



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÃO
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21d/2023/04.10.19.05-TDI

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DE
REVESTIMENTOS DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO
PRODUZIDOS POR ANODIZAÇÃO SULFÚRICA DA
LIGA AA6061**

Andréia Larissa Alves de Almeida

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelas Dras. Carina Barros Mello, e Graziela da Silva Savonov, aprovada em 30 de março de 2023.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/48SDKGE>>

INPE
São José dos Campos
2023

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE
Coordenação de Ensino, Pesquisa e Extensão (COEPE)
Divisão de Biblioteca (DIBIB)
CEP 12.227-010
São José dos Campos - SP - Brasil
Tel.:(012) 3208-6923/7348
E-mail: pubtc@inpe.br

CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELLECTUAL DO INPE - CEPPII (PORTARIA Nº 176/2018/SEI-INPE):

Presidente:

Dra. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Coordenação-Geral de Ciências da Terra (CGCT)

Membros:

Dra. Ieda Del Arco Sanches - Conselho de Pós-Graduação (CPG)
Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação-Geral de Engenharia, Tecnologia e Ciência Espaciais (CGCE)
Dr. Rafael Duarte Coelho dos Santos - Coordenação-Geral de Infraestrutura e Pesquisas Aplicadas (CGIP)
Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

BIBLIOTECA DIGITAL:

Dr. Gerald Jean Francis Banon
Clayton Martins Pereira - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:

Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)
André Luis Dias Fernandes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:

Ivone Martins - Divisão de Biblioteca (DIBIB)
André Luis Dias Fernandes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÃO
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21d/2023/04.10.19.05-TDI

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DE
REVESTIMENTOS DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO
PRODUZIDOS POR ANODIZAÇÃO SULFÚRICA DA
LIGA AA6061**

Andréia Larissa Alves de Almeida

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelas Dras. Carina Barros Mello, e Graziela da Silva Savonov, aprovada em 30 de março de 2023.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/48SDKGE>>

INPE
São José dos Campos
2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Almeida, Andréia Larissa Alves de.

Al64a Análise das propriedades tribológicas de revestimentos de óxido de alumínio produzidos por anodização sulfúrica da liga AA6061 / Andréia Larissa Alves de Almeida. – São José dos Campos : INPE, 2023.

xxviii + 96 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m21d/2023/04.10.19.05-TDI)

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2023.

Orientadoras : Dras. Carina Barros Mello, e Graziela da Silva Savonov.

1. Tribologia. 2. Anodização. 3. Ligas de alumínio. 4. AA6061. I.Título.

CDU 621.8:546.62



Esta obra foi licenciada sob uma Licença [Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).



MINISTÉRIO DA
CIÊNCIA, TECNOLOGIA
E INOVAÇÃO



INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS
Serviço de Pós-Graduação - SEPGR

DEFESA FINAL DE DISSERTAÇÃO DE ANDRÉIA LARISSA ALVES DE ALMEIDA
BANCA Nº 043/2023, REGISTRO 732358/2021

No dia 30 de março de 2023, na de reuniões do Prédio CTE II, o(a) aluno(a) mencionado(a) acima defendeu seu trabalho final (apresentação oral seguida de arguição) perante uma Banca Examinadora, cujos membros estão listados abaixo. O(A) aluno(a) foi APROVADO(A) pela Banca Examinadora, por unanimidade, em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de Mestra em Engenharia e Tecnologias Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores . O trabalho precisa da incorporação das correções sugeridas pela Banca e revisão final pelo(s) orientador(es).

Novo Título: "ANÁLISE DAS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DE REVESTIMENTOS DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO PRODUZIDOS POR ANODIZAÇÃO SULFÚRICA DA LIGA AA6061"

Membros da Banca:

Dra. Carina Barros Mello – Presidente/Orientadora – INPE

Dra. Graziela da Silva Savonov – Orientadora – INPE

Dr. Sergio Luiz Mineiro – Membro Interno – INPE

Dra. Polyana Alves Radi Gonçalves – Membro Externo – UNIFESP



Documento assinado eletronicamente por **Graziela da Silva Savonov, Tecnologista**, em 04/04/2023, às 07:52 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Carina Barros Mello, Pesquisadora**, em 04/04/2023, às 09:41 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Sergio Luiz Mineiro, Pesquisador Titular**, em 04/04/2023, às 11:21 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Polyana Alves radi goncalves (E), Usuário Externo**, em 04/04/2023, às 14:06 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <https://sei.mcti.gov.br/verifica.html>, informando o código verificador **10933889** e o código CRC **580D2FB6**.

Referência: Processo nº 01340.002135/2023-16

SEI nº 10933889

“Todas as vitórias ocultam uma abdicação”.

Simone de Beauvoir

Dedico este trabalho à minha mãe Ivanira (in memoriam), sempre me incentivou e me apoiou independente dos desafios existentes, as minhas avós Francisca, Anália (in memoriam) e ao meu avô Antônio (in memoriam).

AGRADECIMENTOS

Ao Adalberto e Gustavo pelo apoio, incentivo e amor independente da distância e das dificuldades que passamos juntos.

Às minhas orientadoras Dra. Carina Barros Mello e Dra. Graziela da Silva Savonov, pelos ensinamentos.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo fomento do presente trabalho.

Ao antigo e atual pessoal do Gama, pela amizade.

À Rafaela, Renata e Laura pela amizade, suporte e apoio nos momentos em que precisei.

Ao Guilherme, por sempre estar ao meu lado.

Ao Félix, simplesmente por existir.

A Deus.

À Ivanira, por todo amor e afeto.

RESUMO

O processo de anodização é um dos tratamentos de superfícies mais práticos e com melhor custo/benefício, sendo um procedimento amplamente usado para aumentar a resistência ao desgaste e a dureza de ligas de alumínio, como a AA6061. A anodização foi realizada com o intuito de avaliar as propriedades tribológicas e mecânicas do material com o tratamento superficial em relação a liga sem tratamento. Neste estudo, a anodização foi realizada com tempo constante, variando a densidade de corrente e a concentração de eletrólito. Para caracterizar o filme obtido, utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura (MEV), o perfilômetro óptico, o perfilômetro mecânico e difratômetro de raios X. A dureza, o comportamento tribológico, a esclerometria e a adesão do revestimento foram avaliados. Os resultados revelaram que quanto maior a densidade de corrente e quanto maior a concentração do eletrólito, mais espesso é o revestimento e que a rugosidade aumenta com o acréscimo da densidade de corrente. Os revestimentos que apresentaram maior homogeneidade na formação dos poros obtiveram menores valores de dureza. Todos os revestimentos produzidos apresentaram falhas dentro das aceitáveis de acordo com a norma VDI 3198. Em relação ao ensaio de esclerometria, observou-se que as amostras anodizadas com maior densidade de corrente obtiveram maiores valores de carga crítica. No caso da resistência ao desgaste, as amostras anodizadas com maior concentração do eletrólito mostraram um melhor desempenho em relação às outras.

Palavras-chave: Tribologia. Anodização. Ligas de alumínio. AA6061.

ANALYSIS OF THE TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF ALUMINUM OXIDE COATINGS PRODUCED BY SULFURIC ANODIZATION OF ALLOY AA6061

ABSTRACT

The anodizing process is one of the most practical and cost-effective surface treatments and is widely used to increase the wear resistance and hardness of aluminum alloys such as AA6061. Anodizing was performed in order to evaluate the tribological and mechanical properties of the material with surface treatment in relation to the untreated alloy. In this study, anodizing was performed with constant time, varying current density and electrolyte concentration. To characterize the obtained film, scanning electron microscope (SEM), optical profilometer, mechanical profilometer and X-ray diffractometer were used. Hardness, tribological behavior, sclerometry and coating adhesion were evaluated. The results revealed that the higher the current density and the higher the electrolyte concentration, the thicker the coating and that the roughness increases with the increase in current density. The coatings that showed greater homogeneity in pore formation had lower hardness values. All the coatings produced showed failures within acceptable limits according to the VDI 3198 standard. Regarding the sclerometry test, it was observed that the anodized samples with higher current density obtained higher critical load values. In the case of wear resistance, the anodized samples with a higher electrolyte concentration showed a better performance in relation to the others.

Keywords: Tribology. Anodizing. Aluminum alloys. AA6061.

LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 2.1 – Desenho esquemático de uma célula de anodização.	7
Figura 2.2 – Ilustração da morfologia do OAA do tipo barreira e do OAA do tipo poroso.	8
Figura 2.3 – Ilustração da morfologia do óxido anódico do tipo poroso.	9
Figura 2.4 - Gráfico típico da densidade de corrente em função do tempo e desenho esquemático do processo de formação de poros por anodização eletroquímica. Etapas do crescimento dos poros: (I) formação da camada de óxido; (II) formação de poços por heterogeneidades de campo elétrico local; (III) formação inicial de poros; (IV) crescimento de poros sob condições de estado estacionário.	10
Figura 2.5 – Desenho esquemático do mecanismo de formação dos poros.	12
Figura 2.6 – Desenho esquemático da expansão do volume durante a anodização do alumínio.	13
Figura 2.7 – Esquema de um perfil de superfície em $z(x)$	15
Figura 2.8 – Classificação da qualidade superficial de acordo com os valores de rugosidade média.	16
Figura 2.9 – Esquemático de uma interface entre duas superfícies sólidas.	17
Figura 2.10 – Desenho esquemático do contato entre uma esfera em uma superfície nominalmente plana com a aplicação de uma força normal e a remoção da força.	18
Figura 2.11 – Principais mecanismos de desgaste.	22
Figura 2.12 – Ilustração do processo de alisamento da superfície.	24
Figura 2.13 – Esquema da ponta piramidal de diamante de base quadrada usada para o teste de Vickers.	27
Figura 2.14 – Teste de indentação VDI 3198.	28
Figura 2.15 – Geometrias comumente empregadas em testes de desgaste por deslizamento (a) <i>pin-on-disc</i> , (b) <i>block-on ring</i> , (c) <i>pin-on-reciprocating plate</i> , (d) <i>twin disc</i> e (e) <i>ring-on-ring</i>	30

Figura 2.16 – Demonstração do teste de esclerometria em carga progressiva.	31
Figura 3.1 – Procedimento experimental de anodização.	33
Figura 3.2 – MEV TESCAN MIRA 3.	35
Figura 3.3 – Perfilômetro óptico Wyko NT 1100.	36
Figura 3.4 – Perfilômetro mecânico AlphaStep D-500.	36
Figura 3.5 – Difratorômetro XRD-6000 (Shimadzu).	37
Figura 3.6 – Equipamento de medição de dureza Vickers DuranScan 50 DS-50 (EMCO-TEST).	37
Figura 3.7 – Equipamento de medição de dureza Rocwell C.	38
Figura 3.8 - Tribômetro linear recíproco UMT-2VAC da CETR.	39
Figura 4.1 – Mapa de distribuição dos principais elementos de liga do material AA6061 sem tratamento obtido por EDS: (a) imagem em camadas sobrepostas dos elementos (b) gráfico do espectro de soma de mapas.	41
Figura 4.2 – Imagem da seção transversal das amostras anodizadas em 120 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm ² , (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	43
Figura 4.3 – Imagem da seção transversal das amostras anodizadas em 150 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm ² , (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	44
Figura 4.4 – Imagem da seção transversal das amostras anodizadas em 180 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm ² , (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	45
Figura 4.5 – Imagens da superfície das amostras anodizadas em 120 g/l com densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm ² , (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	46
Figura 4.6 – Imagens da superfície das amostras anodizadas em 150 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm ² , (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	47
Figura 4.7 – Imagens da superfície das amostras anodizadas em 180 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm ² , (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	48
Figura 4.8 – Imagem da superfície da amostra da liga de alumínio AA6061 sem tratamento (a) com menor e (b) maior aproximação.	49
Figura 4.9 – Formação dos poros de forma (a) homogênea (150 g/l e 2,0 A/dm ²) e (b) não-homogênea (120 g/l e 1,5 A/dm ²).	50
Figura 4.10 – Perfis de superfície das amostras (a) 120 g/l e 1,2 A/dm ² , (b) 120 g/l e 2,0 A/dm ² e (c) da liga de alumínio AA6061 sem anodização.	51

Figura 4.11 – Gráfico DRX do substrato e das amostras anodizadas em várias condições.....	53
Figura 4.12 – Valor médio da dureza em função da densidade de corrente de anodização das amostras.	54
Figura 4.13 – Imagem das indentações do teste de Rockwell C nas concentrações de 120 g/l e densidade de corrente (a) 1,2 A/dm ² , (b)1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	55
Figura 4.14 – Imagem das indentações do teste de Rockwell C nas concentrações de 150 g/l e densidade de corrente (a) 1,2 A/dm ² , (b)1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	56
Figura 4.15 – Imagem das indentações do teste de Rockwell C nas concentrações de 180 g/l e densidade de corrente (a) 1,2 A/dm ² , (b)1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	57
Figura 4.16 – Comparação do (a) padrão do teste de indentação VDI 3198, com as amostras anodizadas em 2,0 A/dm ² nas concentrações de (b) 120 g/l, (c) 150 g/l e (d) 180 g/l.	58
Figura 4.17 – Imagem EDS das indentações do teste de Rockwell C na concentração de 120 g/l e densidade de corrente 1,2 A/dm ² (a) com sobreposição das camadas (b) concentração do alumínio e (c) concentração do oxigênio.....	59
Figura 4.18 – Gráfico de força normal (Fz, N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T, s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 120 g/l e 1,2 A/dm ²).....	60
Figura 4.19 – Gráfico de força normal (Fz, N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T, s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 120 g/l e 1,5 A/dm ²).....	61
Figura 4.20 – Gráfico de força normal (Fz, N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T, s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 120 g/l e 2,0 A/dm ²).....	61
Figura 4.21 – Gráfico de força normal (Fz, N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T, s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 150 g/l e 1,2 A/dm ²).....	62

Figura 4.22 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T, s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 150 g/l e 1,5 A/dm ²).....	62
Figura 4.23 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T, s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 150 g/l e 2,0 A/dm ²).....	63
Figura 4.24 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T, s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 180 g/l e 1,2 A/dm ²).....	63
Figura 4.25 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T, s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 180 g/l e 1,5 A/dm ²).....	64
Figura 4.26 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T, s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 180 g/l e 2,0 A/dm ²).....	64
Figura 4.27 – Gráfico do coeficiente de atrito por tempo das amostras anodizadas em 120 g/l.....	67
Figura 4.28 – Gráfico do coeficiente de atrito por tempo das amostras anodizadas em 150 g/l.....	68
Figura 4.29 – Gráfico do coeficiente de atrito por tempo das amostras anodizadas em 180 g/l.....	69
Figura 4.30 – Gráfico do coeficiente de atrito por tempo da liga sem tratamento.	70
Figura 4.31 – Gráfico do coeficiente de atrito – dureza – rugosidade média (R_a) em função da densidade de corrente da liga anodizada em 120 g/l.	72
Figura 4.32 – Gráfico do coeficiente de atrito – dureza – rugosidade média (R_a) em função da densidade de corrente da liga anodizada em 150 g/l.	72
Figura 4.33 – Gráfico do coeficiente de atrito – dureza – rugosidade média (R_a) em função da densidade de corrente da liga anodizada em 180 g/l.	73
Figura 4.34 – Imagens das trilhas das amostras anodizadas em 120 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm ² , (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	74

Figura 4.35 – Imagens das trilhas das amostras anodizadas em 150 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm ² , (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	75
Figura 4.36 – Imagens das trilhas das amostras anodizadas em 180 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm ² , (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	76
Figura 4.37 – Imagem da trilha da liga de alumínio AA6061 sem anodização. 77	
Figura 4.38 – Região central da trilha anodizada em 120 g/l e (a) 1,2 A/dm ² e (b) 2,0 A/dm ²	78
Figura 4.39 – Imagem EDS da região central da trilha anodizada em 120 g/l e 1,2 A/dm ²	78
Figura 4.40 – Gráfico de profundidade em função da largura das amostras anodizadas em 120 g/l e (a) 1,2 A/dm ² (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	80
Figura 4.41 – Gráfico de profundidade em função da largura das amostras anodizadas em 150 g/l e (a) 1,2 A/dm ² (b) 1,5 A/dm ² e (c) 2,0 A/dm ²	81
Figura 4.42 – Gráfico de profundidade em função da largura da liga sem tratamento.	83
Figura 4.43 – Gráfico de profundidade por largura da amostra anodizada em 180 g/l e 1,2 A/dm ²	83

LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
Tabela 2.1 – Designação da liga de alumínio devido ao seu elemento principal.	4
Tabela 2.2 – Tipos de tratamento térmico da liga.	5
Tabela 2.3 - Composição química da liga 6061.	6
Tabela 3.1 – Parâmetros do teste de desgaste.....	39
Tabela 3.2 – Parâmetros do teste de esclerometria.....	40
Tabela 4.1 – Espessura da camada de óxido de alumínio anodizado.	42
Tabela 4.2 – Rugosidade da superfície.....	51
Tabela 4.3 – Valores de aproximados de carga crítica (N) obtidos no teste de esclerometria.....	65
Tabela 4.4 – Coeficiente de atrito médio.....	66
Tabela 4.5 – Coeficiente de atrito médio da região estabilizada.	70
Tabela 4.6 – Profundidade e largura das trilhas.....	79

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

Al	Alumínio
COF	Coefficient of friction – Coeficiente de atrito
DAC	Dissolução assistida por campo
DDP	Diferença de potencial
DRX	Difratometria de Raios X
EDS	Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy – Espectroscopia de Raios X por Dispersão de Energia
ER	Elétrons retroespalhados
ES	Elétrons secundários
FEG	Field Emission Gun – Canhão de Emissão de Campo
ISO	International Organization for Standardization – Organização Internacional de Normalização
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
OAA	Óxido anódico de alumínio
PM	Perfilometria mecânica
PO	Perfilometria óptica

LISTA DE SÍMBOLOS

V	Tensão, V
i	Corrente, A
R	Resistência, Ω
h_{Al}	Altura da camada de alumínio, μm
h_{OAA}	Altura da camada de óxido anódico, μm
R_a	Rugosidade média, μm
R_t ou R_y	Rugosidade total, μm
R_p	Rugosidade máxima do pico do perfil, μm
R_v	Profundidade máxima do vale do perfil, μm
R_z	Rugosidade máxima, μm
R_{pm}	Rugosidade média dos cinco maiores picos e a linha média, μm
σ	Desvio padrão
A_a	Área aparente, m^2
A_r	Área real, m^2
F	Força de atrito, N
μ	Coefficiente de atrito
W	Força normal, N
HV	Dureza, HV
P	Carga aplicada, gf
α	Ângulo de face, graus
Lc	Carga crítica, N

SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Objetivos.....	1
1.1.1 Objetivo geral	1
1.1.2 Objetivos específicos	2
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	3
2.1 Ligas de alumínio.....	3
2.2 Processo de anodização.....	6
2.3 Tribologia.....	14
2.3.1 Morfologia da superfície e contato entre as superfícies	14
2.3.2 Adesão entre sólidos.....	17
2.3.3 Atrito.....	18
2.3.4 Atrito entre materiais cerâmicos.....	20
2.3.5 Desgaste	21
2.3.6 Desgaste entre materiais cerâmicos	23
2.4 Caracterização do revestimento	24
2.4.1 Microscopia eletrônica de varredura	25
2.4.2 Perfilometria óptica.....	25
2.4.3 Perfilometria mecânica.....	26
2.4.4 Difratomia de raios-X	26
2.5 Testes mecânicos e tribológicos.....	27
2.5.1 Microindentador	27
2.5.2 Indentador Rockwell C	28
2.5.3 Tribômetro.....	29
3 METODOLOGIA.....	33
3.1 Anodização	33
3.2 Caracterização do revestimento e ensaios de dureza e tribologia.....	34
3.2.1 Microscopia eletrônica de varredura	35
3.2.2 Perfilometria óptica.....	35
3.2.3 Perfilometria mecânica.....	36

3.2.4	Difratometria de raios-X	36
3.2.5	Microindentação	37
3.2.6	Indentação Rockwell C.....	38
3.2.7	Desgaste e esclerometria.....	38
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	41
4.1	Superfície sem desgaste	41
4.2	Ensaio de dureza	54
4.3	Ensaio de aderência (Rockwell C).....	55
4.4	Ensaio de esclerometria	59
4.5	Ensaio de desgaste	66
4.6	Sumário	84
5	CONCLUSÃO	86
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	87
7	TRABALHOS APRESENTADOS.....	88
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89

1 INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio (Al) são amplamente utilizadas em diversas indústrias devido à sua baixa densidade, altas condutividades térmica e elétrica e alta relação de resistência/peso. Porém, sua baixa dureza e baixa resistência ao desgaste comprometem a utilização da liga em componentes de motores e aeronaves (MOHITFAR et al., 2020). Para mitigar essas questões, é realizada a anodização do metal, que cria uma camada superficial protetiva de óxido de alumínio. Além de ser um procedimento simples, possui alta eficácia, em que uma das suas principais funções é aumentar as resistências ao desgaste por atrito e à corrosão (GUO et al., 2022). A anodização é um processo eletroquímico que converte a camada do metal em uma camada superficial de óxido protetor (SHORT; BRYANT, 1975).

Durante o processo de anodização, são formados dois tipos de camada: uma camada mais interna – denominada de camada de barreira, é um filme mais compacto e não poroso – e uma camada externa, porosa, formada por células hexagonais combinadas (LEE; PARK, 2014).

Este trabalho tem como objetivo estudar as propriedades mecânicas e tribológicas da camada porosa do óxido de alumínio formado pelo processo de anodização da liga de alumínio AA6061, em função das variáveis do processo como densidade de corrente e concentração do eletrólito ácido.

1.1 Objetivos

Para entender a problemática relacionada às propriedades mecânicas e tribológicas da liga de alumínio AA6061, propõe-se neste trabalho os seguintes objetivos.

1.1.1 Objetivo geral

Avaliar o comportamento tribológico e a dureza da liga de alumínio AA6061 anodizada sob diferentes condições experimentais.

1.1.2 Objetivos específicos

- Avaliar a morfologia da superfície das amostras produzidas variando as seguintes condições de anodização: concentração do eletrólito e densidade de corrente;
- Medir e comparar a espessura e a dureza dos diferentes revestimentos obtidos;
- Analisar o comportamento tribológico das amostras anodizadas através de ensaios de desgaste do tipo linear recíproco em relação à liga sem tratamento.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

O alumínio é um dos elementos metálicos mais abundantes existentes na crosta terrestre. O metal é obtido a partir da redução eletrolítica do Al_2O_3 dissolvido em criolita líquida. O procedimento foi desenvolvido por Charles Hall (EUA) e Paul Héroult (França) em 1886, de forma independente. Toda a produção primária de alumínio atualmente é baseada no processo Hall-Héroult (DAVIS, 1993).

Com o intuito de alterar algumas propriedades químicas e físicas do metal, são feitas combinações do alumínio com outros elementos como, cobre, zinco, ferro e silício, formando assim as ligas de alumínio (THE ALUMINIUM ASSOCIATION, 2015).

2.1 Ligas de alumínio

Em geral, as ligas são divididas em dois grupos: ligas para trabalho e conformação e ligas para a fundição. As ligas para trabalho e conformação são indicadas para a fabricação de produtos semiacabados como: laminados planos (placas), laminados não planos (tarugos), perfis extrudados e componentes forjados. Já as ligas para fundição são indicadas para a fabricação de produtos fundidos (DAVIS, 2001).

Esses dois grupos se subdividem em: ligas tratáveis termicamente que são endurecidas por meio de tratamento térmico, e ligas não-tratáveis que não são endurecidas por tratamento térmico (VIANA, 2009).

A nomenclatura mais usual dessas ligas foi desenvolvida pela *Aluminum Association*. Em que, foi definido um sistema de quatro dígitos que indica a composição da liga. O primeiro dígito apresenta o elemento de liga principal na composição. O segundo indica uma modificação específica na liga. Já o terceiro e o quarto dígitos são números aleatórios usados para indicar ligas específicas da série (THE ALUMINIUM ASSOCIATION, 2015). As composições de acordo com a nomenclatura são apresentadas na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Designação da liga de alumínio devido ao seu elemento principal.

Principais elementos de liga	Série
Alumínio (Al) ≥ 99,0%	1XXX
Cobre (Cu)	2XXX
Manganês (Mn)	3XXX
Silício (Si)	4XXX
Magnésio (Mg)	5XXX
Magnésio e Silício	6XXX
Zinco	7XXX
Outros elementos	8XXX
Série não utilizada	9XXX

Fonte: Adaptado de The Aluminium Association (2015).

As ligas podem possuir uma vírgula entre os dois últimos números que indica que a liga é fundida. Há também outra classificação que apresenta os tratamentos térmicos impostos no material, separado da seguinte forma: XXXX - XX. Esta classificação é composta por uma letra e até três números (METALTHAGA, 2022). As letras são dadas por:

- a) F (conforme fabricada): não houve o controle nos parâmetros térmicos do processo a quente, a frio ou de envelhecimento;
- b) O (recozida): o material foi tratado de forma que a liga tenha menor resistência mecânica;
- c) W (solubilizada): há uma condição instável após o resfriamento rápido da liga. O tempo de envelhecimento é apresentado da seguinte forma: W2h
- d) T (tratada termicamente): há uma condição estável após a solubilização, geralmente é seguida por um número que representa a sequência de tratamentos, como apresentado na Tabela 2.2 (METALS HANDBOOK, 1979).

Tabela 2.2 – Tipos de tratamento térmico da liga.

Sigla	Tratamento
T1	Processada a quente e envelhecida naturalmente
T2	Processada a quente, trabalhada a frio e envelhecida
T3	Solubilizada, trabalhada a frio e envelhecida naturalmente
T4	Solubilizada e envelhecida naturalmente
T5	Processada a quente e envelhecida artificialmente
T6	Solubilizada e envelhecida artificialmente
T7	Solubilizada e super envelhecida ou estabilizada
T8	Solubilizada, trabalhada a frio e envelhecida artificialmente
T9	Solubilizada, envelhecida artificialmente e deformada a frio
T10	Processada a quente, trabalhada a frio e envelhecida

Fonte: Adaptado de The Aluminium Association (2015).

A liga utilizada neste trabalho para análise é a 6061 T6, é caracterizada por possuir uma boa aceitação ao processo de anodização e boa usinabilidade. É aplicada em locais em que se há necessidade de uma alta resistência mecânica (METALTHAGA, 2022). A composição química que caracteriza esta liga é apresentada na Tabela 2.3.

Tabela 2.3 - Composição química da liga 6061.

Elemento	Quantidade (%)
Silício	0,4 - 0,8
Ferro	0,7
Cobre	0,15 - 0,4
Manganês	0,15
Magnésio	0,8 - 1,2
Cromo	0,04 - 0,35
Zinco	0,25
Titânio	0,15
Outros	0,15
Alumínio	restante

Fonte: Adaptado de Atecmetais (2022).

Essa liga é amplamente utilizada nas indústrias de construção naval, moveleira e aeronáutica (ATECMETAIS, 2022). Em relação a outros materiais metálicos utilizados no setor aeroespacial, a liga 6061 possui baixo peso específico, excelente condutividade elétrica e térmica, boa resistência à corrosão e ductilidade elevada. Porém, apresenta baixa resistência ao desgaste, uma das formas de aumentar a resistência do material é submetê-lo a processos eletroquímicos como por exemplo, a anodização (RAJ, 2021).

2.2 Processo de anodização

O alumínio oxida naturalmente quando exposto ao ar, a superfície é recoberta por uma camada de alumina (Al_2O_3) que protege contra os agentes corrosivos presentes no ambiente. Essa camada produzida de forma natural tem espessura e dureza variável. Dessa forma, para algumas aplicações é necessária a formação de uma camada mais espessa, seja por processos químicos ou eletrolíticos, como no caso, a anodização (SILVA, 1981; METALS HANDBOOK, 1987; OLGA COLOR, 2004).

A anodização é um processo eletrolítico em que ocorre o espessamento da camada de Al_2O_3 , produzindo uma camada impermeável na superfície. Esse procedimento pode ser visto de uma forma simplificada como a operação de um circuito elétrico, que segue a lei de Ohm (ARAÚJO *et al.*, 2021; RUNGE, 2018).

$$V = iR \quad (2.1)$$

V = tensão do circuito dada em Volts;

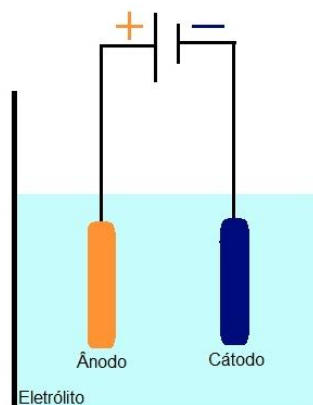
R = resistência do circuito dada Ohms; e

i = corrente do circuito dada em Amperes.

Diferentemente do circuito elétrico, no circuito eletroquímico, a área da superfície deve ser considerada no cálculo do potencial seja na reação de dissolução de um cátodo para produzir um depósito na superfície do ânodo (galvanoplastia), ou a dissolução de um ânodo para o crescimento de um óxido (anodização). A densidade de corrente se torna essencial ao se tratar de uma reação de anodização (RUNGE, 2018).

A anodização ocorre com uma aplicação de uma diferença de potencial (DDP) na célula eletrolítica. Essa DDP causa a eletrólise da água, em que os íons de oxigênio são atraídos pela superfície anódica do metal (GRUBBS, 2007). Uma célula de anodização é ilustrada na Figura 2.1.

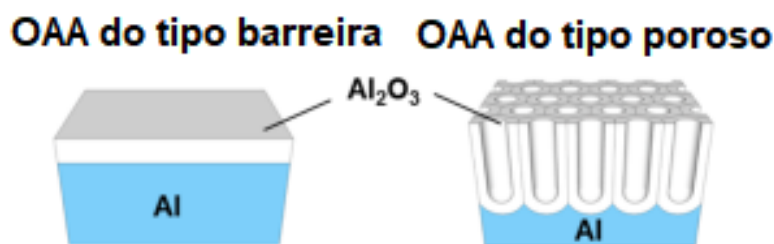
Figura 2.1 – Desenho esquemático de uma célula de anodização.



Fonte: Autora.

