração do potencial), diz-se que o eletrodo sofreu polarização. A medida direta desse potencial (potencial em circuito aberto – OCP) pode ser realizada com relação a um eletrodo de referência (E_r). As curvas de polarização experimentais representam a relação entre o potencial de eletrodo aplicado e a correspondente corrente média no potencióstato.

3 METODOLOGIA

Neste item são descritos os materiais e métodos utilizados no presente trabalho, sendo dividido em: preparação das amostras, tratamento de oxidação por plasma bipolar pulsado, caracterização micro-estrutural da amostra e medidas de resistência à corrosão através de ensaios eletroquímicos.

3.1 MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras de aço ABNT 1006, com 0,6 mm de espessura, foram obtidas de chapas de aço elétrico, utilizadas em núcleos de motores elétrico. Foram utilizadas chapas com grãos da ordem de 100 μ m e composição química fornecida pelo fabricante, sendo: Fe = 99,43 – 99,75%, C = 0,08% máx., Mn = 0,35% máx., P = 0,04% máx., Si = 0,05% máx.

Previamente ao processo de oxidação por plasma foi realizado o tratamento de superfície de jateamento com micropartículas de vidro de 80 μ m em seis amostras. Este tratamento foi aplicado em diferentes regiões da amostra com o intuído de criar diferentes níveis de deformação plástica na superfície. Através do tratamento prévio de jateamento são produzidas micro deformações superficiais na amostra, o que produz defeitos cristalinos e facilita a difusão do oxigênio, formando uma camada superficial de óxido mais uniforme. As amostras foram jateadas com diferentes números de passes do jato pela mesma região da amostra, a saber: 2, 3, 4 e 6 passes. A velocidade de varredura foi de 1cm/s, sendo que as partículas foram aceleradas através de um fluxo de ar comprimido sob pressão inicial de 10atm. As amostras não jateadas foram lixadas com diferentes granulometrias (100, 220, 320, 400, 600 e 1200) e posteriormente foram oxidadas utilizando uma fonte ABiPPS. As amostras foram tratadas em duas configurações de eletrodos: 1- Potencial Flutuante (PF), no qual a amostra fica eletricamente isolada e imersa na região do plasma; 2- Potencial Catódico (PC), no qual convenciona-se que a amostra fica polarizada negativamente e funciona como cátodo da descarga, embora cátodo e ânodo estejam alternando a cada inversão de pulso da fonte. Em ambas as configurações o tempo de tratamento foi de 2,00 horas, mantendo-se pressão e temperatura constantes a 0,5Torr e 350°C, respectivamente. O gás de trabalho utilizado para geração de plasma foi oxigênio (O₂) e uma mistura de O₂ (20%) e Ar (80%). A tabela 2 apresenta um resumo dos parâmetros e configurações de tratamento utilizadas.

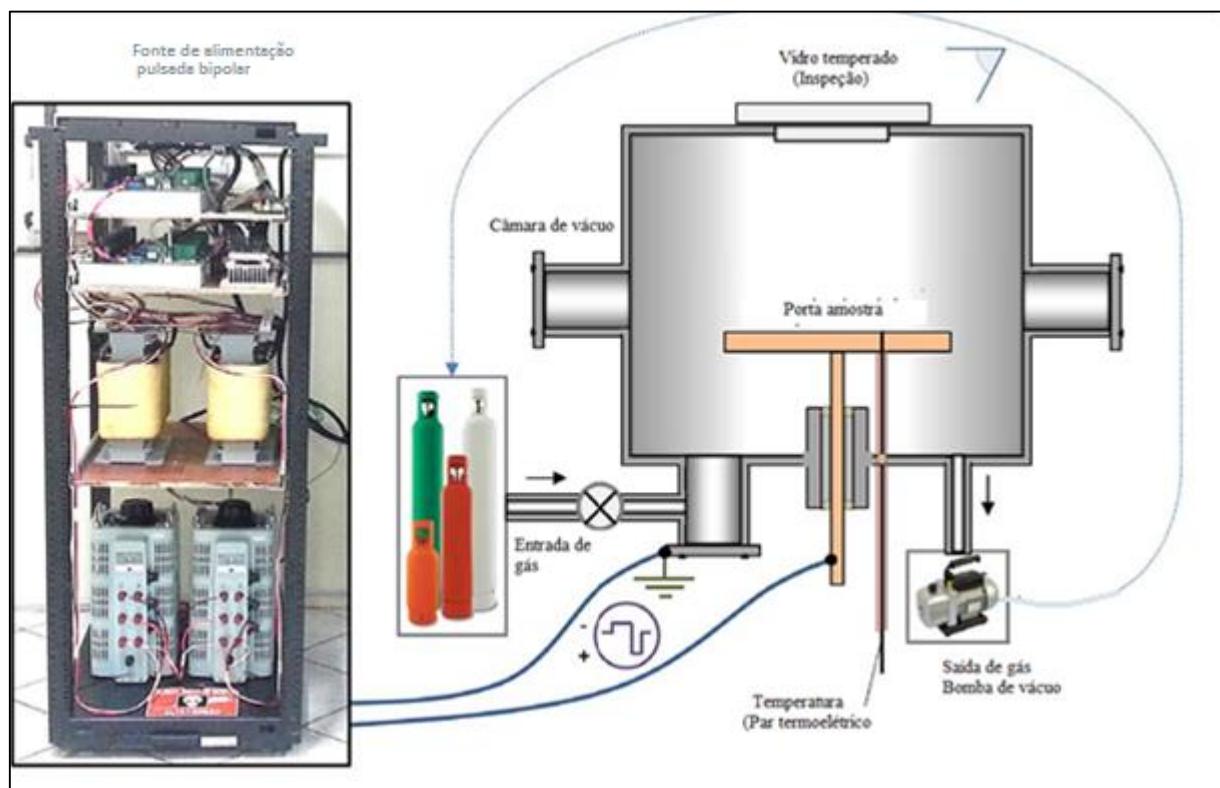
Tabela 2- Configurações de tratamento

Disposição das amostras	Gás de trabalho	Tempo (h)	Temperatura (°C)	Pressão (Torr)
Potencial Catódico	O ₂	2	350	0,5
	O ₂ + Ar			
Potencial Flutuante	O ₂			
	O ₂ + Ar			

Fonte: O Autor (2021).

A Figura 13 ilustra o reator de plasma utilizado, bem como a fonte de alimentação. O reator utilizado possui 30cm de diâmetro por 30 cm de altura. Antes de iniciar o tratamento, a pressão no reator foi reduzida utilizando uma bomba de vácuo, para a limpeza do mesmo. Posteriormente foi inserido o gás de trabalho, atingindo então a pressão de 0,5 Torr.

Figura 13 - Reator de plasma e fonte de alimentação



Fonte: SCHOLTZ, FONTANA e MEZAROBA (2018).

As amostras foram inicialmente tratadas a 500°C e 400°C por 2 horas cada em plasma de O_2 . A temperaturas iniciais para os testes foram definidas com base na literatura de referência (ABDALLA, 2006; BASSO, 2007; FONTANA, 1991). Porém, observou-se que a camada de óxidos não aderiu a superfície. A partir deste primeiro resultado preliminar, as amostras foram tratadas então a 350°C por 2 horas. Nessas condições a camada de óxido permaneceu aderida à superfície da amostra. A tabela 3 mostra os parâmetros e configurações do tratamento, onde SPO representa as amostras em que não foi realizado a oxidação por plasma.

Tabela 3 - Parâmetros e configurações de oxidação

Nomenclatura da amostra	Composição do gás de trabalho	Temp. (°C)	Temp o (h)	Parâmetros ABiPPs		
				$-V_{cn}$	$-V_{ln}$	V_{cp}
PC- O_2	100% O_2	350	2	1380	224	552
PC- O_2+Ar	20% $O_2 + 80% Ar$			1460	260	420
PF- O_2	100% O_2			744	192	464
PF- O_2+Ar	20% $O_2 + 80% Ar$			776	192	408
Jateadas-PC- O_2	100% O_2			1360	220	550
SPO	-			-	-	-

Fonte: O autor (2021).

Após o término do processo, as amostras resfriaram ainda sob vácuo dentro do reator, até atingir temperaturas suficientemente baixas para a abertura da câmara.

3.2 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DAS CAMADAS OXIDADAS

As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de raios-X por Dispersão de Energia (EDS) e difração de raios-X (DRX). A resistência à corrosão foi analisada através do ensaio de polarização potenciodinâmica e espectroscopia de impedância eletroquímica em solução de 3,5% KCl.

3.2.1 Ensaio de polarização potenciodinâmica

Em materiais metálicos a corrosão se dá pela reação da amostra com o meio em que está inserida. Como citado anteriormente, essa reação resulta de um fluxo de elétrons devido a diferença de potencial entre o metal e a solução em que está inserido. As curvas de polarização são de extrema importância para o estudo do comportamento da corrosão nos materiais. A partir de seus resultados é possível avaliar a capacidade da camada de óxidos, gerada a partir do tratamento de plasma, mitigar os efeitos da corrosão.

Através do ensaio potenciodinâmico é possível avaliar as propriedades eletroquímicas da amostra frente a uma determinada solução de trabalho pela observação do comportamento da densidade de corrente com a polarização do eletrodo de trabalho (BASSO, 2007).

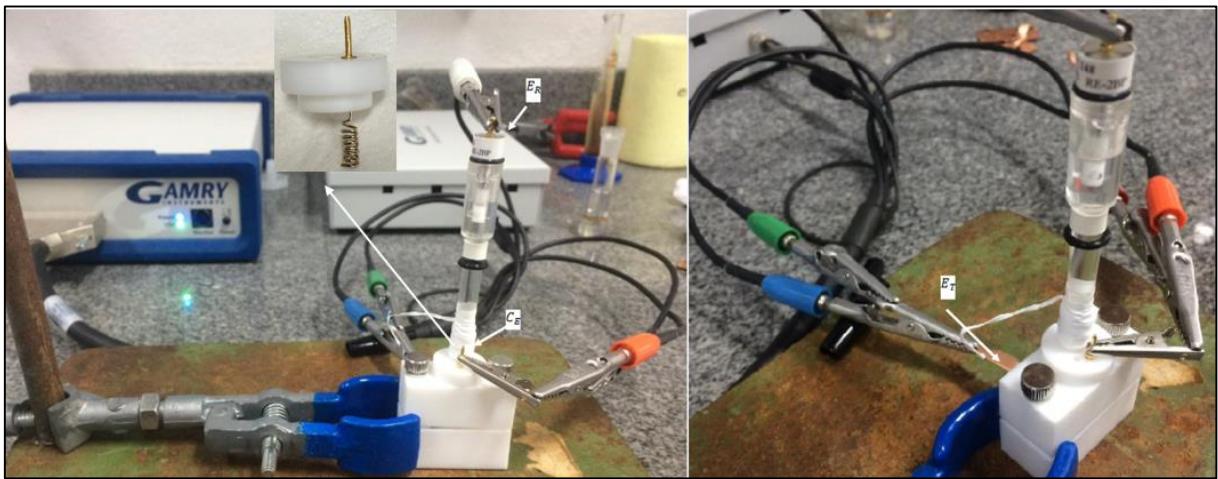
A técnica potenciodinâmica consiste em traçar uma curva de polarização (corrente versus tensão), sendo que o metal a ser testado funciona como um dos eletrodos (eletrodo de trabalho) em contato com a solução eletrolítica. O potenciómetro é usado como fonte externa, cuja principal característica é a capacidade de impor ao eletrodo de trabalho o potencial de eletrodo desejado com velocidade de varredura de mV/s. A forma geral da curva potenciodinâmica é uma indicação do comportamento de corrosão do corpo de prova na solução teste.

A análise é feita observando o comportamento da densidade de corrente a partir da variação do potencial do eletrodo de trabalho, por meio de um potenciómetro, no sentido catódico para o anódico, em relação a um eletrodo de referência.

Para cada valor do potencial imposto, o sistema demanda certa corrente que é suprida pelo próprio potenciómetro, e assim, avaliam-se as propriedades eletroquímicas da amostra (MITTELSTADT, 1993).

A análise de resistência à corrosão foi realizada através do ensaio de polarização potenciodinâmica, utilizando um potenciómetro Gamry 1010e em uma célula com três eletrodos, são eles: eletrodo de trabalho “ E_T ”, contra eletrodo de platina “ C_E ” e E_R de calomelano. Tanto o E_T como o C_E e o E_R devem ser imersos na solução e conectados ao potenciómetro. A Figura 14 apresenta a célula eletroquímica desenvolvida para utilização no ensaio de polarização potenciodinâmica.

Figura 14 – Célula eletroquímica

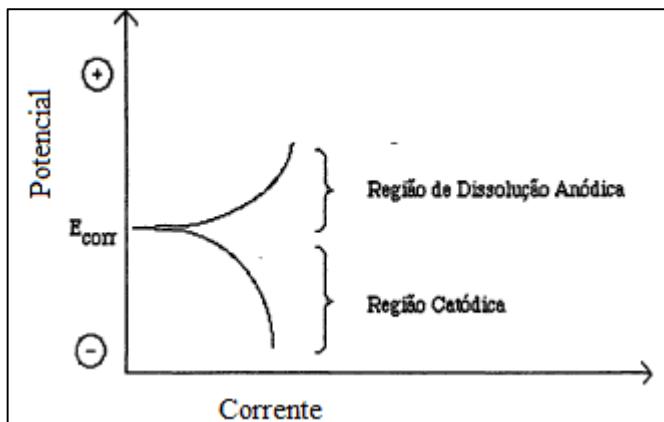


Fonte: O autor (2021).

O processo de medida tem início quando o potenciómetro aplica uma diferença de potencial na superfície da amostra (E_T), sendo medido no meio de interesse, usando um contra eletrodo inerte. O fluxo de elétrons fornecido pelo potenciómetro causa uma mudança no potencial do metal que antes exibia valor referente ao circuito aberto, ou seja, quando não existia fluxo de corrente. O E_R é utilizado para medir o novo potencial de eletrodo.

São medidos o potencial da amostra (E_T) versus o E_R e a corrente que flui entra a amostra e o contra eletrodo. O resultado é uma curva de polarização do potencial da amostra *versus* a corrente aplicada (MITTELSTADT, 1993). A variação do potencial ocorre tanto em sentido anódico como em sentido catódico. Partindo de um potencial estacionário, faz-se uma varredura potenciodinâmica anódica (no sentido positivo), a uma velocidade de varredura constante até certo limite de potencial. Então o sentido da varredura é invertido para o sentido catódico. A Figura 15 ilustra uma curva de polarização potenciodinâmica típica.

Figura 15- Curva de polarização potenciodinâmica



Fonte: Adaptado de MITTELSTADT (1993).

O eletrólito utilizado foi uma solução aquosa de 3,5 % KCl. Diversos eletrólitos são utilizados na literatura para a realização do ensaio, como por exemplo, NaCl e HCl, sendo o Cl o elemento que propiciará a corrosão (BOUANIS ET. AL, 2009; MITTELSTADT, 1993). O comportamento face à corrosão de um dado material depende do meio e das condições de exposição, assim como das condições do corpo de prova. Em geral a escolha de determinado meio corrosivo ou envolve a intenção de reproduzir o ambiente de trabalho ao qual o material vai ser submetido ou então pode-se escolher o meio tal que ele represente a situação mais agressiva à qual o material consegue suportar (MITTELSTADT, 1993).

No momento em que o E_T entra em contato com a solução, sua superfície começa a reagir com o meio até que atinja um potencial de equilíbrio (potencial de corrosão). A tensão foi estabilizada em potencial de circuito aberto (OCP) por 3,00 minutos e, em seguida, foram traçadas as curvas de polarização, com velocidade de varredura de 1.0 mV/s variando a faixa de potencial de -100 mV a 100 mV com relação ao OCP (DÍAZ-GUILLÉN *et al*, 2012; SPEDO, 2018). Após o ensaio as amostras foram limpas com álcool isopropílico.

