

## ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE INTERFACE APLICADAS EM REVESTIMENTOS ESPESSOS OBTIDOS POR ASPERSÃO TÉRMICA

**BARBOSA, Jessyca Jesus<sup>1\*</sup>; FELIX, Luiz Felipe Filho<sup>1</sup>; ALVES, Yuri Melo<sup>2</sup>;  
COSTA, André Luiz Moraes<sup>1</sup>; ARAÚJO, Paulo Mário Machado<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Departamento de Engenharia de Mecânica, Universidade Federal de Sergipe

<sup>2</sup> Núcleo de Pós-Graduação de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe

\* email: jkbarbosa@outlook.com

**Resumo:** *O presente trabalho configura-se como uma tentativa experimental de verificação da validade do modelo teórico utilizado para relação de interface proposto por Chicot e Lesage. Para isso, é apresentado um estudo sobre as propriedades mecânicas de interface a partir de ensaios de penetração instrumentada. Um dos pontos relevantes do estudo está relacionado com as características dos materiais com micro deformações e a influência dos defeitos sobre as propriedades mecânicas. São desenvolvidas discussões referentes as propriedades intrínsecas, sobretudo o comportamento do módulo de elasticidade para diferentes situações nas quais os materiais se encontram. Foram utilizados para o desenvolvimento do trabalho, corpos de prova retirados de hastes de bombeio, que são equipamentos utilizados na produção petrolífera. Essas hastes foram revestidas com dois tipos de materiais, um a base da liga NiCr e outro com Al, ambos obtidos pelo processo de aspersão térmica (arc spray). Com a utilização de testes de penetração instrumentada realizou-se endentações nos revestimentos, substrato e interface de cada amostra. Com os resultados obtidos, aplicou-se no modelo interfacial teórico e posteriormente tentou-se verificar a sua validade.*

**Palavras-chave:** *Propriedades mecânicas, Revestimentos, Interface e Penetração Instrumentada.*

## 1. INTRODUÇÃO

A utilização de revestimentos metálicos em substratos é uma alternativa relativamente simples e bastante difundida quando se deseja melhorar as propriedades mecânicas dos materiais para serem utilizados nas mais diversas aplicações. Uma das formas para realizar o estudo da aderência dos materiais revestidos é através de testes de dureza na interface revestimento/substrato, onde é possível obter de forma direta as respostas aos esforços mecânicos.

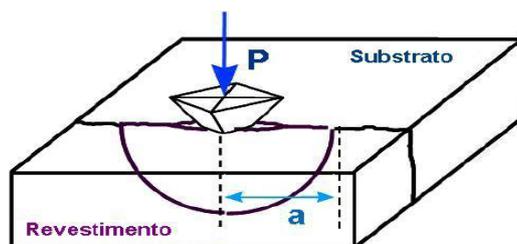
O modelo para estudo da aderência que utiliza ensaio de dureza interfacial, proposto por Chicot e Lesage, é um método simples que minimiza os problemas pertinentes aos outros testes utilizados para o mesmo fim. E que possibilita determinar de forma mais fiel o comportamento mecânico do bimaterial na interface levando em conta as contribuições do revestimento e do substrato para estudar e aportar informações de uma região complexa que é a interface.

Este trabalho busca através do método de modelo de interface proposto por Chicot e Lesage, mostrar como o ensaio de penetração instrumentada apresenta-se como uma excelente alternativa quando se deseja estudar as propriedades mecânicas dos materiais e dos seus revestimentos, principalmente em escalas muito pequenas e é isto que mostra o trabalho.

## 2. MODELO DE INTERFACE

Com a utilização das técnicas de revestimentos inicia-se uma discussão a respeito da aderência, sendo necessária a realização de estudos aprofundados sobre essa propriedade.