O processo de anodização de ligas de alumínio em eletrólitos aquosos podem formar dois tipos de óxidos diferentes: o óxido anódico de alumínio (OAA) do tipo barreira e o OAA do tipo poroso. A morfologia do óxido será determinada pela natureza química do eletrólito. O OAA do tipo barreira será formado em eletrólitos próximos ao pH neutro (5-7), como borato, oxalato, fosfato, entre outros, em que o óxido anódico é praticamente insolúvel. Já o OAA do tipo poroso é formado em eletrólitos ácidos como, sulfúrico, oxálico, fosfórico, crômico, entre outros, nesse caso o óxido é levemente solúvel. Os primeiros modelos que descreveram o crescimento desse óxido anódico foram desenvolvidos baseados no OAA do tipo barreira (LEE; PARK, 2014). Os dois tipos de óxidos formados podem ser visualizados na Figura 2.2.

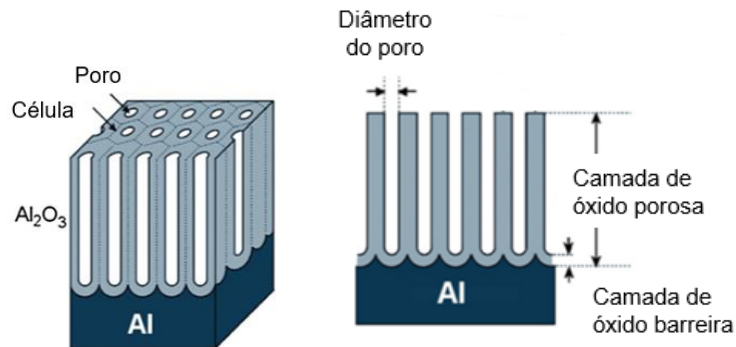
Figura 2.2 – Ilustração da morfologia do OAA do tipo barreira e do OAA do tipo poroso.



Fonte: Adaptado de Lee e Park (2014).

A camada de óxido de barreira não é porosa e é insolúvel ou se dissolve em uma taxa mais lenta do que é formada no eletrólito (ALWITT, 2002). Já a camada do tipo porosa é composta por células hexagonais combinadas, em que, além da camada porosa apresenta também uma camada fina de óxido do tipo barreira adjacente ao substrato (LEE; PARK, 2014; KIM, 1996). A Figura 2.3 mostra a morfologia do OAA do tipo poroso.

Figura 2.3 – Ilustração da morfologia do óxido anódico do tipo poroso.

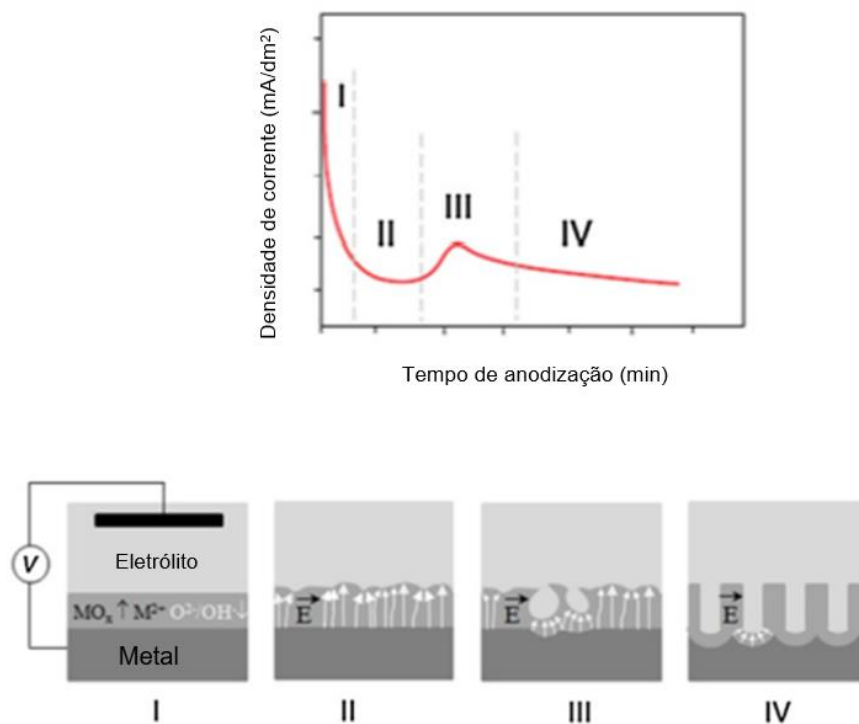


Fonte: Adaptado de Jani, Losic e Voelcker (2013).

A formação desse óxido anódico pode ser alterada com a mudança de tensão (modifica o diâmetro dos poros) ou densidade de corrente (altera a espessura do revestimento) durante o processo de anodização. A formação dessa camada ocorre por meio da dissolução assistida pelo campo elétrico (DAC), na qual é favorecida a mobilidade dos íons e, conseqüentemente, a formação da camada anódica (FURNEAUX; RIGBY; DAVIDSON, 1989; PARKHUTIK; SHERSHULSKY, 1992; ZHU, *et al.*, 2009).

Nesse processo há quatro etapas para a formação do revestimento, elas podem ser identificadas no gráfico de densidade de corrente x tempo. O diagrama esquemático desse processo é ilustrado na Figura 2.4.

Figura 2.4 - Gráfico típico da densidade de corrente em função do tempo e desenho esquemático do processo de formação de poros por anodização eletroquímica. Etapas do crescimento dos poros: (I) formação da camada de óxido; (II) formação de poços por heterogeneidades de campo elétrico local; (III) formação inicial de poros; (IV) crescimento de poros sob condições de estado estacionário.



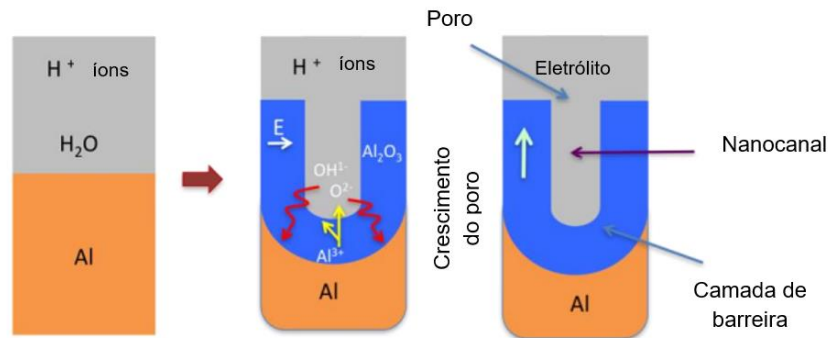
Fonte: Adaptado de Jani, Losic e Voelcker (2013).

Na etapa I, há o desenvolvimento da camada de óxido compacta e uniforme na superfície do metal. Após a formação dessa camada, a densidade de corrente cai rapidamente. Na etapa II inicia-se o processo de formação dos poros pela DAC na superfície da camada de barreira. Surge a morfologia padrão dos poros na etapa III, nesse estágio, há um aumento na migração iônica, o que causa um aumento na densidade de corrente, até que a superfície seja completamente recoberta por poros. Os poros não são uniformes nesta fase, há também uma concorrência entre o crescimento do óxido no fundo do poro e, do processo de dissolução do óxido nas interfaces da camada do OAA do tipo barreira. Por fim, na etapa IV, o processo de formação dos poros atinge um estado estacionário, em que há a distribuição de poros uniformes na superfície. Esse processo de organização dos poros é influenciado pela tensão elástica gerada pela expansão

do volume, que regula o grau de uniformidade e o arranjo hexagonal dos poros (GHICOV; SCHMUKI, 2009; SINGH; GOLOVIN; ARANSON, 2006; PARKHUTIK; SHERSHULSKY, 1992; HOUSER; HERBERT, 2009).

Um dos modelos que explica a formação desses poros é a DAC na interface eletrólito/óxido e a geração do óxido entre o metal/óxido. Neste modelo afirma-se que, os óxidos formados em eletrólitos com pH maior que 5 geram uma camada barreira na qual os íons Al^{3+} ficam retidos no óxido, produzindo assim uma camada de espessura uniforme e estável. Já no caso de eletrólitos de pH inferior a 5, há um fluxo significativo dos íons de alumínio para o eletrólito. Com isso, forma-se um óxido instável na superfície. Essa instabilidade ocasiona variações no campo elétrico aplicado, que resulta no aumento da taxa de dissolução. Este mecanismo produz uma interface subjacente de metal/óxido e óxido/eletrólito, que é constituída por depressões hemisféricas por unidade de área, correspondente à densidade dos poros. Nessas depressões o campo elétrico tende a ser mais concentrado, devido ao efeito de foco ocasionado pelo formato hemisférico, com isso, há o aumento da taxa de DAC. Essas depressões formam as bases estruturais dos poros. A formação desses poros será influenciada pela topografia inicial da superfície, a presença de imperfeições, como impurezas, arranhões, fissuras, contornos de grão e tratamentos aplicados na superfície antes da anodização, apresentarão um crescimento preferencial da camada porosa (VRUBLEVSKY *et al.*, 2007; THOMPSON *et al.*, 1987; GARCIA-VERGARA *et al.*, 2006; HOAR; YAHALOOM, 1963; POINERN; ALI; FAWCETT, 2011). Esse mecanismo é apresentado na Figura 2.5.

Figura 2.5 – Desenho esquemático do mecanismo de formação dos poros.



Fonte: Adaptado de Poinern, Ali e Fawcett (2011).

Os íons Al^{3+} migram da interface metal/óxido para o óxido, enquanto isso, os íons O^{2-} produzidos na eletrólise da água também se deslocam para a camada em formação. Nessa etapa, cerca de 70% dos íons de Al^{3+} e O^{2-} contribuem para a formação da camada de barreira, os íons de alumínio restantes se dissolvem no eletrólito. Durante esse processo, a camada de barreira se regenera constantemente com o crescimento do OAA poroso, apresentando um formato semi-esférico, presente no fundo do poro (PATERMARAKIS, 1998; PALBRODA, 1995; POINERN; ALI; FAWCETT, 2011).

A reação de dissolução anódica do alumínio é dada por:



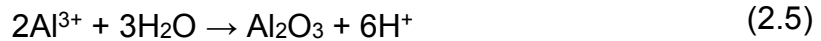
A reação resultante do cátodo produz:



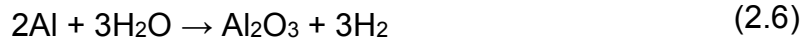
As reações anódicas que ocorrem na fronteira metal/óxido:



Na fronteira óxido/eletrólito:

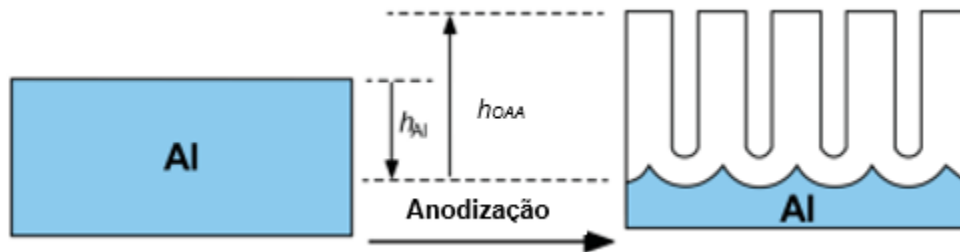


Somando as reações, obtém-se a equação geral da anodização:



No processo de anodização são geradas tensões mecânicas no material, mas além dessas tensões, também há uma força de repulsão entre os poros vizinhos, que resultam na expansão do volume (fator de 2) durante a oxidação do alumínio em alumina. Essa expansão resulta em uma diferença de densidade entre os materiais, Al_2O_3 ($3,2 \text{ g/cm}^3$) e Al ($2,7 \text{ g/cm}^3$), essa expansão contribui para o formato hemisférico da base do poro. Experimentalmente, o fator de expansão é em torno de 0,8 a 1,6, dependendo da eficiência da corrente de formação (LI; ZHANG; METZGER, 1998; POINERN; ALI; FAWCETT, 2011). A ilustração dessa expansão é mostrada na Figura 2.6.

Figura 2.6 – Desenho esquemático da expansão do volume durante a anodização do alumínio.



Fonte: Adaptado de Lee e Park (2014).

h_{Al} é a altura da camada de alumínio e h_{OAA} é a altura da camada de óxido formada depois do processo de anodização.

Como citado anteriormente, um dos objetivos da aplicação da anodização no alumínio é a melhoria da resistência ao desgaste do material. Para compreender o processo de desgaste, é necessário primeiramente entender a ciência por trás desse mecanismo, a tribologia.

2.3 Tribologia

O termo tribologia foi definido como a ciência e tecnologia de superfícies que interagem em um movimento relativo, e dos assuntos e práticas relacionados (JOST, 1966). A tribologia abrange três áreas principais: atrito, desgaste e lubrificação. As características tribológicas de um par de materiais são influenciadas pelo tipo de movimento, geometria, pressão de contato, velocidade de deslizamento, temperatura, umidade, além das propriedades físicas e químicas dos materiais (BHUSHAN, 2013).

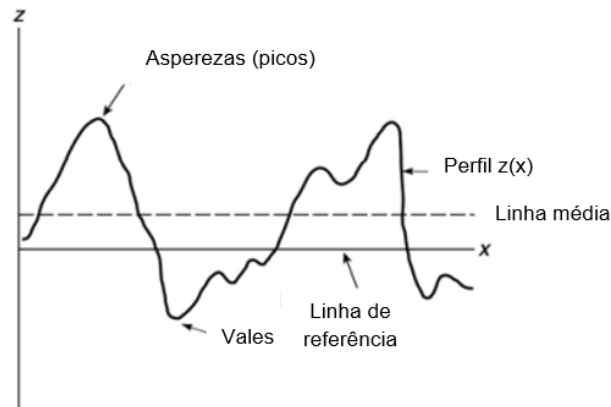
Para compreender a interação de um tribossistema, primeiramente, é necessário estudar a morfologia da superfície e o tipo de contato gerado entre os sólidos. Uma breve análise a respeito da topografia e do contato entre as superfícies é apresentada a seguir.

2.3.1 Morfologia da superfície e contato entre as superfícies

As superfícies sólidas contêm irregularidades ou desvios na forma geométrica, essas irregularidades podem ser de ordem interatômicas até desvios de forma (WHITEHOUSE, 1994; BHUSHAN, 1996; THOMAS, 1999). A textura de uma superfície é determinada pelo arranjo, forma e tamanho dos elementos individuais. Esses elementos individuais incluem: (1) rugosidades (da escala nano e micro), (2) ondulações (macro), (3) configuração (riscos) e (4) falhas (ZUM GAHR, 1987; BHUSHAN, 2013).

Nano e micro rugosidades são formadas por flutuações na superfície de menor comprimento, caracterizadas por picos (asperezas; máximas locais) e vales (mínimas locais) de diferentes amplitudes e espaçamentos. Ondulações são irregularidades na superfície de maior comprimento e são conhecidas como macro rugosidade. A configuração é a direção principal do padrão de superfície predominante, normalmente determinado pelo método de produção mecânica. As falhas são interrupções não intencionais, inesperadas e indesejadas na textura. Normalmente não são considerados parte da textura da superfície (BHUSHAN, 2013). O perfil de uma superfície é apresentado na Figura 2.7.

Figura 2.7 – Esquema de um perfil de superfície em $z(x)$.



Fonte: Adaptado de Bushan (2013).

A rugosidade da superfície geralmente se refere às variações na altura da superfície em relação a um plano de referência, é medida ao longo de um único perfil de linha ou ao longo de um conjunto de perfis de linhas paralelas (mapas de superfície). Os diferentes tipos de rugosidades são definidos como:

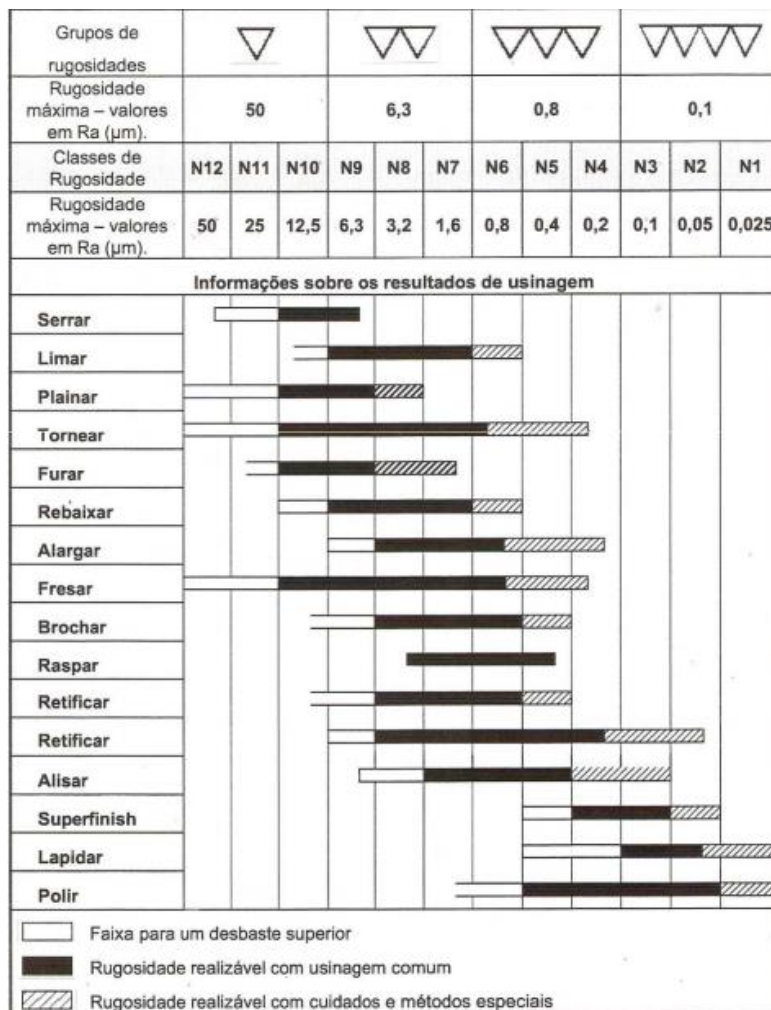
- R_a é a média aritmética dos valores absolutos do desvio vertical da linha média ao longo do perfil;
- R_t ou R_y é a distância entre o pico mais alto e o vale mais baixo;
- R_p é a diferença entre o maior pico e a linha média;
- R_v é a medida entre a linha média e o vale mais baixo;
- R_z é o intervalo entre as médias dos cinco picos mais altos e os cinco vales mais baixos;
- R_{pm} é distância entre as médias dos cinco maiores picos e a linha média.

Outro parâmetro utilizado é o desvio padrão (σ) que é definido como a raiz quadrada da média aritmética do quadrado do desvio vertical da linha média (BHUSHAN, 2013; OLYMPUS, 2022).

A razão para usar um valor médio de picos e vales é minimizar o efeito dessas deformidades não representativas que ocorrem ocasionalmente e podem fornecer um valor incorreto se considerados isoladamente. R_z e R_{pm} são mais reproduzíveis e são recomendados pela ISO (International Organization for Standardization - Organização Internacional de Normalização). Em muitas

aplicações tribológicas, as asperezas mais altas podem ser um parâmetro importante, porque o dano à interface pode ser causado por esses picos, por outro lado, os vales podem afetar a retenção e o fluxo da lubrificação (BHUSHAN, 2013). A classificação da qualidade da superfície de acordo com a rugosidade média é apresentada na Figura 2.8.

Figura 2.8 – Classificação da qualidade superficial de acordo com os valores de rugosidade média.

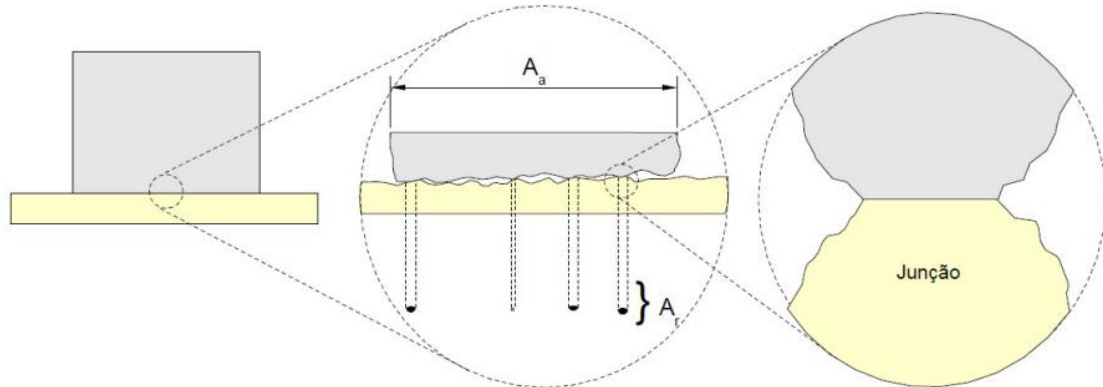


Fonte: Adaptado de ISO 1302 (2002).

A rugosidade superficial influencia diretamente no contato entre duas superfícies sólidas, esse contato ocorre em áreas de pontos individuais, denominados junções, ou seja, não ocorre ao longo de toda área aparente (A_a) de contato

(ZUM GAHR, 1987). A soma das áreas de todos esses pontos de contato constitui a área real (A_r). A Figura 2.9 ilustra a diferença entre a área real e a área aparente de contato.

Figura 2.9 – Esquemático de uma interface entre duas superfícies sólidas.



Fonte: Stoeterau (2004).

A área real de contato é uma função da textura da superfície, propriedades do material e condições de carregamento interfacial. A proximidade dos picos resulta em contatos adesivos causados por interações interatômicas. Quando duas superfícies se movem uma em relação à outra, a adesão dessas junções contribui para o aumento da força de atrito. Quanto menor a área real de contato, menor será a interação entre as superfícies, o que pode ocasionar um menor desgaste. A área de contato real pode ser aumentada quando as superfícies estão em movimento relativo, esse fenômeno é conhecido como crescimento de junções (BHUSHAN, 2013; ZUM GAHR, 1987; HUTCHINGS, 1992).

2.3.2 Adesão entre sólidos

Quando duas superfícies sólidas são colocadas em contato, pode ocorrer adesão ou ligação através da interface, o que requer uma força normal finita, chamada de força adesiva, para separar os dois sólidos. Em geral contaminantes de superfície ou filmes finos reduzem a adesão, porém o oposto pode ser verdadeiro. Em superfícies lubrificadas, na maioria dos casos, é observada uma adesão fraca. Em muitas aplicações de engenharia a adesão é indesejável,

como em máquinas deslizantes e rotativas. A adesão resulta em atrito e desgaste (BHUSHAN, 2013).

Em um sentido amplo, a adesão pode ser de natureza física ou química. Uma interação química envolve ligações covalentes, iônicas e metálicas. Já interação física envolve as ligações de hidrogênio e de Van der Waals como resultado de forças intermoleculares (forças secundárias de atração). As ligações secundárias são muito mais fracas do que nas moléculas que sofrem interação química, pois não há troca de elétrons (BHUSHAN, 2013).

Um dos fatores que altera a força adesiva é área real de contato. Ao aplicar uma força sobre dois materiais a área de contato é alterada, esse aumento dependerá do módulo de elasticidade dos materiais. Quanto menor o módulo de elasticidade, menor a recuperação elástica (BHUSHAN, 2013). A Figura 2.10 apresenta um exemplo da recuperação elástica em um contato entre uma esfera e um plano.

Figura 2.10 – Desenho esquemático do contato entre uma esfera em uma superfície nominalmente plana com a aplicação de uma força normal e a remoção da força.



Fonte: Adaptado de Bowden e Rowe (1956).

A adesão entre os sólidos influencia diretamente no atrito entre as superfícies, quanto maior a área de contato real, maior a força adesiva e, assim, maior será o atrito gerado.

2.3.3 Atrito

O atrito é a resistência ao movimento relativo entre dois corpos sólidos em contato. A resistência ao movimento é expressa em forma de força, atuando no sentido contrário ao movimento, denominada de força de atrito (HUTCHINGS, 1992). A força de atrito é dada por:

$$F = \mu \cdot W \quad (2.7)$$

Em que, μ é o coeficiente de atrito e W é a força normal. Há dois tipos de coeficientes de atrito: o estático e o cinético. O estático representa a resistência ao início do movimento e o cinético é a resistência à continuidade do movimento existente. Em algumas aplicações de máquina, como freios e embreagens de veículos e transmissão de potência por atrito (como acionamentos por correia), o atrito é desejado. No entanto, na maioria dos outros componentes deslizantes e rotativos, como rolamentos e vedações, o atrito é indesejável (BHUSHAN, 2013).

As leis clássicas do atrito podem ser descritas como:

- A força de atrito é proporcional à força normal;
- A força de atrito é independente da velocidade de deslizamento;
- A força de atrito é independente da área de contato aparente.

Essas leis foram criadas por Leonardo da Vinci (1452-1519), Amontons (1699) e Coulomb (1781). Essas três leis são inteiramente empíricas, situações em que essas regras não são seguidas não implicam em violação de leis mais fundamentais da natureza. O atrito não é uma propriedade do material, e sim uma resposta do sistema (BHUSHAN, 2013).

A relação entre atrito de deslizamento e desgaste depende da conversão e dissipação da energia cinética. Quanto maior o trabalho de atrito produzido pelo contato deslizante, mais energia deve ser dissipada. As possibilidades existentes para dissipar a energia de atrito quando corpos sólidos deslizam são apresentadas a seguir (BLAU, 2009):

- Aquecimento por atrito;
- Criar ou quebrar ligações adesivas;
- Ordenação/desordenação de moléculas na superfície;
- Deformação elástica ou plástica dos sólidos;
- Geração de ondas sonoras e/ou vibrações;
- Fraturas;
- Surgimento de defeitos ou transformações de fase;
- Reações químicas de superfície;

- Perdas viscosas;
- A compressão ou redistribuição de detritos de desgaste interfacial.

Em decorrência a todas as variáveis aplicáveis que afetam o comportamento do tribossistema, é necessário que se identifique as principais condições que podem ser aplicadas. Para um melhor entendimento dos mecanismos de atrito existentes neste trabalho, será focado o estudo do atrito apenas entre materiais cerâmicos.

2.3.4 Atrito entre materiais cerâmicos

Cerâmicas apresentam alta resistência mecânica e bom desempenho em ambientes corrosivos, por isso, os pares de cerâmicas são comumente utilizados em aplicações ambientais em condições extremas, como, altas cargas, velocidades e temperaturas. Além disso, elas possuem menor ductilidade quando comparadas com os materiais metálicos, ocasionando em um contato predominantemente elástico. O aumento da área real de contato, devido um esforço tangencial (ocasionado pelo atrito), é limitado, devido à recuperação elástica desses materiais. Logo, o coeficiente de atrito em pares cerâmicos é geralmente menor que em pares metálicos, de 0,25 a 0,8, nas condições de atmosfera ambiente (BHUSHAN, 2013; HUTCHINGS, 1992).

A tenacidade à fratura das cerâmicas é uma propriedade importante no atrito de cerâmicas, ela mede a capacidade de um material resistir à propagação de uma trinca já existente. A fratura frágil ocorre facilmente em contatos de força concentradas, como em pino/esfera sobre disco/plano. Com a ocorrência da fratura na superfície, surge um mecanismo adicional de dissipação de energia contribuindo assim, para o aumento do coeficiente de atrito (ISHIGAKI et al., 1986; STOLARSKI, 1990; TORRES *et al.*, 2001; ÖZCOBAN; JELITO; SCHNEIDER, 2010; BHUSHAN, 2013).

Os efeitos da carga normal, velocidade de deslizamento e temperatura, no atrito de materiais cerâmicos, podem ser interpretados em termos de mudanças triboquímicas nos filmes de superfície e a extensão da fratura na região de contato. Tanto a carga quanto a velocidade de deslizamento afetam a taxa de dissipação de energia de atrito e, portanto, a temperatura na interface (BHUSHAN, 2013). O ambiente, em geral, desempenha um papel significativo

no atrito e no desgaste da cerâmica, que será descrito de forma mais detalhada no tópico a seguir.

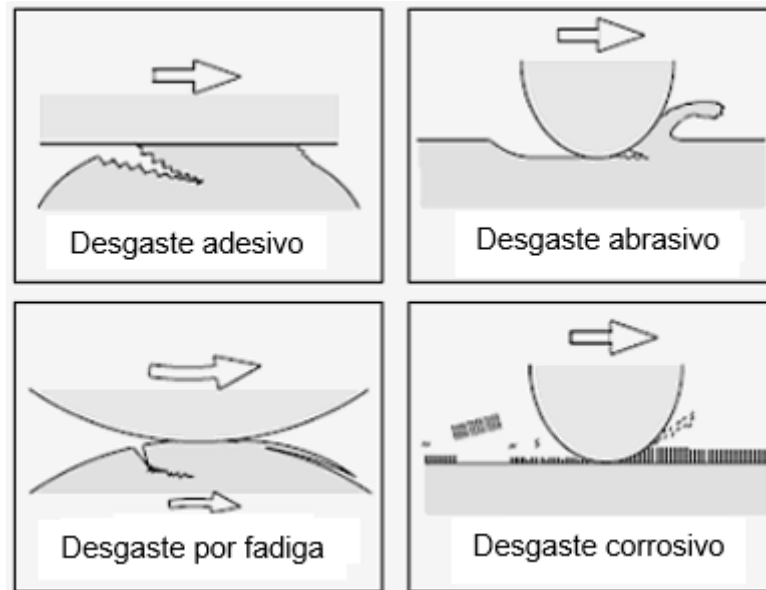
2.3.5 Desgaste

Uma das principais áreas de estudos da tribologia é o desgaste. Ele é definido como o dano superficial ou a remoção de material de uma superfície sólida em um deslizamento, rolamento ou movimento de impacto de um material em relação a outro. Assim como o atrito, o desgaste não é uma propriedade do material, e sim uma resposta do sistema (RABINOWICZ, 1995; BHUSHAN, 2013).

As condições de operação afetam o desgaste da interface. Equivocadamente, pode-se assumir que as interfaces de alto atrito exibem altas taxas de desgaste, isto não é necessariamente verdade. Por exemplo, o desgaste com lubrificantes sólidos e polímeros exibem um coeficiente de atrito relativamente baixo (0,02 - 0,6) e desgaste consideravelmente alto, enquanto a cerâmica exibe um coeficiente de atrito moderado (0,1 - 0,7), mas o desgaste é extremamente baixo (BHUSHAN, 2013).

O desgaste é indesejável em quase todas as aplicações de máquinas, como rolamentos, vedações, engrenagens e cames. Os componentes podem precisar de substituição após uma quantidade relativamente pequena de material ter sido removida ou se a superfície estiver com uma alta rugosidade. Em sistemas tribológicos bem projetados, a remoção de material é um processo lento, estável e contínuo. A geração e circulação de detritos de desgaste, particularmente em aplicações de máquina onde as folgas são pequenas em relação ao tamanho da partícula de desgaste, pode ser mais um problema do que a quantidade real de desgaste (BHUSHAN, 2013). Os modos mais comuns de desgaste são apresentados na Figura 2.11.