Pode se dizer que os potenciais de circuito aberto obtidos após 3,00 minutos não correspondem a dados do sistema eletroquímico em equilíbrio absoluto, tratando-se apenas do registro da condição após 3,00 minutos de imersão do eletrodo de trabalho na solução.

Em geral, se obtém as curvas anódicas para obter informações sobre o processo de oxidação e as catódicas para obter informações sobre a espécie que está se reduzindo e provocando a corrosão.

3.2.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

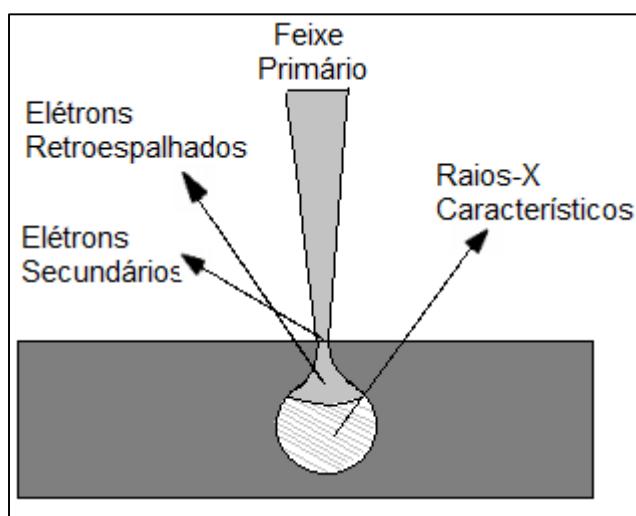
O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um instrumento que fornece informações sobre a morfologia, microestrutura, espessura e composição química de uma amostra (ZHOU, 2006).

O MEV produz imagens com alta resolução da superfície de uma amostra, com ampliação de até 300.000 vezes.

O princípio de um microscópio eletrônico de varredura é baseado na emissão de um feixe de elétrons, gerados a partir de um filamento metálico de pequeno diâmetro. Os elétrons são acelerados e incidem sobre a amostra, ponto a ponto, varrendo sua superfície. A interação do feixe de elétrons com a amostra gera diversos tipos de sinais emitidos, que são utilizados para a formação de imagens. Dentre os sinais emitidos, os mais utilizados para obtenção da imagem são originários dos elétrons secundários e/ou dos elétrons retroespalhados (DEDAVID, 2007).

Os elétrons secundários resultam da interação inelástica do feixe eletrônico com a amostra. Estes elétrons resultantes são de baixa energia (< 50eV), e formarão imagens com alta resolução. Já os elétrons retroespalhados, por definição, possuem energia que varia entre 50eV até o valor da energia do elétron primário. Os elétrons retroespalhados de alta energia são resultantes de uma colisão elástica com os núcleos dos átomos constituintes da amostra (ROVANI, 2010), como demonstra a Figura 16.

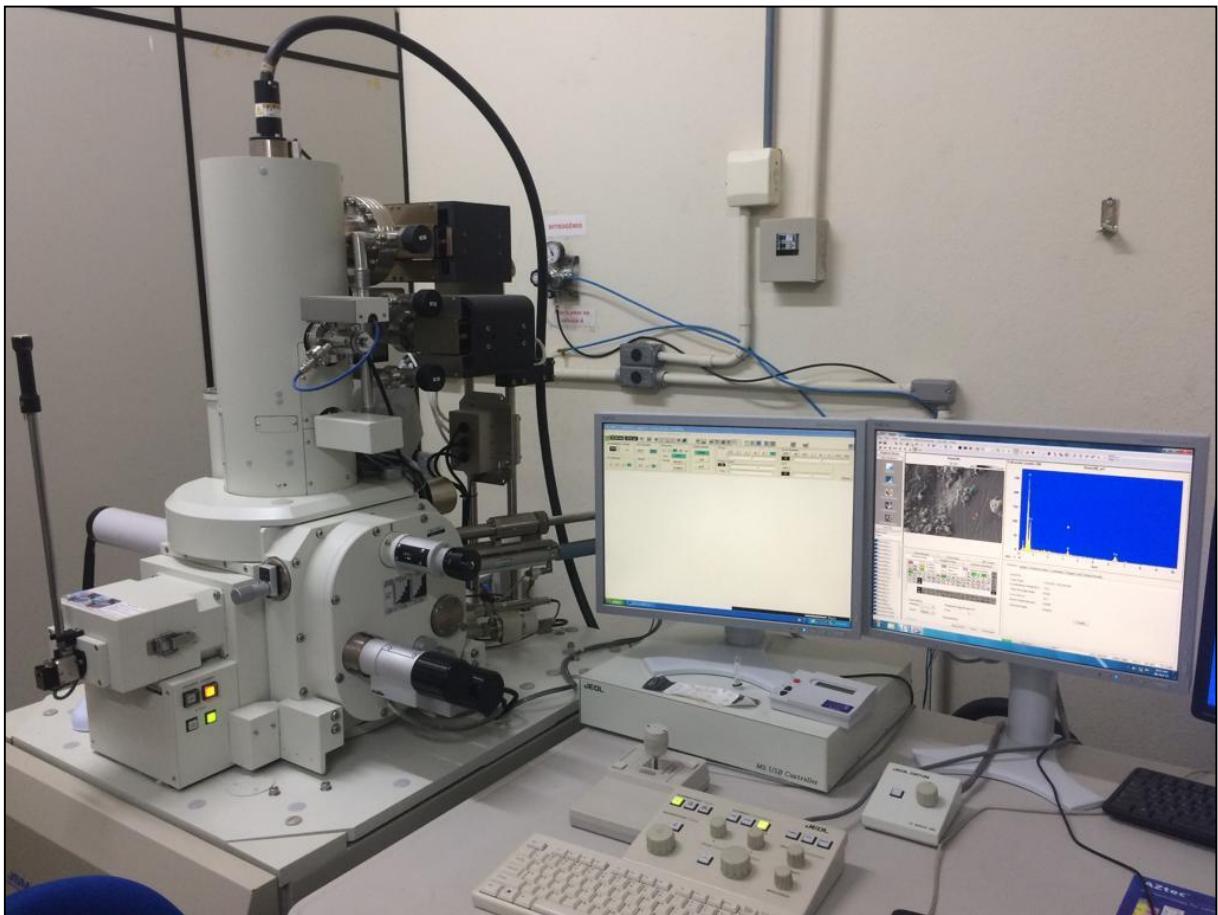
Figura 16 - Volume de interação e origem de alguns sinais



Fonte: Adaptado de MALISKA (2020).

Os elétrons secundários são usados principalmente para contraste topográfico no MEV, isto é, para a visualização da textura e rugosidade da superfície, enquanto os elétrons retroespalhados fornecem informações compostionais (ZHOU, 2006). A Figura 17 apresenta o microscópio eletrônico de varredura utilizado, modelo JSM-6701F, de fabricação da JEOL LTD, operando a 10kV com aumento de até 1000x.

Figura 17 - Microscópio eletrônico de varredura



Fonte: O autor (2021).

3.2.3 Espectroscopia de raios-x por dispersão de energia (EDS)

Espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS) é uma técnica de análise realizada por um equipamento acoplado ao MEV. A técnica EDS baseia-se na medição da energia de raios-X característicos emitidos da amostra em resposta a interação do feixe de elétrons com ela (Figura 18). Tal artifício possibilita medir a energia dos raios-X emitidos, permitindo a identificação dos elementos químicos presentes na amostra (análise qualitativa) e sua abundância (análise quantitativa) (NASROLLAHZAD, 2019; EHRODRIGUES, 2010).

Cada elemento possui uma estrutura atômica única, de modo que os raios X emitidos são característicos desta estrutura, possibilitando a identificação do elemento que é medido pelas intensidades dos picos em seu espectro de emissão (MEHRBAN; BOWEN, 2017).

A precisão das análises por EDS pode ser afetada por inúmeras razões, desde a absorção dos raios X pela janela em frente ao detector até elementos com picos sobrepostos. Além disso, os raios X podem ser gerados por qualquer átomo na amostra que seja suficientemente excitado pelo feixe de entrada. Estes raios-X são emitidos em qualquer direção, e assim eles podem se perder na amostra (TOMIELLO, 2010).

3.2.4 Microscopia ótica

O microscópio ótico, modelo BX53M de fabricação da OLYMPUS (Figura 18) é um equipamento utilizado para ampliar e observar a superfície das amostras. O funcionamento do microscópio ótico baseia-se na emissão de um feixe de luz visível e um sistema de lentes de vidro que ampliam a imagem da amostra através do ajuste de seus componentes. Pode-se ajustar a intensidade da luz emitida, o fator de ampliação da imagem com relação a amostra real (ampliações de 10 à 500x) e o foco, garantindo assim uma melhor resolução da imagem ampliada.

Figura 18 - Microscópio ótico



Fonte: O autor (2021).

A preparação da amostra a ser analisada é de extrema importância, pois a geração da imagem é baseada na reflexão da luz, assim a amostra deve estar o mais plana possível, garantindo que as reflexões sejam oriundas de características superficiais da amostra, como por exemplo o contorno de grãos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos do ensaio de polarização potenciodinâmica. Para tal, as chapas foram analisadas por meio de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de raio-X por dispersão de energia.

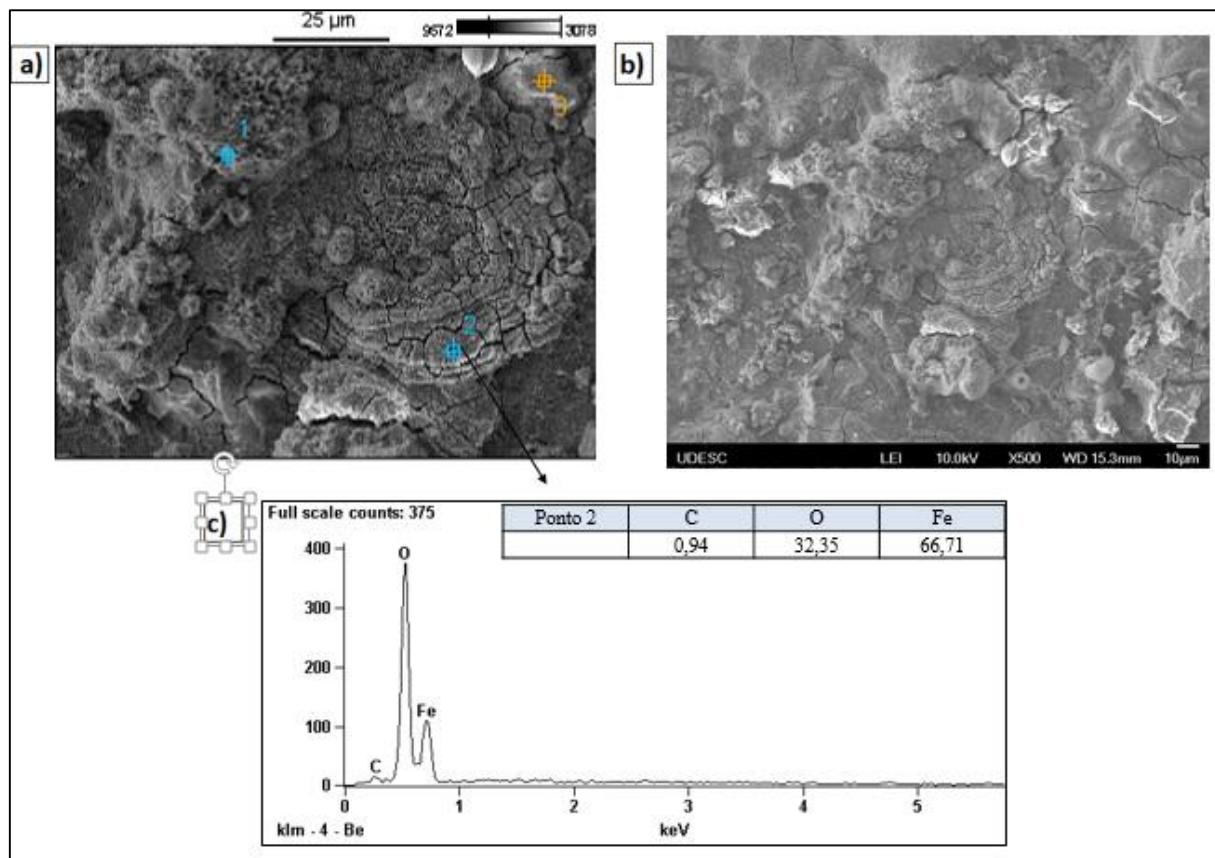
4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

A superfície das amostras, tratadas em condições variadas de oxidação à plasma, foram analisadas por MEV e EDS após a realização do ensaio de polarização potenciodinâmico, a fim de investigar a microestrutura das superfícies devido à corrosão. A partir do MEV obtemos as imagens da superfície da amostra e com o EDS temos uma estimativa de sua composição química em peso.

Todas as imagens apresentadas nesta seção, referem-se às superfícies analisadas após o ensaio de polarização potenciodinâmica. As imagens de MEV são apresentadas juntamente com o resultado de EDS de alguns pontos da superfície das amostras. De uma forma geral observa-se uma pequena variação na composição química das amostras nos diferentes pontos observados. Além disso, observa-se a presença de Cl e K na superfície das amostras. Estes elementos são oriundos do ensaio potenciodinâmico e, não interferem nos resultados obtidos. A caracterização das amostras por MEV e EDS foram realizadas um dia após o ensaio potenciodinâmico. Podemos observar também a presença de Si, que pode ser oriundo da própria composição química da chapa e dos processos de preparação como lixamento e jateamento.

A Figura 19 apresenta uma micrografia do produto de corrosão acumulado sobre a superfície de uma amostra sem oxidação por plasma, bem como uma estimativa da sua composição química em peso (%) após ensaio eletroquímico com polarização potenciodinâmica. Observa-se que o processo de corrosão na superfície do aço é bastante acentuado, ocasionando uma corrosão generalizada.

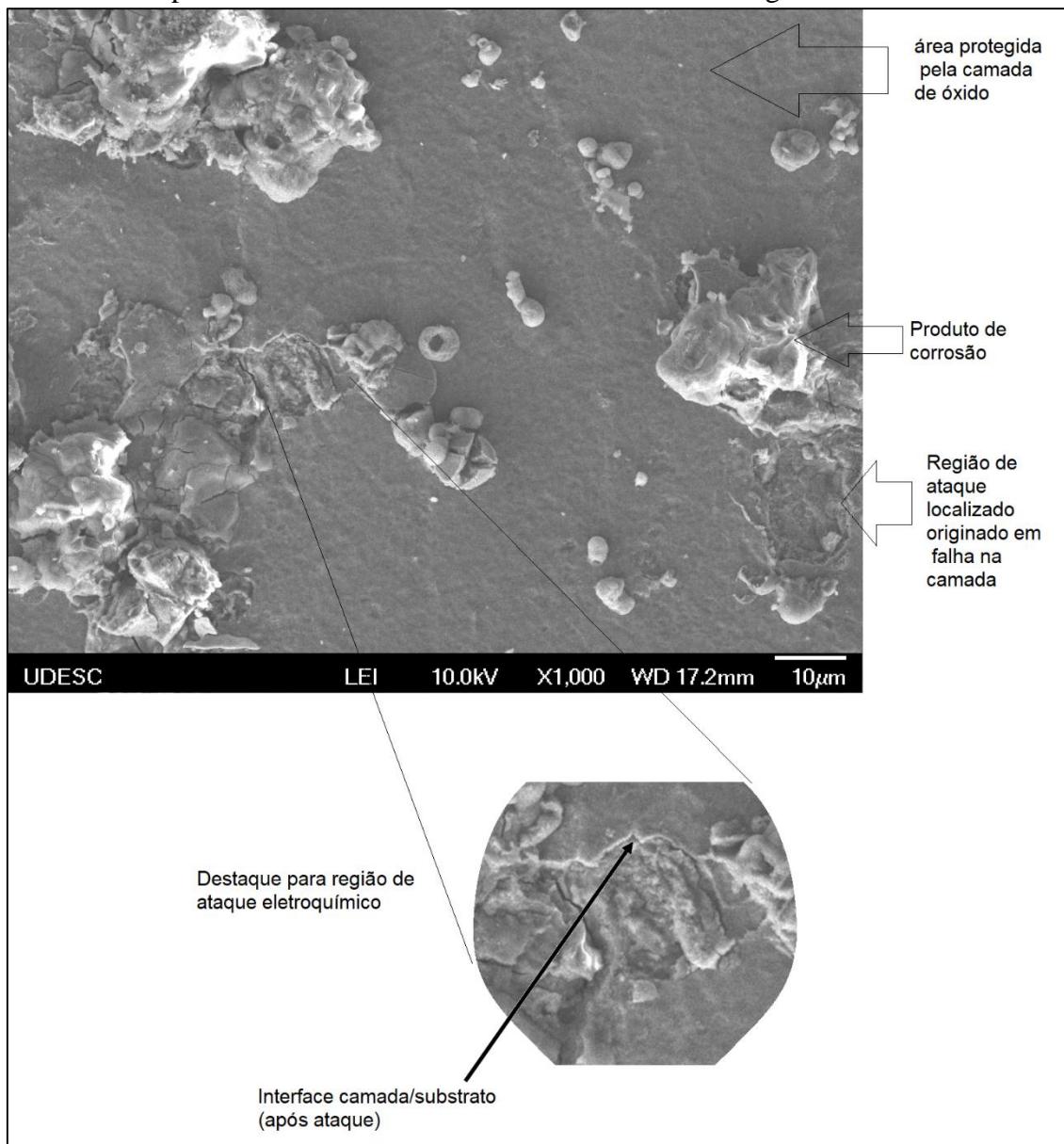
Figura 19 - Amostra SPO: a) e b) região com acúmulo de produto de corrosão; c) Espectro EDS indicando a presença de C, O, Fe no produto da corrosão



Fonte: O autor (2021).