Segundo Passos, (2006), é possível medir a propriedade de aderência de revestimentos aspergidos termicamente através de testes mecânicos obtendo resultados satisfatórios. Chicot e Lesage, (1996), propõem um modelo interfacial para caracterização da aderência a partir de uma medida simples e direta que é então utilizada na relação de tenacidade à fratura. Esse modelo é associado com algumas variáveis como, carga crítica e comprimento da fissura, obtidas durante um ensaio de penetração Vickers, permitindo assim determinar a aderência interfacial mais precisamente.



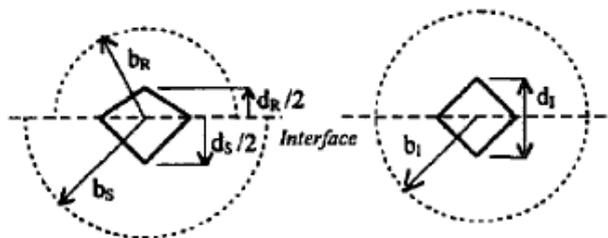
**Figura 1** – Esquema do princípio do teste de endentação interfacial com penetrador tipo Vickers (PASSOS et al, 2006).

Na Figura 1 é representada uma endentação com um penetrador Vickers na interface substrato revestimento. A carga crítica (P) é aplicada na região promovendo a ocorrência de uma fissura (a), a partir dessas informações é possível obter a tenacidade a fratura de interface  $K_{ac}$ , descrita na Equação 1. Sendo 0.015 é uma constante, ( $P_c$ ) e ( $a_c$ ) são a carga crítica e o comprimento da fissura realizada respectivamente, E é o módulo de elasticidade e H é a dureza, ambos de interface.

$$K_{ac} = 0.015 \frac{P_c}{a_c^{3/2}} (E/H)^{1/2} \quad (1)$$

Durante a endentação interfacial a zona de deformação plástica é criada a partir de uma combinação local das propriedades do revestimento e do substrato. Porém existe uma grande dificuldade em se considerar às contribuições do bimaterial para uma relação que descreva o módulo de elasticidade e a dureza Vickers interfacial, ou seja,  $(E/H)^{1/2}$ .

No modelo de Chicot e Lesage fica estabelecido que a região de interface apresente comportamento como um material homogêneo, onde as propriedades elásticas e plásticas são resultados das contribuições respectivas do par substrato/revestimento como na Figura 2.



**Figura 2** – Esquema geométrico de uma endentação de interface (CHICOT, 1996).

Diante dessas contribuições, esse modelo permite efetuar um estudo mais rigoroso sobre as influências do substrato e do revestimento na aderência interfacial. A Equação 2 apresenta a formulação do modelo de Chicot e Lesage.

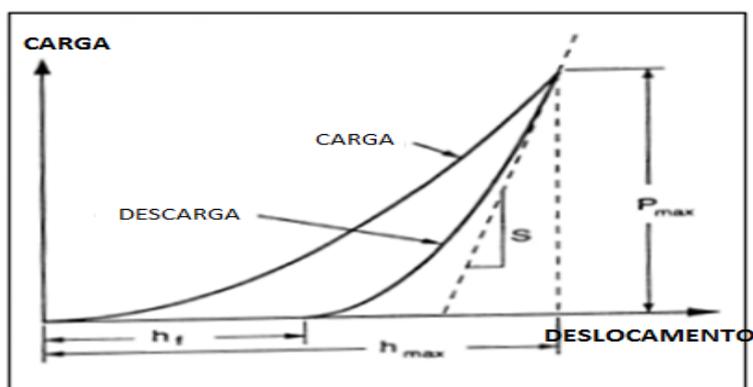
$$\left(\frac{E}{H}\right)_I^{1/2} = \frac{(E/H)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{HS}{HR}\right)^{1/2}} + \frac{(E/H)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{HR}{HS}\right)^{1/2}} \quad (2)$$

Segundo Doerner e Nix, (1986), é possível medir as propriedades mecânicas de dureza e módulo de elasticidade de materiais recobertos a partir de testes de endentação. Para Marot, (2008), o teste de penetração instrumentada determina o comportamento da aderência da camada bem como as suas tensões residuais. Para Chicot et al, (2010), as propriedades visco elástoplásticas podem ter alguma influência sobre o comportamento do material sobre endentação. Por isso é de fundamental importância que esse método levasse em consideração as contribuições das propriedades das amostras e do penetrador utilizado. O principal objetivo de medidas de nanoindentação é a determinação da dureza (H) e do módulo de elasticidade (E) de filmes finos ou de camadas superficiais de sólidos, através da aplicação de uma carga (P), com um penetrador, geralmente pontiagudo, em contato com a superfície da amostra. Durante todo o processo, a profundidade de penetração é medida em função da carga (P).