Figura 2.11 – Principais mecanismos de desgaste.



Fonte: Adaptado de Kato e Adachi (2001).

O desgaste adesivo ocorre quando dois corpos lisos deslizam entre si, o que pode causar a retirada de fragmentos de uma superfície e a adesão deles em outro local. Esse mecanismo pode gerar partículas soltas dentre as superfícies, os fragmentos de transferência são irregulares e em forma de blocos (RABINOWICZ, 1995; BHUSHAN, 2013).

O desgaste abrasivo ocorre quando uma superfície rugosa e dura, ou partículas duras, deslizam em uma superfície macia, ocasionando danos na interface por deformação plástica ou fratura. As partículas duras podem ser geradas pelo desgaste adesivo. Na maioria das situações de desgaste abrasivo, arranhões (principalmente na superfície mais macia) são observados como uma série de ranhuras paralelas à direção de deslizamento (aração) (RABINOWICZ, 1995; BHUSHAN, 2013).

O desgaste por fadiga pode ser observado durante deslizamentos repetidos ou rolamentos sobre uma trilha. Os ciclos repetitivos de carregamento e descarregamento impostos sobre o material podem gerar trincas superficiais, o que em certo momento resultará no rompimento da superfície, formando grandes fragmentos e cavidades na superfície. Neste mecanismo de desgaste o dano é aumentado em deslizamentos lineares recíprocos. Em outras formas de uso, tal

movimento deslizante é de menor importância (RABINOWICZ, 1995; BHUSHAN, 2013).

O desgaste corrosivo acontece quando o deslizamento ocorre em um ambiente corrosivo. No ar, essa reação surge devido ao oxigênio, por isso, o desgaste químico no ar é geralmente chamado de desgaste oxidativo. Na ausência do deslizamento, os produtos da corrosão formam uma película na superfície do material. Este filme tende a diminuir ou até mesmo parar a corrosão. No entanto, a ação de deslizamento remove o filme e o ataque químico continua. Sendo assim, o desgaste corrosivo requer tanto a reação química, quanto o atrito. A corrosão pode ocorrer devido à interação química ou eletroquímica da interface com o ambiente. A química ocorre em um ambiente altamente corrosivo e em ambientes de alta temperatura e alta umidade. A eletroquímica é uma reação química acompanhada pela passagem de uma corrente elétrica e, para que isso ocorra, deve existir uma diferença de potencial entre as duas regiões (RABINOWICZ, 1995; BHUSHAN, 2013).

De acordo com algumas estimativas, dois terços de todo o desgaste encontrado em situações industriais ocorrem por causa dos mecanismos de desgaste adesivo e abrasivo. O desgaste por todos os mecanismos, exceto pelo mecanismo de fadiga, ocorre pela remoção gradual do material (BHUSHAN, 2013).

2.3.6 Desgaste entre materiais cerâmicos

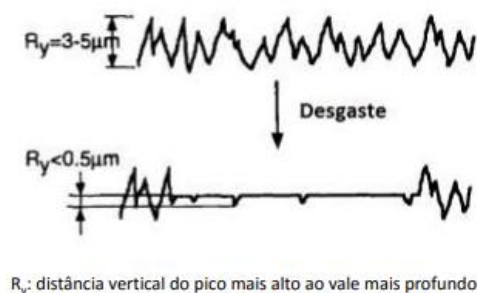
Por causa da natureza das ligações interatômicas em cerâmicas, geralmente iônicas e/ou covalentes, estes materiais possuem uma capacidade limitada de deformação plástica em temperatura ambiente. Devido a isso, as cerâmicas respondem aos esforços mecânicos através de fratura frágil (BHUSHAN, 2013). No caso de cerâmicas formadas por óxidos, como a alumina e zircônia, o atrito e, conseqüentemente, o desgaste, demonstram sensibilidade à água. O coeficiente de atrito aumenta com o acréscimo da umidade relativa, devido a uma expansão na taxa de crescimento da trinca, que resulta de um ataque da molécula de água nas ligações entre o metal e os íons de oxigênio na borda da trinca. Esse fenômeno de fratura induzida quimicamente é conhecido como

trinca por corrosão sob tensão ou fadiga estática (BHUSHAN, 2013; WALLBRIDGE *et al.*, 1983; KAPELSKI, 1989; FISCHER *et al.*, 1988).

A exposição da superfície à umidade também pode aumentar a plasticidade do material, como resultado da mudança na mobilidade das discordâncias, com consequente desgaste. Esse efeito químico-mecânico, no qual as propriedades mecânicas de muitos materiais são alteradas devido a exposição a alguns líquidos, é conhecido como efeito Joffe-Rehbinder (REHBINDER; SHCHUKIN, 1972).

Em regime de desgaste moderado, cargas menores que 19,6 N, o mecanismo inicial é regido pela formação de partículas de desgaste (no formato de pó), essas partículas podem ser compactadas na superfície ou formar um terceiro corpo em relação ao par tribológico. A aglomeração dessas partículas nos vales da superfície causa a diminuição da rugosidade superficial. Esse processo de alisamento é demonstrado na Figura 2.12 (ADACHI; KATO; TAKIZAWA, 1996; FISCHER *et al.*, 2000).

Figura 2.12 – Ilustração do processo de alisamento da superfície.



Fonte: Adaptado de Adachi, Kato e Takizawa (1996).

2.4 Caracterização do revestimento

Para avaliar as características da superfície do filme obtido, foram utilizadas as seguintes técnicas: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS), Perfilometria Óptica (PO), Perfilometria Mecânica (PM), Difractometria de Raios-X (DRX).

2.4.1 Microscopia eletrônica de varredura

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é um instrumento muito versátil, é usado com frequência para a análise microestrutural de materiais sólidos. O seu funcionamento consiste na emissão de feixes de elétrons por um filamento capilar de tungstênio, devido a uma aplicação de diferença de potencial. O diâmetro do feixe de elétrons é reduzido devido ao conjunto de lentes existentes, que alinham e focam o feixe em direção a amostra a ser analisada. Esse feixe pode ser refletido e coletado por um detector que converterá o sinal em imagens de elétrons retroespalhados (ER). Durante esse processo há também a emissão de elétrons secundários (ES), que fornecem imagens de maior resolução (GOLDSTEIN *et al.*, 2003). De forma simultânea, ocorre a emissão de raios-X, utilizados para análise da composição química elementar de uma região da superfície. O equipamento usado para a análise da composição em conjunto com o microscópio é denominado EDS (Espectroscopia de Raios X por Dispersão de Energia – Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy) baseado em dados qualitativos e semi-quantitativos (GOLDSTEIN *et al.*, 2017; MOHAMMED, ABDULLAH, 2018; GIRÃO *et al.* 2017)

O MEV também pode ser equipado com uma Fonte de Elétrons por Emissão de Campo (FEG – Field Emission Gun), esse conjunto pode produzir imagens com ampliações de até 1.000.000 x e resolução de até 1 nm (MUTALIB, 2017).

2.4.2 Perfilometria óptica

O perfilômetro óptico baseia-se em princípios físicos relacionados à luz, em que um feixe luminoso incide sobre uma superfície e é refletido em várias direções. Há uma análise interferométrica das reflexões obtidas em uma região da peça, possibilitando assim a simulação do perfil da superfície. Dessa forma, pode-se calcular a sua rugosidade (BHUSHAN, 2013).

Uma das vantagens desse processo de medição é a não realização de contato físico com a peça a ser medida, porém existem limitações em relação a resolução da medição que são determinados pela objetiva de magnificação e o comprimento de onda utilizado (BHUSHAN, 2013; VISSCHER; STRUIK, 1994).

2.4.3 Perfilometria mecânica

O perfilômetro mecânico possui um apalpador (agulha) que percorre o comprimento total de medição. Esse movimento sofre uma amplificação por meio de mecanismos finos (alavancas, engrenagens e cremalheiras), que fornecerá um sinal de saída proporcional ao deslocamento sofrido. As principais limitações do perfilômetro mecânico são, a falta de sensibilidade do sistema em processar e amplificar micro-deslocamentos, ao se deslocar em vales de pouca profundidade, a ocorrência de riscos na superfície nesse procedimento, velocidade de medição (lenta) e a limitação da área de medição. Por outro lado, ele possui uma versatilidade de acomodação em diversas formas e uma boa amplitude de resolução na direção vertical. Em geral, o apalpador é fabricado em materiais de altíssima dureza e resistência ao desgaste, como o diamante (BHUSHAN, 2013).

2.4.4 Difratometria de raios-X

O método de difratometria de raios-X é bastante utilizado para estudar as propriedades de materiais cristalinos e amorfos em escala atômica. Para descrever uma estrutura cristalina é necessário fornecer as dimensões da célula unitária, descrever as simetrias existentes, definir as coordenadas dos átomos que formam um determinado composto, informar as distâncias interatômicas, ângulos de valência, empacotamento cristalino, entre outros (FEIDENHANS'L, 1989; KARLE, 1985; WOOLFSON, 1986).

Os cristais são sólidos que possuem um arranjo de átomos formando um reticulado com periodicidade tridimensional. Devido a existência dessa periodicidade, o arranjo dos átomos pode ser descrito por uma função matemática, essa função representa a distribuição de densidade dos elétrons desses átomos. Com as posições dos átomos sendo conhecidas, a distribuição de densidade eletrônica pode ser calculada. As regiões com maior densidade eletrônica correspondem as posições atômicas. Ao incidir um feixe de raios x em um cristal, ele é espalhado pela nuvem eletrônica dos átomos, as intensidades espalhadas dependem da distribuição dos átomos nos planos cristalinos, criando um padrão de difração. Foram criadas também algumas relações matemáticas

para a definição das fases e das intensidades, posteriormente, essas fases são refinadas por um processo iterativo para a obtenção das fases corretas. Com essas informações, a densidade eletrônica pode ser calculada e obtém-se a estrutura cristalina do material (KARLE, 1985; WOOLFSON, 1986).

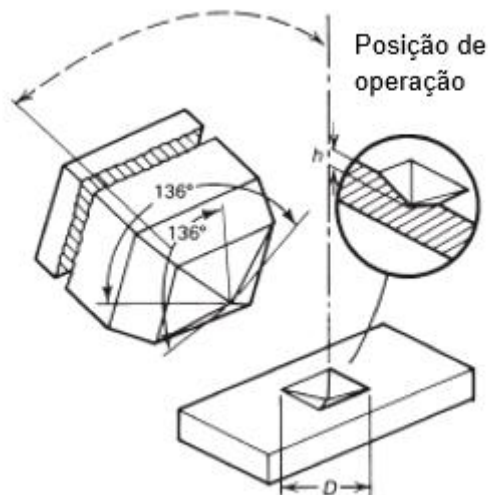
2.5 Testes mecânicos e tribológicos

Para avaliar a dureza, a adesão e o desgaste dos revestimentos foram utilizados os seguintes equipamentos: o microindentador, indentador Rockwell C e tribômetro.

2.5.1 Microindentador

No teste de dureza utilizando microindentação uma ponta de diamante com uma geometria específica é pressionada na superfície do corpo de prova, aplicando uma força conhecida de 1 a 1000 gf (VOORT, 2000). Um exemplo do teste de dureza é dado na Figura 2.13.

Figura 2.13 – Esquema da ponta piramidal de diamante de base quadrada usada para o teste de Vickers.



Fonte: Adaptado de Voort (2000).

No teste de dureza Vickers a força definida é aplicada de forma suave e mantida em contato com a superfície de 10 a 15 s. Depois a ponta é removida e as

diagonais são medidas, a média das diagonais é utilizada para calcular a dureza (HV) de acordo com a equação abaixo (VOORT, 2000).

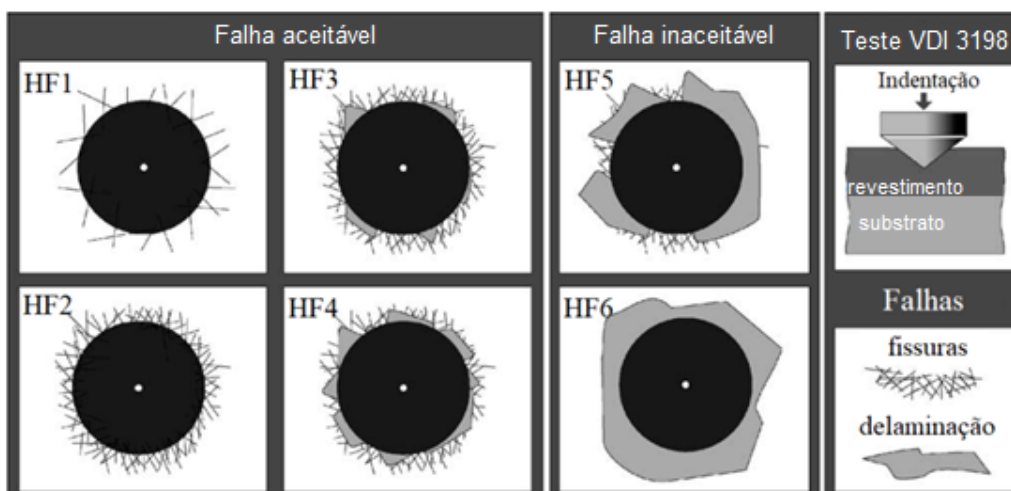
$$HV = \frac{2000P \operatorname{sen}\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d^2} = \frac{1854,4P}{d^2} \quad (2.8)$$

Em que d é a diagonal média dada em μm , P é a carga aplicada em gf e α é o ângulo da face (136°). Há também o teste macro-Vickers, ele pode operar em faixas de cargas de 1 a 120 kgf (VOORT, 2000).

2.5.2 Indentador Rockwell C

O teste com o equipamento de dureza Rockwell C pode ser feito com a finalidade de definir a aderência de um determinado revestimento ou filme fino, essa análise é realizada com a aplicação de uma carga específica e posterior análise da região indentada. Esse esforço mecânico no material ocasiona fraturas na superfície do revestimento e uma deformação plástica no substrato. A impressão provocada pela indentação é avaliada e comparada à padrões VDI 3198 existentes (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003). Esses padrões são apresentados na Figura 2.14.

Figura 2.14 – Teste de indentação VDI 3198.



Fonte: Adaptado de Vidakis, Antoniadis e Bilalis (2003).

O teste VDI 3198 classifica as falhas relacionadas a aderência em seis classes, de HF1 até HF6, sendo as quatro primeiras definidas como aceitáveis, pois indicam uma boa aderência do revestimento no substrato, e as duas últimas como inaceitáveis. Esse é um método rápido e prático que pode ser aplicado na indústria no setor de controle de qualidade (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003).

2.5.3 Tribômetro

O tribômetro é um equipamento versátil que serve para a medição de propriedades de atrito e desgaste, sob condições específicas de carga, velocidade, temperatura e atmosfera. Em alguns casos, a base é estacionária e o pino tem movimento recíproco. O pino pode possuir uma ponta esférica, hemisférica ou um cilindro de extremidade plana (BHUSHAN, 2013). Neste aparelho foram realizados tanto o teste de desgaste quanto o teste de esclerometria da camada anódica.

Os testes de desgaste por deslizamento são, em geral, utilizados para avaliar os mecanismos no qual o processo ocorre ou para simular aplicações específicas e fornecer dados de projetos úteis sobre taxa de desgaste e coeficiente de atrito. Para ambos os propósitos é importante que aconteça a seleção, o controle e a medição das variáveis que influenciam no procedimento. Tanto a taxa de desgaste como o atrito, dependem de forma crítica das condições impostas no deslizamento, já que qualquer mudança pode implicar em uma alteração do mecanismo dominante e no desgaste associado (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

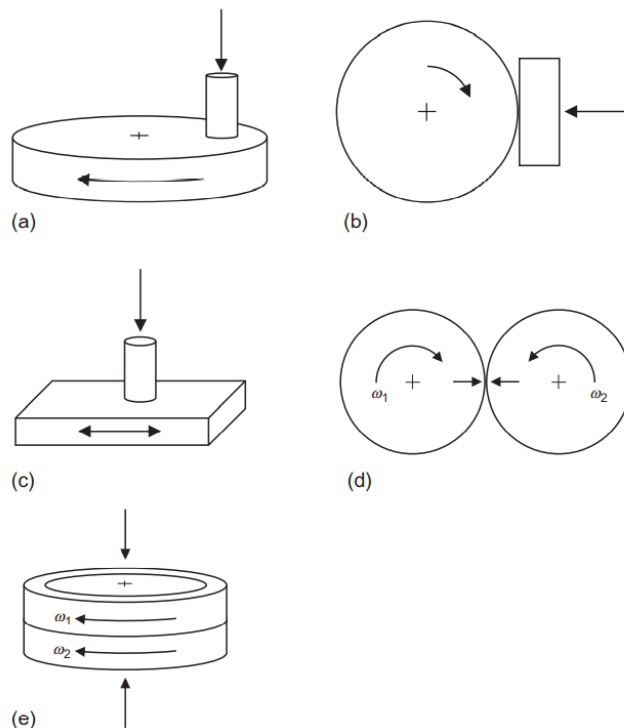
Em um ensaio de desgaste por deslizamento, os principais aspectos que devem ser considerados são:

- O material do par tribológico e, em alguns casos, o método de preparação da superfície;
- A geometria do teste, incluindo a forma e as dimensões das amostras;
- A carga aplicada e pressão de contato;
- A velocidade de deslizamento;

- O ambiente de teste (umidade, temperatura, luminosidade, entre outros), (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

É importante lembrar que o comportamento de um contato tribológico está relacionado a atuação de todo o sistema e não apenas de um material, e que nunca se pode definir o comportamento do par tribológico sem uma descrição completa do sistema. É por esta razão que uma compreensão dos mecanismos físicos subjacentes de dano e desgaste é essencial. A Figura 2.15 apresenta as geometrias mais utilizadas no desgaste por deslizamento (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Figura 2.15 – Geometrias comumente empregadas em testes de desgaste por deslizamento (a) *pin-on-disc*, (b) *block-on ring*, (c) *pin-on-reciprocating plate*, (d) *twin disc* e (e) *ring-on-ring*.



Fonte: Hutchings e Shipway (2017).

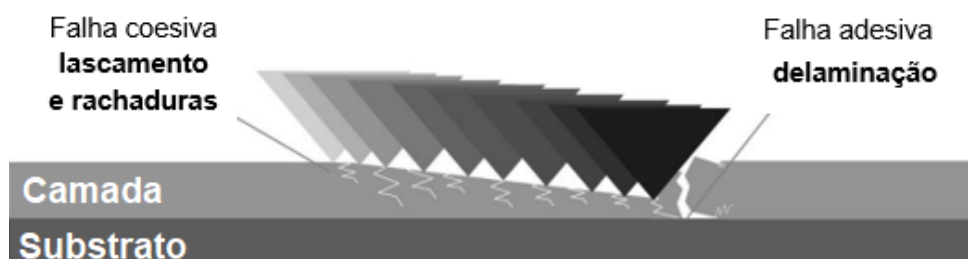
Na maioria das geometrias usadas para testes de desgaste por deslizamento, o contato é assimétrico, ou seja, a natureza das condições de contato experimentadas por um dos corpos no par não é a mesma que a experimentada pelo outro. A principal diferença é que normalmente um ponto na superfície de

um corpo está sempre em contato com a outra superfície durante todo o teste, enquanto para o outro corpo, um ponto na superfície está apenas em contato intermitente com o outro. Essa assimetria causa muitas diferenças, como no número de interações por aspereza nas duas superfícies, no perfil térmico e nas formas como as espécies formadas quimicamente são criadas por interações com o ambiente e removidas como detritos por interações mecânicas (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

O teste de esclerometria é uma técnica semi-quantitativa amplamente utilizada para avaliação rápida e garantia de qualidade de um revestimento. Dependendo do modo de carregamento, pode-se realizar o teste em carga progressiva ou carga constante. No caso da carga constante, são feitas várias trilhas com cargas normais constantes até que seja encontrada a carga crítica na qual ocorre a falha de adesão. Já na carga progressiva, a ponta é arrastada pela superfície revestida com uma carga normal crescente linearmente, a carga crítica é definida de acordo com a falhas apresentadas na trilha (LEI; KUMAR, 2014).

Para o teste de adesão do revestimento, a carga crítica é definida como a menor carga na qual ocorre uma falha reconhecível. No regime de cargas mais baixas ocorre a formação de trincas por conformação ou tração do revestimento que ainda se encontra totalmente aderido (define a primeira carga crítica). Já no regime de cargas mais altas, há o descolamento do revestimento do substrato, que pode ser por: fragmentação, flambagem ou lascamento (LI, 2013). A Figura 2.16 demonstra o princípio do teste de esclerometria em carga progressiva.

Figura 2.16 – Demonstração do teste de esclerometria em carga progressiva.



Fonte: Adaptado de Li (2013).

A carga crítica (L_c) pode ser detectada com o auxílio de microscopia óptica ou eletrônica de varredura após o teste, ou através da medição simultânea de emissão acústica e resistência elétrica de superfície. Dependendo do sistema revestimento-substrato, a falha resultante no teste de esclerometria pode ser de modo coesivo, adesivo ou misto, em que as trincas podem ser iniciadas dentro no revestimento, na interface do revestimento-substrato ou no substrato (LEI; KUMAR, 2014).

3 METODOLOGIA

Este trabalho propõe-se a um estudo experimental, baseado em dados quantitativos e qualitativos das amostras anodizadas. Partindo da variação dos parâmetros de anodização para a obtenção de diferentes filmes de óxido de alumínio da liga AA6061, serão avaliados e comparados os parâmetros de rugosidade, atrito, desgaste, adesão, dureza e espessura de cada amostra produzida.

Para atingir os objetivos planejados, estruturou-se a metodologia da seguinte forma: anodização das amostras, caracterização superficial e transversal do revestimento, ensaios de dureza e tribologia no material.

3.1 Anodização

O processo de anodização foi realizado por etapas, como demonstrado no esquema imagem da Figura 3.1.

Figura 3.1 – Procedimento experimental de anodização.



Fonte: Autora.

Inicialmente a amostra passa por uma limpeza com uma esponja abrasiva, para a retirada das partículas mais grossas. Em seguida, a amostra passa por uma limpeza química, incluindo as seguintes etapas:

- Desengraxe: a amostra é imersa no desengraxante TECH-AL39T® (Techmetal) durante 5 minutos, para a remoção de possíveis contaminantes;
- Decapagem: a amostra é mergulhada no decapante TECH-ALDECAP® (Techmetal) por 2 minutos, para a remoção da camada de óxido nativo sobre a liga;
- Neutralização: a amostra é submersa no neutralizante em ácido nítrico (10%) e DEOXIDIZER 16® (Henkel) (5%) por 5 min, para a ativação da superfície da liga de alumínio.

Entre cada uma das etapas é realizada uma dupla lavagem da amostra em água corrente e posteriormente em água ultrapurificada, para evitar contaminações de um banho para o outro.

Após o pré-tratamento, a amostra é anodizada em um banho de ácido sulfúrico durante 40 min. O experimento foi realizado com o eletrólito nas concentrações de 120, 150 e 180 g/l e, para cada concentração, foi variada a densidade de corrente em 1,2; 1,5 e 2,0 A/dm². Os parâmetros foram definidos de acordo com a norma ECSS-Q-ST-70-03C (EUROPEAN COOPERATION FOR SPACE STANDARDIZATION, 2008) e baseados em experimentos realizados em um trabalho anterior deste grupo de pesquisa feito por Horban em 2021.

Por fim, a amostra passou pelo processo de selagem em água ultrapurificada na temperatura de aproximadamente 98 °C, durante 60 minutos.

3.2 Caracterização do revestimento e ensaios de dureza e tribologia

Após a anodização do material, foram realizadas caracterizações morfológicas, mecânicas e tribológicas apresentadas a seguir.

3.2.1 Microscopia eletrônica de varredura

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-FEG) foi feita com o aparelho TESCAN MIRA 3 (Figura 3.2), para análise da morfologia de superfície e da seção transversal. Ele também foi utilizado para avaliação das trilhas de desgaste e esclerometria. As imagens obtidas foram produzidas a partir da emissão de elétrons secundários, para possibilitar a visualização do material as amostras foram recobertas com filme fino de ouro.

Figura 3.2 – MEV TESCAN MIRA 3.



Fonte: Autora.

3.2.2 Perfilometria óptica

Para a medir a rugosidade da amostra utilizou-se o perfilômetro óptico Wyko NT 1100 da Veeco, a análise foi feita em uma área de 229 μm x 301 μm em três pontos distintos na mesma amostra. O perfilômetro utilizado é apresentado na Figura 3.3.

Figura 3.3 – Perfilômetro óptico Wyko NT 1100.



Fonte: Autora.

3.2.3 Perfilometria mecânica

Para caracterizar as trilhas do processo de desgaste, utilizou-se o perfilômetro mecânico AlphaStep D-500 da KLA Tencor (Figura 3.4).

Figura 3.4 – Perfilômetro mecânico AlphaStep D-500.



Fonte: Autora.

3.2.4 Difratometria de raios-X

A difratometria de raios-X (DRX) foi utilizada para caracterizar a estrutura cristalina presente no revestimento. As medidas foram realizadas no difratômetro

XRD-6000 da Shimadzu, com radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) com tensão de 40,0 kV e corrente de 30,0 mA. O equipamento é mostrado na Figura 3.5.

Figura 3.5 – Difratorômetro XRD-6000 (Shimadzu).



Fonte: Autora.

3.2.5 Microindentação

O ensaio mecânico realizado envolve a medida da dureza superficial do revestimento, usando um equipamento de dureza Vickers, DuranScan 50 DS-50 (EMCO-TEST), aplicando uma força de 0,3 kgf em cinco pontos distintos. O microindentador utilizado é apresentado na Figura 3.6.

Figura 3.6 – Equipamento de medição de dureza Vickers DuranScan 50 DS-50 (EMCO-TEST).



Fonte: Autora.

3.2.6 Indentação Rockwell C

Esta técnica utilizada para análise de aderência do revestimento é baseada na aplicação de uma carga de 150 kgf, com teste de dureza Rockwell C, e análise visual do local indentado. Foi usado o durômetro de bancada da Reicheter, com uma ponta de diamante cônica (ângulo de 120°). Como citado anteriormente, a análise da região indentada foi feita de acordo com os padrões da norma VDI 3198 (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003). O equipamento é mostrado na Figura 3.7.

Figura 3.7 – Equipamento de medição de dureza Rockwell C.



Fonte: Autora.

3.2.7 Desgaste e esclerometria

Os ensaios tribológicos incluíram os testes de desgaste por atrito e os testes de esclerometria no tribômetro UMT-2VAC da CETR de acordo com as normas ASTM G133-95 (ASTM, 1995) e ASTM C1624-05 (ASTM, 2005), respectivamente. O tipo de tribômetro que foi utilizado é o *ball-on-flat*, a base se move em relação a um pino estacionário em um movimento alternado. O equipamento pode ser visualizado na Figura 3.8.

Figura 3.8 - Tribômetro linear recíproco UMT-2VAC da CETR.



Fonte: Autora.

No teste de desgaste, aplica-se uma força normal e constante na superfície, a ponta do pino desliza de forma linear e recíproca sobre a amostra em um comprimento, velocidade e tempo definidos. Os parâmetros usados no teste são dados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Parâmetros do teste de desgaste.

Esfera	Al ₂ O ₃ (6 mm de diâmetro)
Força	3 N
Tempo de teste	1200 s
Velocidade	10 mm/s
Comprimento da trilha	5 mm
Temperatura	20 °C
Umidade relativa	50 – 60 %

Fonte: Autora.

O teste de esclerometria realizado foi o de carga progressiva, os parâmetros aplicados são apresentados na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Parâmetros do teste de esclerometria.

Carga inicial	0,2 N
Carga final	40 N
Comprimento da trilha	10 mm
Velocidade	0,2 mm/s
Geometria do indentador	120° (cone)
Material do indentador	diamante
Raio da ponta do indentador	200 µm
Modelo	Rockwell C

Fonte: Autora.

Em cada teste foram feitas três trilhas para análise e obtenção dos valores médios.

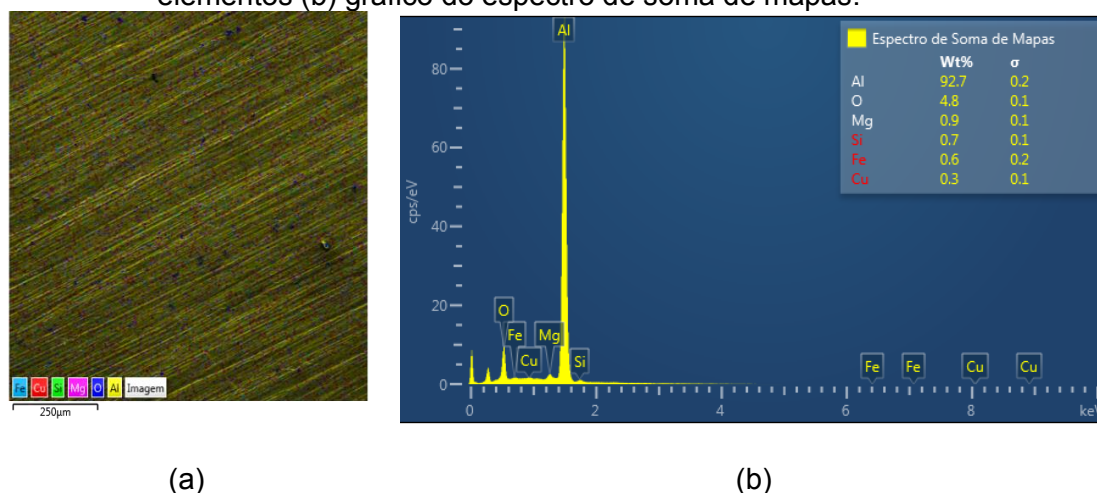
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Serão apresentados a seguir os dados obtidos por microscopia eletrônica de varredura, perfilometria óptica, perfilometria mecânica, teste de dureza Vickers, teste de indentação Rockwell C, esclerometria e desgaste por atrito.

4.1 Superfície sem desgaste

As amostras foram anodizadas durante 40 minutos, em temperatura ambiente. Em todas elas foram variadas a densidade de corrente e a concentração do banho. A Figura 4.1 mostra os valores de composição da liga AA6061 sem tratamento, incluindo apenas os principais elementos de liga.

Figura 4.1 – Mapa de distribuição dos principais elementos de liga do material AA6061 sem tratamento obtido por EDS: (a) imagem em camadas sobrepostas dos elementos (b) gráfico do espectro de soma de mapas.



Fonte: Autora.

Como esperado, a porcentagem obtida para a composição dos elementos de liga corresponde aos dados da Tabela 2.3.