Observa-se que após realizado o tratamento de oxidação por plasma pulsado bipolar, ocorre uma mudança significativa na morfologia das amostras. Analisando os resultados via MEV podemos observar a formação de um filme de óxido na superfície das amostras. Em ambas as configurações de tratamento observa-se a formação de um filme de óxido uniforme, mas que pode apresentar fissuras na camada. Essas fissuras são pontos em que o eletrólito entra em contato com o metal. Após o ensaio eletroquímico aparecem regiões de corrosão localizada como ilustra a figura 20 abaixo. Além disso, o próprio ensaio potenciodinâmico pode gerar pontos frágeis na estrutura, que se quebram devido à formação de óxidos por reação com a solução (LEYVA *et al*, 2012; RANGEL, 2011).

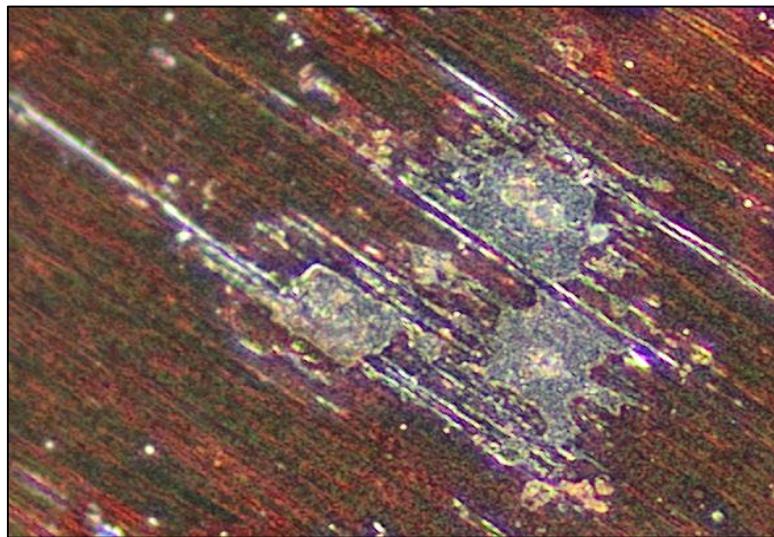
Figura 20 - Superfície da amostra oxidada por plasma ABiPPS, após ensaio de corrosão eletroquímico. Observa-se que ocorre corrosão localizada, a qual inicia em possíveis falhas na camada. Não ocorre corrosão generalizada



Fonte: O autor 2021).

A Figura 21 mostra uma micrografia obtida por microscopia óptica, na qual é possível visualizar uma área grande de ataque corrosivo, após o ensaio eletroquímico, corroborando com o exposto acima. A corrosão inicia em uma falha na camada e se propaga através da interface camada/substrato.

Figura 21 - Corrosão localizada de uma amostra oxidada em PC com oxigênio



Fonte: O autor (2021).

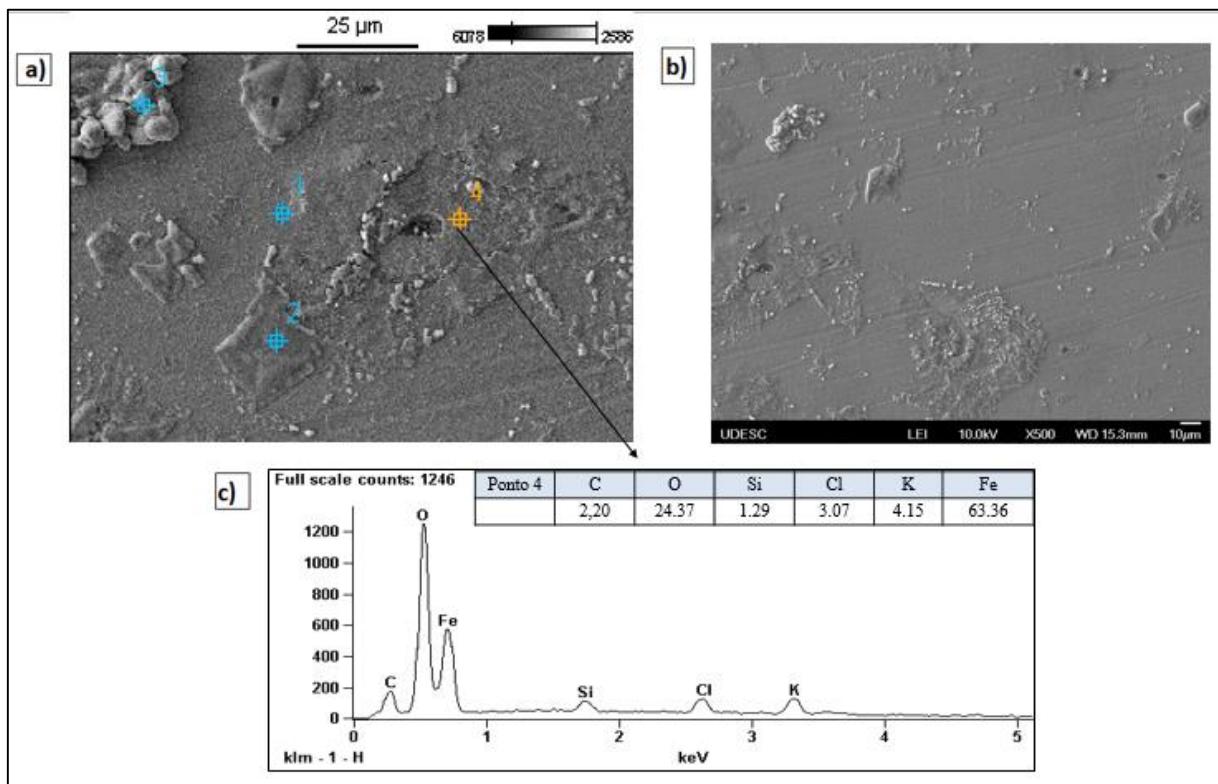
4.1.1 Amostras tratadas em plasma de oxigênio e argônio

As Figuras 22 e 23 mostram o resultado de MEV com aumento de a) 500x e b) 100x. Os resultados de EDS são apresentados na Figura 24 c) e na Figura 25 c), para as amostras tratadas através de plasma ABiPPS, com gás de trabalho de O₂ + Ar em PC e PF, respectivamente.

Os resultados de EDS, Figura 22 c) e Figura 23 c), foram obtidos a partir de diferentes pontos da amostra. Podemos observar a presença de sais de KCl dissolvidos através dos picos de Cl e K observados no espectro de EDS. Tais elementos são oriundos da solução usada no ensaio eletroquímico. O sal KCl dissolvido em água (3,5%) cristalizou sobre a superfície da amostra após o ensaio, devido à evaporação da água, formando pequenas partículas sobre a superfície da amostra. A Figura 22 c) indica a presença de Si, que pode ser oriunda da própria composição química da amostra, ou, proveniente de impurezas originadas no processo de lixamento das amostras. Em ambas as configurações de tratamento observa-se intensos picos de oxigênio na camada. No entanto, as concentrações de oxigênio nas camadas de óxido variam com a configuração de eletrodo utilizada (PC ou PF). Podemos observar também uma maior concentração de C nas amostras tratadas em PC. As amostras tratadas em PC sofrem colisões mais energéticas das partículas do plasma, fazendo com que a temperatura na superfície seja mais alta que nas amostras tratadas em PF, assim a formação da camada de óxido ocorre mais

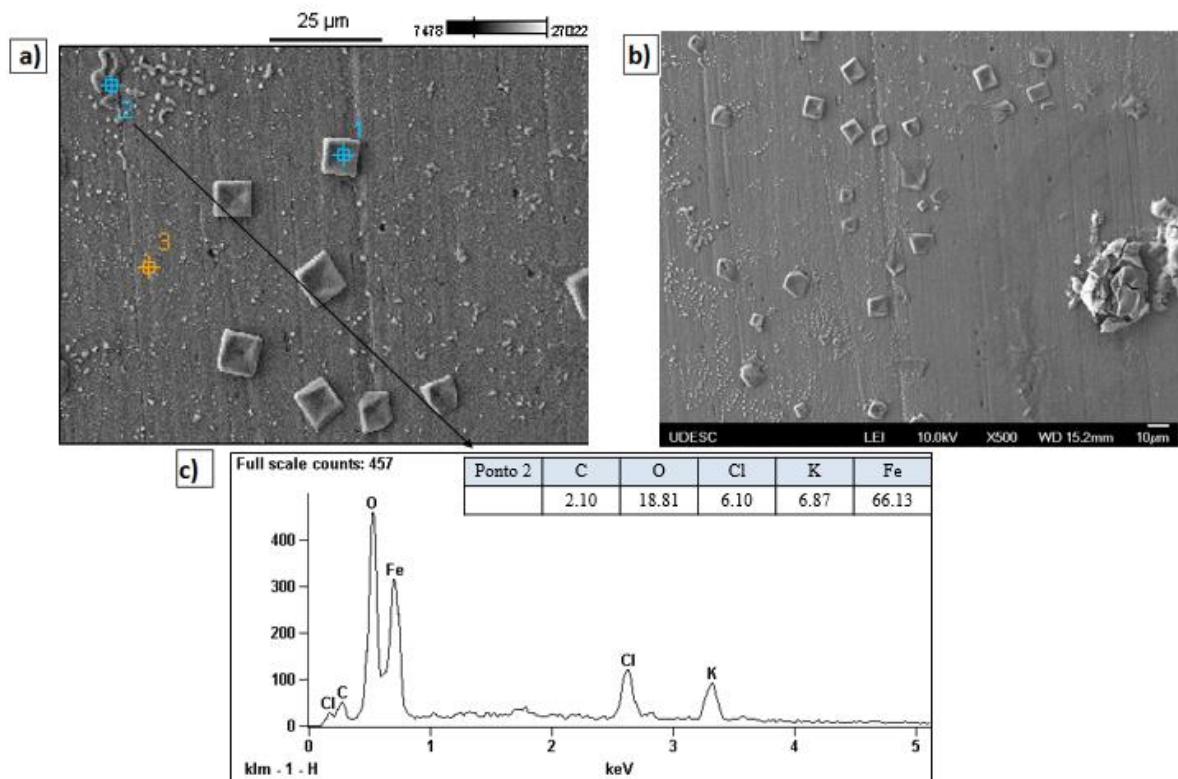
rápido, fazendo com que a camada de óxido atue como uma barreira para a difusão do carbono, o que causa uma maior concentração de C na camada (FIN, 2021).

Figura 22 - Amostra oxidada em PC com oxigênio e argônio a) Resultado de MEV com aumento de 1000x; b) Resultado de MEV com aumento de 500x; c) Resultado de EDS.



Fonte: O autor (2021).

Figura 23 - Amostra oxidada em PF com oxigênio e argônio a) Resultado de MEV com aumento de 1000x; b) Resultado de MEV com aumento de 500x; c) Resultado de EDS.



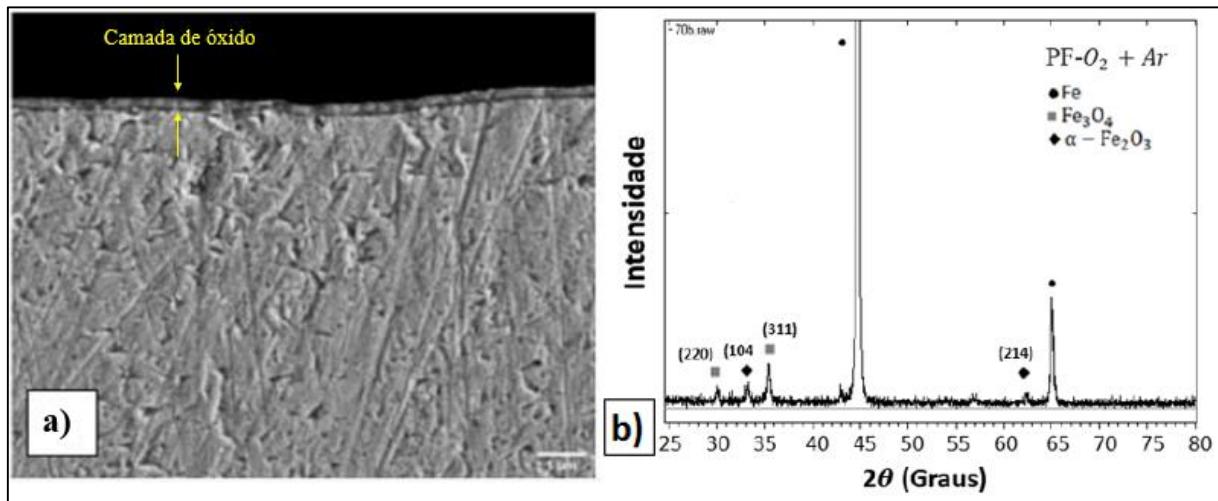
Fonte: O autor (2021).

Nas Figuras 22 a-b) e 23 a-b) pode-se observar a formação de uma camada homogênea. Embora ambas as configurações apresentem pontos de corrosão localizada, a amostra oxidada em PF (Figura 23 a-b) apresenta uma camada mais uniforme.

Resultados obtidos por FIN, 2021, mostram que durante o tratamento em potencial flutuante as camadas são menos espessas. Essa menor espessura é atribuída ao bombardeamento menos energético da superfície, através de íons e elétrons do plasma, durante o tratamento. Assim a difusão de átomos é mais lenta, formando uma camada mais uniforme de óxido e menos espessa.