Para separar as duas deformações, a do instrumento e a do material, respectivamente, Oliver e Pharr, (1998) propõem essa relação tomando o inverso da rigidez de contato calculada sobre a curva de descarga (CHICOT et al, 2010). O inverso do contato de dureza, chamada de compliance (complacência), pode ser utilizado para levar em conta as contribuições elásticas da deformação do material e do penetrador obtida como mostra a Equação 3:

$$C = \left(\frac{dh}{dP}\right) h = hmax \quad (3)$$

Em trabalhos realizados por Doerner e Nix, (1986) e por Oliver e Pharr, (1992), em que se faz a análise das curvas produzidas pela relação entre a força e o deslocamento na penetração instrumentada. Ambos pesquisadores afirmam que é possível obter o valor do módulo de elasticidade na curva de descarga a partir do cálculo da rigidez do material, que seria a derivada dessa curva.



**Figura 3** – Curva característica de ensaios de penetração instrumentada obtida durante um ciclo de aplicação e remoção de uma força de carga e descarga (PHARR et al, 1992).

A derivada da curva de descarga (Equação 4), mostrada no gráfico da Figura 3, é denominada rigidez do material, e fornece dados importantes sobre o comportamento elástico do material.

$$S = \frac{dP}{dh} \quad (4)$$

Com a análise da curva de carga e descarga utilizando a teoria proposta por Oliver e Pharr, tem-se constituída uma metodologia adequada para o cálculo do módulo reduzido, que leva em conta as propriedades elásticas da par camada substrato (Chicot et al, 2010).

### 3. RESULTADOS

Aplicando o teste de carga e descarga, foram obtidos experimentalmente valores de módulo de elasticidade e dureza Vickers, nos revestimentos, substrato e nas respectivas interfaces de cada amostra, que pode ser feita uma comparação entre esses valores com os dados teóricos. Os resultados experimentais das propriedades mecânicas de dureza e módulo de elasticidade, para cada região de estudo, são apresentados na Tabela 1 a seguir.

**Tabela 1** - Valores médios experimentais de módulo de elasticidade e dureza Vickers.

VALORES MÉDIOS EXPERIMENTAIS		
REGIÃO	MÓDULO E (GPa)	DUREZA HV (Mpa)
Revestimento NiCr	111,8	5064,9
Interface NiCr	118,8	3310
Revestimento Al	44,2	650
Interface Al	32,9	1884,6

<b>Substrato</b>	201,6	5615,6
------------------	-------	--------

Na Tabela a seguir são reportados os valores teóricos para os módulos de elasticidade dos revestimentos NiCr, Al e substrato apresentando também as respectivas variações percentuais em comparação com os valores teóricos.

**Tabela 2** - Valores teóricos e experimentais do módulo de elasticidade dos revestimentos.

<b>REGIÃO</b>	<b>E (GPa) TEÓRICOS</b>	<b>E (GPa) EXPERIMENTAIS</b>	<b>VARIAÇÃO PERCENTUAL %</b>
<b>Revestimento NiCr</b>	210	111,8	46,7
<b>Revestimento Al</b>	70	44,2	36,8
<b>Substrato 4340</b>	210	201,6	4

De acordo com os dados da Tabela 2, é verificado que o NiCr apresentou uma maior variação percentual quando comparado os dados teóricos e experimentais. Para Siebert et al, (1999), possivelmente a queda no módulo de elasticidade se deve às descontinuidades que podem ser adquiridas como microtrincas e porosidades.