Para analisar o revestimento obtido, iniciou-se com a medida da espessura do filme, que foi feita em três pontos diferentes da amostra, em imagens da seção transversal obtidas por MEV, com valor médio apresentado na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Espessura da camada de óxido de alumínio anodizado.

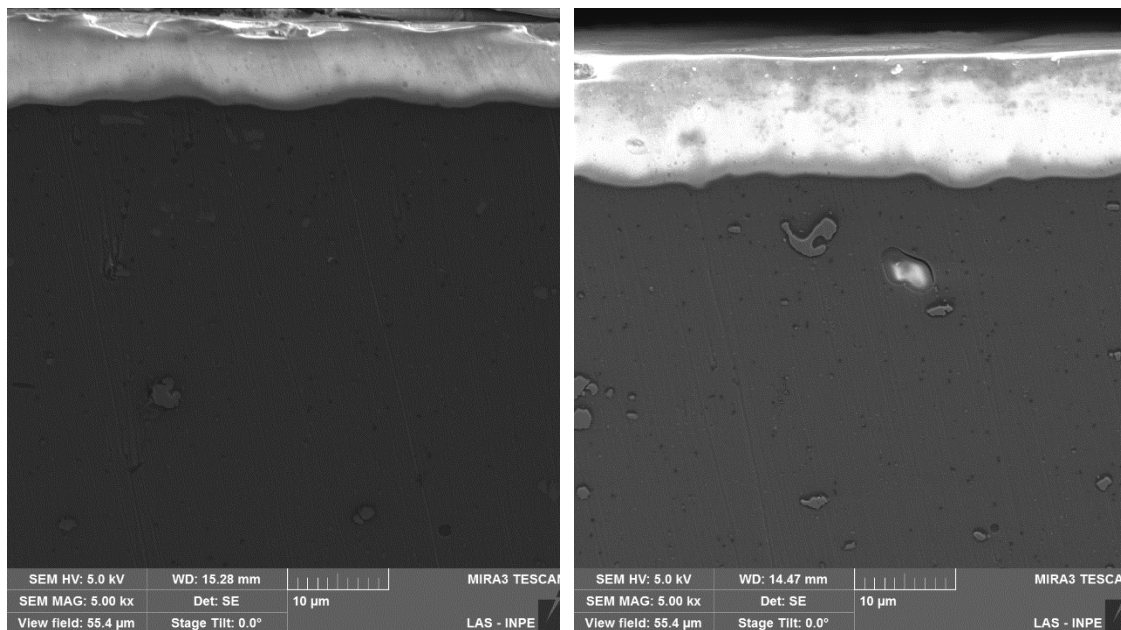
Concentração	Densidade de corrente		
	1,2 A/dm ²	1,5 A/dm ²	2,0 A/dm ²
120 g/l	7,06 ± 0,77 μm	11,63 ± 0,27 μm	12,88 ± 1,73 μm
150 g/l	8,11 ± 1,08 μm	9,66 ± 1,26 μm	14,45 ± 2,32 μm
180 g/l	9,50 ± 0,63 μm	14,74 ± 0,61 μm	15,92 ± 0,68 μm

Fonte: Autora.

Como esperado, quanto maior a densidade de corrente aplicada, maior foi a espessura do revestimento obtido. Também pode-se observar que, ao aumentar a concentração do eletrólito, formam-se camadas mais espessas. O aumento da densidade de corrente e da concentração do banho alteram o campo elétrico no processo de anodização e com isso, aumentam a taxa de dissolução, formando assim, camadas de óxidos mais espessas. As amostras com maior desvio padrão foram as que apresentaram maior variação na espessura da camada, ou seja, obteve-se um revestimento de espessura não uniforme.

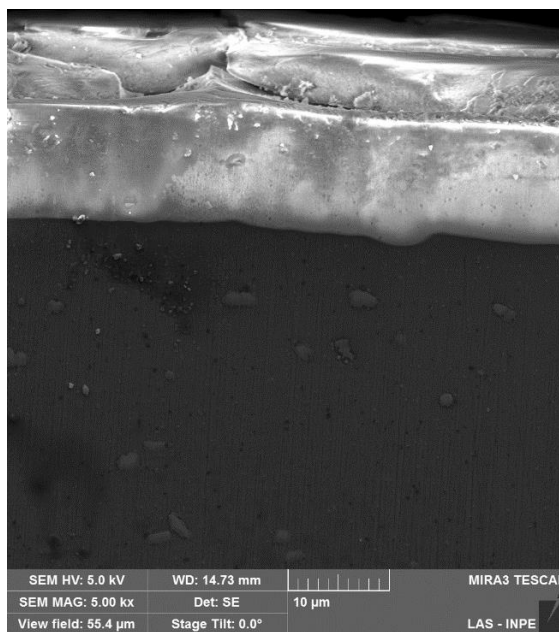
A espessura da camada foi semelhante às obtidas por Horban (2021), considerando as mesmas condições de anodização. As micrografias da seção transversal (Figuras 4.2, 4.3 e 4.4) são apresentadas a seguir.

Figura 4.2 – Imagem da seção transversal das amostras anodizadas em 120 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)

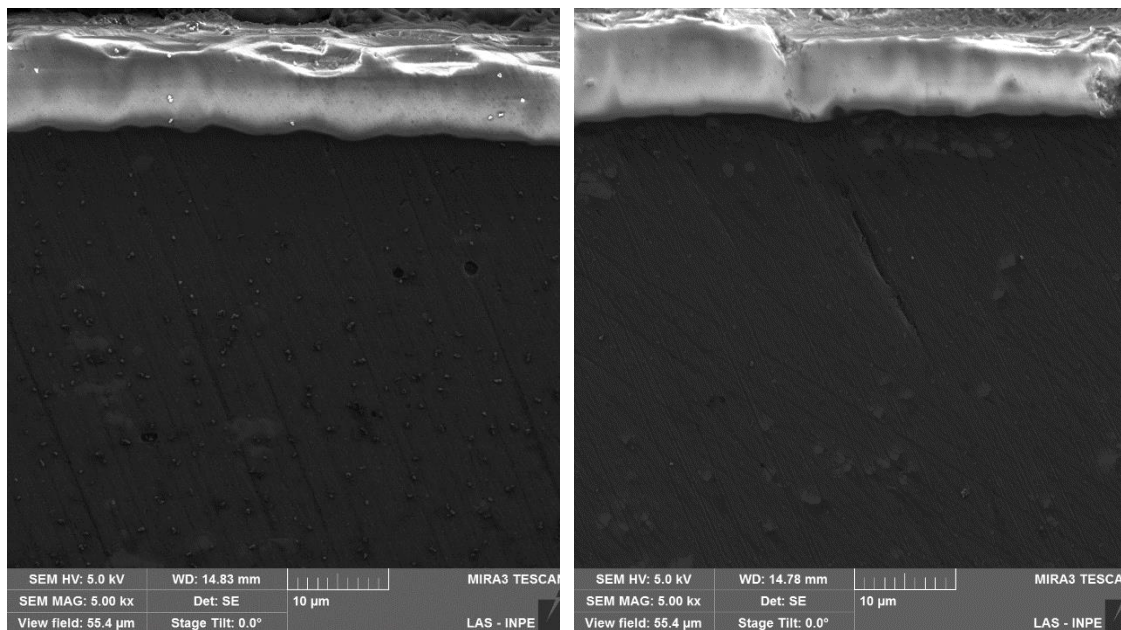
(b)



(c)

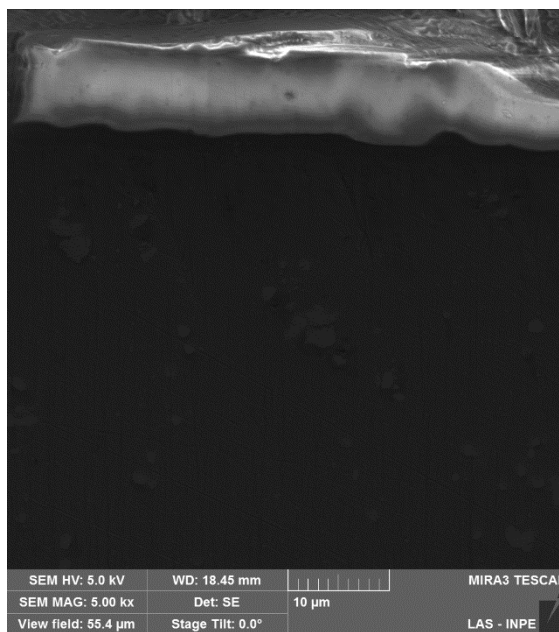
Fonte: Autora.

Figura 4.3 – Imagem da seção transversal das amostras anodizadas em 150 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)

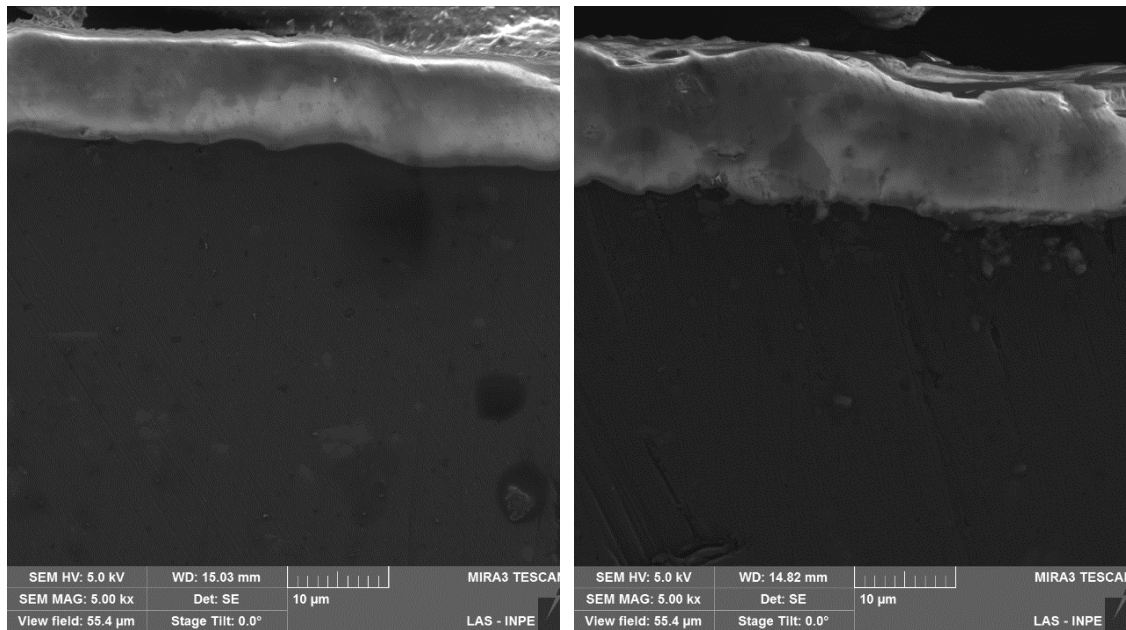
(b)



(c)

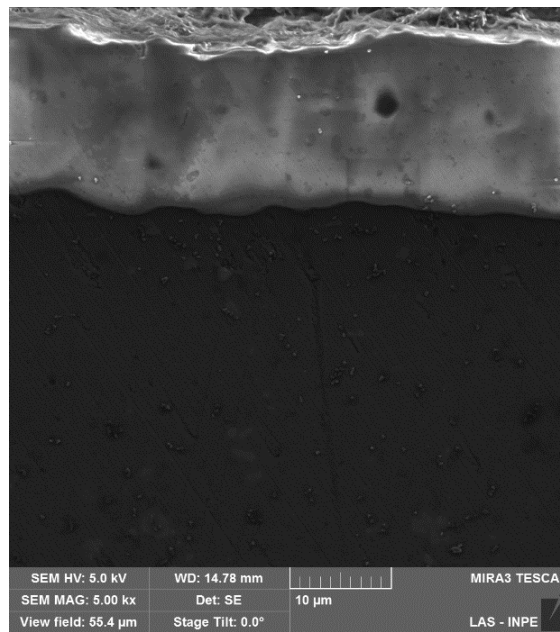
Fonte: Autora.

Figura 4.4 – Imagem da seção transversal das amostras anodizadas em 180 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)

(b)



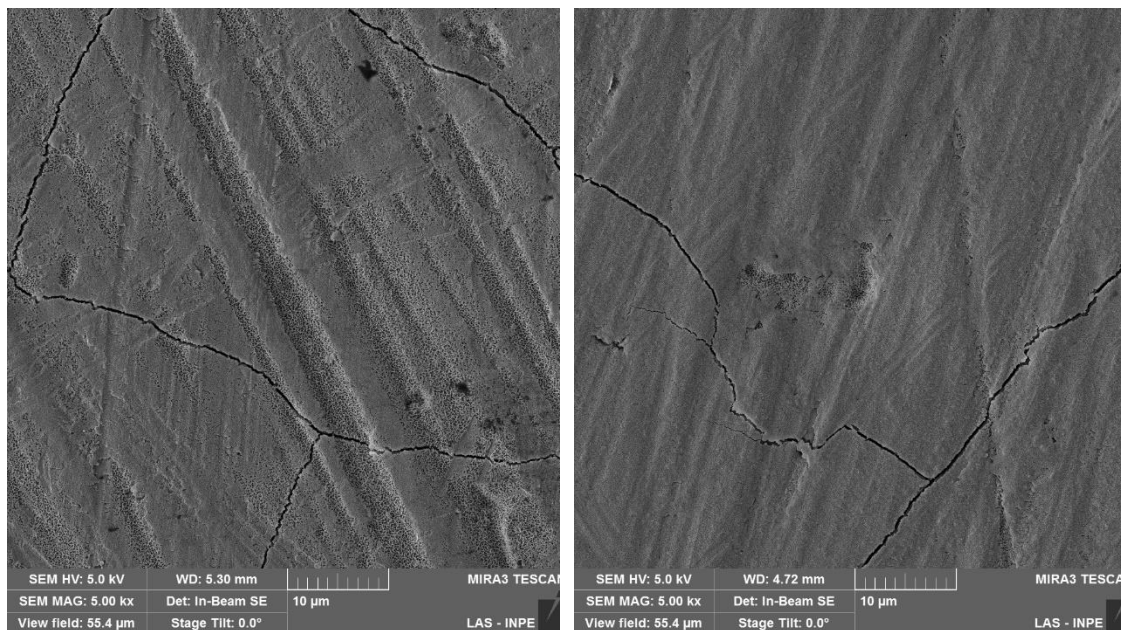
(c)

Fonte: Autora.

As Figuras 4.5, 4.6 e 4.7 mostram a superfície da camada anodizada das amostras produzidas por anodização, em concentrações de solução de 120 g/l,

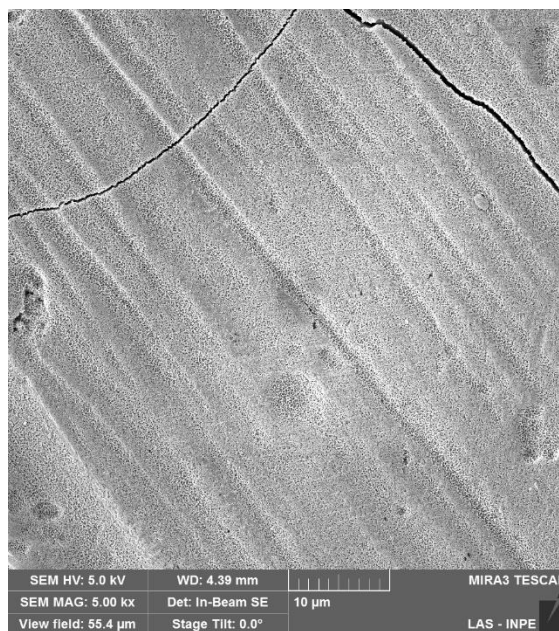
150 g/l e 180 g/l, respectivamente, com variação da densidade de corrente. A Figura 4.8 mostra a superfície da liga de alumínio antes da anodização.

Figura 4.5 – Imagens da superfície das amostras anodizadas em 120 g/l com e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)

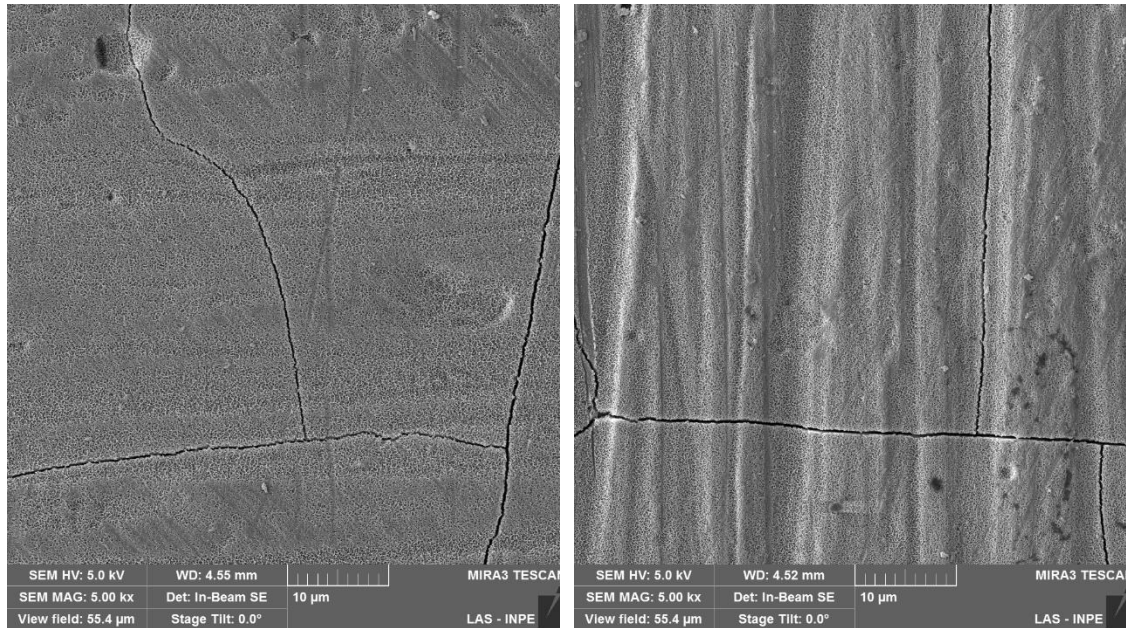
(b)



(c)

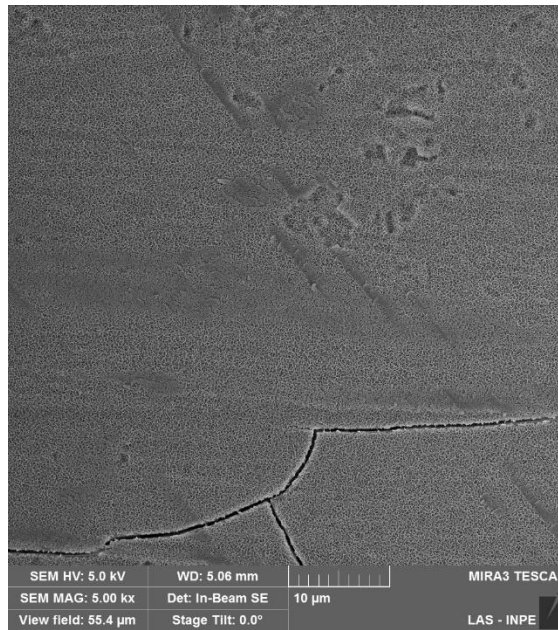
Fonte: Autora.

Figura 4.6 – Imagens da superfície das amostras anodizadas em 150 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)

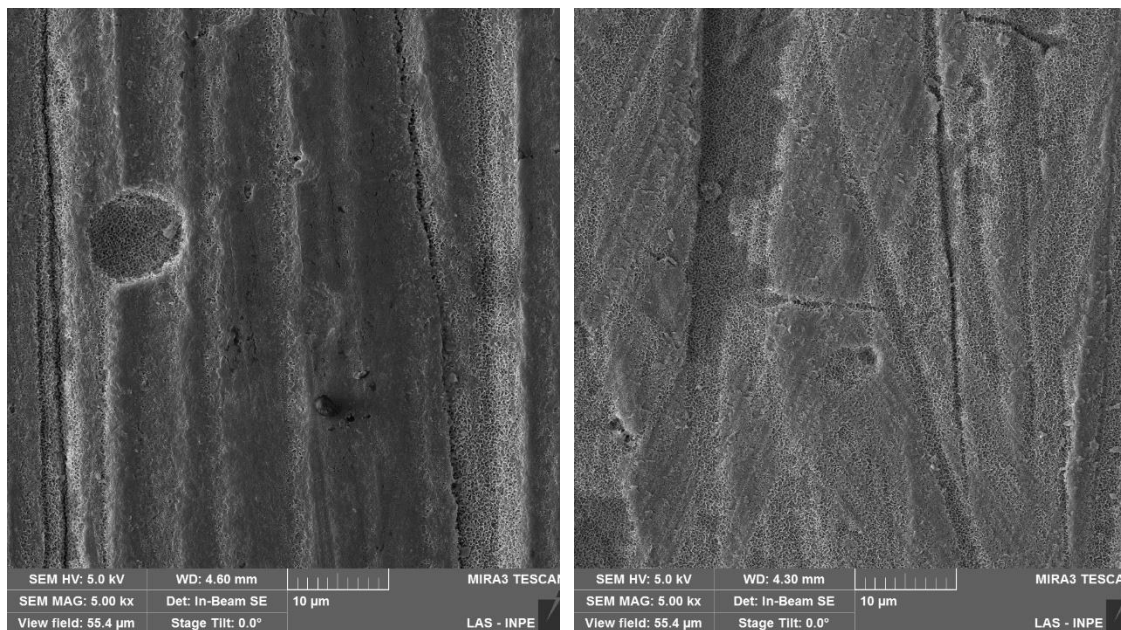
(b)



(c)

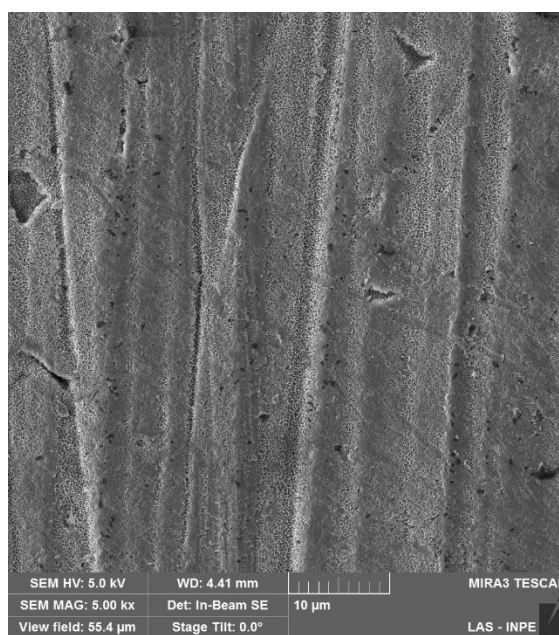
Fonte: Autora.

Figura 4.7 – Imagens da superfície das amostras anodizadas em 180 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)

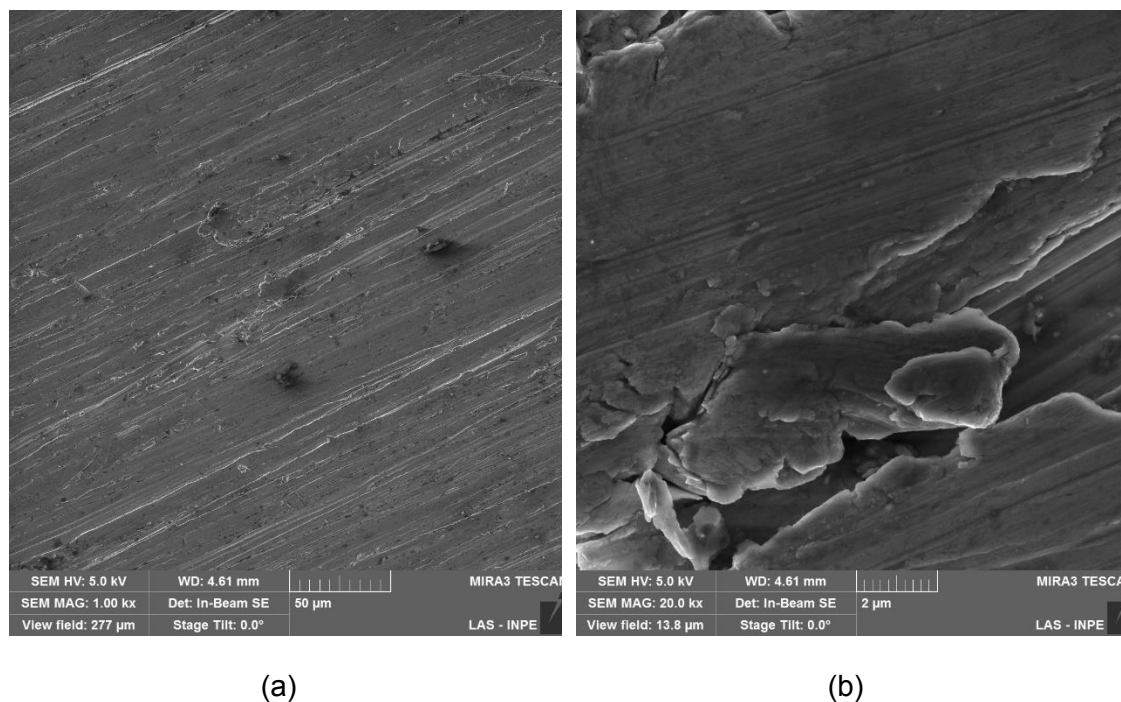
(b)



(c)

Fonte: Autora.

Figura 4.8 – Imagem da superfície da amostra da liga de alumínio AA6061 sem tratamento (a) com menor e (b) maior aproximação.

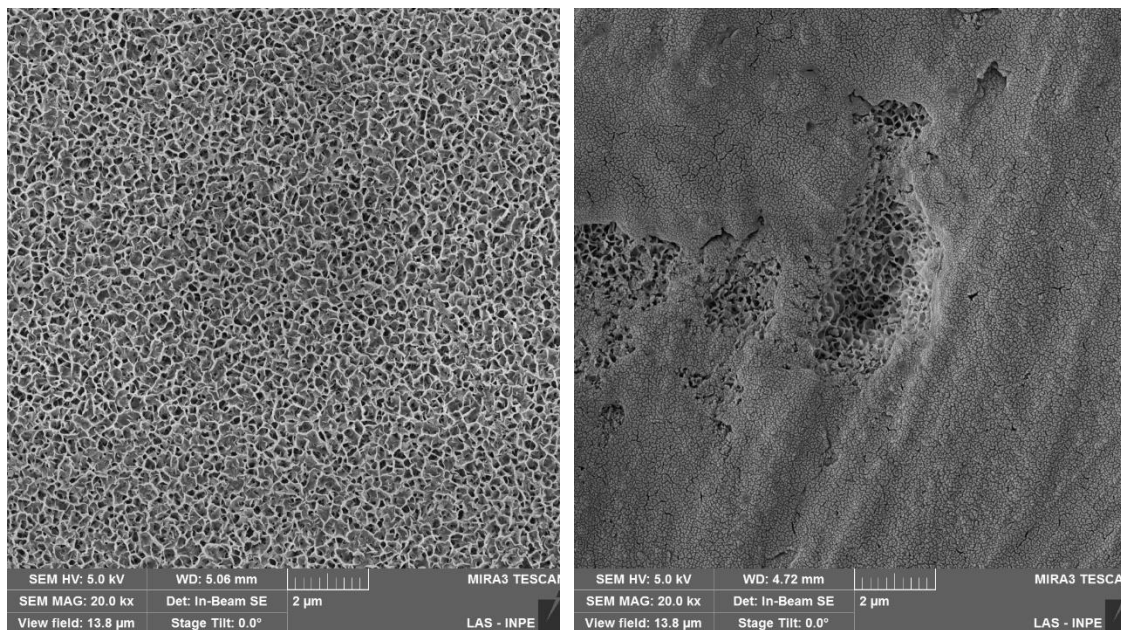


Fonte: Autora.

As amostras anodizadas em 120 e 150 g/l apresentaram trincas em toda a superfície, como pode ser observado nas Figuras 4.5 e 4.6. A formação dessas trincas nesses grupos deve-se provavelmente à anodização realizada sem o controle de temperatura. Essas anodizações foram feitas em períodos sazonais de temperaturas mais elevadas, o que resultou em um processo mais agressivo e, com isso, a formação das trincas.

As amostras anodizadas em 150 g/l apresentaram superfícies mais homogêneas com uma maior formação de poros. As demais amostras apresentaram um crescimento preferencial nos vales e orifícios da superfície. Um exemplo dessa disposição é apresentado na Figura 4.9. Essas regiões sem porosidade (como dado em 4.9.b) decorrem de uma dissolução da camada porosa devido a DAC, no processo de anodização, principalmente em reações mais agressivas. Em certo ponto, o mecanismo de formação dos poros é interrompido e inicia-se a dissolução da camada superficial.

Figura 4.9 – Formação dos poros de forma (a) homogênea (150 g/l e 2,0 A/dm²) e (b) não-homogênea (120 g/l e 1,5 A/dm²).



(a)

(b)

Fonte: Autora.

Para melhor caracterização morfológica da superfície anodizada, foi medida a rugosidade da superfície com o perfilômetro óptico, numa área de 229 μm x 301 μm. O resultado é apresentado na Tabela 4.2.

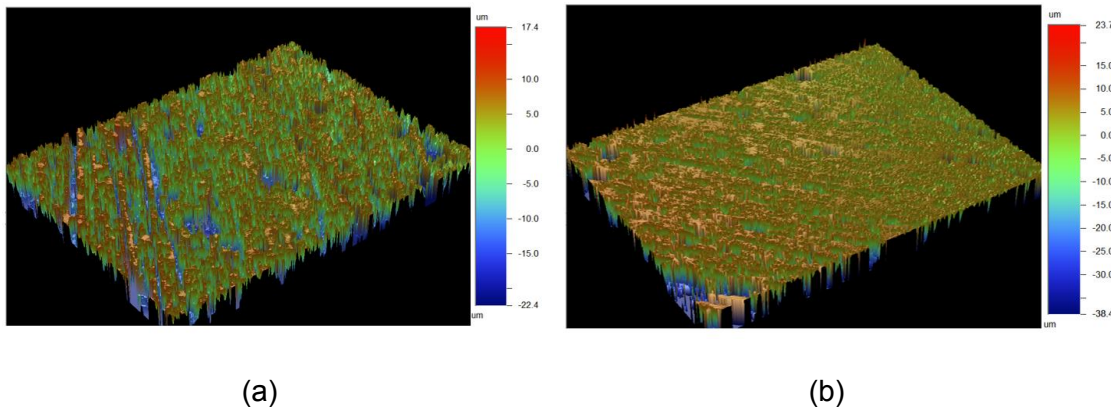
Tabela 4.2 – Rugosidade da superfície.