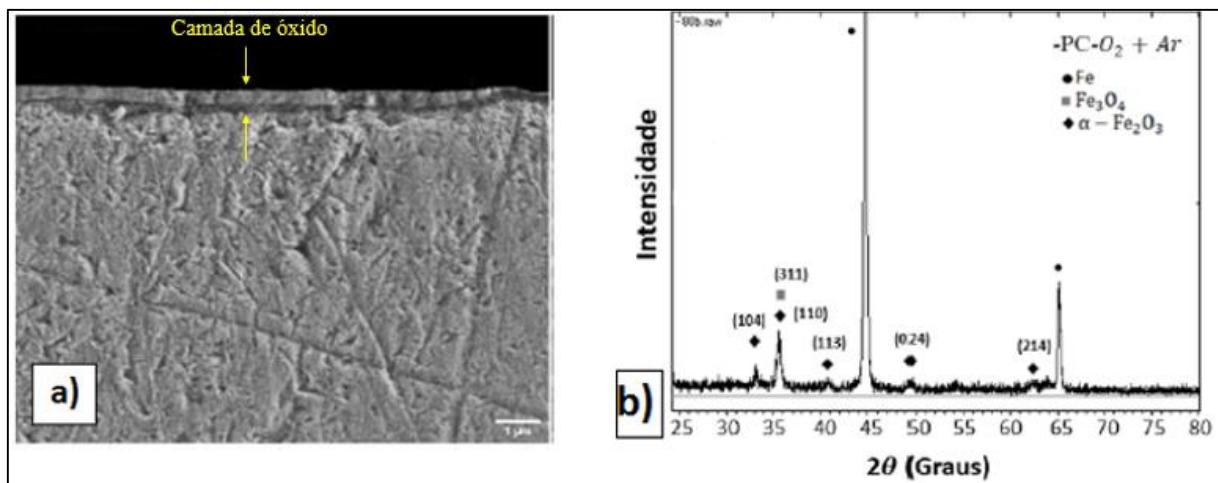
As Figuras 24 e 25 mostram a micrografia da seção transversal da amostra obtida através de MEV, destacando a espessura da camada de óxido, e os respectivos espectros de DRX das amostras oxidadas em PF e PC, respectivamente

Figura 24 - Imagens obtidas através de a) MEV; b) DRX; da amostra oxidada em PF – O₂+Ar



Fonte: Adaptado de Fin (2021).

Figura 25 - Imagens obtidas através de a) MEV; b) DRX; da amostra oxidada em PC- O₂+Ar



Fonte: Adaptado de Fin (2021).

Quando analisada a espessura da camada de óxido, observa-se uma pequena variação nas medidas em configuração de PC e PF, sendo 0,34 μm e 0,21 μm respectivamente. Essa diferença na espessura em ambos as configurações de tratamento podem estar relacionada à difusão mais lenta dos átomos no tratamento em PF. Além disso, no tratamento em PC o bombardeamento das espécies é mais intenso, facilitando a formação de camadas mais espessas.

As análise de DRX apresentadas por FIN (2021), mostram as diferentes fases cristalinas formadas nos diferentes processos de oxidação por plasma. Para a amostra tratada em PF (Figura 24 b), temos picos de magnetita (Fe₃O₄), que é um óxido semicondutor e hematita (α-

Fe_2O_3) que é um óxido isolante aparecendo nas análises. Para a amostra tratada em PC (Figura 25 b) os picos são predominantemente de hematita. Os valores de medida da espessura da camada de óxido são encontrados na Tabela 4, assim como os resultados de DRX.

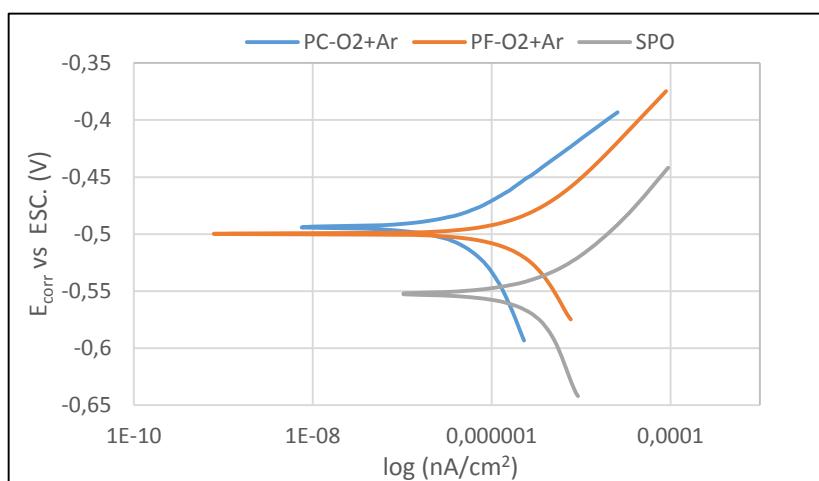
Tabela 4 - Espessura das camadas de óxido e fases cristalinas obtidas por MEV e DRX, respectivamente, para amostras oxidadas em plasma $\text{O}_2 + \text{Ar}$

Amostras	Espessura (μm)	Fase
PC - $\text{O}_2 + \text{Ar}$	$0,34 \pm 0,03$	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$
PF - $\text{O}_2 + \text{Ar}$	$0,21 \pm 0,03$	Fe_3O_4 + $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

Fonte: Adaptado de FIN (2021).

Curvas de polarização potenciodinâmica da amostra sem tratamento de oxidação por plasma e das amostras tratadas em potencial catódico e em potencial flutuante são apresentadas na Figura 26, sendo que o eixo x está em escala logarítmica. Os dados extraídos dessas curvas são listados na Tabela 5, sendo que os dados de corrente referem-se ao ponto final das curvas, à esquerda.

Figura 26 - Curvas de polarização potenciodinâmica das amostras oxidadas em $\text{O}_2 + \text{Ar}$



Fonte: O autor (2021).

Tabela 5 - Dados extraídos da curva de polarização de amostras oxidadas em O₂ + Ar

Amostra	PC-O ₂ +Ar	PF-O ₂ +Ar	SPO
Potencial de OCP (mV)	493,2	474,6	541,7
I (nA)	7,7	0,7	104,3
- E _{corr} (mV)	494,2	499,7	551,9

Fonte: O autor (2021).

Quando um corpo metálico é submerso em um meio corrosivo ambos os processos de oxidação e de redução ocorrem sobre sua superfície. Quando o equilíbrio da reação é perturbado pela aplicação de um potencial externo a velocidade da reação no sentido de oxidação ou redução varia. Tipicamente o metal oxida (é corroído) e o meio (solução) é reduzido. O metal em contato com o líquido assume um potencial (relativo ao eletrodo de referência de calomelano) chamado de potencial de corrosão, E_{corr}. Um corpo de prova no E_{corr} possui ambas as correntes, anódica e catódica, presentes sobre sua superfície. A corrente resultante no sistema é a diferença entre a corrente de oxidação do metal e a corrente de redução da solução.

Um aumento da resistência à corrosão eletroquímica, como um efeito do processo de passivação obtido da oxidação por plasma, é evidenciado pela mudança da curva de polarização potenciodinâmica para valores mais baixos de corrente de polarização e para potenciais mais positivos (DÍAZ-GUILLÉN *et al*, 2012).

Os resultados descrevem que as amostras oxidadas por plasma apresentam uma mudança para maiores potenciais de corrosão e valores de densidade de corrente mais baixos do que a amostra não tratada. Nesse sentido, a formação da camada de óxido aumenta resistência à corrosão, para ambas as configurações de tratamento.

Os dados extraídos da Figura 26, mostram que as densidades de corrente, no ensaio de corrosão, para amostras oxidadas em plasma são da ordem de 10⁻⁹ (A/cm²) enquanto que para a amostra não oxidada a densidade da corrente é da ordem de 10⁻⁷ (A/cm²), representando uma diferença de 2 ordens de grandeza. Densidades de correntes mais altas, sugerem à presença de regiões do filme que são menos resistentes ao ataque das espécies da solução, assim, a amostra está mais suscetível ao ataque das espécies, o que pode dar início ao processo corrosivo (PEREIRA *et al*, 2017). O potencial de corrosão das amostras oxidadas em plasma flutuante e em plasma catódico com relação à amostra não oxidada aumentou de -551,9 mV para -499,7

mV e -494,2 mV, respectivamente. Os valores de potencial de corrosão apresentados na tabela 3 mostram que não há uma variação significativa de potencial entre ambos os tratamentos de oxidação. Entretanto a amostra oxidada em PC apresenta um potencial de corrosão de 5,5 mV maior em relação a amostra oxidada em PF. O aumento do potencial de corrosão pode estar relacionado à espessura da camada de óxido formada durante o tratamento de oxidação por plasma, sendo que, em PC, a camada de óxido formada é mais espessa do que a formada em PF. A película de óxido formada restringe a adsorção de íons da solução eletrolítica, deslocando o potencial e reduzindo a mobilidade da carga portadora na interface metal-eletrólito, que por sua vez protege o substrato da corrosão (SHOKOUHFAR, M et al, 2012). Além disso, a formação da fase cristalográfica no tratamento em PC é preferencialmente da fase hematita, que é uma fase isolante.

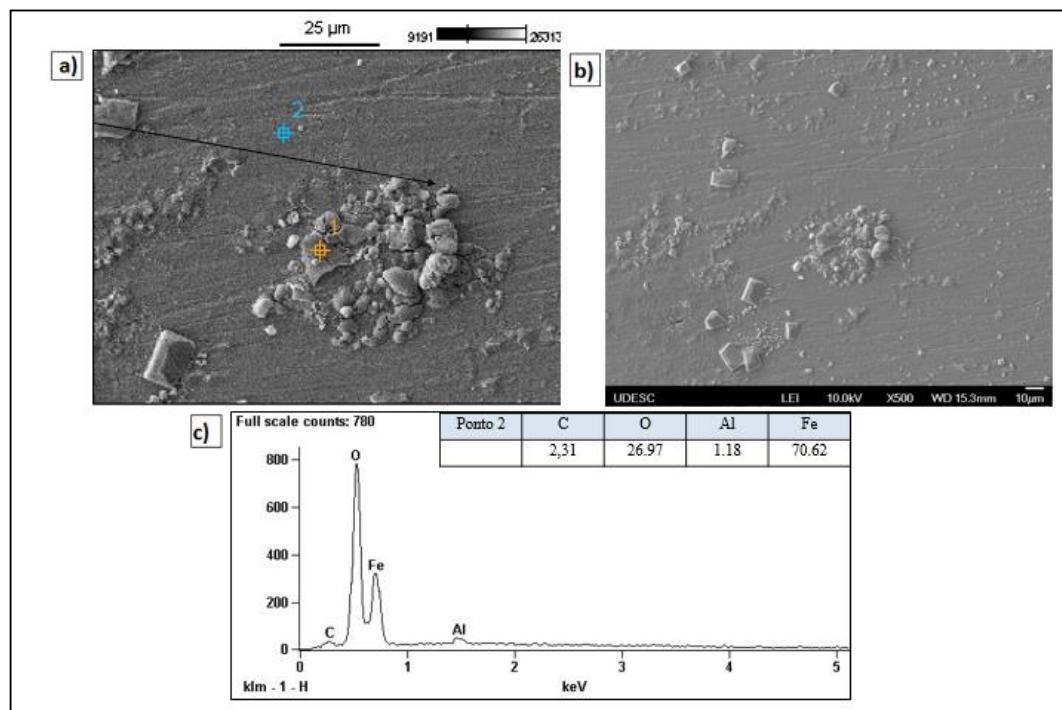
Esses elementos são afetados por uma combinação de características dos filmes de óxido (composição de fase, espessura e imperfeições estruturais) e ambiente de corrosão (natureza e concentração de íons agressivos) (YEROKHIN *et al*, 2000).

4.1.2 Amostras tratadas em plasma de oxigênio

As Figuras 27 e 28 mostram o resultado de MEV com aumento de a) 500x e b) 1000x das amostras oxidadas com O₂, em PC e PF, respectivamente, enquanto as Figuras 27 e 28 b) apresentam os resultados de EDS das amostras.

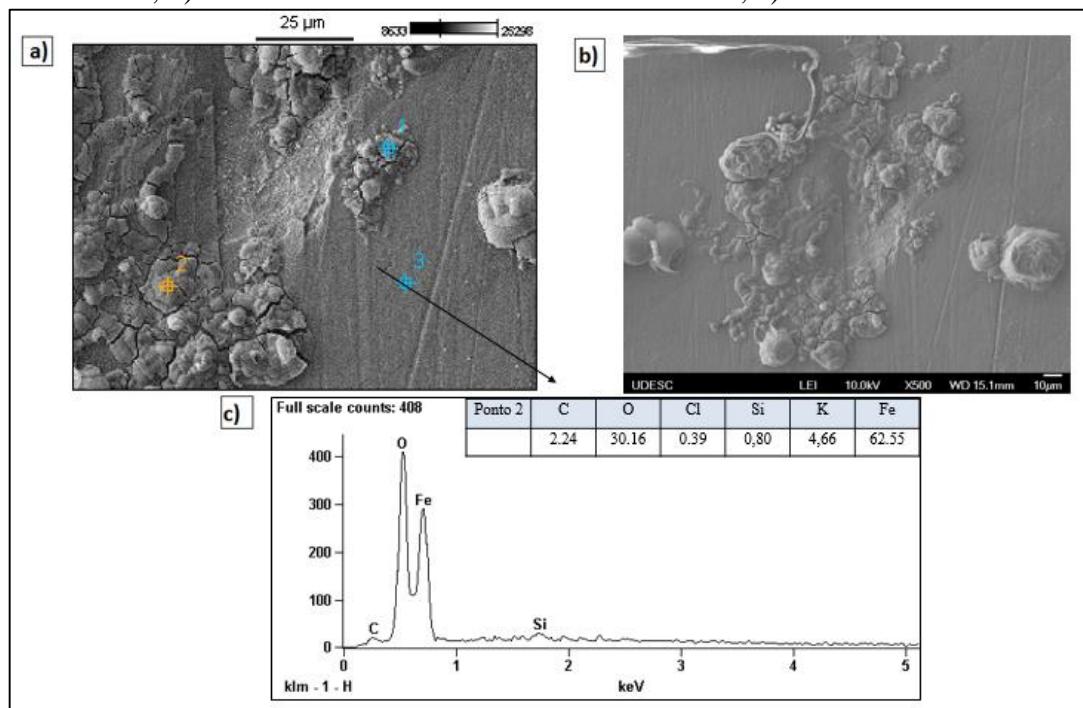
Assim como nas amostras oxidadas com O₂ + Ar, podemos observar na Figura 27 c) e na Figura 28 c) a presença de picos de oxigênio no espectro de EDS das amostras, oriundo do processo de oxidação. Tanto os picos de oxigênio quanto os picos de carbono são semelhantes em ambas as configurações de tratamento, PC e PF. O que podemos observar é que as amostras oxidadas apenas em oxigênio (Figuras 27 e 28) possuem uma maior concentração de carbono do que as amostras oxidadas em O₂ + Ar (Figuras 22 e 23). As amostras tratadas em oxigênio puro, provavelmente, têm a formação da camada mais rápido, fazendo com que a camada de óxido atue como uma barreira para a difusão do carbono.

Figura 27 - Amostra oxidada em PC com oxigênio a) Resultado de MEV com aumento de 1000x; b) Resultado de MEV com aumento de 500x; c) Resultado de EDS.



Fonte: O autor (2021).

Figura 28 - Amostra oxidada em PF com oxigênio a) Resultado de MEV com aumento de 1000x; b) Resultado de MEV com aumento de 500x; c) Resultado de EDS.