Em ambos os materiais é observado uma tendência de decaimento quando a carga aplicada aumenta, sendo esse comportamento verificado mais evidente no Al. Para esse material o comportamento de decaimento é verificado tanto para o módulo de elasticidade quanto para a dureza, isso possivelmente se deve ao próprio comportamento das propriedades mecânicas desse revestimento.

Possivelmente o comportamento variável do módulo de elasticidade apresentado pelos dois tipos de revestimentos pode ter sido influenciado pela presença dessas descontinuidades. O próprio processo de se aspergir termicamente sobre um substrato um tipo de revestimento pode introduzir diversos tipos de descontinuidades e tensões nos materiais, o que pode de certa forma, justificar o comportamento observado.

Utilizando a Equação 5, foi calculada a porosidade para os dois revestimentos, e apresentado os dados na Tabela 6.

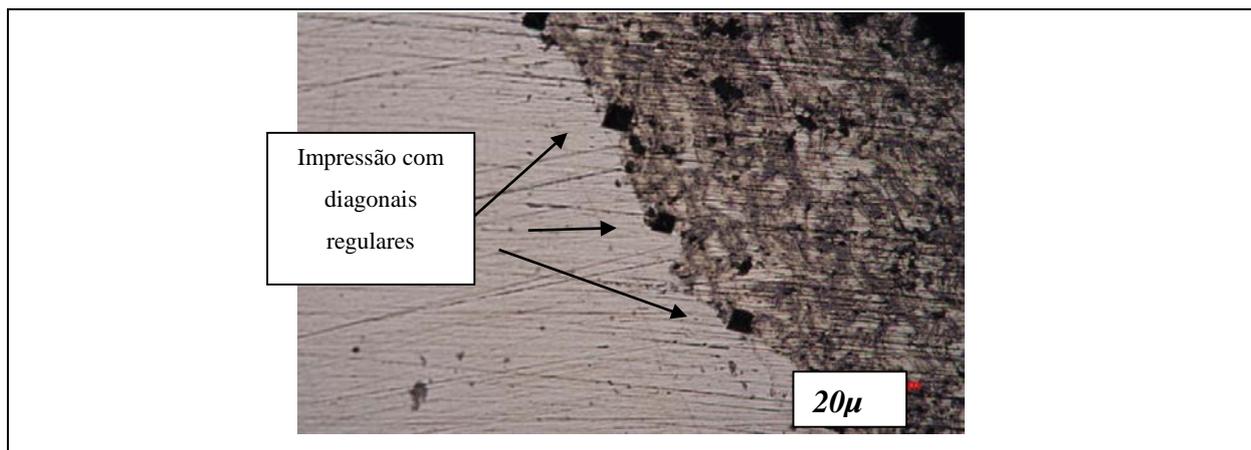
$$E = E^{\circ}(1 - 1,9p) \quad (5)$$

**Tabela 1** – Dados de porosidade obtidos de acordo com as equações (MEYERS, 2009).

<b>DADOS</b>	<b>REVESTIMENTO NiCr</b>	<b>REVESTIMENTO Al</b>
<b>Módulo Experimental GPa</b>	111,8	44,2
<b>Módulo Teórico GPa</b>	210	70
<b>Porosidade Calculada %</b>	24	19