Concentração	Densidade de corrente		
	1,2 A/dm ²	1,5 A/dm ²	2,0 A/dm ²
120 g/l	5,42 ± 0,12 μm	6,46 ± 0,22 μm	7,97 ± 1,92 μm
150 g/l	5,85 ± 0,20 μm	6,40 ± 0,32 μm	7,10 ± 1,23 μm
180 g/l	5,72 ± 0,40 μm	6,65 ± 1,04 μm	7,66 ± 0,23 μm
Al sem anodização		0,52 ± 0,13 μm	

Fonte: Autora.

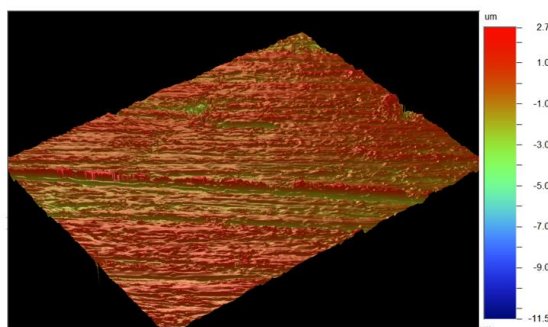
Alguns dos perfis de superfície obtidos são mostrados na Figura 4.10. Os perfis de maior rugosidade (6,65 a 7,97 μm) se assemelham ao apresentado na Figura 4.10.b e os de menor rugosidade (5,42 a 6,46 μm) ao perfil da Figura 4.10.a.

Figura 4.10 – Perfis de superfície das amostras (a) 120 g/l e 1,2 A/dm², (b) 120 g/l e 2,0 A/dm² e (c) da liga de alumínio AA6061 sem anodização.



continua

Figura 4.10 – Conclusão.



(c)

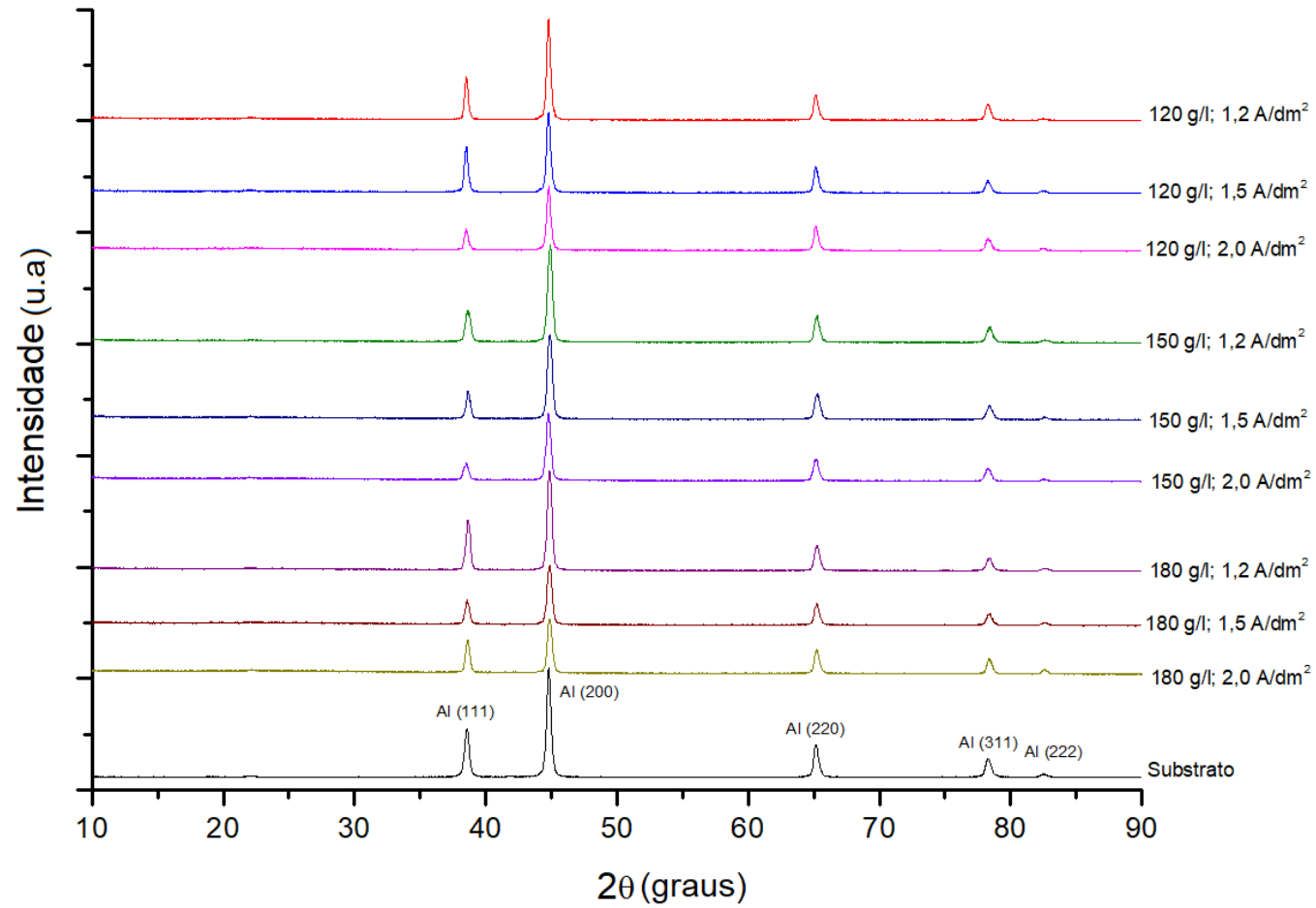
Fonte: Autora.

Pode-se observar que, quanto maior a densidade de corrente aplicada na anodização, maior é a rugosidade do revestimento. Um resultado semelhante foi obtido por Mohitfar *et al.* (2020). A rugosidade da superfície é um dos parâmetros que mais afetam o coeficiente de atrito em um teste de desgaste, em geral, a anodização é um processo que naturalmente aumenta a rugosidade superficial do material (OH; THOMPSON, 2011; ISO 7599, 2018).

O aumento da rugosidade provocado pelo acréscimo da densidade de corrente aplicada é devido ao teorema DAC e à grande quantidade de calor produzida no sistema (JOZEFOWICZ, 2005; CHENG; CHOU, 2015). Já a concentração do eletrólito não influenciou de forma significativa no resultado.

Para definir as fases cristalinas do óxido formado realizou-se a difratometria de raios-X (Figura 4.11). Ao analisar o gráfico obtido pode-se observar que os picos adquiridos pelas amostras anodizadas são semelhantes aos do substrato, não apresentando nenhum pico de alumina cristalina. Assim, conclui-se que a alumina formada é amorfa, de forma similar aos apresentados por diversos autores, como Mohitfar *et al.* (2020), Choudhary *et al.* (2015), Stojadinovic *et al.* (2011) e Bocchetta *et al.* (2002).

Figura 4.11 – Gráfico DRX do substrato e das amostras anodizadas em várias condições.



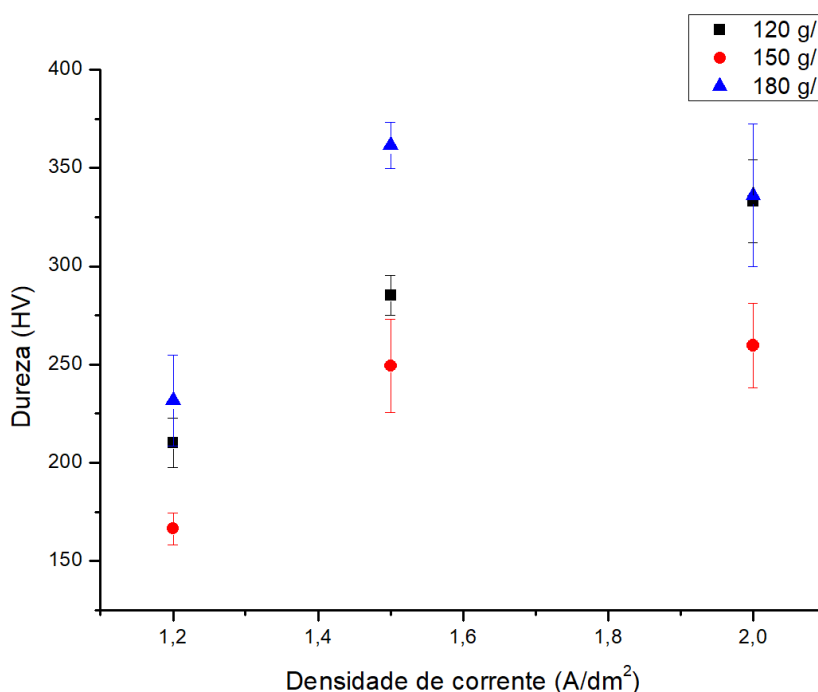
Fonte: Autora.

Também pôde-se observar que, a intensidade dos picos variava de acordo com a espessura do revestimento, em revestimentos mais espessos a intensidade dos picos é menor.

4.2 Ensaio de dureza

O valor médio dos resultados do teste de dureza Vickers é apresentado na Figura 4.12.

Figura 4.12 – Valor médio da dureza em função da densidade de corrente de anodização das amostras.



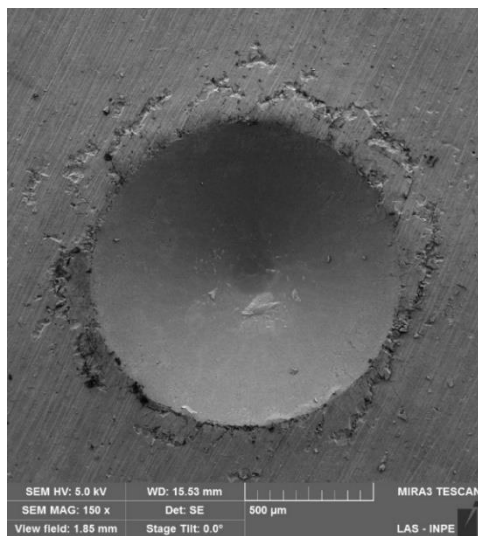
Fonte: Autora.

As amostras anodizadas em 150 g/l apresentaram menor dureza em relação às outras. Isso ocorreu devido à porosidade mais homogênea apresentada. De acordo com Yoshimura *et al.* (2005), a dureza diminui com o aumento da porosidade do material. As amostras de maior dureza não apresentaram uma homogeneidade na formação dos poros e nem a presença de trincas na superfície. Em relação ao substrato, todas as amostras anodizadas obtiveram valores de dureza superiores à amostra sem anodização ($120,6 \pm 2,9$ HV).

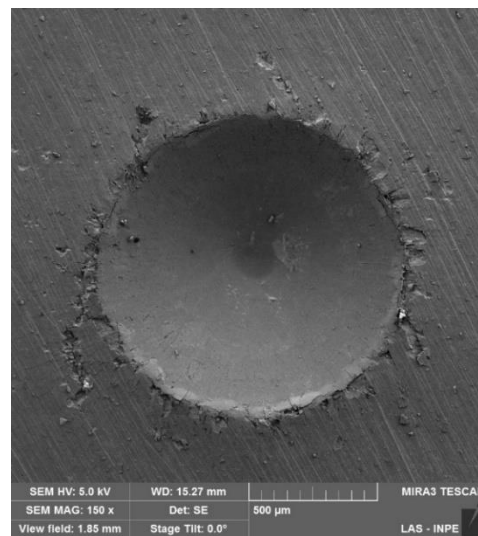
4.3 Ensaio de aderência (Rockwell C)

As indentações do ensaio de Rockwell C são apresentadas nas Figuras 4.13 a 4.15.

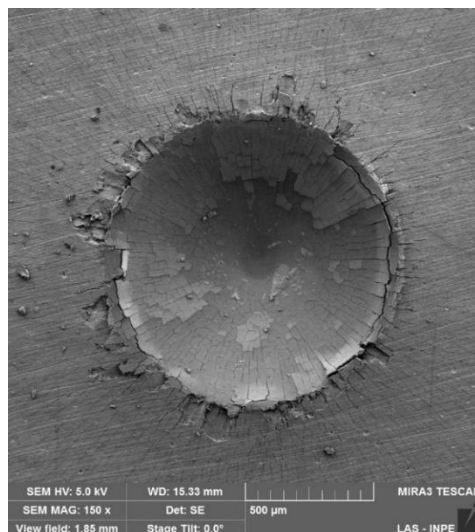
Figura 4.13 – Imagem das indentações do teste de Rockwell C nas concentrações de 120 g/l e densidade de corrente (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)



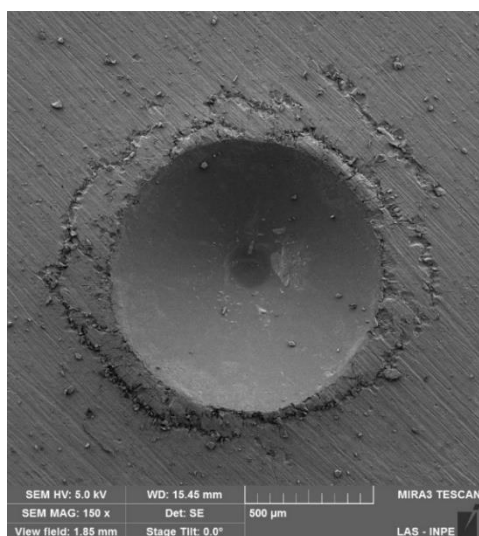
(b)



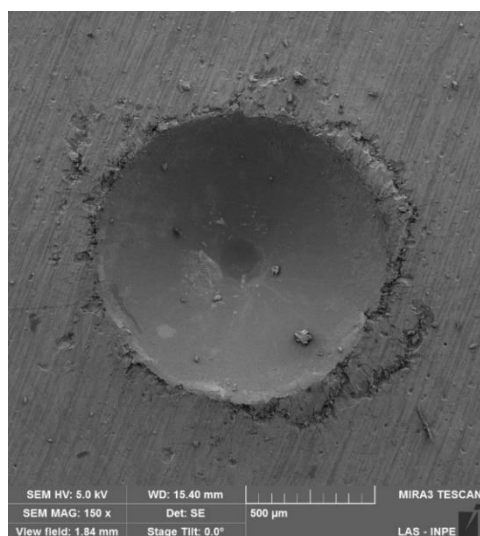
(c)

Fonte: Autora.

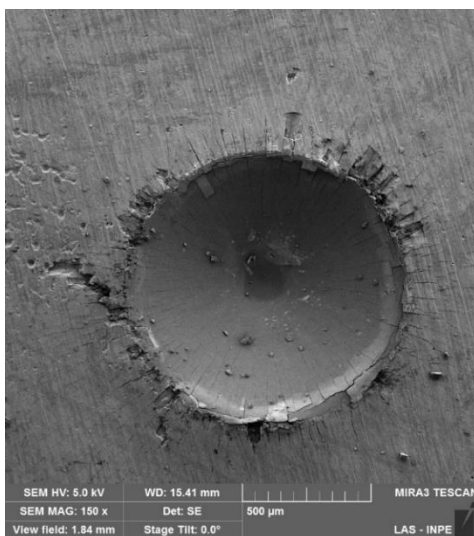
Figura 4.14 – Imagem das indentações do teste de Rockwell C nas concentrações de 150 g/l e densidade de corrente (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)



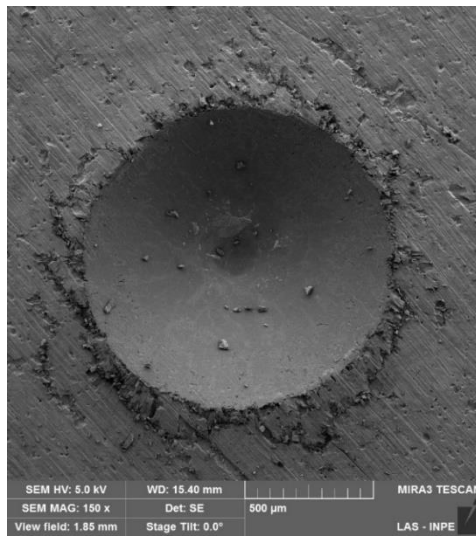
(b)



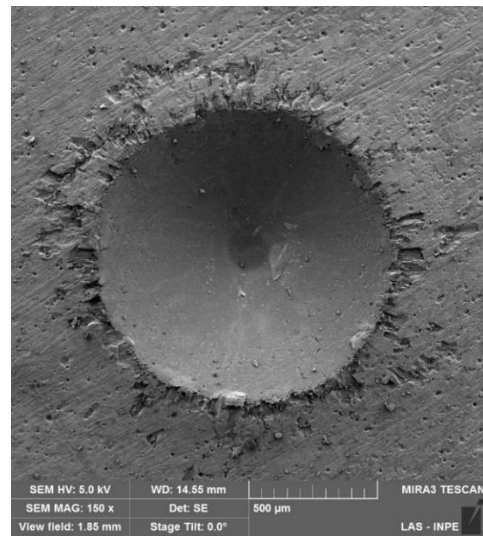
(c)

Fonte: Autora.

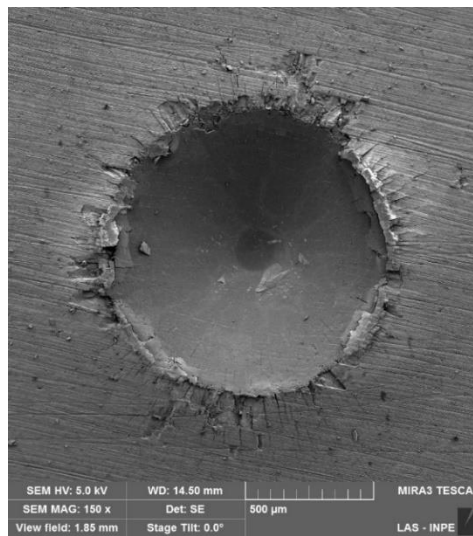
Figura 4.15 – Imagem das indentações do teste de Rockwell C nas concentrações de 180 g/l e densidade de corrente (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)



(b)



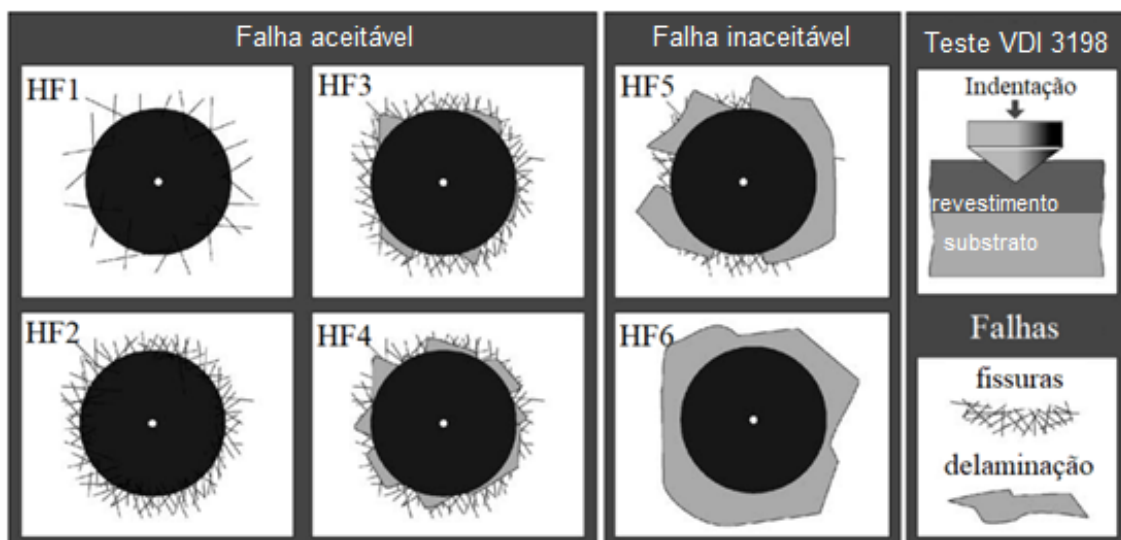
(c)

Fonte: Autora.

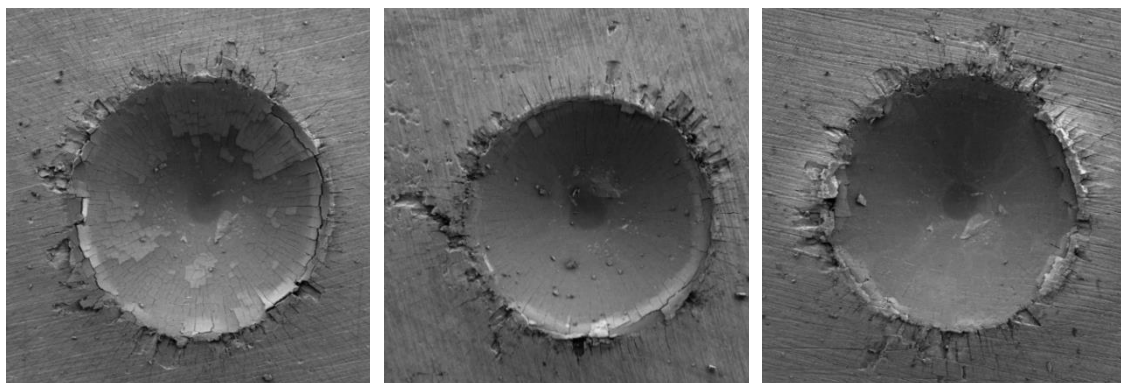
Ao comparar as imagens aos padrões da norma VDI 3198 (Figura 2.14) concluiu-se que todos os revestimentos apresentaram falhas aceitáveis, visto que nenhuma das condições apresentou delaminações semelhantes às dadas por HF5 e HF6. Com isso, pode-se afirmar que todas as amostras passaram no teste de aderência, sendo a amostra anodizada em 120 g/l e 1,5 A/dm² a que

apresentou uma menor formação de trincas ao redor da indentação. As amostras anodizadas na densidade de corrente 1,2 e 1,5 A/dm² se assemelham as falhas HF2 e/ou HF3 e as amostras de 2,0 A/dm² são similares as falhas HF3 e/ou HF4 (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003). As amostras que apresentaram falhas mais próximas as HF3 e HF4 podem ser visualizadas na Figura 4.16.

Figura 4.16 – Comparação do (a) padrão do teste de indentação VDI 3198, com as amostras anodizadas em 2,0 A/dm² nas concentrações de (b) 120 g/l, (c) 150 g/l e (d) 180 g/l.



(a)



(b)

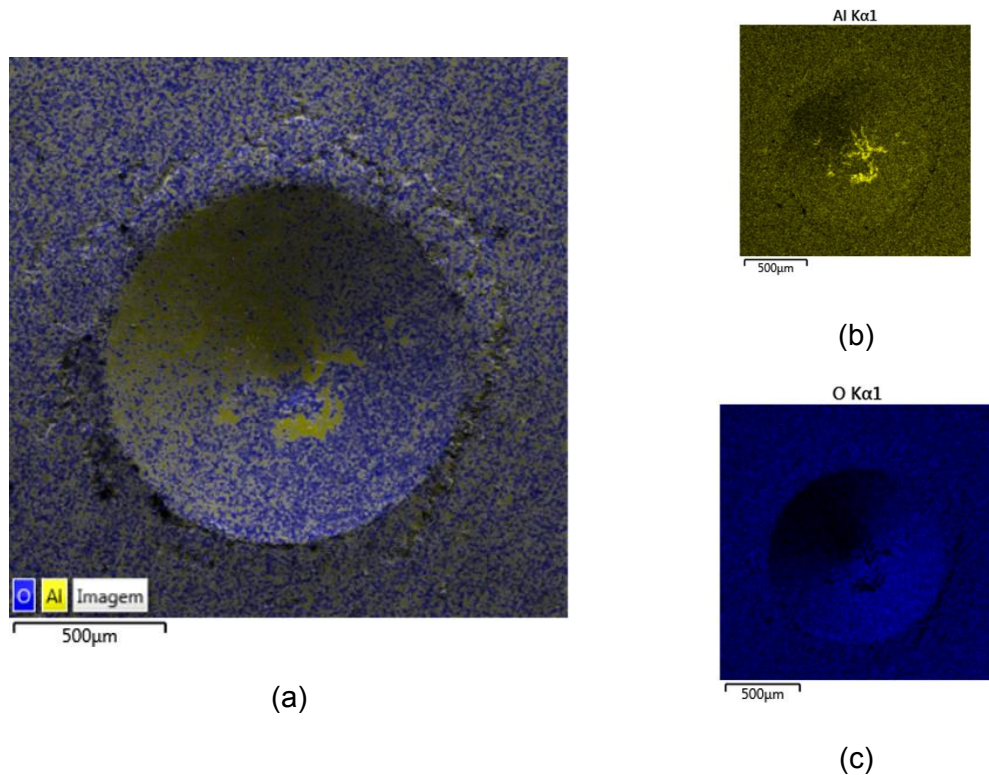
(c)

(d)

Fonte: Adaptado de Vidakis, Antoniadis e Bilalis (2003).

Também foi realizada uma análise dos elementos químicos na indentação por EDS para verificar se houve a exposição do substrato no teste. Todas as amostras obtiveram o comportamento semelhante ao apresentado na Figura 4.17.

Figura 4.17 – Imagem EDS das indentações do teste de Rockwell C na concentração de 120 g/l e densidade de corrente 1,2 A/dm² (a) com sobreposição das camadas (b) concentração do alumínio e (c) concentração do oxigênio.



Fonte: Autora.

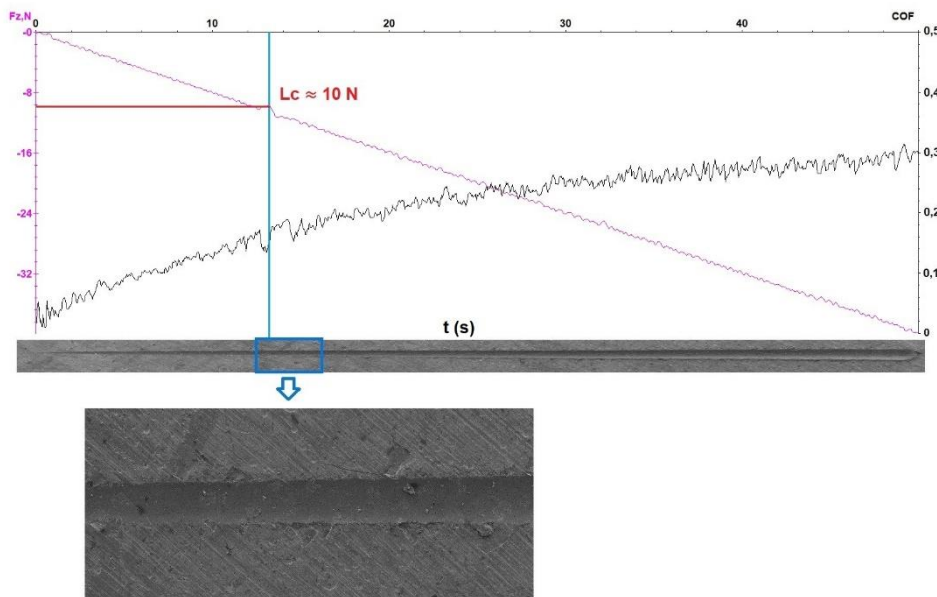
Ao visualizar a imagem acima, observa-se que houve a exposição do substrato em alguns pontos da indentação, nas regiões destacadamente amarelas (Al), já que a concentração de oxigênio nesses pontos é visivelmente mais baixa.

4.4 Ensaio de esclerometria

Como citado anteriormente, no teste de esclerometria foram feitas três trilhas e foi utilizado o gráfico da trilha que melhor representava os ensaios realizados, no caso, a trilha que mostrou menor variação do coeficiente de atrito inicial e da

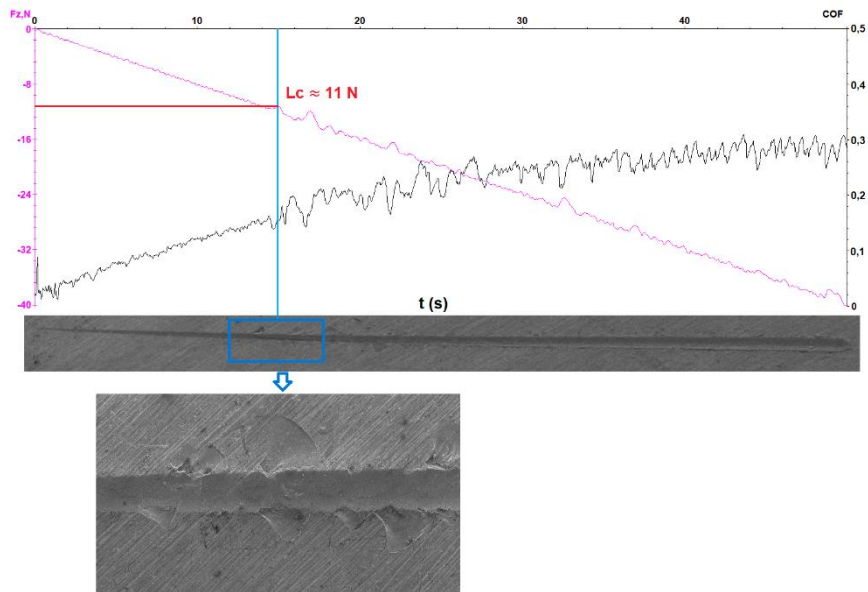
carga aplicada. Os gráficos obtidos pelos ensaios, com as imagens das trilhas completas e os valores de L_c (carga crítica) são apresentados nas Figuras 4.18 a 4.26, foi apresentada também a Tabela 4.3 com os valores aproximados de L_c . A imagem total da trilha foi colocada juntamente com o gráfico à título de ilustração da trilha completa, pois, a imagem foi obtida posterior ao teste. A carga crítica foi determinada a partir da mudança abrupta do COF (coeficiente de atrito - coefficient of friction). Como o teste de esclerometria é semi-quantitativo e o ponto definido como carga crítica no gráfico pode não corresponder a uma trinca na imagem da trilha, a identificação da trinca não é precisa.

Figura 4.18 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T , s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 120 g/l e 1,2 A/dm²).