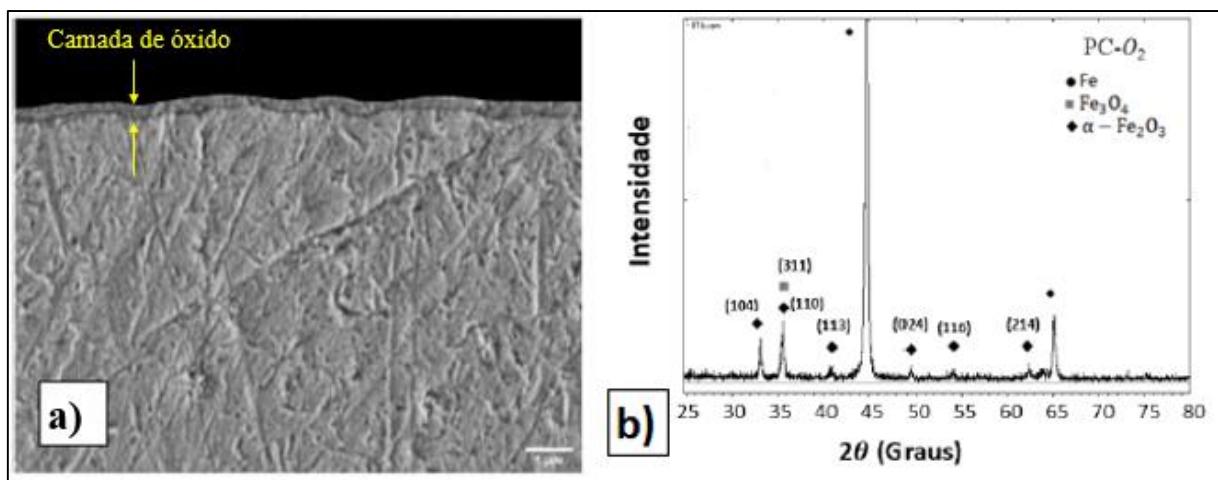


Fonte: O autor (2021).

Assim como as amostras oxidadas com O₂ e Ar, as oxidadas apenas com O₂ apresentam a formação de um filme de óxido uniforme sobre a superfície da amostra. Pode-se observar também a presença de falhas/fissuras na camada de óxido que dá origem à corrosão. Nas Figuras 27 e 28 podemos observar a formação de corrosão por pites, tipo de corrosão localizada, que tem início na fissura da camada e se propaga através da interface camada/substrato rompendo a camada de óxido.

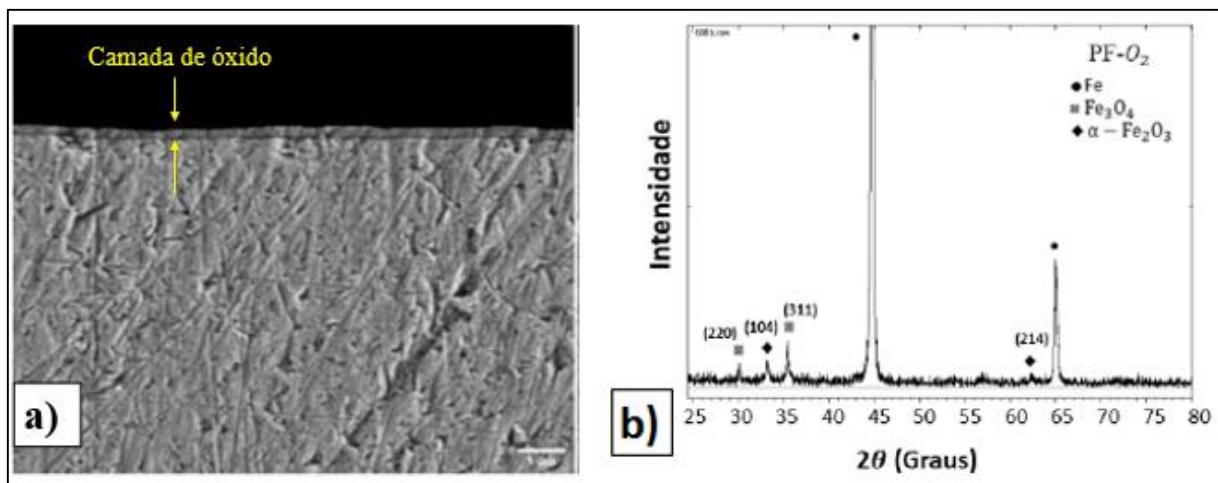
As Figuras 29 e 30 mostram o resultado de MEV, destacando a espessura da camada de óxido, e DRX das amostras oxidadas em PF e PC, respectivamente

Figura 29 - Imagens obtidas através de a) MEV; b) DRX; da amostra oxidada em PC



Fonte: Adaptado de Fin (2021).

Figura 30 - Imagens obtidas através de a) MEV; b) DRX; da amostra oxidada em PF



Fonte: Adaptado de Fin (2021).

A análise das Figuras 29 a) e 30 b) mostra a formação de uma camada uniforme e aderente, no entanto, este resultado pode ser atribuído à região da amostra em que foi analisado, uma vez que as figuras 27 e 28 nos mostram que existem pontos de falha/fissura na camada de óxido formada.

Assim como nos resultados obtidos com gás de trabalho de O₂ e Ar, também não foi verificado uma grande diferença na espessura das camadas formadas a partir da oxidação com gás de O₂. Observa-se uma pequena variação nas medidas em configuração de PC e PF, 0,28 μm e 0,23 μm respectivamente. Aqui, a diferença na espessura da camada de óxido formada em ambas as condições também pode estar relacionada à difusão mais lenta dos átomos no tratamento em PF, formando uma camada menos espessa. Os valores de medida da espessura da camada de óxido são encontrados na Tabela 6, assim como os resultados de DRX.)

Tabela 6 - Espessura das camadas de óxido e fases cristalinas obtidas por MEV e DRX, respectivamente, para amostras oxidadas em plasma O₂.

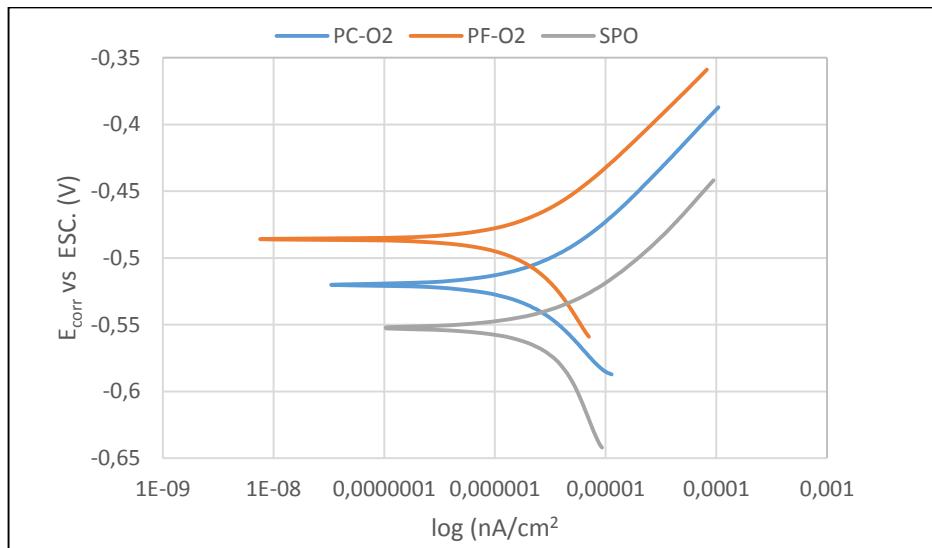
Amostras	Espessura (μm)	Fase
PC - O ₂	0,28 \pm 0,04	α -Fe ₂ O ₃
PF - O ₂	0,23 \pm 0,04	Fe ₃ O ₄ ⁺ α -Fe ₂ O ₃

Fonte: Adaptado de FIN (2021).

Os resultados de DRX obtidos por FIN (2021) demonstram que o tratamento em PC favorece a formação da fase hematita, além da formação de camadas mais espessas de óxido, embora a diferença de espessura da camada seja de 0,05 μm em relação a amostra oxidada em PF.

Resultados de ensaios de corrosão eletroquímica através de polarização potenciodinâmica para amostras tratadas em potencial catódico e em potencial flutuante com gás de trabalho de O₂ são mostradas na Figura 31.

Figura 31 -Curvas de polarização potenciodinâmica das amostras oxidadas com oxigênio, (PC-O₂ e PF-O₂) em comparação com amostra não tratada (SPO).



Fonte: O autor (2021).

O potencial de corrosão E_{corr} e a densidade de corrente derivadas da curva de polarização potenciodinâmica são mostradas na Tabela 7, sendo que os dados se referem ao ponto final das curvas, à esquerda.

Tabela 7 - Dados extraídos da curva de polarização de amostras oxidadas em oxigênio

Amostra	PC-O ₂	PF-O ₂	SPO
Potencial de OCP (mV)	487,1	458,8	541,7
I (nA)	33,4	7,6	104,3
- E_{corr} (mV)	520,2	485,9	551,9

Fonte: O autor (2021).

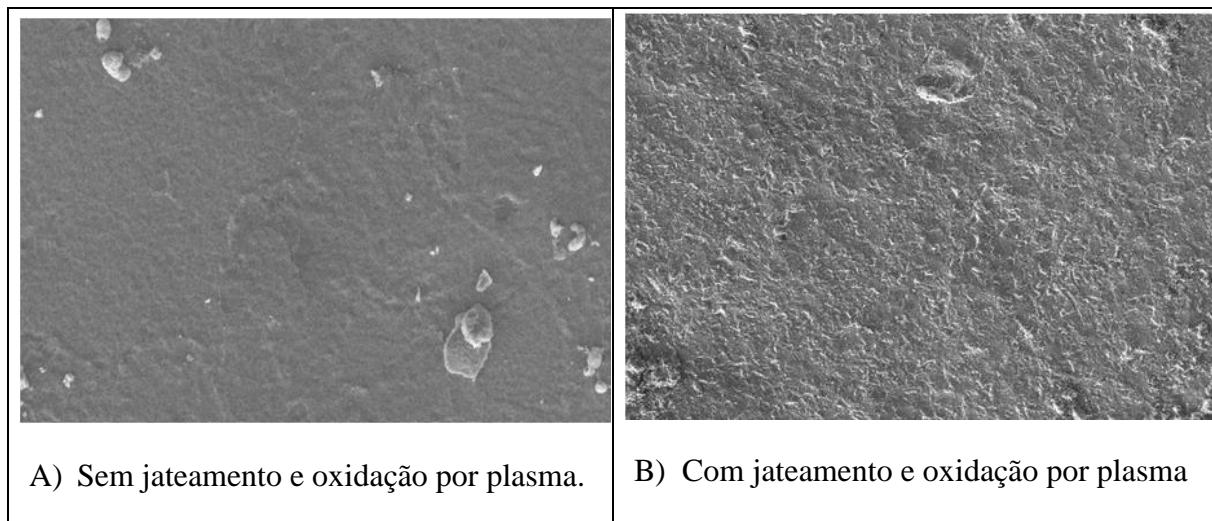
Podemos observar que as amostras oxidadas apresentam maiores potenciais de corrosão e valores de densidade de corrente mais baixos frente a amostra não tratada. Portanto as amostras oxidadas apresentam uma melhora em sua resistência à corrosão após a oxidação, sendo que a amostra oxidada em potencial flutuante apresenta melhor resultado em comparação à amostra a oxidada em potencial catódico. Uma densidade de corrente mais alta pode ser decorrente de reações entre a interface do eletrodo de trabalho/eletrólito, esse efeito pode estar correlacionado a duas hipóteses: 1) A variação do potencial pode causar mudanças na camada de óxido, ocorrendo condução eletrônica através da camada e 2) Ocorrer a quebra localizada da camada de óxido. Já uma densidade de corrente mais baixa pode ser oriunda da formação de

uma camada protetora mais eficiente. Alterações na superfície da amostra durante o ensaio de polarização, podem levar a formação de novos compostos sobre a superfície, tornando-a mais resistente. Pode-se afirmar que a resistência à corrosão é diretamente influenciada pelos parâmetros do processo, tais como, a configuração do eletrodo de descarga e o gás de trabalho. As diferentes configurações de tratamento irão definir as características morfológicas da superfície do óxido, bem como sua resistência à corrosão, uma vez que imperfeições no filme contribuem para uma piora desse indicador (LIANG *et al*, 2005).

4.1.3 Amostras jateadas e oxidadas em potencial catódico com oxigênio

O processo de jateamento com microesferas de vidro ($\phi=80\mu\text{m}$) produz uma superfície mais rugosa devido ao processo de deformação plástica da superfície, conforme ilustra a figura 32. Após o jateamento ocorre uma intensa deformação plástica na superfície da amostra com uma consequente geração de tensões residuais compressivas. As tensões residuais compressivas são devidas ao aumento de defeitos cristalinos como discordâncias e defeitos pontuais. A geração de defeitos pode aumentar a difusividade de oxigênio e, portanto, possibilita a formação de camadas de óxidos mais espessas após a oxidação por plasma. Camadas mais espessas aumentam a resistência elétrica superficial dessas chapas. Essa propriedade (resistência elétrica) é uma característica desejável para chapas aplicadas em núcleos de motores elétricos, para mitigar correntes parasitas que podem ocorrer entre chapas adjacentes. Porém, a resistência à corrosão também é uma propriedade que deve ser satisfeita e, por isso, investigamos neste trabalho a resistência à corrosão desse tipo de morfologia de superfície.

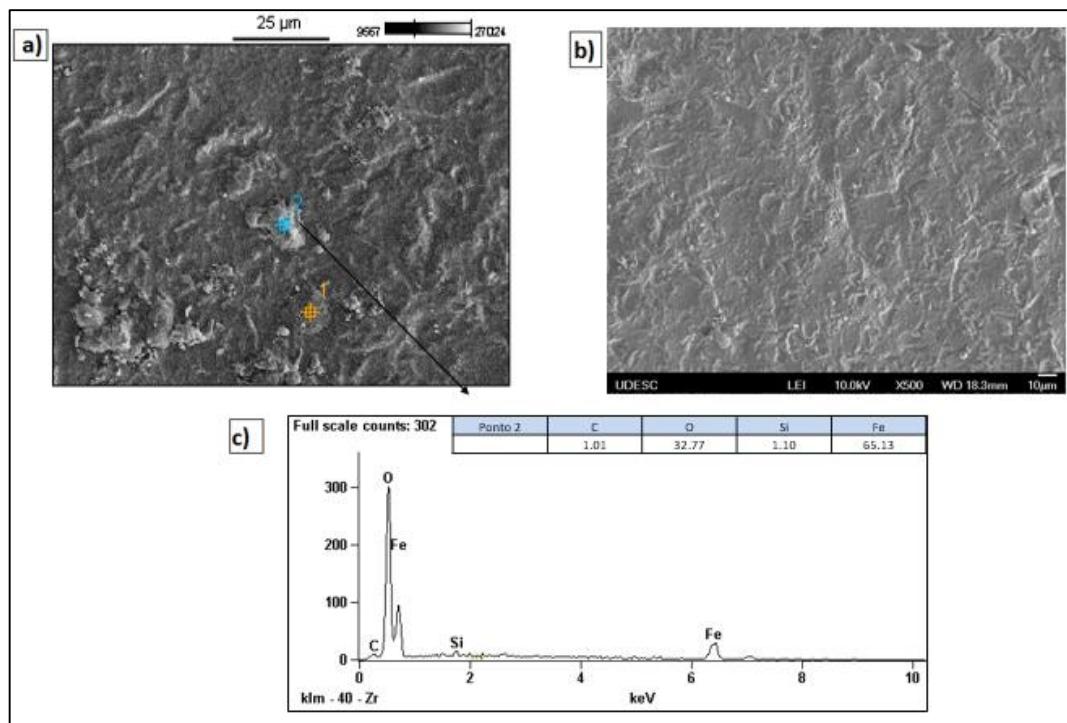
Figura 32- Micrografia da superfície de amostras do aço ABNT1006 com acabamento industrial - como recebidas- (A) e após jateamento com microesferas vidro, com diâmetro médio de 80 μ m (B). As amostras foram oxidadas em plasma de oxigênio, a 350°C, durante 2,0h, em PC



Fonte: O autor (2021).