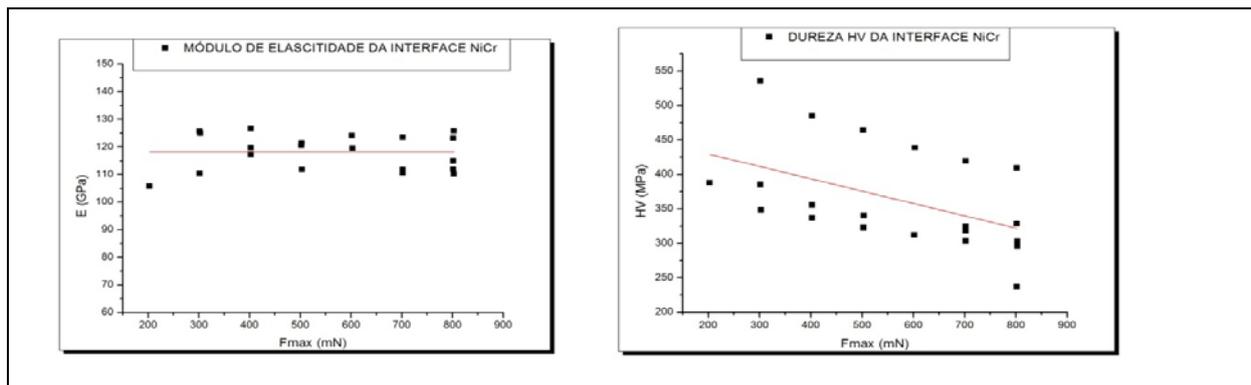
O percentual de porosidade encontrado para o revestimento com a liga NiCr justifica o comportamento variável do seu módulo elástico, segundo a teoria. O módulo elástico e a micro dureza dos revestimentos diminuem gradualmente com o aumento da fração de porosidade.

Para Jin, (2009) o aumento da fração de poros acarreta em uma queda do módulo elástico do material. Tricoteaux et al, 2011, enfatizam, igualmente que o módulo de elasticidade é influenciado pela fração de porosidade. A Figura 7 mostra endentações feitas na interface substrato/revestimento NiCr.



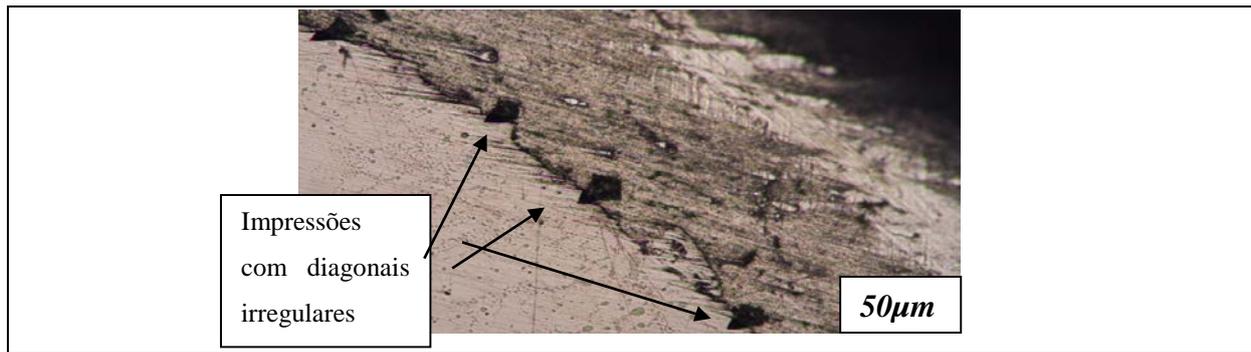
**Figura 5** – Endentações interfaciais para o material com revestimento NiCr.

A impressão deixada na amostra apresenta-se condizente com o formato do penetrador, formato piramidal com diagonais bem definidas. A Figura 6 mostra, o módulo de elasticidade da interface entre o substrato e o revestimentos NiCr.