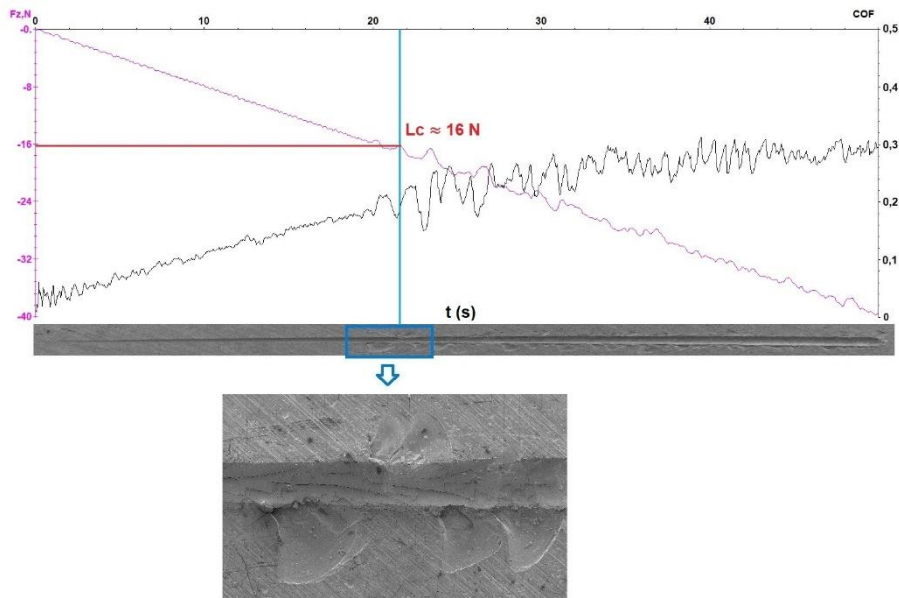
Fonte: Autora.

Figura 4.19 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T , s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 120 g/l e 1,5 A/dm²).



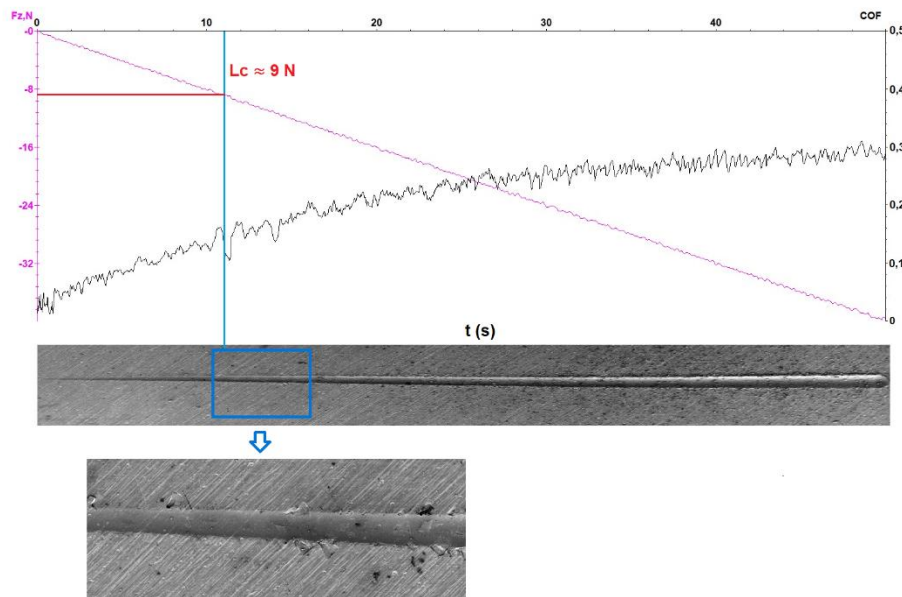
Fonte: Autora.

Figura 4.20 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T , s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 120 g/l e 2,0 A/dm²).



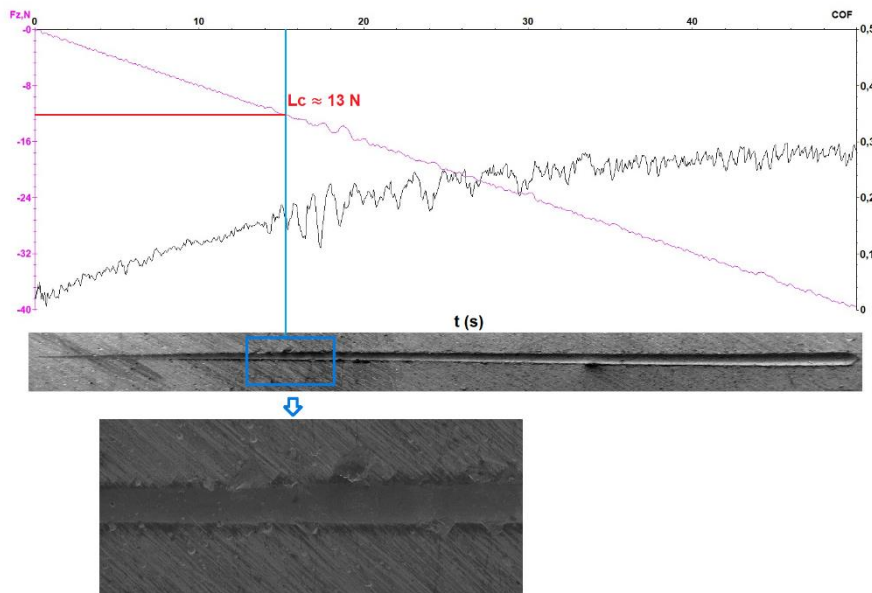
Fonte: Autora.

Figura 4.21 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T , s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 150 g/l e 1,2 A/dm²).



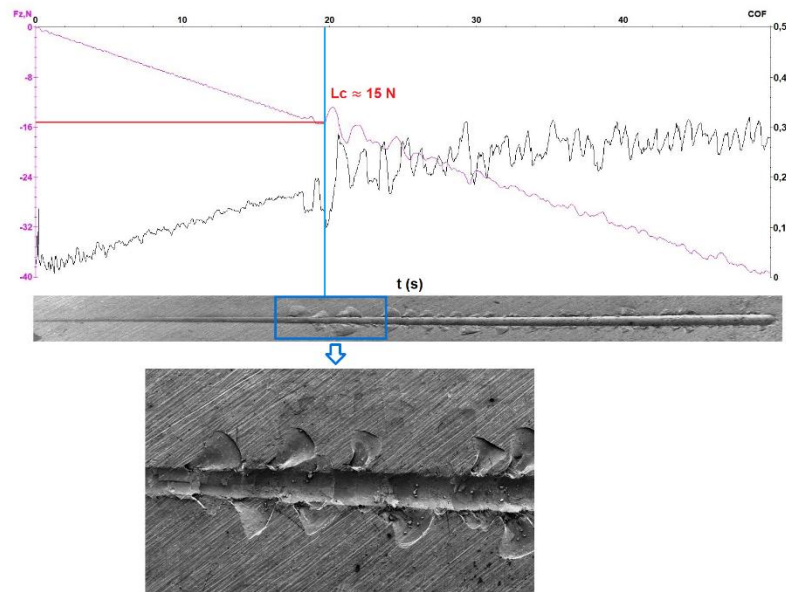
Fonte: Autora.

Figura 4.22 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T , s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 150 g/l e 1,5 A/dm²).



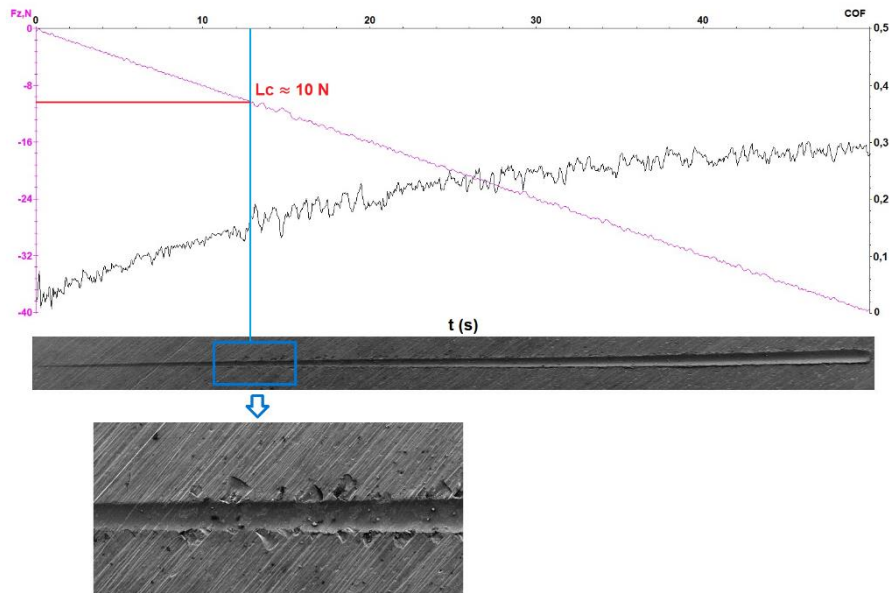
Fonte: Autora.

Figura 4.23 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T , s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 150 g/l e 2,0 A/dm²).



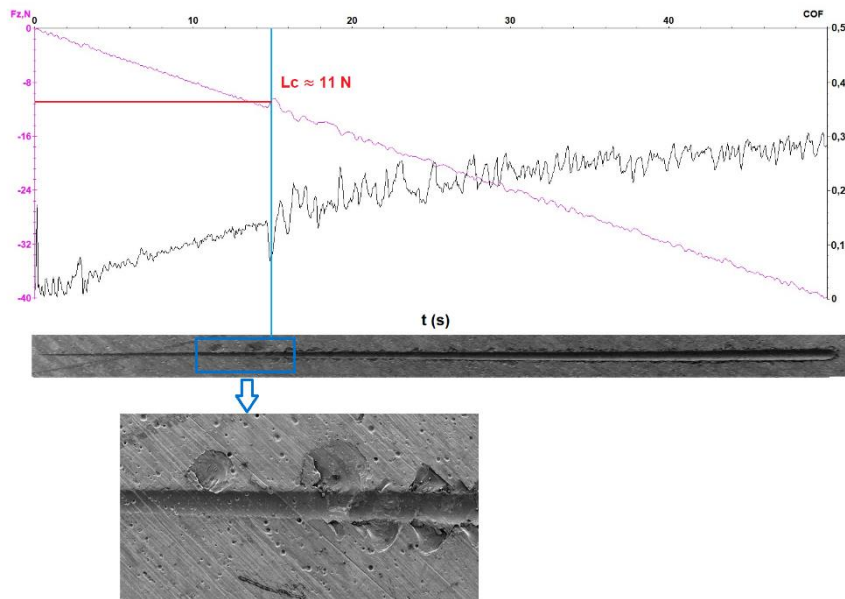
Fonte: Autora.

Figura 4.24 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T , s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 180 g/l e 1,2 A/dm²).



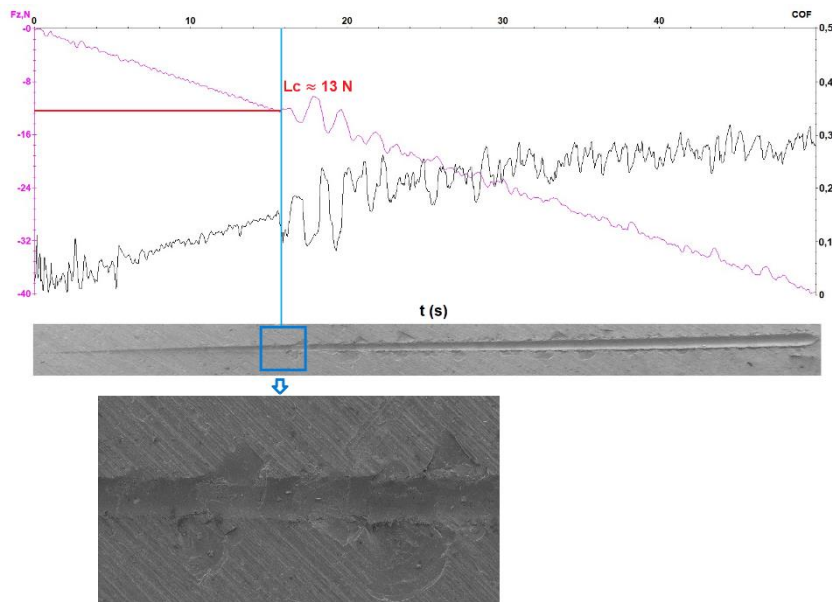
Fonte: Autora.

Figura 4.25 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T , s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 180 g/l e 1,5 A/dm²).



Fonte: Autora.

Figura 4.26 – Gráfico de força normal (F_z , N) e coeficiente de atrito (COF) em função do (T , s) com a imagem da trilha, com destaque para a área em que ocorreu a falha (amostra de 180 g/l e 2,0 A/dm²).



Fonte: Autora.

Tabela 4.3 – Valores de aproximados de carga crítica (N) obtidos no teste de esclerometria.

Concentração	Densidade de corrente		
	1,2 A/dm ²	1,5 A/dm ²	2,0 A/dm ²
120 g/l	10	11	16
150 g/l	9	13	15
180 g/l	10	11	13

Fonte: Autora.

Ao analisar estes gráficos e os valores mostrados na Tabela 4.3, pode-se observar que as amostras anodizadas com densidade de corrente de 2,0 A/dm² apresentaram a mudança abrupta no COF com valores de carga aplicada (Fz) maiores do que as obtidas pelas outras amostras.

Steinmann, Tardy e Hintermann (1987) relatou que a carga crítica para falha adesiva deve ser maior para revestimentos mais espessos. Foi argumentado que, para deformar plasticamente revestimentos espessos, é necessária uma carga maior. Já Choudhary *et al.* (2015) obteve valores de carga crítica menores para revestimentos mais espessos, essa discrepância foi explicada baseando-se em três fatores: (i) maior rugosidade média, (ii) o aumento da tensão interna do revestimento e (iii) o aumento da dureza (NELSON; ORIANI, 1993).

Os resultados obtidos neste trabalho podem ser relacionados aos quatro fatores citados acima, podendo incluir também a uniformidade superficial da camada porosa. Ao observar as amostras com maior Lc, estas apresentaram um revestimento de alta espessura, dureza, rugosidade e baixa uniformidade na formação dos poros. De acordo com Choudhary *et al.* (2015), a carga para falha adesiva torna-se semelhante em amostras de mesma espessura e rugosidade superficial obtidas em diferentes potenciais. No caso das amostras anodizadas em 2,0 A/dm² em diferentes concentrações obteve-se algo semelhante.

As amostras anodizadas em 1,2 A/dm² com 120 e 150 g/l apresentaram apenas falhas coesivas nas trilhas, o que pode ser associado aos baixos valores de dureza que foram obtidos por ambas.

4.5 Ensaio de desgaste

Como citado na Seção 3.2.7, o teste de desgaste foi realizado com uma força constante nas condições dadas na Tabela 3.1. Os ensaios foram realizados em triplicata para cada amostra, obtendo-se o coeficiente de atrito. A trilha analisada por imagem foi definida a partir do valor médio do coeficiente de atrito, sendo escolhida a trilha que apresentou coeficiente de atrito mais próximo ao valor médio. Os coeficientes de atrito médio obtidos são apresentados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Coeficiente de atrito médio.

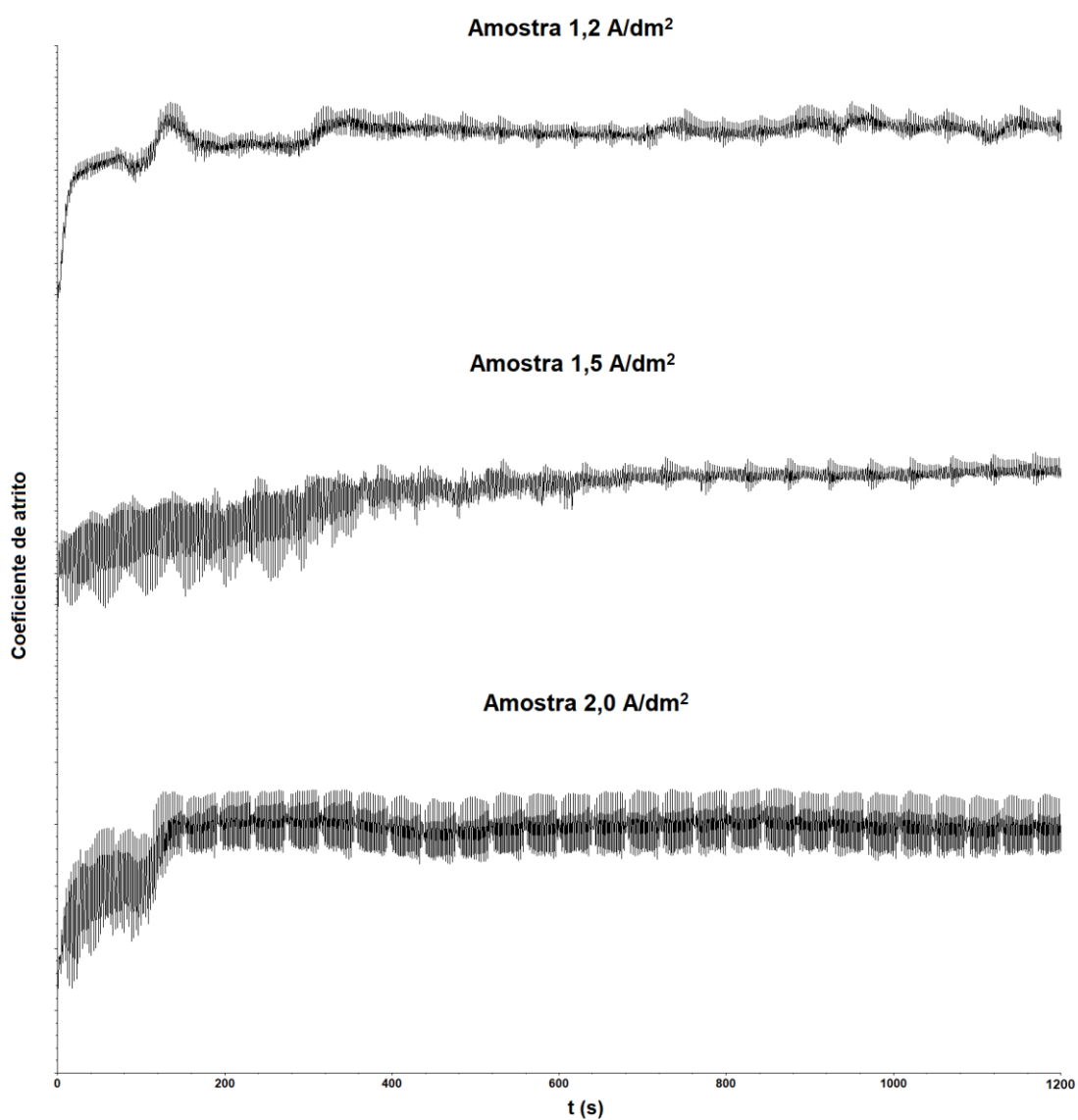
Concentração	Densidade de corrente		
	1,2 A/dm ²	1,5 A/dm ²	2,0 A/dm ²
120 g/l	0,7837 ± 0,1291	0,7610 ± 0,1481	0,7595 ± 0,2425
150 g/l	0,7402 ± 0,1678	0,7457 ± 0,1765	0,7600 ± 0,1269
180 g/l	0,6350 ± 0,2819	0,7504 ± 0,1013	0,5959 ± 0,2598
Al sem anodização	0,5329 ± 0,1357		

Fonte: Autora.

A partir dos dados da Tabela 4.4, pode-se observar que a amostra com o maior média de coeficiente de atrito é a anodizada em 120 g/l a 1,2 A/dm² e a amostra com o menor média de coeficiente de atrito, e mais próximo da liga sem tratamento, foi a anodizada com 180 g/l e 2,0 A/dm² com o erro associado à média das três medidas. Os gráficos do coeficiente de atrito são mostrados nas Figuras 4.27 a 4.30 e a Tabela 4.5 apresenta os dados de coeficiente de atrito

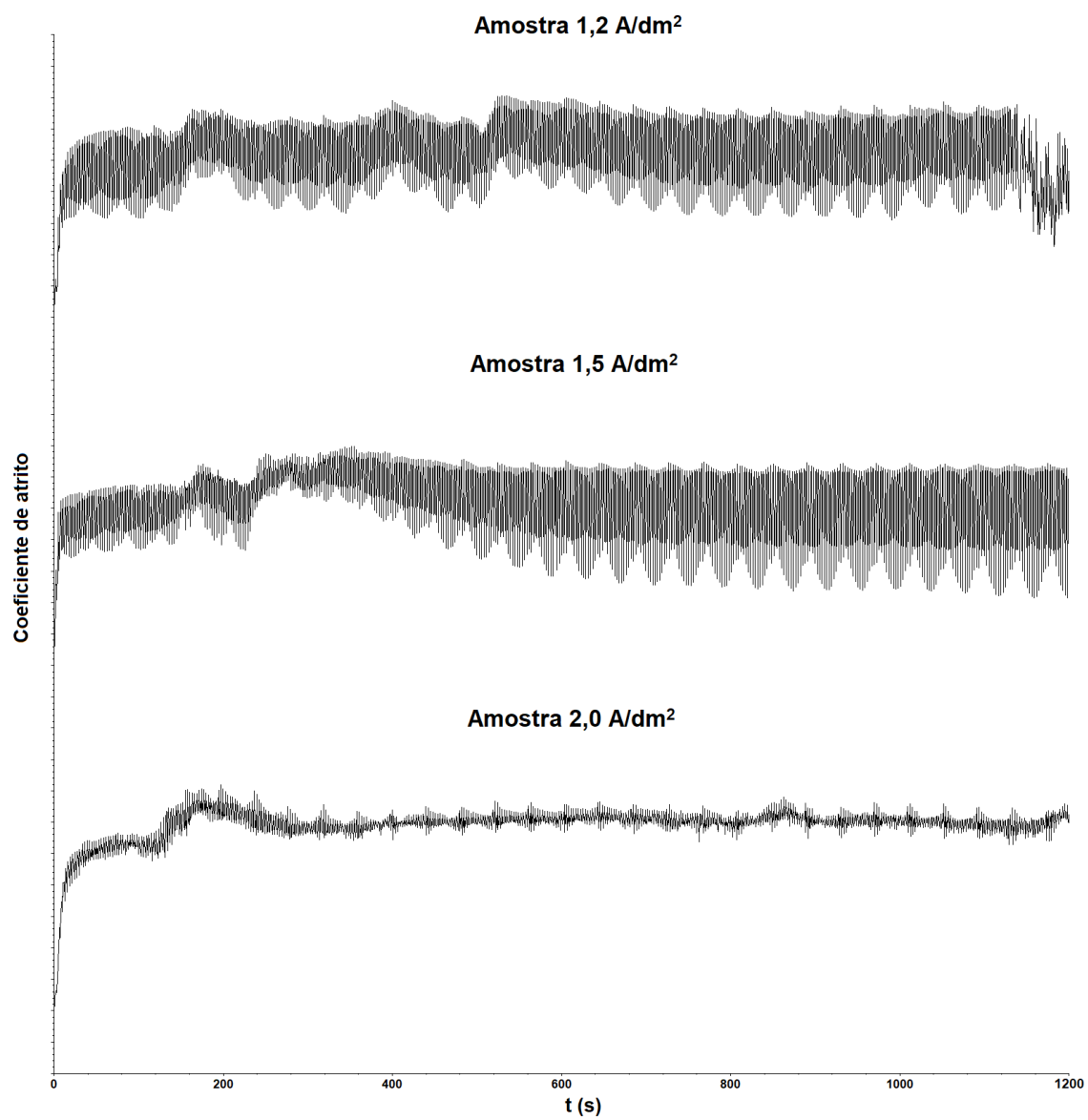
médio da região estabilizada. Como os valores de COF são próximos as curvas foram deslocadas para melhor visualização.

Figura 4.27 – Gráfico do coeficiente de atrito por tempo das amostras anodizadas em 120 g/l.



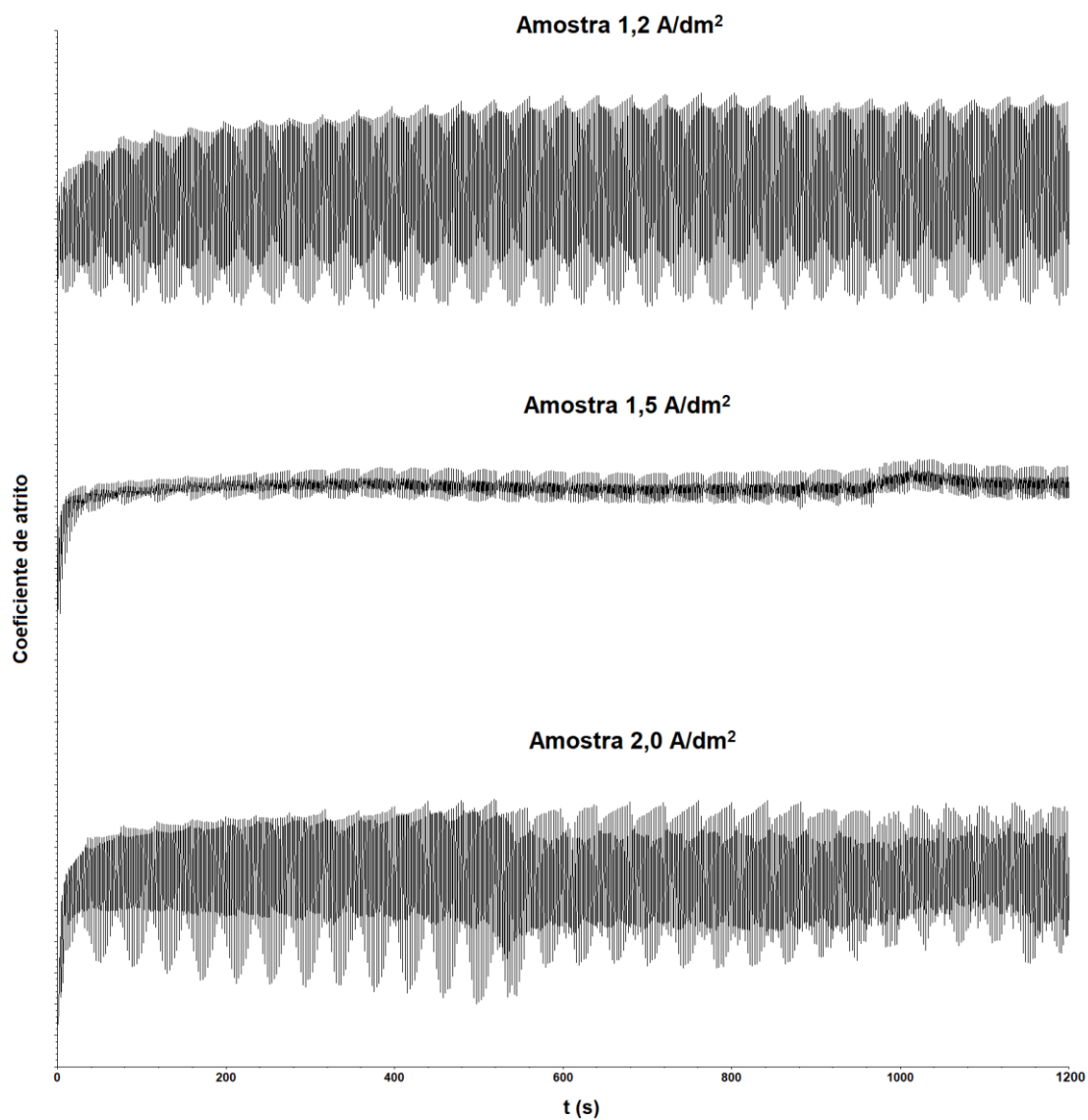
Fonte: Autora.

Figura 4.28 – Gráfico do coeficiente de atrito por tempo das amostras anodizadas em 150 g/l.



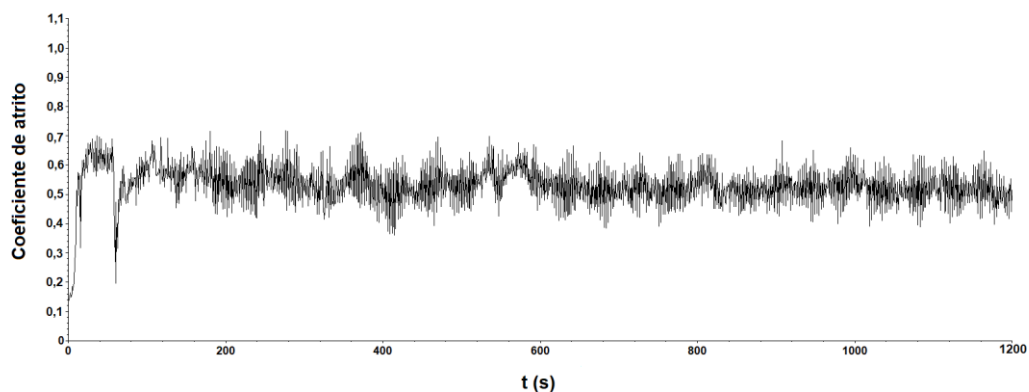
Fonte: Autora.

Figura 4.29 – Gráfico do coeficiente de atrito por tempo das amostras anodizadas em 180 g/l.



Fonte: Autora.

Figura 4.30 – Gráfico do coeficiente de atrito por tempo da liga sem tratamento.



Fonte: Autora.

Tabela 4.5 – Coeficiente de atrito médio da região estabilizada.

Concentração	Densidade de corrente		
	1,2 A/dm ²	1,5 A/dm ²	2,0 A/dm ²
120 g/l	0,8324 ± 0,1167	0,8079 ± 0,1108	0,7911 ± 0,2330
150 g/l	0,7427 ± 0,1684	0,6996 ± 0,1965	0,8026 ± 0,1154
180 g/l	0,6101 ± 0,2937	0,7577 ± 0,0141	0,6000 ± 0,2669
Al sem anodização	0,5195 ± 0,1300		

Fonte: Autora.

Com os dados dos gráficos visualiza-se que as amostras 1,2 e 2,0 A/dm² anodizadas em 180 g/l foram as que mais apresentaram variação no coeficiente de atrito nas trilhas. De acordo com o observado durante o ensaio, essas mesmas amostras formaram uma menor quantidade de material desgastado. O coeficiente de atrito médio da região estabilizada não possui uma grande variação ao comparado com o coeficiente de atrito médio.

O valor médio do coeficiente de atrito foi semelhante ao obtido por Mohitfar, *et al.* (2020) que realizou o teste em amostras submetidas a anodização dura (anodização feita em temperaturas próximas a 0 °C), em que, o coeficiente de atrito médio em condições de anodização semelhantes foi de 0,82, divergindo apenas na densidade de corrente aplicada.