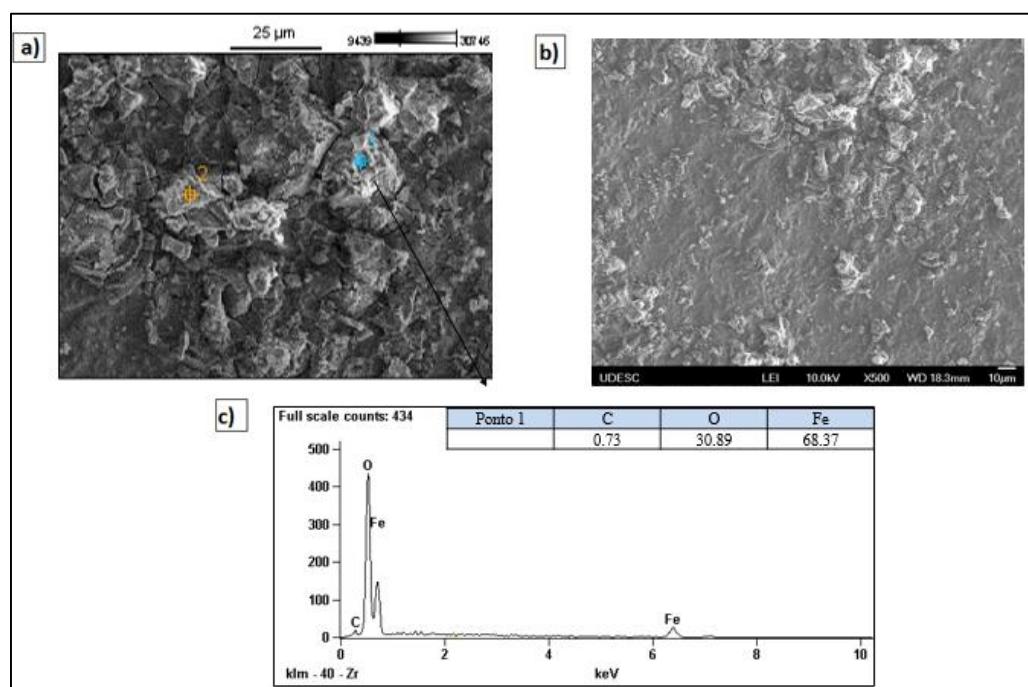
As figuras 33 à 36 apresentam os resultados de MEV e EDS (após o ensaio eletroquímico) das amostras que foram previamente jateadas com repetições de 2, 3, 4 e 6 passes do jato de micropartículas, e posteriormente oxidadas em plasma (na configuração de potencial catódico) com gás de trabalho de oxigênio.

Figura 33 - Amostra com 2 repetições de jateamento tratada em PC com O₂ a) Resultado de MEV com aumento de 1000x; b) Resultado de MEV com aumento de 500x; c) Resultado de EDS.



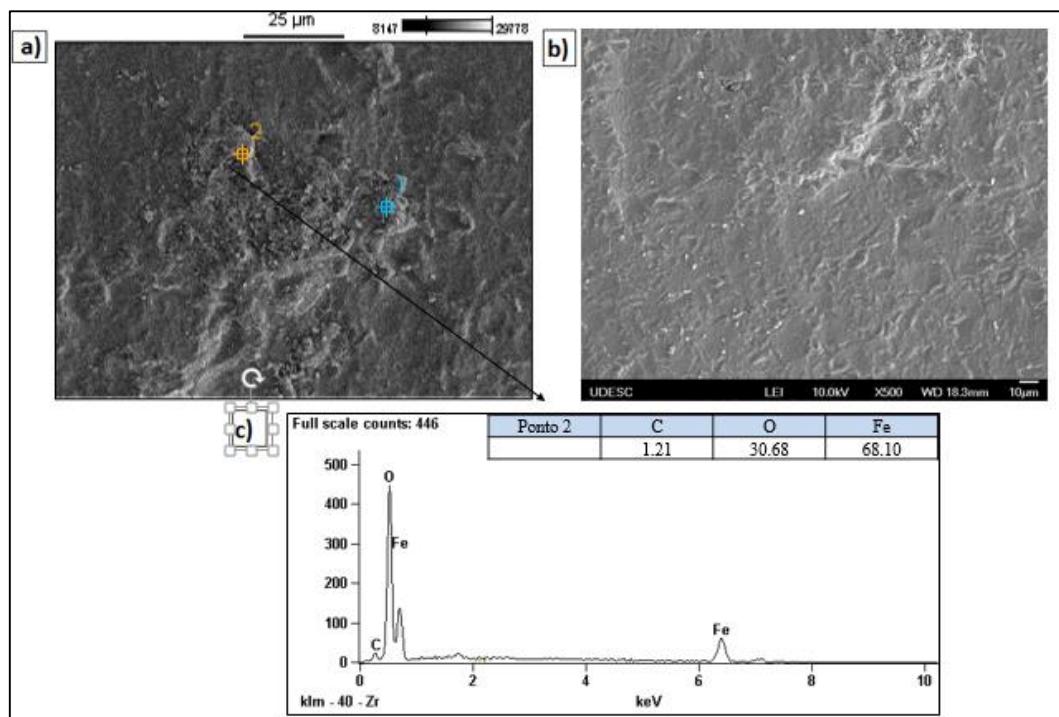
Fonte: O autor (2021).

Figura 34 - Amostra com 3 repetições de jateamento tratada em PC com O₂ a) Resultado de MEV com aumento de 1000x; b) Resultado de MEV com aumento de 500x; c) Resultado de EDS.



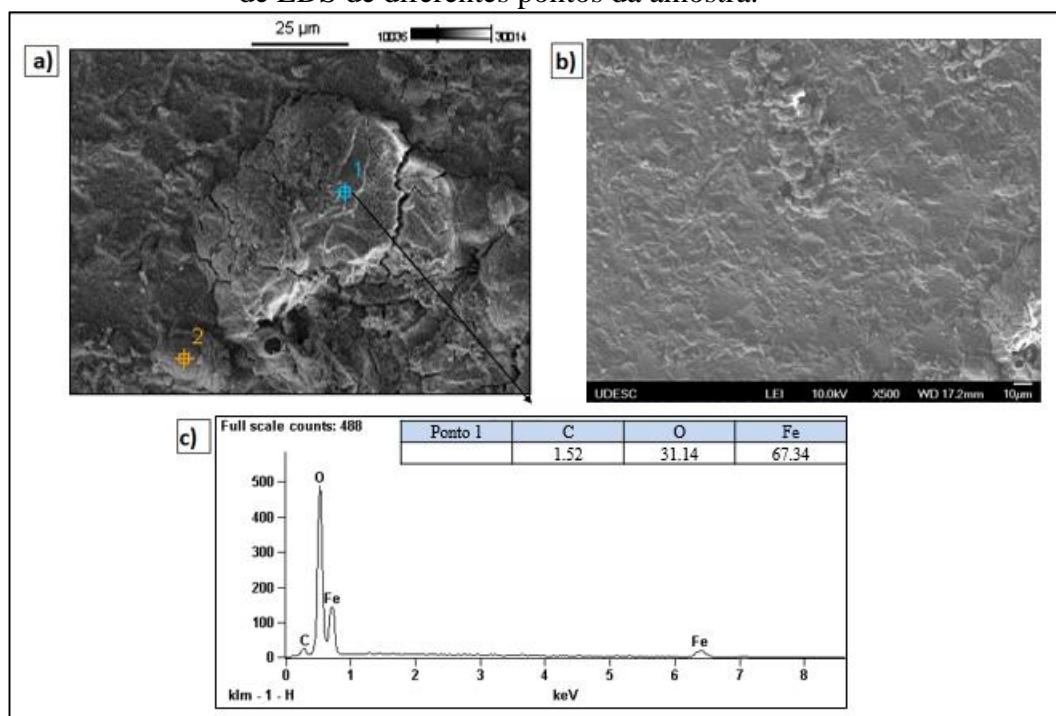
Fonte: O autor (2021).

Figura 35 - Amostra com 4 repetições de jateamento tratada em PC com O₂ a) Resultado de MEV com aumento de 1000x; b) Resultado de MEV com aumento de 500x; c) Resultado de EDS.



Fonte: O autor (2021).

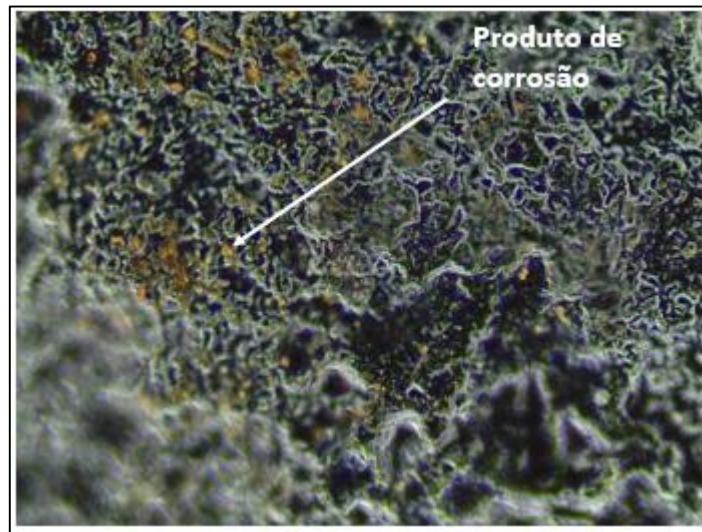
Figura 36 - Amostra com 6 repetições de jateamento tratada em PC com O₂ a) Resultado de MEV com aumento de 1000x; b) Resultado de MEV com aumento de 500x; c-d) Resultado de EDS de diferentes pontos da amostra.



Fonte: O autor (2021).

Da análise das 4 amostras (Figuras 33 a 36) podemos inferir que há formação de uma camada de óxido menos homogênea (superfície mais rugosa) quando comparada as amostras que não tiveram esse tipo de tratamento de superfície. Na Figura 37, uma micrografia obtida por microscopia ótica, indica a formação de corrosão localizada em uma amostra jateada e tratada em plasma de oxigênio.

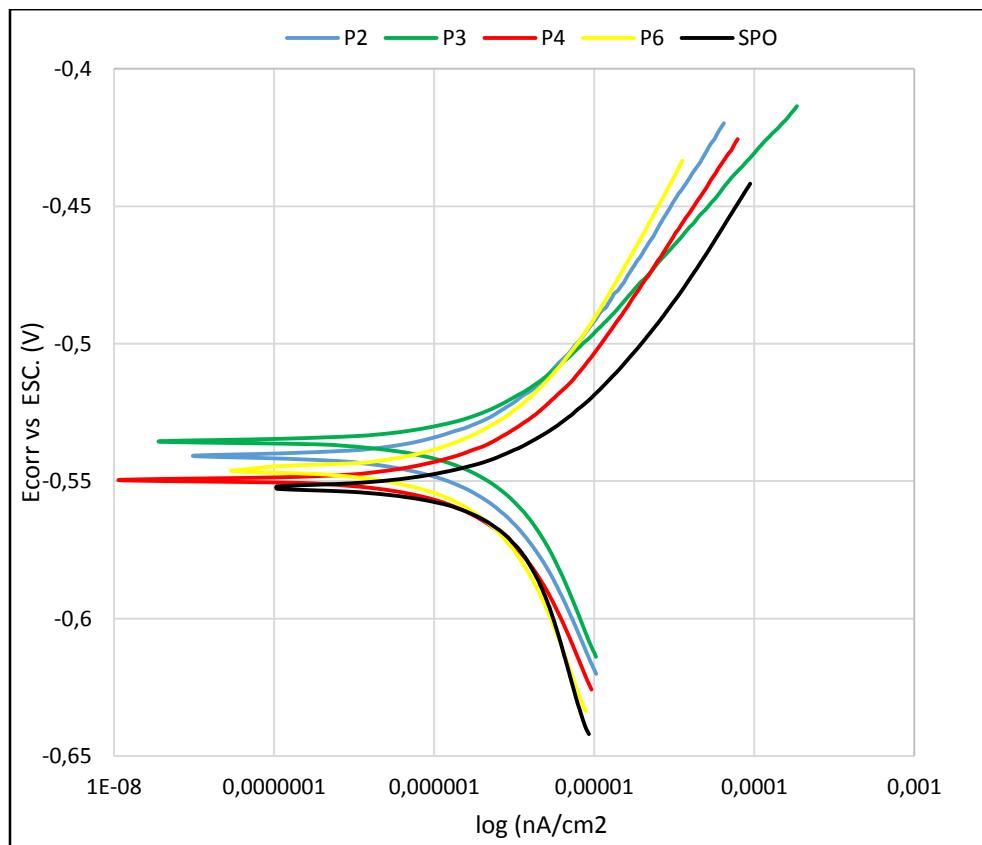
Figura 37 - Corrosão por pite da amostra com jateamento (dupla passagem do jato abrasivo).



Fonte: O autor (2021).

As curvas de polarização potenciodinâmica são apresentadas na Figura 38 e seus resultados expressos na Tabela 8, sendo que os dados se refere ao ponto final das curvas, à esquerda.

Figura 38 - Curvas de polarização potenciodinâmica das amostras jateadas e oxidadas em plasma catódico com oxigênio



Fonte: O autor (2021).

Tabela 8 - Dados extraídos da curva de polarização de amostras jateadas e oxidadas em potencial catódico com oxigênio

Amostra	P2	P3	P4	P6	SPO
Potencial de OCP (mV)	519,7	513,5	525,5	533,4	541,7
I (nA)	31,0	19,0	10,6	55,5	104,3
E _{corr} (mV)	540,8	535,6	549,6	546,4	551,9

Fonte: O autor (2021).

Observa-se que as amostras nesse grupo se assemelham na questão do potencial de corrosão, no entanto, na densidade de corrente apresentam notável variação. Podemos notar que P4 apresenta a menor densidade de corrente frente a amostra não tratada, entretanto também apresenta o menor potencial de corrosão em comparação com as demais amostras que foram oxidadas. Essa variação brusca de corrente pode ser justificada pela alteração da área superficial da amostra, uma vez que durante o ensaio de polarização potenciodinâmica há a formação de produtos de corrosão que alteram a condutividade elétrica do material. A

susceptibilidade aos ataques corrosivos localizados está relacionada com a espessura e homogeneidade da camada de óxido. Possíveis regiões onde a camada apresente falhas podem comprometer a boa performance da chapa oxidada. A corrosão localizada observada nas superfícies jateadas e oxidadas corroboram com o fato de que a corrosão ocorre preferencialmente em certas regiões do material, o que sugere a presença de heterogeneidades nas camadas.

Durante a oxidação por plasma pulsado bipolar o bombardeamento iônico/eletrônico aquece a peça e pode ativar reações químicas de átomos adsorvidos além de ativar a difusão a partir da superfície para o interior da amostra (ROTH, 2001). Vale ressaltar que o tratamento de jateamento modifica a superfície da amostra aumentando as tensões superficiais compressivas, o que de fato pode aumentar a susceptibilidade à corrosão.

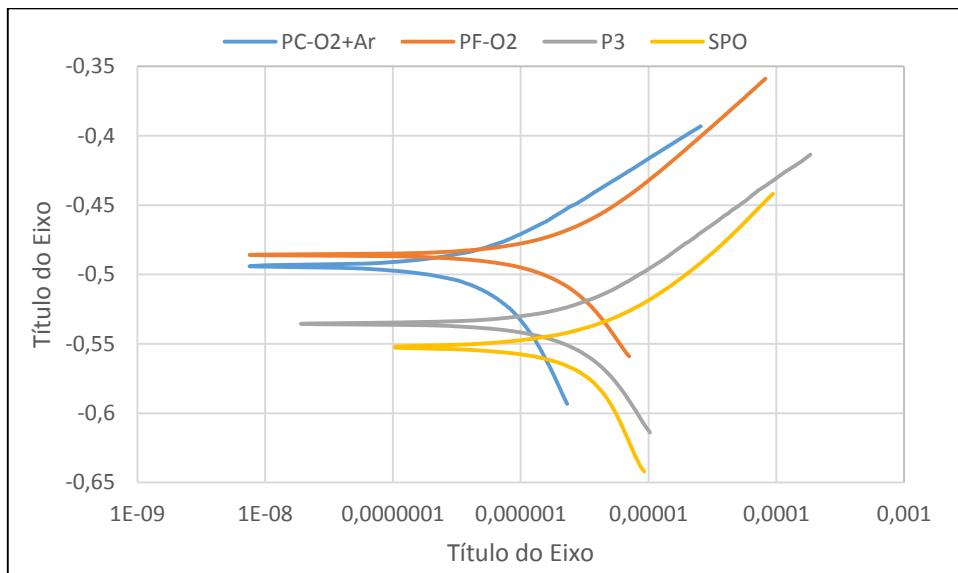
O resultado das curvas polarização mostram que o corpo de prova P3 obteve melhor desempenho em relação a resistência à corrosão, pois apresenta maior potencial de corrosão e menor densidade de corrente como proposto pela bibliografia de referência.