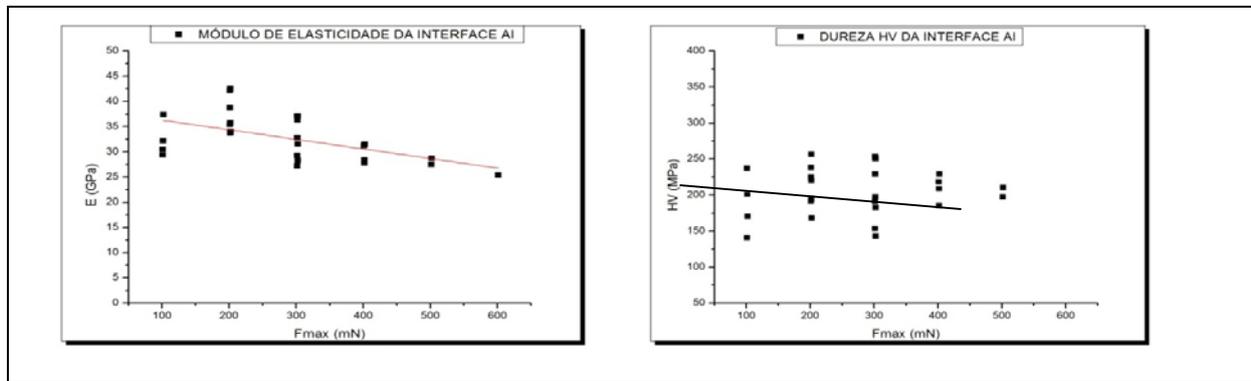
**Figura 6** – Perfil de módulo de elasticidade e dureza HV para interface NiCr.

A Figura 7, mostra as endentações realizadas na interface entre o substrato e o revestimento de Al.



**Figura 7** – Endentações interfaciais realizadas no material com revestimento Al.

A impressão deixada na interface Al pelo penetrador, não apresenta uma forma perfeita para suas diagonais como as impressões obtidas para a interface com NiCr. A Figura 8 mostra o comportamento gráfico para o módulo interfacial do substrato com revestimento e a dureza Vickers.



**Figura 8** – Perfil de módulo de elasticidade e dureza HV para a interface Al.

Utilizando os resultados experimentais calculou-se a relação interfacial utilizando a proposta do modelo teórico de Chicot e Lesage, (1996). A Tabela 7 mostra esses resultados obtidos para a interface de acordo com os dados experimentais de módulo de elasticidade e dureza medido no substrato e revestimento e também retirados diretamente da interface.

**Tabela 2** – Dados experimentais aplicando valores de módulo de elasticidade e dureza medidos no revestimento e substrato, e medidos diretamente na interface.

MEDIDAS COMPARATIVAS DE INTERFACE		
REGIÕES	NiCr	Al
$(E/H)^{1/2}_i$ EXPERIMENTAL.	5,3	7,7
EXPERIMENTAL NA INTERFACE $(E/H)^{1/2}_i$ .	5,9	4,3
Diferença Percentual %	11,3	43,4

A Tabela 8 faz uma comparação entre os valores experimentais e os valores teóricos para a relação de interface e mostra suas diferenças percentuais. Os valores de  $(E/H)^{1/2}_i$  experimental refere-se aos dados experimentais interfaciais de módulo de elasticidade e dureza do revestimento e substrato. E os valores de  $(E/H)^{1/2}_i$  teórico se refere aos dados reportados na literatura para essas propriedades mecânicas do revestimento e substrato.

**Tabela 3** – Comparação entre a relação interfacial experimental e teórica.

<b>MEDIDAS COMPARATIVAS DE INTERFACE</b>		
<b>REGIÕES</b>	<b>NiCr</b>	<b>Al</b>
<b><math>(E/H)^{1/2}_i</math> EXPERIMENTAL.</b>	5,3	7,7
<b><math>(E/H)^{1/2}_i</math> TEÓRICO.</b>	5,2	8,9
<b>Diferença Percentual %</b>	1,9	15,6

Na Tabela 9 são comparados os dados experimentais na interface, das medidas feitas diretamente nessa região, com os valores teóricos.

**Tabela 4** – Comparação entre a relação experimental na interface e teórica.

<b>MEDIDAS COMPARATIVAS DE INTERFACE</b>		
<b>REGIÕES</b>	<b>NiCr</b>	<b>Al</b>
<b><math>(E/H)^{1/2}_i</math> EXPERIMENTAL NA INTERFACE</b>	5,9	4,3
<b><math>(E/H)^{1/2}_i</math> TEÓRICO</b>	5,2	8,9
<b>Diferença Percentual</b>	11,8	$\geq 100$