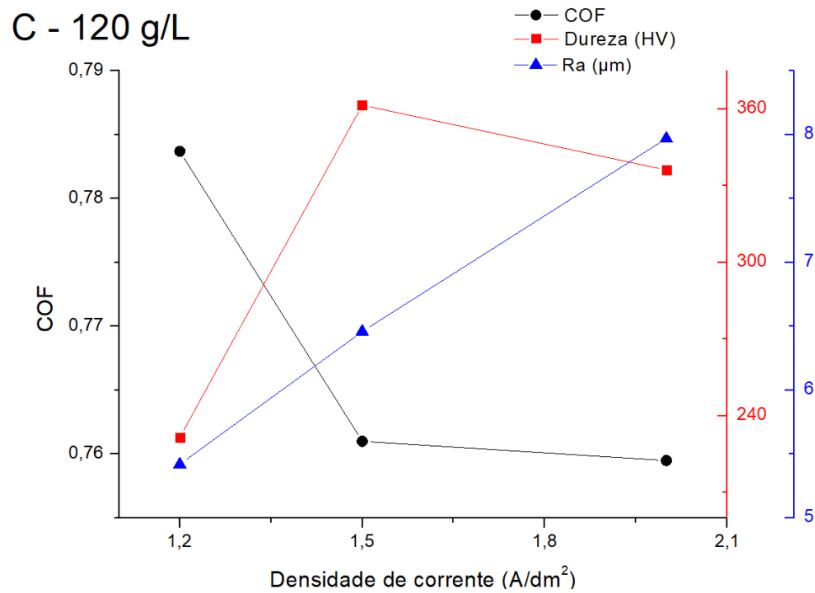
As amostras de menor coeficiente de atrito (180 g/l e 1,2 e 2,0 A/dm²), além de serem superfícies sem a formação de trincas, também foram superfícies com baixa porosidade, o que pode ter afetado o processo de atrito, reduzindo-o. No caso das amostras com maior coeficiente de atrito, a que foi anodizada em 120 g/l e 1,2 A/dm², apesar de ser uma amostra de baixa porosidade e baixa rugosidade, apresentou uma alta formação de trincas na superfície. Já amostra anodizada em 150 g/l e 2,0 A/dm² além de possuir alta rugosidade, também tem uma alta porosidade superficial. De acordo com Mohitfar, *et al.* (2020) as porosidades e as trincas são os defeitos que podem reduzir a continuidade e a resistência de um material. Como as camadas de óxido formadas são frágeis, elas podem não resistir ao crescimento de trincas e, portanto, a presença de trincas iniciais pode afetar significativamente suas propriedades mecânicas. Já os poros maiores atuam como locais de nucleação de trincas e com isso também diminuem a resistência do material.

A alta rugosidade afeta a área real de contato entre a superfície da amostra e a esfera de alumina, aumentando a tensão local. Por isso, foi observado que parte da superfície do material foi facilmente separada nos estágios iniciais do deslizamento, formando uma espécie de pó, esse material é aderido nas irregularidades da trilha, diminuindo assim a variação do coeficiente de atrito. O pó é tratado como um terceiro corpo, ele fica em contato com a esfera e a amostra durante certo tempo, até que é empurrado para fora da trilha e assim, reinicia-se o ciclo de desgaste.

Mesmo a rugosidade sendo um dos fatores que mais interfere no aumento ou na diminuição do atrito, não foi possível fazer nenhuma associação direta levando em consideração apenas esta característica. Os gráficos apresentados nas Figuras 4.31 a 4.33 compilam os dados obtidos para coeficiente de atrito –

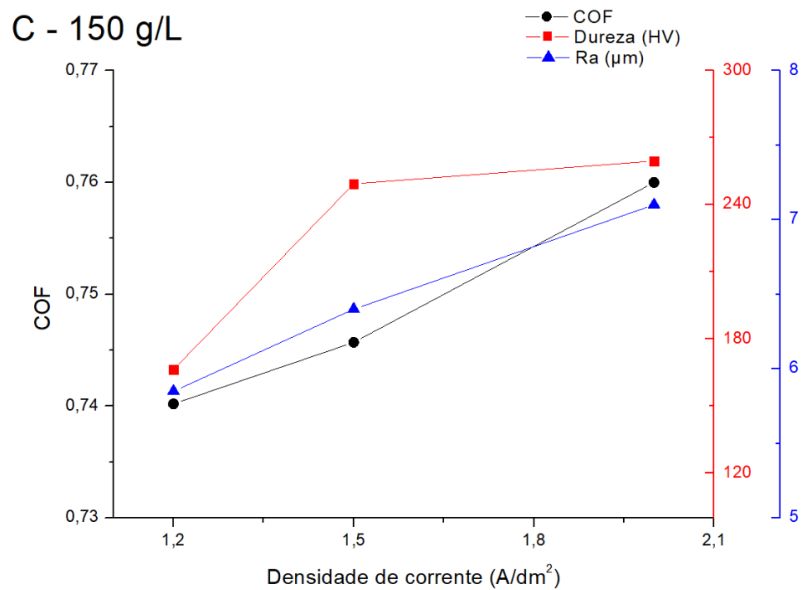
dureza – rugosidade média em função da densidade de corrente aplicada para melhor comparação.

Figura 4.31 – Gráfico do coeficiente de atrito – dureza – rugosidade média (R_a) em função da densidade de corrente da liga anodizada em 120 g/l.



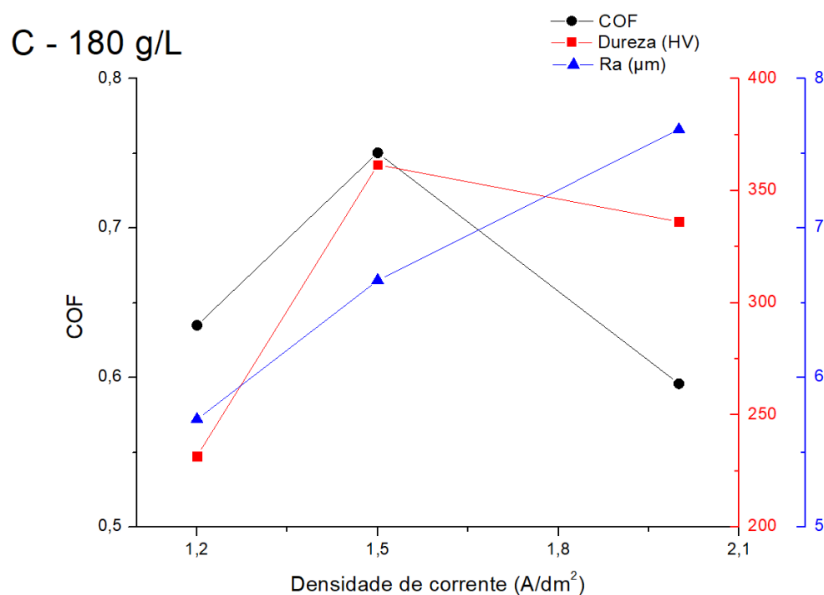
Fonte: Autora.

Figura 4.32 – Gráfico do coeficiente de atrito – dureza – rugosidade média (R_a) em função da densidade de corrente da liga anodizada em 150 g/l.



Fonte: Autora.

Figura 4.33 – Gráfico do coeficiente de atrito – dureza – rugosidade média (R_a) em função da densidade de corrente da liga anodizada em 180 g/l.



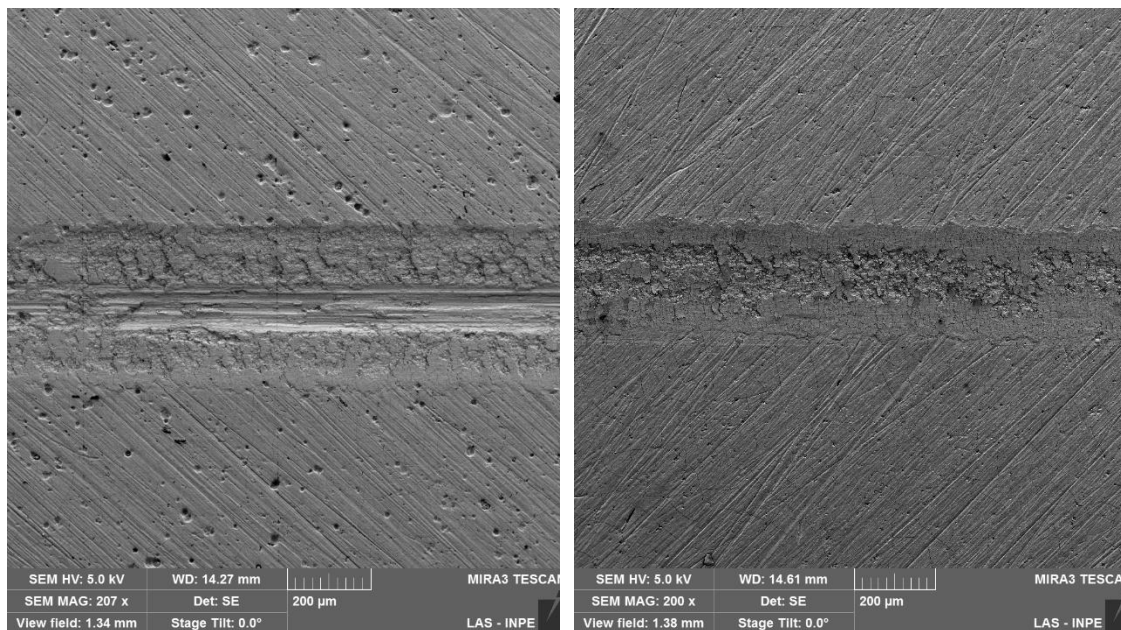
Fonte: Autora.

Ao visualizar os dados apresentados acima, pode-se observar que, neste trabalho, não há nenhuma associação do aumento da densidade de corrente com o aumento da dureza e do coeficiente de atrito. A rugosidade é o único parâmetro que aumenta com o aumento da densidade de corrente.

Já o coeficiente de atrito não segue um padrão em nenhum dos casos apresentados. Nos gráficos de coeficiente de atrito (Figuras 4.27 a 4.30), o parâmetro aumenta inicialmente e depois permanece quase constante. De acordo com Mohitfar *et al.* (2020), isso significa que o mecanismo de desgaste não muda em relação ao tempo de deslizamento para esses filmes.

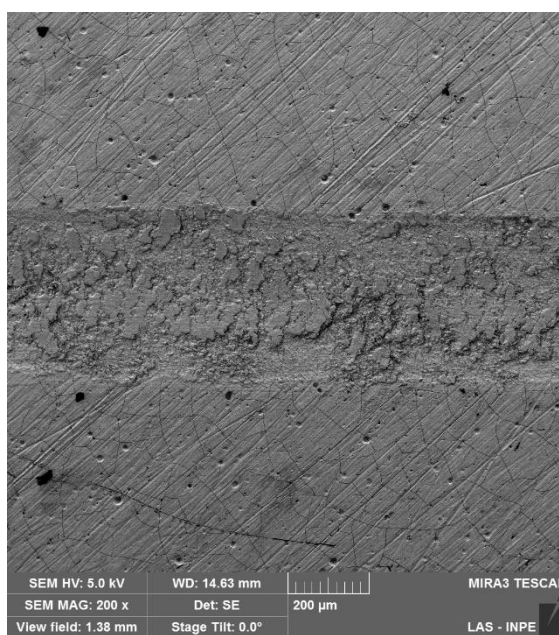
Para uma melhor análise do mecanismo de desgaste são mostradas as imagens das trilhas nas Figuras 4.34 a 4.37.

Figura 4.34 – Imagens das trilhas das amostras anodizadas em 120 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)

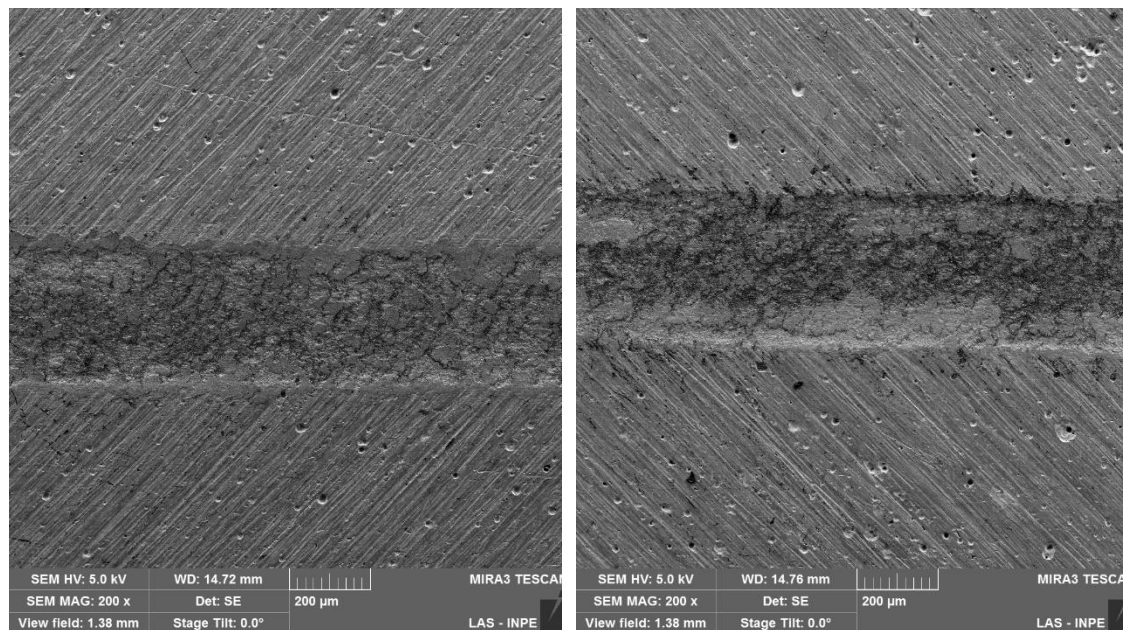
(b)



(c)

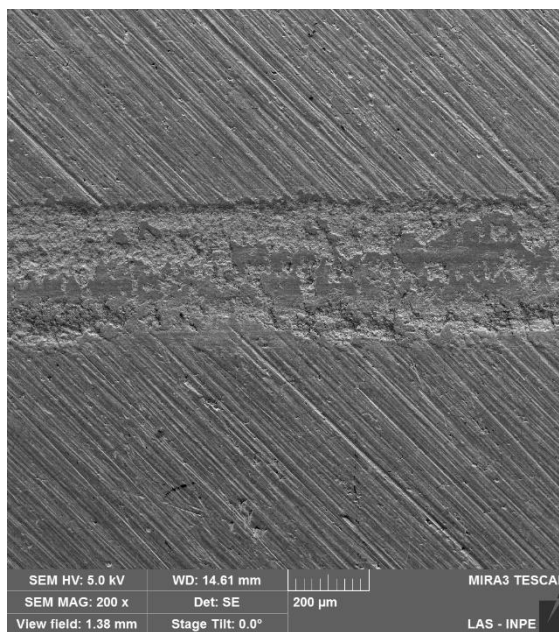
Fonte: Autora.

Figura 4.35 – Imagens das trilhas das amostras anodizadas em 150 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)

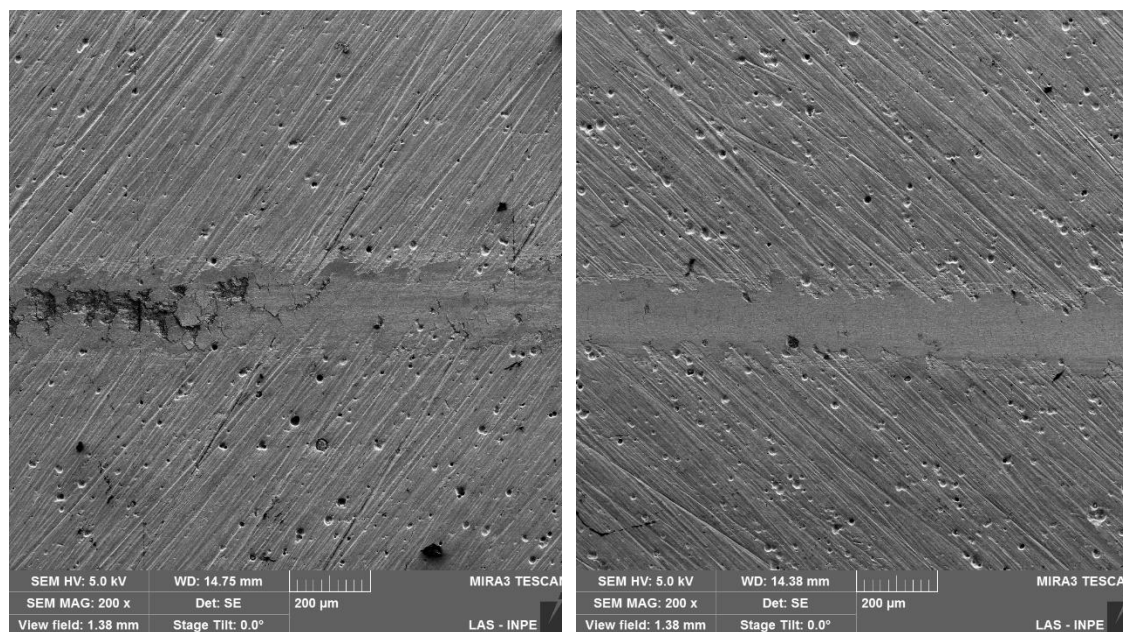
(b)



(c)

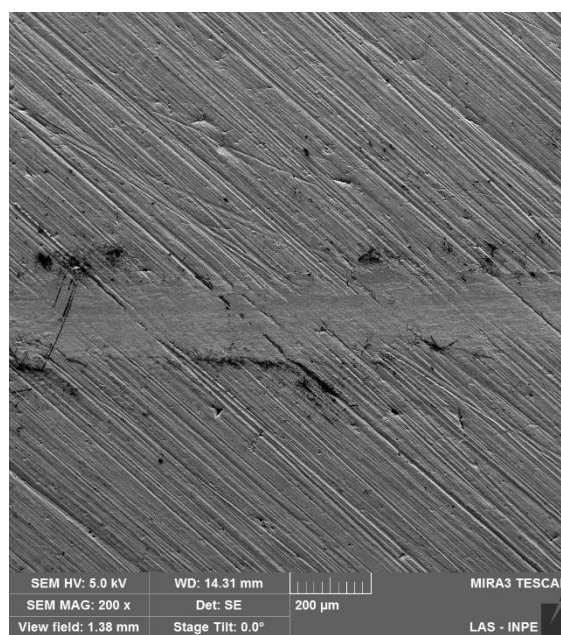
Fonte: Autora.

Figura 4.36 – Imagens das trilhas das amostras anodizadas em 180 g/l e densidade de corrente de (a) 1,2 A/dm², (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



(a)

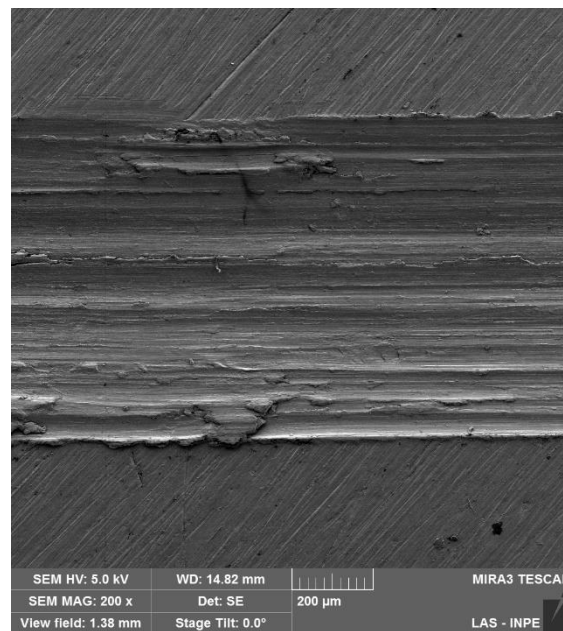
(b)



(c)

Fonte: Autora.

Figura 4.37 – Imagem da trilha da liga de alumínio AA6061 sem anodização.

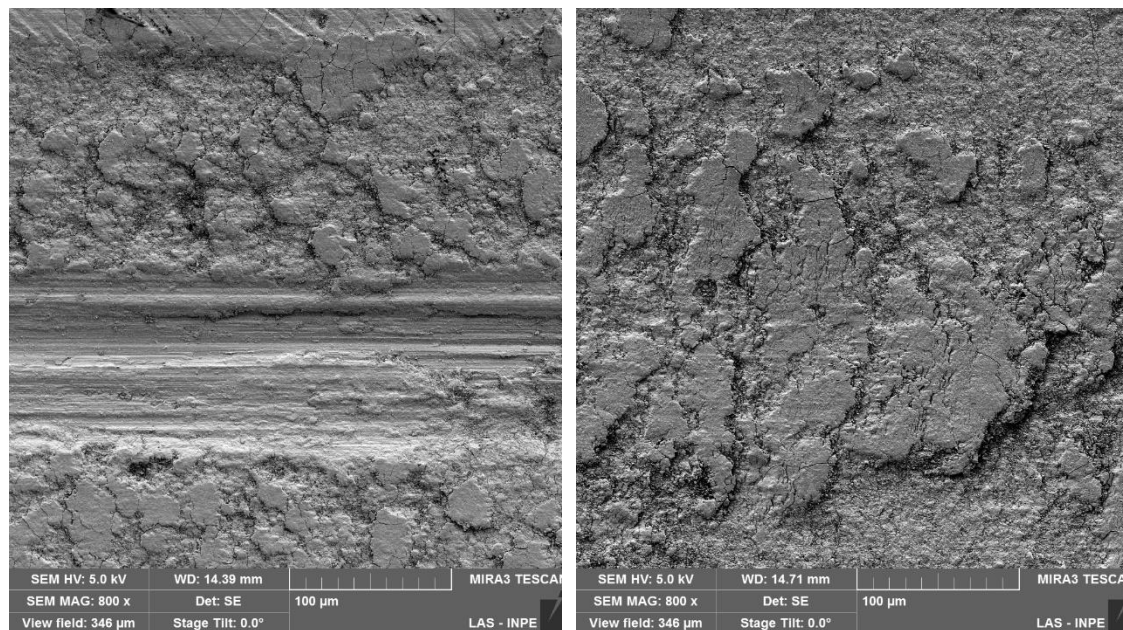


Fonte: Autora.

A partir dessas imagens, pode-se observar que as trilhas das amostras anodizadas em 180 g/l foram bastante superficiais e que a trilha que apresenta maior desgaste é a da liga pura. A trilha da amostra anodizada em 120 g/l e 1,2 A/dm² apresentou morfologia semelhante à da liga sem tratamento (Figura 4.37) após o ensaio, com formação de sulcos profundos na direção do movimento (Figura 4.38). É possível que o substrato tenha sido exposto após o teste de desgaste.

Na figura 4.39 é dado um mapa do EDS da região central da trilha da amostra anodizada em 120 g/l e 1,2 A/dm², indicando as concentrações de alumínio e oxigênio. Fica evidente que na região em amarelo da imagem 4.39 a concentração de alumínio é superior a concentração de oxigênio, indicando a exposição do substrato.

Figura 4.38 – Região central da trilha anodizada em 120 g/l e (a) 1,2 A/dm² e (b) 2,0 A/dm².

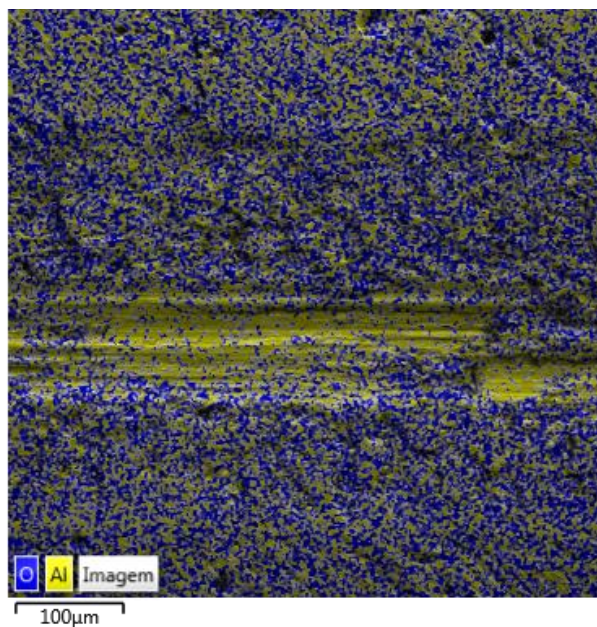


(a)

(b)

Fonte: Autora.

Figura 4.39 – Imagem EDS da região central da trilha anodizada em 120 g/l e 1,2 A/dm².



Fonte: Autora.

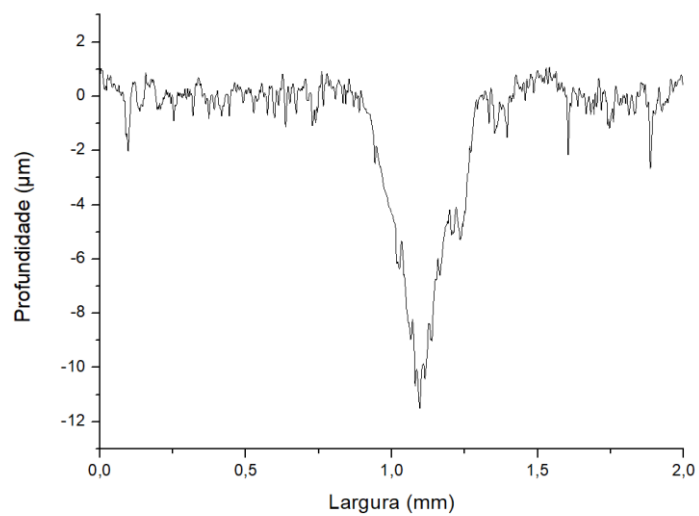
Para uma análise mais aprofundada, mediu-se a largura e a profundidade das trilhas com o perfilômetro mecânico. Os valores obtidos são mostrados na Tabela 4.6 e os gráficos da profundidade em função da largura das trilhas são mostrados nas Figuras 4.40 a 4.43.

Tabela 4.6 – Profundidade e largura das trilhas.

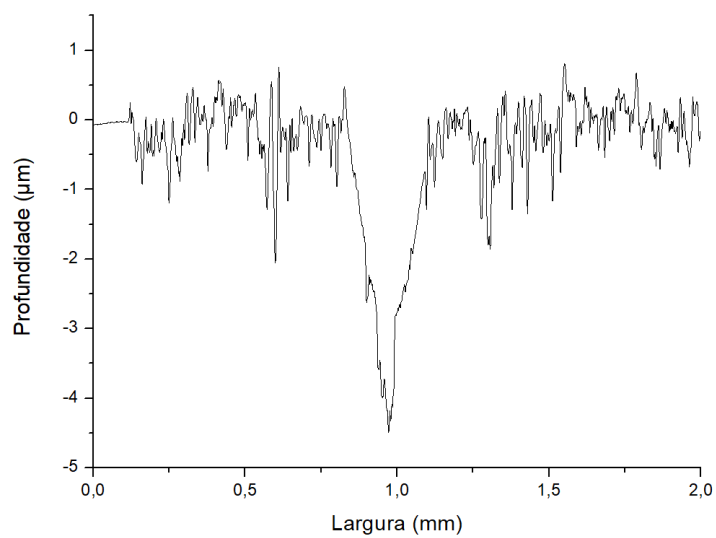
		Profundidade (μm)		
Concentração	Densidade de corrente	1,2 A/dm ²	1,5 A/dm ²	2,0 A/dm ²
	120 g/l		10,58	4,31
150 g/l		12,38	4,70	4,32
Amostra sem anodização				48,23
		Largura (mm)		
120 g/l		0,41	0,26	0,41
150 g/l		0,36	0,32	0,32
180 g/l		0,20	0,21	0,23
Amostra sem anodização				0,78

Fonte: Autora.

Figura 4.40 – Gráfico de profundidade em função da largura das amostras anodizadas em 120 g/l e (a) 1,2 A/dm² (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



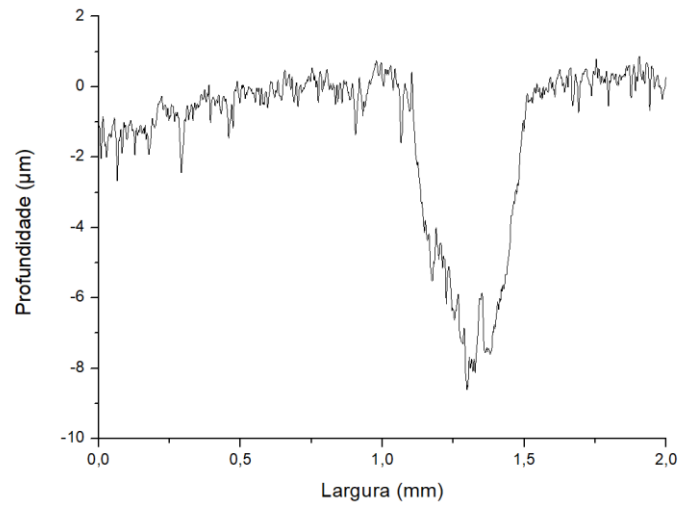
(a)



(b)

continua

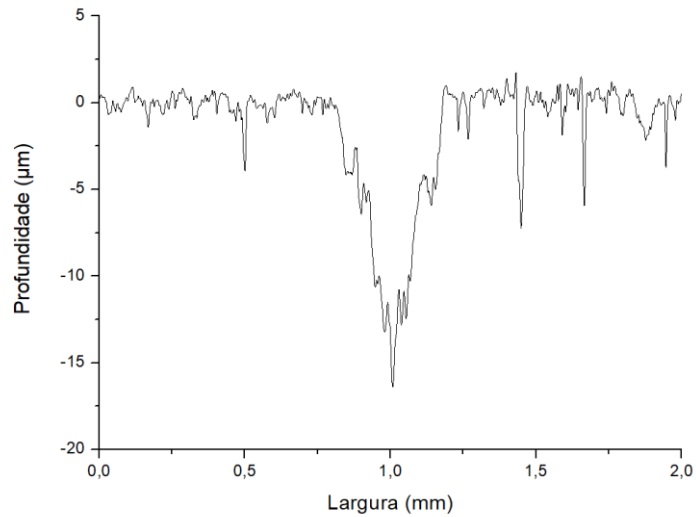
Figura 4.40 – Conclusão.



(c)

Fonte: Autora.