Para esse conjunto de amostras não foi realizada a medição da espessura da camada de óxido, bem como a análise das fases cristalográficas formadas, que deverão ser estudadas em trabalhos futuros.

4.1.4 Comparação dos resultados obtidos nas diferentes configurações de tratamento

A Figura 39 apresenta as curvas de polarização potenciodinâmica para os três melhores resultados obtidos das comparações acima versus a amostra não tratada e os dados das curvas estão apresentados na Tabela 9.

Figura 39 - Curvas de polarização potenciodinâmicas dos melhores resultados



Fonte: O autor (2021).

Tabela 9 -Dados extraídos da curva de polarização dos melhores resultados

Amostra	PF-O ₂	PC-O ₂ +Ar	P3	SPO
Potencial de OCP (mV)	458,8	493,2	513,5	541,7
I (nA)	7,6	7,7	19,0	104,3
E _{corr} (mV)	485,9	494,2	535,6	551,9

Fonte: O autor (2021).

Observa-se que todas as amostras apresentam melhores propriedades anticorrosivas que o substrato sem oxidação. Tal afirmação é evidenciada pela mudança da curva de polarização potenciodinâmica para valores mais baixos de corrente de polarização e para potenciais mais positivos. As correntes observadas foram bem menores se comparadas à amostra sem oxidação por plasma, na casa de dezenas e centenas respectivamente.

O substrato com superfície jateada apresenta um potencial mais negativo (maior susceptibilidade para o ataque de corrosão) que o substrato liso devido às irregularidades e tensões residuais causadas pelo processo de jateamento tornando-a quimicamente mais ativa. Além disso o filme de óxido acompanha a topografia de superfície, sendo mais rugoso, como observado nas imagens de MEV (Figura 33 a-b)

A amostra oxidada em potencial flutuante com plasma de oxigênio puro, apresenta o maior potencial de corrosão (valores mais positivos) e a menor densidade de corrente, em comparação às outras amostras tratadas. Podemos afirmar, portanto, que tal configuração de eletrodo e de gás de trabalho fornecem o melhor desempenho anticorrosivo ao material, além disso a camada de óxido formada nesta configuração de tratamento é menos espessa do que a amostra oxidada em PC. A Tabela 10 traz os resultados de espessura da camada de óxido e os resultados de MEV para as amostras oxidadas em PF com oxigênio e em PC com oxigênio e argônio.

Tabela 10 - Espessura das camadas de óxido e fases cristalinas obtidas por MEV e DRX, respectivamente, para amostras oxidadas em PF com oxigênio e em PC com oxigênio e argônio.

Amostras	Espessura (μm)	Fase
PC - O ₂ + Ar	0,34 \pm 0,03	α -Fe ₂ O ₃
PF - O ₂	0,23 \pm 0,04	Fe ₃ O ₄ + α -Fe ₂ O ₃

Podemos observar na Tabela 10 os resultados obtidos de DRX, que demonstram que o tratamento em PC favorece a formação da fase hematita, além da formação de camadas mais espessas de óxido. No tratamento em PC o bombardeamento das espécies é mais intenso, facilitando a formação de camadas mais espessas. Em PF a difusão dos átomos é mais lenta, uma vez que ocorrem bombardeamentos menos energéticos de íons e elétrons do plasma sobre a superfície da amostra (FIN, 2021), formando uma camada de óxido mais uniforme e menos espessa. Assim, é possível observar a influência dos parâmetros do processo de oxidação na capacidade de condução de íons do filme formado, ou seja, na menor interação da camada com a solução eletrolítica, reduzindo assim, a corrente de íons através do eletrólito (POLAK, 2010).

Além disso, podemos observar que a amostra oxidada em PF possui uma maior concentração de oxigênio na superfície frente a amostra oxidada em PC (Figuras 25 e 30 c). A diminuição da difusão gera um aumento da quantidade de oxigênio na superfície da amostra, podendo afetar a fase de óxido formada e a espessura da camada (FIN, 2021). A fase hematita é um óxido

isolante, porém com baixa resistência à corrosão (MAGALHÃES, 2008; TOMIELLO, 2010), enquanto a fase magnetita é um material altamente isolante, com elevada resistência à corrosão (CORNELL, 2000), o que também corrobora com o melhor resultado de ensaio de polarização apresentado pela amostra tratada em PF.

5 CONCLUSÕES

O processo de oxidação a plasma de aço ABNT 1006, utilizando uma fonte ABiPPS permite um maior controle do processo de crescimento da camada de óxido, além de não ser necessário que o tratamento seja realizado em altas temperaturas. Temperaturas mais baixas ajudam a diminuir a difusão do oxigênio evitando assim, a oxidação interna da chapa ao passo que há a formação de uma película de óxido na superfície da amostra.

A resistência à corrosão é diretamente influenciada pelos parâmetros do processo. A natureza da diferença da composição do gás de trabalho e configuração de eletrodos definirão as características morfológicas da superfície do óxido. Portanto, é necessário um controle rigoroso do processo de oxidação, para que ocorra a formação de uma película de óxido que apresente real melhoria da resistência à corrosão frente a amostra não tratada.

Em geral, o processo de oxidação por plasma bipolar pulsado mostrou-se eficaz para melhorar o desempenho anticorrosivo das lâminas utilizadas no núcleo de motores elétricos. As amostras oxidadas apresentaram maiores potências de corrosão frente a amostra não oxidada e menores correntes de polarização. Mesmo que defeitos estruturais sejam evidentes nas películas, o aspecto geral das superfícies demonstra que há formação de uma película uniforme de óxido. Fica evidenciado também, que a rugosidade da superfície do aço antes da oxidação influencia no comportamento da camada de óxido frente à corrosão.

Das oito condições de tratamento estudadas, a amostra oxidada em potencial flutuante com oxigênio apresentou melhor desempenho frente as demais configurações. Os ensaios revelam que houve uma redução na susceptibilidade à corrosão (potencial de corrosão com valores mais positivos) de 88% e 7,26% de redução no valor da corrente de polarização. Assim, fica evidente que por meio do processo de oxidação a plasma pulsado bipolar avaliado no presente trabalho, é possível obter películas de óxidos resistentes à corrosão, em comparação às amostras não oxidadas.

A principal forma de corrosão observada para o aço ABNT 1006 oxidado é do tipo localizada. Esse tipo de corrosão se origina em regiões com falas na camada de óxido, que deixa exposto o substrato. Dessa forma, um processo de corrosão muito intenso ocorre na interface

camada/substrato. As falhas na camada que dão origem à corrosão, são fissuras que se originam devido às tensões intrínsecas dessas camadas de óxidos.

6 TRABALHOS FUTUROS

Analisar a espessura das camadas oxidadas das amostras jateadas previamente, realizar o ensaio de difração de raios-X, bem como, estudar o efeito da rugosidade da superfície (deformação plástica) variando o tamanho das micropartículas utilizadas no tratamento de superfície por jateamento abrasivo.

7 REFERÊNCIAS

- ABDALLA, A. J. and Baggio-Scheid, V. H. **Tratamentos termoquímicos a plasma em aços carbono.** Corros. Prot. Mater., Jul 2006, vol.25, no.3, p.92-96.
- ALMEIDA, Adriano Alex de. **Influência do Tamanho de Grão, Teor de Silício e Frequência de Excitação nas Perdas Anômalas do Aço GNO.** 2013. 110 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013. Disponível em: <<https://bit.ly/3bTi9Kb>>. Acesso em: 15 jan. 2020.
- B. Chapman – Glow Discharge Processes: sputtering and plasma etching, John Wiley and Sons, Inc, Nova York, 1980.
- BALLES, A.c. et al. Nitretação a Plasma Como Meio Alternativo ou Complementar à Oxidação Negra na Proteção à Corrosão do Aço de Baixo Teor de Carbono. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro, v. 4, p.360-369, 2004. Disponível em: <<http://www.materia.coppe.ufrj.br/sarra/artigos/artigo10617/>>. Acesso em: 01 jan. 2020.
- BASSO, Rodrigo Leonardo de Oliveira. **Efeito do Carbono no Processo de Nitrocarburização com Plasma Pulsado da Liga Metálica AISI H13.** 2007. 133 f. Tese (Doutorado) - Curso de Física, Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Física “gleb Wataghin”, Campinas, 2007.
- BATISTELA, Nelson Jhoe. **Caracterização e Modelagem Eletromagnética de Lâminas de Aço ao Silício.** 2001. 210 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Elétrica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001. Disponível em: <<https://bit.ly/2P6inDG>>. Acesso em: 15 jan. 2020.
- BERMUDEZ, Nery Eugenio Chavez. **Nitretação por plasma contínuo e pulsado dos aços DIN X50 CrVMo 51 e DIN 34 CrAlNi 7.** 1999. 234 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1999.
- BERTOTTI, G. General properties of power losses in soft ferromagnetic materials. **Ieee Transactions on Magnetics**, [s.l.], v. 24, n. 1, p.621-630, jan. 1988.
- BJØRSOM, Helle Berg. **Investigation of the compound layer and diffusion zone of pulsed plasma nitrided 51CrV4-steel.** 2013. 80 f. Materials, Energy and Nanotechnology, Department of Physics, University of Oslo, Oslo, 2013. Disponível em: <<https://bit.ly/2T0520T>>. Acesso em: 09 fev. 2020.
- BLANEY, Lee, "Magnetite (Fe₃O₄): Properties, Synthesis, and Applications" (2007). *Volume 15 - 2007. 5.*
- BLUHM, H. X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) for in situ characterization of thin film growth. **In Situ Characterization of Thin Film Growth**, [s.l.], p.75-98, 2011

BOUANIS, F.Z.; BENTISS, F.; TRAISNEL, M.; JAMA, C. Enhanced corrosion resistance properties of radiofrequency cold plasma nitrided carbon steel: gravimetric and electrochemical results. **Electrochimica Acta**, [S.L.], v. 54, n. 8, p. 2371-2378, mar. 2009. Elsevier BV.

BOURCHAS, Konstantinos. **Manufacturing Effects on Iron Losses in Electrical Machines**. 2015. 86 f. Royal Institute Of Technology, Stockholm, 2015.

CARDOSO, Rodrigo Felix de Araujo; CUNHA, Marco Antonio da; BRANDÃO, Luiz Paulo Mendonça. **Optimization of the magnetic losses of electrical steels through addition of Al and Si using a hot dipping process**. Journal of Materials Research and Technology, [s.l.], v. 2, n. 3, p.276-281, jul. 2013.

CHAPMAN, B. **Glow Discharges Process: Sputtering and plasma etching**. Wiley, 1980.

CORNELL, R. M.; SCHWERTMANN, U. The Iron Oxides. **Iron Oxides In the Laboratary**, [s.l.], p.5-18, 2000.

DEDAVID, Berenice Anina; GOMES, Carmem Isse; MACHADO, Giovanna. **Microscopia Eletrônica de Varredura: Aplicações e preparação de amostras**. Porto Alegre: Edipucrs, 2007. 60 p. Disponível em: <<https://bit.ly/2V1MEaN>>. Acesso em:23 jan. 2020.

DÍAZ-GUILLÉN, J.C. *et al.* Electrochemical Corrosion Performance of Hematite-Free Magnetite Layer on AISI 4340 by Duplex Pulsed Plasma Nitriding-Oxidizing Treatment. **International Journal of Electrochemical Science**, México, v. 1, n. 1, p. 1-9, 01 ago. 2012.

DIMITROV, V. I. *et al.* A diffusion model of metal surface modification during plasma nitriding. **Applied Physics A Materials Science & Processing**, [s.l.], v. 63, n. 5, p.475-480, nov. 1996.=

DLALA, E. Comparison of Models for Estimating Magnetic Core Losses in Electrical Machines Using the Finite-Element Method. **Ieee Transactions on Magnetics**, [s.l.], v. 45, n. 2, p.716-725, fev. 2009.

DMAC. **Special Desings Motors and Parts**. 2019. Disponível em: <<http://macmc.com/>>. Acesso em: 10 fev. 2020.

DUARTE, Diogo Alexandre. **Crescimento de filmes finos cristalinos de dióxido de titânio por sistemas magnetron sputtering**. 2010. 141 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Área de Física de Plasmas, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2010.

DUTRA, Aldo Cordeiro; NUNES, Laerce de Paula. **Proteção Catódica: Técnica de Combate à Corrosão**. 5. ed. Rio de Janeiro: Interciência Ltda., 2011. 372 p.

ELECTRONICS, Physical. **XPS / ESCA**. 2020. Disponível em: <<https://bit.ly/2HHmwtS>>. Acesso em: 28 jan. 2020.

FIN, Paula. **Geração de camadas de óxidos de ferro em aços elétricos através de Plasma Bipolar Pulsado.** 2021. 97 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2021.

FIN, Paula. **Propriedades elétricas e magnéticas de aços baixo carbono oxidados em Plasma Bipolar Pulsado.** 2019. 61 f. Exame de Qualificação - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2019.

FONTANA, Luis César. **Nitretação Iônica em Aços Baixo Carbono.** 1991. 95 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências, Centro de Ciências Físicas e Matemáticas, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1991.

GIROTO, Ellen Regina. **O efeito do potencial de oxigênio na oxidação subsuperficial e suas influências nas propriedades magnéticas de aços elétricos após o recozimento final.** 2010. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

GLEBER, Sérgio Roberto. **Caracterização dos parâmetros de recozimento de aços totalmente processados para fins elétricos.** 2000. 109 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2000. Disponível em: <<https://bit.ly/38LT5CM>>. Acesso em: 10 jan. 2020.

GNECCO, Celso. (Rio de Janeiro). Instituto Brasileiro de Siderurgia / Centro Brasileiro da Construção em Aço. **Tratamento de Superfície e Pintura.** 2003. Disponível em: <http://mkestruturasmetalicas.com.br/mk-manuais/Manual_Tratamento_Superficie_Pintura.pdf>. Acesso em: 20 set. 2018.

KOHLI, Rajiv. Methods for Monitoring and Measuring Cleanliness of Surfaces. **Developments In Surface Contamination And Cleaning**, [s.l.], p.107-178, 2012

KONNO, Hidetaka. X-ray Photoelectron Spectroscopy. **Materials Science and Engineering Of Carbon**, [s.l.], p.153-171, 2016.

LANDGRAF, F. J. G. Propriedades Magnéticas de aços para fins elétricos. In: Ivani Bott; Paulo Rios; Ronaldo Paranhos. (Org.). **Aços: perspectivas para os próximos 10 anos.** 1a ed. Rio de Janeiro, 2002, v, p. 109-128.

LANDGRAF, F. J. G.; TAKANOHASHI, Rubens; CAMPOS, Marcos Flávio de. Tamanho de grão e textura de aços elétricos de grão não orientado. In: AP Tschiptchin; AF Padilha; CG Schon; FJG Landgraf; H Goldenstein; IGS Falleiros; NB Lima. (Org.). **Textura e Relações de Orientação.** 2a ed. S.Paulo, 2003, v., p. 212-246.

LANDGRAF, Fernando José Gomes. Lâminas de aço para motores elétricos. **Metalurgia e Materiais**, São Paulo, v. 55, n. 483, p.626-627, 1999. Disponível em: <<https://bit.ly/37Ha4og>>. Acesso em: 27 dez. 2019.