**Tabela 5** – Valores interfaciais de revestimento experimentais, teóricos comparados com a interface do aço teórico.

<b>REGIÃO</b>	<b>NiCr</b>	<b>Al</b>
<b><math>(E/H)^{1/2}_i</math> (REVESTIMENTO EXPERIMENTAL)</b>	4,7	8,2
<b><math>(E/H)^{1/2}_i</math> (MACIÇO TEÓRICO)</b>	5,2	10,2
<b><math>(E/H)^{1/2}_i</math> (AÇO TEÓRICO)</b>	5,2	5,2

A Tabela 10 apresenta os resultados de interface considerando os dados experimentais e teóricos para os revestimentos. No cálculo da interface maciço teórico, são tomados valores teóricos de módulo e dureza dos revestimentos, como materiais homogêneos, ou seja, sem descontinuidades. A partir dos resultados obtidos experimentalmente para o módulo e a dureza do substrato e dos revestimentos NiCr e Al foi calculada a relação interfacial aplicando o modelo de Chicot e Lesage. Aplicando o modelo foi obtido 5,3 para a interface NiCr e 7,7 para a interface Al. Para medida realizada diretamente na interface os resultados são 5,9 para NiCr

e 4,3 para Al, verifica-se que a interface NiCr apresenta uma melhor correlação entre os dados que a interface Al.

Os resultados interfaciais obtidos, utilizando dados experimentais de E e H do substrato e revestimento, são 5,3 para a interface NiCr, e 7,7 para a interface Al, e 5,2 para a interface NiCr e 8,9 para a interface Al utilizando os valores teóricos retirados da literatura. Como observado nota-se que a interface NiCr apresentou resultados mais satisfatórios se comparados com os resultados da interface Al.

Foi obtido 5,9 para o NiCr e 4,3 para o Al para medidas experimentais feitas diretamente na interface, e 5,2 para o NiCr e 8,9 para o Al com os valores interfaciais teóricos. Novamente a interface NiCr apresentou melhores resultados comparado com a interface Al.

Considerando os resultados experimentais de módulo e dureza dos revestimentos NiCr e Al, aplicados diretamente na relação de interface foram obtidos, 4,7 para a interface NiCr e 8,2 para a interface Al. Admitindo esses valores teóricos de módulo e dureza dos revestimentos aplicados diretamente na relação interfacial foram obtidos, 5,2 para a interface NiCr e 10,2 para a interface Al.

Os resultados foram mais satisfatórios para o NiCr que para o Al, e podem ser justificados pelo fato do primeiro revestimento apresentar propriedades mecânicas, como módulo de elasticidade e dureza, mais próximas do substrato utilizado que o segundo revestimento. Por se tratar de dois materiais com comportamentos térmicos diferenciados, após a deposição do revestimento no substrato, ocorrem modos de resfriamentos distintos entre o bimatéria. Dessa forma ocorre uma contração térmica diferente nos materiais induzindo um aumento nas tensões residuais existentes na interface.

#### **4. CONCLUSÃO**

Este trabalho apresenta um teste de um modelo teórico que se baseia nos cálculos da aderência na prática, admitindo dados de módulo e dureza interfacial reportados da literatura. Foi observado que para determinadas situações o modelo interfacial apresenta boa correlação entre os resultados teóricos e experimentais se mostrando uma excelente alternativa na caracterização da interface. Porém, verificou-se também que existem algumas limitações quando a interface é composta por materiais com propriedades mecânicas muito diferentes como no caso do substrato e do alumínio.

O presente trabalho permite realizar uma comparação entre os resultados experimentais com o modelo teórico de interface proposto por Chicot e Lesage. E permitiu de forma satisfatória estudar as propriedades de interface entre um substrato e um revestimento e suas principais características.

Diante dos resultados expostos, fica evidente a necessidade de uma maior investigação acerca dos fatores causadores desse comportamento, visando buscar justificativas para tais discrepâncias.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVES, Y. M. Estudo das propriedades mecânicas de interface aplicadas em revestimentos espessos obtidos por aspersão térmica. 2011. Tese (Dissertação de Mestrado) – Núcleo de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão.