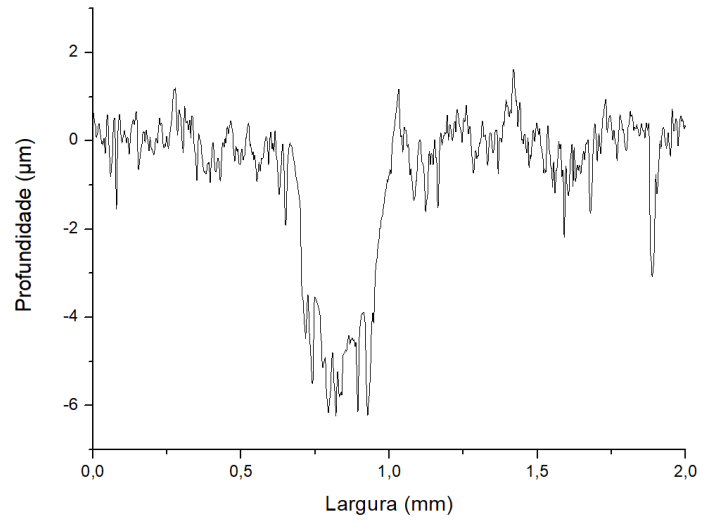
Figura 4.41 – Gráfico de profundidade em função da largura das amostras anodizadas em 150 g/l e (a) 1,2 A/dm² (b) 1,5 A/dm² e (c) 2,0 A/dm².



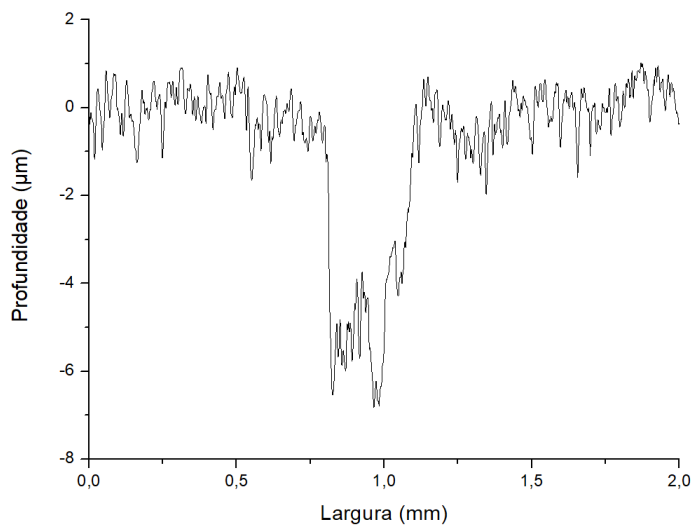
(a)

continua

Figura 4.41 – Conclusão.



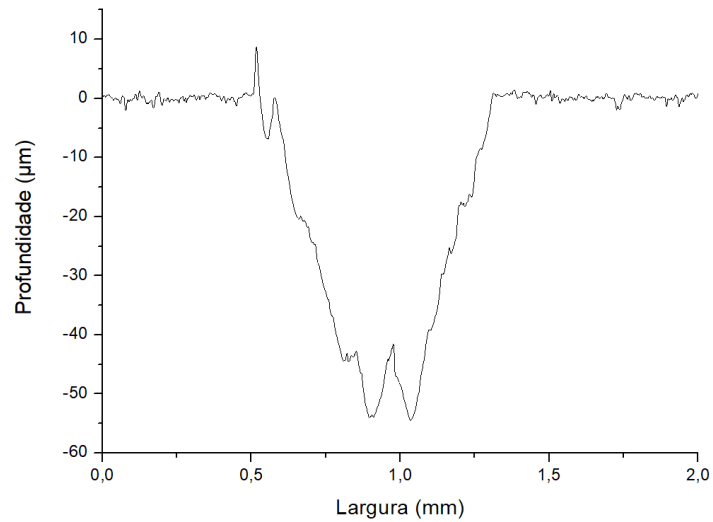
(b)



(c)

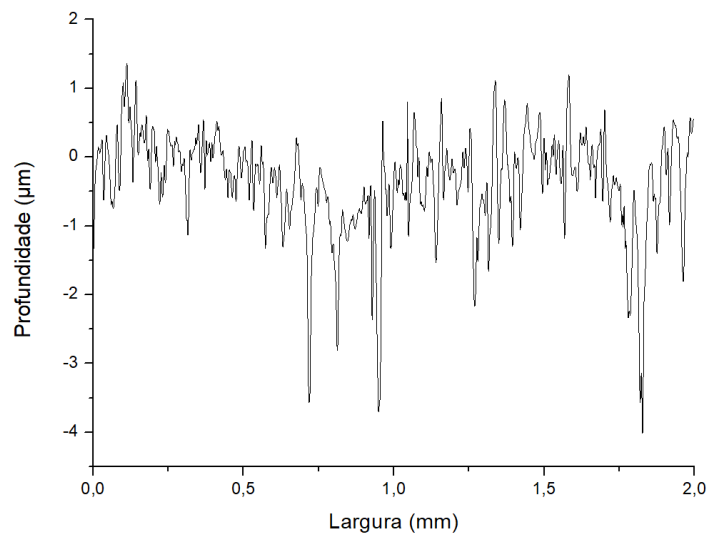
Fonte: Autora.

Figura 4.42 – Gráfico de profundidade em função da largura da liga sem tratamento.



Fonte: Autora.

Figura 4.43 – Gráfico de profundidade por largura da amostra anodizada em 180 g/l e 1,2 A/dm².



Fonte: Autora.

A análise do perfil da trilha no perfilômetro mecânico confirmou o baixo desgaste das amostras anodizadas em 180 g/l. Não foi possível realizar as medidas de profundidade dessas trilhas, pois este valor se confunde com a rugosidade da

superfície das amostras. Um exemplo é dado na Figura 4.43, em que não é possível diferenciar a trilha de desgaste da rugosidade.

Pode-se visualizar que todas as amostras possuem trilhas com menor profundidade e largura do que a amostra sem anodização (cujo perfil é mostrado na Figura 4.42). As amostras anodizadas a 180 g/l demonstraram maior resistência ao desgaste e as amostras anodizadas com densidade 1,2 A/dm² nas duas concentrações medidas, mostraram trilhas mais profundas e mais largas, evidenciando maior desgaste. Ao comparar a profundidade dessas trilhas com a espessura do revestimento é observado que ambas expuseram o substrato. As amostras anodizadas em 120 g/l e 1,5 e 2,0 A/dm² apresentaram um comportamento diferente, já que a amostra mais espessa possui um maior desgaste do que a que obteve um valor de espessura intermediário. Isso pode ser devido à porosidade das amostras, visto que, além da amostra mais espessa ser mais rugosa, ela também é mais porosa do que a amostra intermediária, o que pode ocasionar um maior desgaste. Como citado anteriormente, os poros podem atuar como pontos de nucleação de trincas e, assim, diminuir a resistência da superfície do material.

4.6 Sumário

O processo de anodização foi realizado com a variação de densidade de corrente (1,2, 1,5 e 2,0 A/dm²) e concentração do eletrólito (120, 150 e 180 g/l) na liga de alumínio AA6061, para que fossem obtidos diferentes tipos de revestimentos, com o intuito de comparar suas propriedades tribológicas e mecânicas com o substrato sem revestimento.

Ao analisar os revestimentos, observou-se que quanto maior a densidade de corrente aplicada, maior a espessura e, conseqüentemente, maior a rugosidade do revestimento. A espessura do revestimento também aumenta com o acréscimo da concentração do eletrólito. As amostras anodizadas em 120 e 150 g/l apresentaram formações de trincas no revestimento, pois, não foi feito o controle térmico dos banhos de tratamento e as anodizações foram realizadas em períodos sazonais de temperaturas mais elevadas. Já em relação à camada porosa, as amostras anodizadas em 150 g/l foram as que apresentaram uma

maior homogeneidade na formação dos poros. Também foi evidenciado que o revestimento de alumina que foi produzido possui estrutura amorfa.

Após a caracterização inicial, foram feitos os ensaios de dureza, aderência, esclerometria e desgaste do material. Com esses resultados pôde-se concluir que as amostras que possuíam uma maior formação de poros exibiram valores de dureza menores. Já as amostras de maior dureza, além de não possuírem uma homogeneidade da superfície porosa, também não apresentaram trincas na superfície.

O teste de aderência mostrou que todas as amostras apresentaram falhas dentro das aceitáveis em relação aos padrões dados pela norma VDI 3198. Em relação ao teste de esclerometria, foi visto que as amostras anodizadas na densidade de corrente $2,0 \text{ A/dm}^2$ falharam em cargas críticas maiores, com valores de cargas semelhantes nas diferentes concentrações.

Ao averiguar os dados do ensaio de desgaste, obteve-se que as amostras possuem coeficiente de atrito semelhantes, embora as amostras anodizadas em 180 g/l e $1,2$ e $2,0 \text{ A/dm}^2$ tenham apresentado um coeficiente de atrito mais próximo ao da amostra sem tratamento. Também foi visto que as amostras que formaram o pó de alumina no processo de desgaste foram as que apresentaram uma maior variação do coeficiente de atrito. As únicas amostras em que o substrato foi exposto foram as anodizadas em 120 e 150 g/l com $1,2 \text{ A/dm}^2$, já as amostras anodizadas em 180 g/l apresentaram trilhas superficiais.

5 CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos neste trabalho, fica evidente que o processo de anodização é bastante eficiente para aumentar a resistência ao desgaste da liga AA6061.

Estudos a respeito dos efeitos de temperatura do eletrólito nestas mesmas condições de anodização devem ser realizados antes de direcionar a aplicação dos revestimentos aqui analisados. No entanto, há potencial de aplicação destes filmes porosos em situações que exigem lubrificação e liberação lenta do lubrificante, preservando a superfície de contato. A concentração do eletrólito pode definir a aplicação do processo de anodização da liga de alumínio a depender das características desejadas.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Considerando os resultados obtidos são sugeridos os seguintes estudos:

1. Avaliação do efeito da temperatura no processo de anodização;
2. Aplicação do revestimento obtido em condições de lubrificação;
3. Comparação do revestimento obtido com filmes e/ou revestimentos de características e propriedades semelhantes para uma aplicação específica.

7 TRABALHOS APRESENTADOS

Durante o curso de mestrado foram apresentados os seguintes trabalhos:

- I. Andréia Larissa Alves de Almeida; Carina Barros Mello; Graziela da Silva Savonov; Lucas Augusto Manfroi; Edson Miranda. "Analysis of the mechanical and tribological properties of anodized aluminum oxide coatings". XX Brazilian MRS Meeting - SBPMAT, 2022, Foz do Iguaçu - PR. (Apresentação em pôster);
- II. Andréia Larissa Alves de Almeida; Carina Barros Mello; Graziela da Silva Savonov. "Análise das propriedades tribológicas de revestimentos de óxido de alumínio produzidos por anodização". 13º Workshop em Engenharias e Tecnologia Espaciais, 2022, São José dos Campos – SP. (Apresentação em pôster).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ADACHI, K.; KATO, K.; TAKIZAWA, R. Smoothing effect of the third body compaction on alumina surface in sliding contact. **Tribology Series**, v. 31, p. 585-596, 1996. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/s0167-8922\(08\)70820-4](https://doi.org/10.1016/s0167-8922(08)70820-4)>. Acesso em: 28 maio 2022.
- ALWITT, R. S. **Electrochemistry encyclopedia-anodizing**. [S.l.]: Boundary Technologies, 2002.
- ARAUJO, J. *et al.* O processo de anodização do alumínio e suas ligas: uma abordagem histórica e eletroquímica. **Química Nova**. v. 44, 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170748>>. Acesso em: 15 maio 2022.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G133-95**: standard test method for linearly reciprocating ball-on-flat sliding wear, 1995. Disponível em: <<https://www.astm.org/g0133-95r02e01.html>>. Acesso em: 05 jul. 2022.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1624-05**: standard test method for adhesion strength and mechanical failure modes of ceramic coatings by quantitative single point scratch, 2005. Disponível em: <<https://www.astm.org/c1624-05.html>>. Acesso em: 16 set. 2022.
- ATECMETAIS: TUBOS E PEÇAS DE METAIS. **Liga 6061**. Disponível em: <<https://www.atecmetais.com/liga-6061>>. Acesso em: 7 maio 2022.
- BHUSHAN, B. **Introduction to tribology**. 2 ed. [S.l.]: Wiley, 2013. 711 p.
- BHUSHAN, B. Friction. **Tribology and Mechanics of Magnetic Storage Devices**, p. 231-365, 1996.
- BLAU, P. J. Embedding wear models into friction models. **Tribology Letters**, v. 34, p. 75-79, 2009. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s11249-008-9395-1>>. Acesso em: 08 abr. 2022.
- BOCCHETTA, P. *et al.* Asymmetric alumina membranes electrochemically formed in oxalic acid solution. **Journal of applied electrochemistry**, v. 32, p. 977-985, 2002. Disponível em: <<https://doi.org/10.1023/A:1020960719245>>. Acesso em: 15 nov. 2022.
- BOWDEN, F. P.; ROWE, G. W. The adhesion of clean metals. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences**, v. 233, n. 1195, p. 429-442, 1956. Disponível em: <<https://doi.org/10.1098/rspa.1956.0001>>. Acesso em: 30 jun. 2022.
- CHENG, T. C.; CHOU, C. C. The electrical and mechanical properties of porous anodic 6061-T6 aluminum alloy oxide film. **Journal of Nanomaterials**, v. 16, n.

1, p. 141-141, 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1155/2015/371405>>. Acesso em: 12 ago. 2022.

CHOUDHARY, R. K. *et al.* Scratch behavior of aluminum anodized in oxalic acid: effect of anodizing potential. **Surface and Coatings Technology**, v. 283, p. 135-147, 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.10.042>>. Acesso em: 19 dez. 2022.

DAVIS, J. R. **ASM specialty handbook: aluminum and aluminum alloys**. 5.ed. ASM International, 1993. 356 p.

EUROPEAN COOPERATION FOR SPACE STANDARDIZATION. **Space product assurance: black-anodizing of metals with inorganic dyes**. [S.l.]: ECSS, 2008.

OLYMPUS, **Medição da rugosidade de superfícies: parâmetros**. Disponível em: <[https://www.olympus-ims.com/pt/metrology/surface-roughness-measurement-portal/parameters/#!cms\[focus\]=009](https://www.olympus-ims.com/pt/metrology/surface-roughness-measurement-portal/parameters/#!cms[focus]=009)>. Acesso em: 07 maio 2022.

FEIDENHANS'L, R. Surface structure determination by X-ray diffraction. **Surface Science Reports**, v. 10, n. 3, p. 105-188, 1989. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0167-5729\(89\)90002-2](https://doi.org/10.1016/0167-5729(89)90002-2)>. Acesso em: 12 ago. 2022.

FISCHER, T. E. Tribochemistry. **Annual Review of Materials Science**, v. 18, n. 1, p. 303-323, 1988. Disponível em: <<https://doi.org/10.1146/annurev.ms.18.080188.001511>>. Acesso em: 19 ago. 2022.

FISCHER, T. E. *et al.* Genesis and role of wear debris in sliding wear of ceramics. **Wear**, v. 245, n. 1-2, p. 53-60, 2000. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(00\)00465-8](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00465-8)>. Acesso em: 29 maio 2022.

FURNEAUX, R. C.; RIGBY, W. R.; DAVIDSON, A. P. The formation of controlled-porosity membranes from anodically oxidized aluminium. **Nature**, v. 337, n. 6203, p. 147-149, 1989. Disponível em: <<https://doi.org/10.1038/337147a0>>. Acesso em: 22 ago. 2022.

GARCIA-VERGARA, S. J. *et al.* Mechanical instability and pore generation in anodic alumina. **Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 462, n. 2072, p. 2345-2358, 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1098/rspa.2006.1686>>. Acesso em: 08 jun. 2022.

GHICOV, A.; SCHMUKI, P. Self-ordering electrochemistry: a review on growth and functionality of TiO₂ nanotubes and other self-aligned MO structures. **Chemical Communications**, n. 20, p. 2791-2808, 2009. Disponível em: <<https://doi.org/10.1039/B822726H>>. Acesso em: 20 jun. 2022.

GIRÃO, A. V.; CAPUTO, G.; FERRO, M. C. Application of scanning electron microscopy–energy dispersive x-ray spectroscopy (SEM-EDS). In: ROCHA-

SANTOS, T.; DUARTE, A. (Ed.). **Comprehensive analytical chemistry**. [S.l.]: Elsevier, 2017. v. 75, p. 153–168.

GOLDSTEIN, J. *et al.* **Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis**. 3 ed. [S.l.]: Springer, 2003. 690 p.

GRUBBS, C. A. Anodizing of aluminum. **Metal Finishing**, v. 98, n. 1, p. 480–496, 2000.

GUO, F. *et al.* Effect of the anodizing temperature on microstructure and tribological properties of 6061 aluminum alloy anodic oxide films. **Coatings** v. 314, 2022. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/coatings12030314>>. Acesso em: 20 nov. 2022.

HOAR, T. P.; YAHALOM, J. The initiation of pores in anodic oxide films formed on aluminum in acid solutions. **Journal of the Electrochemical Society**, v. 110, n. 6, p. 614, 1963. Disponível em: <<https://doi.org/10.1149/1.2425839>>. Acesso em: 25 jun. 2022.

HORBAN, M. A. **Caracterização eletroquímica e termo-óptica do alumínio anodizado negro**. 2021. 91 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2020. Disponível em: <<http://urlib.net/ibi/8JMKD3MGP3W34R/428JBR8>>. Acesso em: 04 set. 2021.

HOUSER, J. E.; HEBERT, K. R. The role of viscous flow of oxide in the growth of self-ordered porous anodic alumina films. **Nature materials**, v. 8, n. 5, p. 415-420, 2009. Disponível em: <<https://doi.org/10.1038/NMAT2423>>. Acesso em: 25 jun. 2022.

HUTCHINGS, I. M. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. [S.l.]: CRC Press, 1992.

HUTCHINGS, I. M.; SHIPWAY, P. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. [S.l.]: Butterworth-Heinemann, 2017.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). **ISO1302: Geometrical Product Specifications (GPS): indication of surface texture in technical product documentation**. 2002.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). **ISO 7599: anodizing of aluminium and its alloys: method for specifying decorative and protective anodic oxidation coatings on aluminium**. 2018.

ISHIGAKI, H. *et al.* Friction and wear of hot pressed silicon nitride and other ceramics. **Journal of Tribology**, v. 108, p. 514–521, 1986. Disponível em: <<https://doi.org/10.1115/1.3261254>>. Acesso em: 14 jun. 2022.

JANI, A. M. M.; LOSIC, D.; VOELCKER, N. H. Nanoporous anodic aluminium oxide: advances in surface engineering and emerging applications. **Progress in Materials Science**, v. 58, n. 5, p. 636-704, 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.01.002>>. Acesso em: 23 ago. 2022.

JOST, H. **Tribology**: education and research, report on the present position and industry's needs. London: HMSO, 1966.

JOZEFOWICZ, M. Hard coat aluminum anodizing: the low-down on how anodizers can get their feet wet and enter the lucrative hard coat market. **Metal Finishing**, v. 103, n. 10, p. 39-41, 2005. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0026-0576\(05\)80755-X](https://doi.org/10.1016/S0026-0576(05)80755-X)>. Acesso em: 20 nov. 2022.

KAPELSKI, G. **Etude des proprietes tribologiques de ceramiques thermo-mecaniques en fonction de la temperature et pour differents environnements**. 1989. Tese (Doutorado) - Université de Limoges, Limoges, 1989. Disponível em: <<https://www.theses.fr/1989LIMO0054>>. Acesso em: 19 ago. 2022.

KARLE, J. Recovering phase information from intensity data. **Science**, v. 232, n. 4752, p. 837-843, 1986. Disponível em: <<https://doi.org/10.1126/science.232.4752.837>>. Acesso em: 10 ago. 2022.

KATO, K.; ADACHI, K. Wear mechanisms. In: BHUSHAN, B. (Ed.). **Modern tribology handbook**: principles of tribology. Boca Raton: CRC Press, 2001.

KIM, Y. S. *et al.* The effects of applied potential and pH on the electrochemical dissolution of barrier layer in porous anodic oxide film on pure aluminium. **Corrosion Science**, v. 38, n. 2, p. 329-336, 1996. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0010-938X\(96\)00131-X](https://doi.org/10.1016/0010-938X(96)00131-X)>. Acesso em: 05 maio 2022.

LEE, W.; PARK, S. Porous anodic aluminum oxide: anodization and templated synthesis of functional nanostructures. **Chemical Reviews**, v. 114, n. 15, p. 7487-7556, 2014. Disponível em: <<https://doi.org/10.1021/cr500002z>>. Acesso em: 13 maio 2022.

LEI, W. S.; KUMAR, A. Adhesion measurement of thin films and coatings: relevance to microelectronics. **Adhesion in Microelectronics**, p. 33-63, 2014.

LI, D. Understanding coating failures using scratch testing. **Nanovea**. 2013. Disponível em: <<https://nanovea.com/understanding-coating-failures-using-scratch-testing/>>. Acesso em: 05 ago. 2022.

LI, F.; ZHANG, L.; METZGER, R. M. On the growth of highly ordered pores in anodized aluminum oxide. **Chemistry of Materials**, v. 10, n. 9, p. 2470-2480, 1998. Disponível em: <<https://doi.org/10.1021/cm980163a>>. Acesso em: 25 maio 2022.

MARTINS, M. M. M. **Estudo do comportamento das ligas de alumínio 6061 e 6082**. 2008. 113 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) -

Universidade de Aveiro, Aveiro, Portugal. Disponível em:
<<http://hdl.handle.net/10773/2262>>. Acesso em: 27 maio 2022.

METALS HANDBOOK. **Corrosion**. 9.ed. [S.l.]: ASM International, 1987.

METALTHAGA: metal service center. **Ligas de alumínio**. Disponível em:
<[https://metalthaga.com.br/ligas-de-aluminio/#:~:text=LIGAS%20DO%20GRUPO%206000%20\(6082,com%20as%20ligas%20j%C3%A1%20estudadas](https://metalthaga.com.br/ligas-de-aluminio/#:~:text=LIGAS%20DO%20GRUPO%206000%20(6082,com%20as%20ligas%20j%C3%A1%20estudadas)>. Acesso em: 4 maio 2022.

MOHAMMED, A.; ABDULLAH, A. Scanning electron microscopy (SEM): a review. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON HYDRAULICS AND PNEUMATICS—HERVEX, 2018, Băile Govora, Romania. **Proceedings...** 2018. p. 7-9. Disponível em: <<https://fluidas.ro/hervex/proceedings2018/77-85.pdf>>. Acesso em: 30 out. 2022.

MOHITFAR, S. *et al.* Characteristics and tribological behavior of the hard anodized 6061-T6 Al alloy. **Journal of Alloys and Compounds** v. 842, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155988>>. Acesso em: 10 nov. 2021.

MUTALIB, M. A. *et al.* Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy-Dispersive X-Ray (EDX) spectroscopy. In: HILAL, N. *et al.* (Ed.). **Membrane characterization**. 3.ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. p. 161-179. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63776-5.00009-7>>. Acesso em: 13 jun. 2022.

NELSON, J. C.; ORIANI, R. A. Stress generation during anodic oxidation of titanium and aluminum. **Corrosion Science**, v. 34, n. 2, p. 307-326, 1993. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0010-938X\(93\)90009-6](https://doi.org/10.1016/0010-938X(93)90009-6)>. Acesso em: 23 nov. 2022.

OH, J.; THOMPSON, C. V. The role of electric field in pore formation during aluminum anodization. **Electrochimica Acta**, v. 56, n. 11, p. 4044-4051, 2011. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2011.02.002>>. Acesso em: 16 nov. 2022.

OLGA COLOR SPA. **Anodização de alumínio**. Disponível em:
<<https://olgacolor.com.br/processos/processo-anodizacao/>>. Acesso em: 12 maio 2022.

ÖZCOBAN, H.; JELITTO, H.; SCHNEIDER, G. A. Influence of finite notch root radius and optically determined crack length on the measured fracture toughness of brittle materials. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 30, n. 7, p. 1579-1583, 2010. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2010.01.022>>. Acesso em: 19 ago. 2022.

PALBRODA, E. Aluminium porous growth: II on the rate determining step. **Electrochimica Acta**, v. 40, p. 1051-1055, 1995.

PARKHUTIK, V. P.; SHERSHULSKY, V. I. Theoretical modelling of porous oxide growth on aluminium. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 25, n. 8, p. 1258, 1992. Disponível em: <<https://doi.org/10.1088/0022-3727/25/8/017>>. Acesso em: 22 ago. 2022.

PATERMARAKIS, G. Development of a theory for the determination of the composition of the anodizing solution inside the pores during the growth of porous anodic Al₂O₃ films on aluminium by a transport phenomenon analysis. **Journal of Electroanalytical Chemistry**, v. 447, n. 1-2, p. 25-41, 1998. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0022-0728\(97\)00604-9](https://doi.org/10.1016/S0022-0728(97)00604-9)>. Acesso em: 29 ago. 2022.

POINERN, G. E. J.; ALI, N.; FAWCETT, D. Progress in nano-engineered anodic aluminum oxide membrane development. **Materials**, v. 4, n. 3, p. 487-526, 2011. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/ma4030487>>. Acesso em: 25 maio 2022.

RABINOWICZ, E. **Friction and wear of materials**. 2.ed. [S.l.]: Wiley, 1995. 315 p.

RAJ R.; SELVAM, P.; PUGHALENDI, M. A review of aluminum alloys in aircraft and aerospace industry. **Journal of Huazhong University of Science and Technology**, v. 50, n. 4, 2021. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/352281767_A_Review_of_Aluminum_Alloys_in_Aircraft_and_Aerospace_Industry>. Acesso em: 10 ago. 2022.

REHBINDER, P. A.; SHCHUKIN, E. D. Surface phenomena in solids during deformation and fracture processes. **Progress in Surface Science**, v. 3, p. 97-188, 1972. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0079-6816\(72\)90011-1](https://doi.org/10.1016/0079-6816(72)90011-1)>. Acesso em: 23 ago. 2022.

RUNGE, J. M. **The metallurgy of anodizing aluminum**. Cham: Springer International Publishing, 2018.

SHORT, E.; BRYANT, A. Review of some defects appearing on anodized aluminium. **Transactions of the Institute of Metal Finishing**, v. 53, pt. 4, p.169–177, 1975. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/00202967.1975.11870358>>. Acesso em: 15 jun. 2022.

SILVA, P. **Introdução à corrosão e proteção das superfícies metálicas**, Belo Horizonte: UFMG, 1981.

SINGH, G. K.; GOLOVIN, A. A.; ARANSON, I. S. Formation of self-organized nanoscale porous structures in anodic aluminum oxide. **Physical review B**, v. 73, n. 20, p. 205422, 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1103/PhysRevB.73.205422>>. Acesso em: 28 maio 2022.

STEINMANN, P. A.; TARDY, Y.; HINTERMANN, H. E. Adhesion testing by the scratch test method: the influence of intrinsic and extrinsic parameters on the

critical load. **Thin Solid Films**, v. 154, n. 1-2, p. 333-349, 1987. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0040-6090\(87\)90377-4](https://doi.org/10.1016/0040-6090(87)90377-4)>. Acesso em: 09 nov. 2022.

STOETERAU, R. **Tribologia**. [S.l.: s.n.], 2004. 179 p.

STOJADINOVIC, S. et al. Photoluminescent properties of barrier anodic oxide films on aluminum. **Thin Solid Films**, v. 519, n. 11, p. 3516-3521, 2011. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2011.01.188>>. Acesso em: 16 set. 2022.

STOLARSKI, T. A. **Tribology in machine design**. Oxford: Heinemann Newnes, 1990.

THE ALUMINUM ASSOCIATION. **International alloy designations and chemical composition limits for wrought aluminum and wrought aluminum alloys**. The Aluminum Association, 2015. 34 p. Disponível em: <<https://www.aluminum.org/sites/default/files/2021-11/TealSheet.pdf>>. Acesso em: 20 jun. 2022.

THOMAS, T. R. **Rough surfaces**. [S.l.]: World Scientific, 1998.

THOMPSON, G. E. et al. Anodic oxidation of aluminium. **Philosophical Magazine B**, v. 55, n. 6, p. 651-667, 1987. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/13642818708218371>>. Acesso em: 26 maio 2022.

TORRES, Y. *et al.* Fracture toughness evaluation of hardmetals: influence of testing procedure. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 19, n. 1, p. 27-34, 2001. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0263-4368\(00\)00044-5](https://doi.org/10.1016/S0263-4368(00)00044-5)>. Acesso em: 19 ago. 2022.

VIDAKIS, N.; ANTONIADIS, A.; BILALIS, N. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 143, p. 481-485, 2003. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00300-5](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00300-5)>. Acesso em: 05 dez. 2022.

VISSCHER, M.; STRUIK, K. G. Optical profilometry and its application to mechanically inaccessible surfaces Part I: principles of focus error detection. **Precision Engineering**, v. 16, n. 3, p. 192-198, 1994. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0141-6359\(94\)90124-4](https://doi.org/10.1016/0141-6359(94)90124-4)>. Acesso em: 18 set. 2022.

VOORT, G. **ASM handbook: mechanical testing and evaluation: microindentation hardness testing**. [S.l.]: ASM International, 2000. v. 8, p. 221-231.

VRUBLEVSKY, I. et al. Electronic properties of electrolyte/anodic alumina junction during porous anodizing. **Applied Surface Science**, v. 253, n. 10, p. 4680-4687, 2007. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2006.10.038>>. Acesso em: 28 maio 2022.

WALLBRIGE, N. *et al.* The wear characteristics of sliding pairs of high density polycrystalline oxide under both dry and wet conditions. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON WEAR OF MATERIALS, 1983. **Proceedings...** 1983.

WHITEHOUSE, D. J. **Handbook of surface metrology**. [S.l.]: CRC Press, 1994.

WOOLFSON, M. M. Direct methods: from birth to maturity. **Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography**, v. 43, n. 5, p. 593-612, 1987. Disponível em: <<https://doi.org/10.1107/S0108767387098854>>. Acesso em: 10 ago. 2022.

YOSHIMURA, H. N. *et al.* Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza. **Cerâmica**, v. 51, p. 239-251, 2005. Disponível em: <<https://doi.org/10.1590/S0366-69132005000300011>>. Acesso em: 05 jan. 2023.

ZHU, X. F. *et al.* Electronic currents and the formation of nanopores in porous anodic alumina. **Nanotechnology**, v. 20, n. 47, p. 475303, 2009. Disponível em: <<https://doi.org/10.1088/0957-4484/20/47/475303>>. Acesso em: 23 ago. 2022.

ZUM GAHR, K. H. **Microstructure and wear of materials**. [S.l.]: Elsevier, 1987.