LEYVA, Carlos Alberto Llanes *et al.* D.C TRIODE PLASMA NITRIDING AND PVD COATING OF ULTRA-LOW CARBON (ULC) STEEL: EFFECTS ON CORROSION BEHAVIOR COMPARED TO GALVANIZED STEELS. In: ABM INTERNATIONAL CONGRESS, 67., 2012, Rio de Janeiro. **Anais.** Rio de Janeiro: Abm, 2012. p. 1-13.

LIANG, Jun; GUO, Baogang; TIAN, Jun; LIU, Huiwen; ZHOU, Jinfang; LIU, Weimin; XU, Tao. Effects of NaAlO₂ on structure and corrosion resistance of microarc oxidation coatings formed on AM60B magnesium alloy in phosphate-KOH electrolyte. **Surface And Coatings Technology**, [S.L.], v. 199, n. 2-3, p. 121-126, set. 2005. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.03.020>.

MACIEL, Homero Santiago; SAGÁS, Julio César. **Descargas Elétricas e Plasmas I**. 2010. 86 f. [Apostila] - Curso de Física, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2010.

MAGALHÃES, Fabiano. **Síntese e Caracterização de Óxidos de Ferro e Compósitos para Aplicações no Tratamento Redox de Efluentes Aquosos**. 2008. 190 f. Tese (Doutorado) - Curso de Química, Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008. Disponível em: <<https://bit.ly/39LuhuI>>. Acesso em: 22 jan. 2020.

MALISKA, Ana Maria. **Microscopia Eletrônica de Varredura e Microanálise**. 2020. 97 f. [Apostila] - Curso de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2020. Disponível em: <<https://bit.ly/3bSICYb>>. Acesso em: 05 fev. 2020.

MANNING, H.l.k. et al. Electric discharge in the Martian atmosphere, Paschen curves and implications for future missions. **Advances In Space Research**, [s.l.], v. 46, n. 10, p.1334-1340, nov. 2010.

MARRA, Kleiner Marques; ALVARENGA, Evandro de Azevedo; BUONO, Vicente Tadeu Lopes. Decarburization Kinetics during Annealing of a Semi-processed Electrical Steel. **Isij International**, [s.l.], v. 44, n. 3, p.618-622, 2004.

MARRA, Kleiner Marques; BUONO, Vicente Tadeu Lopes. VARIAÇÃO DAS PERDAS MAGNÉTICAS DURANTE ENVELHECIMENTO DE UM AÇO ELÉTRICO. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, [s.l.], v. 3, n. 1, p.36-39, 2006.

MEHRBAN, N.; BOWEN, J. Monitoring biominerization of biomaterials in vivo. **Monitoring And Evaluation of Biomaterials and Their Performance In Vivo**, [s.l.], p.81-110, 2017.

MERCON, F.; GUIMARÃES, P.I.C.; MAINER, F.B. **Corrosão: um exemplo usual de fenômeno químico**. Química Nova na Escola, n. 19, p. 11-14, 2004.

MITTELSTADT, Friedrich Georg. **Avaliação Eletroquímica da Resistência a Corrosão do Aço ABNT 4140 Nitretado por Plasma**. 1993. 106 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1993. Disponível em: <<https://bit.ly/38KQLMm>>. Acesso em: 11 fev. 2020.

MONTEIRO, Renata Aparecida. **Efeito do teor de carbono sobre a evolução do envelhecimento magnético e das propriedades mecânicas de um aço elétrico grão não orientado com 2,0%Si**. 2015. 82 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Rede Temática em Engenharia de Materiais, Ouro Preto, 2015. Disponível em: <<https://bit.ly/3bPJvAI>>. Acesso em: 07 jan. 2020.

NASROLLAHZADEH, Mahmoud et al. Plant-Mediated Green Synthesis of Nanostructures: Mechanisms, Characterization, and Applications. **Interface Science and Technology**, [s.l.], p.199-322, 2019.

NASSER, Essan. **Fundamentals of Gaseous Ionization and Plasma Electronics**. Nova York: John Wiley & Sons, Inc., 1971. 456 p.

NEGRI, Guilherme Maximiliano Reichert. **Estudo de Caso de Envelhecimento Magnético em Aços Elétricos de Grão Não Orientado de Baixa Eficiência**. 2011. 89 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Elétrica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2011. Disponível em: <<https://bit.ly/2V7sVq2>>. Acesso em: 04 jan. 2020.

NEIKOV, Oleg D.; YEFIMOV, Nikolay A. Powder Characterization and Testing. **Handbook of Non-ferrous Metal Powders**, [s.l.], p.3-62, 2019.

OLIVEIRA, A. R. B. de. **Estudo eletroquímico da corrosão de aço revestido com a liga Al90Si10**. 2012. 54 p. dissertação (mestrado em química) – Mestrado em Química da Faculdade de Ciências da Universidade do Porto, Portoo, 2012.

PAVANATI, Henrique Cezar. Instituto Federal de Santa Catarina e Universidade Federal de Santa Catarina. **Aspectos básicos sobre plasmas DC fracamente ionizados**. Florianópolis, 2009. Disponível em: <<https://bit.ly/2ukxmmA>>. Acesso em: 03 fev. 2020.

PETROVIC, Darja Steiner. **NON-ORIENTED ELECTRICAL STEEL SHEETS. Materials And Technology**, Slovenia, v. 6, n. 44, p.317-325, 210.

PEREIRA et al. Avaliação Eletroquímica da Resistência à Corrosão por Pites em Aços Inoxidáveis Duplex e Super Duplex em Soluções Simuladoras de Água do Mar. **Revista Virtual de Química**, São Paulo, v. 6, n. 9, p. 1-22, 22 dez. 2017.

POLAK, Peter Lubomir. **Processamento por plasma de polímeros para aplicações eletroquímicas**. 2010. 141 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Elétrica, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010. Disponível em: <https://bitlyli.com/WPaO3J>. Acesso em: 10 out. 2021.

PORTE, M. B. **Otimização do processo de eletrodeposição e caracterização físico-química das ligas metálicas de fe-w, ni-w e co-w**. 2016. 89 p. dissertação (mestrado em engenharia química) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2016.

QU, J., Shih, A. J., Scattergood, R. O., & Luo, J. (2005). Abrasive micro-blasting to improve surface integrity of electrical discharge machined WC–Co composite. *Journal of Materials Processing Technology*, 166(3), 440–448. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2004.09.

RAJESHKUMAR, S.; BHARATH, L.v.; GEETHA, R. Broad spectrum antibacterial silver nanoparticle green synthesis: Characterization, and mechanism of action. **Green Synthesis, Characterization and Applications of Nanoparticles**, [s.l.], p.429-444, 2019

RANGEL, Rita Cc et al. **Melhoria da Corrosão**: resistência do aço carbono por filmes finos depositados em plasma. Campinas: Universidade Etadual Paulista, 2011. 115 p. Disponível em: <https://bitlyli.com/wf5qPH>. Acesso em: 10 set. 2021.

RIBEIRO, D.V.; SOUZA, C.A.C.; ABRANTES, J.C.C. **Uso da Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) para monitoramento da corrosão em concreto armado.** Revista IBRACON de Estruturas e Materiais, São Paulo, v.8, n.4, p. 539-546, jul./ago. 2015. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S1983-41952015000400529&script=sci_arttext&tlang=pt>. Acesso em: 12 jun. 2018.

RIBEIRO, Emerson Schwingel et al. Princípios básicos de XAS e XPS. **Revista Chemkeys**, [s.l.], n. 2, p.1-23, 17 set. 2018. Universidade Estadual de Campinas.

RIBEIRO, Rafael P. *et al.* Effect of Plasma Oxidation Treatment on Production of a SiO_x/SiO_xCyHz Bilayer to Protect Carbon Steel Against Corrosion. **Materials Research**, [S.L.], v. 24, n. 1, p. 1-19, 13 jan. 2021. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2021-0039>. Disponível em: <https://bitlyli.com/4Ph8dC>. Acesso em: 20 out. 2021.

RODRIGUES, Adam da Cruz et al. Análise Química por espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS): Adaptação aplicada à raízes de dendzeiro (Eleais guineensis JACQ.). In: Seminário de Iniciação Científica da Embrapa Amazônia Oriental, 21., 2017, Belém. **Seminário**. Belém: A, 2010. p. 1 - 4.

RODRIGUES, Jean Carlos. **Estudo da textura cristalográfica em um aço de grão não orientado com 3,3% Si via EBSD.** 2011. 108 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

RODRIGUEZ, Regina M. H. Pombo *et al.* Estudo do comportamento eletroquímico em revestimentos de alumínio obtidos por aspersão térmica em meio de bicarbonato de sódio. In: CONFERÊNCIA SOBRE TECNOLOGIA DE EQUIPAMENTOS, 7., 2003, Florianópolis. **Anais [...]**. Florianópolis: Coteq, 2003. p. 1-8. Disponível em: <https://bitlyli.com/sNtySW>. Acesso em: 25 out. 2021.

ROTH, J. Reece. **Industrial plasma engineering: Volume 2: Applications to nonthermal plasma processing.** CRC press, 2001.

ROVANI, Ane Cheila. Instituto Nacional de Engenharia de Superfície (Org.). **Engenharia de Superfície: Oxidação a plasma otimizada para aumentar a resistência à corrosão em aços.** Rio de Janeiro, 2012. Disponível em: <<https://bit.ly/2u9C0DE>>. Acesso em: 22 jan. 2020.

ROVANI, Ane Cheila. **Efeito do hidrogênio e mecanismos na pós-oxidação por plasma pulsado de ligas ferrosas nitretadas.** 2010. 84 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2010. Disponível em: <<https://bit.ly/2SFtxBM>>. Acesso em: 24 jan. 2020.

SACIOTTO, Daiana Guerra. **Obtenção e caracterização de revestimento hidrofóbico utilizando viniltrióxilosilano (VTES) como precursor em solução sol-gel sobre aço inoxidável AISI 204 por dip-coating.** 2015. 115 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015. Disponível em: <https://bitlyli.com/osldPT>. Acesso em: 16 set. 2021.

SAGÁS, JULIO CÉSAR. 2019. Joinville. Notas de Aula

SANTOS, Carlos Alberto dos. **Histerese magnética:** Perdas e ganhos. 2017. Disponível em: <<https://bit.ly/37L44Lw>>. Acesso em: 20 jan. 2020.

SANTOS, Julio Penin. **Influência do Ângulo de Corte e da Anisotropia nas Propriedades Magnéticas dos Aços Elétricos - O Efeito Textura.** 2005. 137 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Elétrica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2005. Disponível em: <<https://bit.ly/2V2yDtn>>. Acesso em: 07 jan. 2020.

SCHEUER, Cristiano José; CARDOSO, Rodrigo Perito; BRUNATTO, Silvio Francisco. Low-temperature Plasma Assisted Thermochemical Treatments of AISI 420 Steel: Comparative Study of Obtained Layers. **Materials Research**, [s.l.], v. 18, n. 6, p.1392-1399, 3 nov. 2015.

SCHMITZ, Daniel et al. Three-Phase Electromagnetic Device for the Evaluation of the Magnetic Losses in Electric Motors' Stators. **Ieee Transactions On Energy Conversion**, [s.l.], v. 30, n. 2, p.515-521, jun. 2015.

SCHOLTZ, Juliano Sadi; FONTANA, Luis Cesar; MEZAROBA, Marcello. Asymmetric Bipolar Plasma Power Supply to Increase the Secondary Electrons Emission in Capacitive Coupling Plasmas. **Ieee Transactions On Plasma Science**, [s.l.], v. 46, n. 8, p.2999-3007, ago. 2018.

SCHOPPA. A, SCHNEIDER. J. C.-D. Wuppermann, "Influence of The Manufacturing Process on the Magnetic Properties of Non-Oriented Electrical Steels", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 215-216, pp. 74-78, 2000

SHOKOUHFAR, M.; DEHGHANIAN, C.; MONTAZERI, M.; BARADARAN, A. Preparation of ceramic coating on Ti substrate by plasma electrolytic oxidation in different electrolytes and evaluation of its corrosion resistance: part ii. **Applied Surface Science**, [S.L.], v. 258, n. 7, p. 2416-2423, jan. 2012. Elsevier BV.

SHOT PEENING SERVICES. 2021. Disponível em: <https://cwst.com/shot-peening-overview/>. Acesso em: 19 nov. 2021.

SOUZA, Alex Fernandes de; LIU, Andrea Santos; CHO, Liu Yao. CORROSION PROTECTION OF STEEL 1020 BY FILMS OF CONDUCTORS ELETRODEPOSITATED IN METHANOSULFONIC ACID. **Journal Of Experimental Techniques and Instrumentation**, [S.L.], v. 1, n. 1, p. 1-8, 16 fev. 2018. *Journal of Experimental Techniques and Instrumentation*. <http://dx.doi.org/10.30609/jeti.v1i1.5303>. Disponível em: <https://bitly.com/ZqoDVT>. Acesso em: 02 out. 2021.

SPEDO, Gabriella Reis Carrer. **AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS DE ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DE TEMPERATURA CRÍTICA DE PITE EM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX POR VIA POTENCIOSTÁTICA.** 2018. 126 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Centro Universitário Fei, São Bernardo do Campo, 2018.

TOMIELLO, Stevan Scussel. **Tratamento termoquímico assistido a plasma para incremento da resistência à corrosão de aço-carbono.** 2010. 84 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2012.

TRINDADE, Vicente Braz; KRUPP, Ulrich; HANJARI, Behzad Zandi; YANG, Songlan; CHRIST, Hans-Jürgen. Effect of alloy grain size on the high-temperature oxidation behavior of the austenitic steel TP 347. **Materials Research**, [S.L.], v. 8, n. 4, p. 371-375, dez. 2005. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1516-14392005000400003>.

UUTALA, Eric. Assessment of the Effect of Volatile Corrosion Inhibitors on the Operational Efficiency of Electrical Motors. In: CORROSION CONFERENCE AND EXPO, 8., 2008, New Orleans. **Proceedings....** New Orleans: National Association of Corrosion Engineers, 2008. v. 9, p. 1 - 8. Disponível em: <<https://bit.ly/2uSpCsl>>. Acesso em: 04 fev. 2020.

WAGNER, Edna. **Electric Motor Analyses by a Local Engineer Based in Johannesburg.** 2017. Disponível em: <<http://www.the-motorco.com/electric-motor/>>. Acesso em: 10 fev. 2020.

WANG, Wei et al. Kinetics of plasma oxidation of germanium-tin (GeSn). **Applied Surface Science**, [s.l.], v. 425, p.95-99, dez. 2017.

WEG. **Apresentação para Investidores.** Fernando de Noronha: Weg, 2017. 25 slides, color. Disponível em: <<https://ri.weg.net/ptb/1879/600584.pdf>>. Acesso em: 12 fev. 2020.

WOLYNEC, Stephan. **Técnicas eletroquímicas em corrosão.** São Paulo: Edusp, 2002. 163 p.

WU, Wei et al. Recent progress on magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis, surface functional strategies and biomedical applications. **Science and Technology of Advanced Materials**, [s.l.], v. 16, n. 2, p.2-43, 28 abr. 2015. Informa UK Limited.

YANG, Mei. **Nitriding – fundamentals, modeling and process optimization.** 2012. 134 f. Tese (Doutorado) - Curso de Material Science and Engineering, Worcester Polytechnic Institute, Massachusetts, 2012. Disponível em: <<https://bit.ly/2T2u5R0>>. Acesso em: 11 fev. 2020.

Yerokhin, AL, Nie, X., Leyland, A., & Matthews, A. (2000). Caracterização de filmes de óxidos produzidos por oxidação eletrolítica de plasma de uma liga ti – 6Al – 4V. *Surface and Coatings Technology*, 130 (2-3), 195–206. doi: 10.1016 / s0257-8972 (00) 00719-2

ZHOU, Weilie et al. Fundamentals of Scanning Electron Microscopy (SEM). **Scanning Microscopy for Nanotechnology**, [s.l.], p.1-40, 2006.