CHICOT, D., ARAÚJO, P., HORNY, N., TRICOTEAUX, A., LESAGE, J., Application of the interfacial indentation test for adhesion toughness determination. *Surface & Coatings Technology*, v. 200, p.174-177, 2005.

CHICOT, D., DÉRMARÉCAUX, J., LESAGE, J., Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests. *Thin Solid films*, 283, p. 151-157, 1996.

CHICOT, D., ROUDET, F., ZAOUI, A., LOUIS, G., LEPINGLE, V., “ Influence of visco-elasto-plastic properties of magnetite on the elastic modulus: multicyclic indentation and theoretical studies”. *Materials Chemistry and Physics*, v. 119, p.75-81, 2010.

LESAGE, J., STAIA, M. H., CHICOT, D., GODOY, C., DE MIRANDA, P. E. V., “EFFECT OF THERMAL TREATMENTS ON ADHESIVE PROPERTIES OF A NiCr THERMAL SPRAYED COATING”. *Thin Solid Films* 377-378, 2000, p. 681-686.

MAROT, G., DÉMARÉCAUX, PH., LESAGE, J., HADAD, M., SIEGMANN, St., STAIA, M.H., “The interfacial indentation test to determine adhesion and residual stress in NiCr VPS coatings”. *Surface & Coatings Technology*, v. 202, p. 4411-4416, 2008

PASSOS, L. A., ARAÚJO, P. M., SOARES, T. F., LESAGE, J., “APLICAÇÃO DA TÉCNICA DE INDENTAÇÃO INTERFACIAL PARA CARACTERIZAÇÃO DA ADERÊNCIA DE REVESTIMENTOS PROJETADOS POR ASPERSÃO TÉRMICA”. *17º CBECIMat*, Foz do Iguaçu, PR, Brasil, Novembro de 2006.

PHARR, G. M., “MEASUREMENT OF MECHANICAL PROPERTIES BY ULTRA – LOW LOAD INDENTATION”. *Materials Science and Engineering*, A 253, p 151-159, 1998.

PHARR, G. M., OLIVER, W. C., “An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments”. *Materials Research Society*, J. Mater. Res., v. 7, N°. 6, June 1992.

TRICOTEAUX, A.,DUARTE, G., CHICOT, D., BOURHIS, E. Le., BEMPORAD, E., LESAGE, J., Depth – Sensing Indentation Modeling for Determination of Elastic Modulus of Thin Films. *Mechanics Materials*, v. 42, p. 166-174, 2010.

# STUDY OF MECHANICAL PROPERTIES OF APPLIED INTERFACE THICK COATINGS OBTAINED BY THERMAL SPRAYING

**BARBOSA, Jessyca de Jesus<sup>1\*</sup>; FELIX, Luiz Felipe Filho<sup>1</sup>; ALVES, Yuri de Melo<sup>2</sup>; COSTA, André Luiz de Moraes<sup>1</sup>; ARAÚJO, Paulo Mário Machado<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Departamento de Engenharia de Mecânica, Universidade Federal de Sergipe

<sup>2</sup> Núcleo de Pós-Graduação de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe

\* email: jkbarbosa@outlook.com

**Abstract:** *This work appears as an experimental attempt to verify the validity of the theoretical model used to interface radio proposed by Chicot and Lesage. For this, we present a study on the mechanical properties of interface from the instrumented penetration tests. One of the important points of the study is related to the characteristics of materials with micro deformations and influence of defects on the mechanical properties. Discussions are developed concerning the intrinsic properties, particularly the behavior of the modulus of elasticity for different situations in which the materials are. Were used for development work, specimens taken from sucker rods, which are used in oil production equipment. These rods were coated with two types of materials, the basis of a NiCr alloy and the other with Al, both obtained by thermal spray process (arc spray). With the use of instrumented penetration testing was carried out indentations in the coatings, substrate and interface of each sample. With these results, the model was applied and theoretical interfacial later tried to verify its validity.*

**Keywords:** *Mechanical properties, coatings, Interface Penetration instrumented.*