

RAFAEL RESENDE LUCAS

**Estudo da oxidação eletrolítica a plasma na liga AA2024-T3 para soldagem com
compósito PEI/Fibra de vidro**

Rafael Resende Lucas

**Estudo da oxidação eletrolítica a plasma na liga aa2024-t3 para soldagem com
compósito pei/fibra de vidro**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia da Universidade Estadual Paulista (FEG/UNESP) – Campus Guaratinguetá, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica na área de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Rogério Pinto Mota
Coorientadores: Prof.^a Dr.^a Ana Beatriz Ramos Moreira Abrahão e Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho

R433e	Lucas, Rafael Resende Estudo da oxidação eletrolítica a plasma na liga AA2024-T3 para soldagem com compósito PEI / fibra de vidro / Rafael Resende Lucas – Guaratinguetá, 2022. 100 f : il. Bibliografia: f. 86-91 Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2022. Orientador: Prof. Dr. Rogério Pinto Mota Coorientadores: Prof^a. Dr^a. Ana Beatriz Ramos Moreira Abrahão Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho 1. Soldagem. 2. Oxidação. 3. Planejamento experimental. 4. Ligas (Metalurgia). I. Título. CDU 621.791(043)
-------	---

Luciana Máximo
Bibliotecária/CRB-8 3595

RAFAEL RESENDE LUCAS

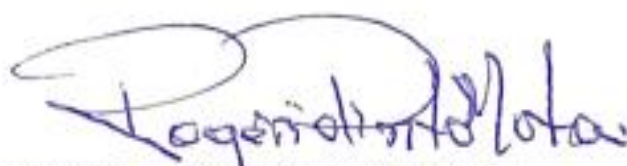
**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA”**

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO: MESTRADO

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO


Prof. Dr. Manoel Cleber de Sampaio Alves
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:



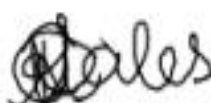
Prof. Dr. ROGERIO PINTO MOTA
Orientador - UNESP

participou por videoconferência



Prof. Dr. ROBERTO ZENHEI NAKAZATO
UNESP

participou por videoconferência



Prof.ª Dr.ª RITA DE CÁSSIA MENDONÇA SALES CONTINI
FATEC São José dos Campos

participou por videoconferência

DADOS CURRICULARES

RAFAEL RESENDE LUCAS

NASCIMENTO 11/01/1997 – Guaratinguetá/SP

FILIAÇÃO Claudineia Eunice Resende
Sebastião Lucas

2013/2015 Curso Técnico de Mecânica Industrial
ETEC Professor Alfredo de Barros Santos – Guaratinguetá/SP.

2015/2017 Curso de Graduação (Tecnologia em Processos Metalúrgicos).
Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba.

2020/2022 Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (Mestrado Acadêmico)
Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – (FEG/UNESP)

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais Claudineia Eunice Resende e Sebastião Lucas por todo apoio que têm me dado para continuar meus estudos e sempre me encorajaram a trilhar o caminho que me trouxesse felicidade.

Ao meu orientador Prof. Dr. Rogério Pinto Mota, por aceitar este desafio e sua extrema paciência mesmo em tempos difíceis como que passamos devido a pandemia SARS COVID-19, e ter solicitado minha entrada no campus para realização dos experimentos.

Aos meus Coorientadores Prof.^a Dr.^a Ana Beatriz Ramos Moreira Abrahão, por iniciar todo esse processo de soldagem de estruturas híbridas com sistemas de baixo custo e Prof. Dr. Edson Cocchieri Botelho, por todos seus ensinamentos e dedicação a este trabalho.

Ao Dr. Roberto Yzumi Honda por disponibilizar seu tempo na montagem e treinamento de operação do equipamento de plasma eletrolítico.

À Dr^a Deborah Cristina Ribeiro dos Santos, por me apresentar ao meu orientador e durante a graduação ter sido minha orientadora de iniciação científica, sendo assim considerada minha “Mãe Científica”.

À Dr^a Rita de Cássia, disponibilizando seu tempo para realizar as caracterizações de microscopia eletrônica da varredura, mesmo em tempos difíceis que estamos passando.

Ao Dr. Roberto Zenhei Nakazato, que desde o começo da minha trajetória na pós-graduação esteve presente, sempre auxiliando.

À direção da Fatec Pindamonhangaba, por apoiar o uso dos Laboratórios de Eletroquímica e Corrosão (LEC), de soldagem e pela parceria de realização dos ensaios eletroquímicos dos materiais deste estudo.

Aos técnicos de laboratório, Renner Washington, Flávio Felício por todo apoio no desenvolvimento das soldagens na Fatec Pindamonhangaba.

A Capes pelo financiamento ao programa de pós-graduação e ao CNPq pelo fornecimento de bolsa.

Aos amigos dos grupos plasma e corrosão FEG/FATEC por todo aprendizado e conversas Isabela Luiza, Ana Carla, Josimara, Rodrigo Arrais, Rosimeire, Rafael Souza, Larissa Souza, Joana, Marcelo, Rafaela Pereira, Pedro, Felipe, Bruno, Luis Felipe, Jonas, Marcos Paulo.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior- Brasil (CAPES) - código de financiamento 001 e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) – código de financiamento de bolsa: 131822/2020-9.

“A ciência não pode prever o que vai acontecer. Só pode prever a probabilidade de algo acontecer”

Cesare Mansueto Giulio Lattes.

RESUMO

O desenvolvimento de processos que visam a união de materiais dissimilares, são de extrema importância para a soberania tecnológica nacional, pois permite o desenvolvimento de equipamentos dos mais diversos tipos com alto valor agregado. Para isto, torna-se necessária a criação e aplicação de processos avançados de tratamentos superficiais, manufatura, manutenção e união de materiais. Neste estudo, o processo de oxidação a plasma (PEO – *Plasma Electrolytic Oxidation*) foi empregado para produzir sobre a liga AA2024-T3, filmes óxidos, com a premissa de melhorar a adesão superficial com o compósito termoplástico PEI/Fibra de vidro, a partir do processo de união por soldagem (OFW- *Oxi Fuel Welding*) com gás GLP (Gás Liquefeito de Petróleo) e oxi-acetilênica. Para a possibilidade de otimização do processo da união, foi aplicado neste estudo um planejamento experimental (fatorial) 2^2 , tendo como variáveis o potencial aplicado e o tempo do processo de oxidação a plasma, sendo a variável resposta tensão de cisalhamento (MPa), obtida a partir do ensaio de *Lap Shear Strength* (LSS). Com a utilização de caracterizações de MEV/EDS dos revestimentos obtidos via PEO, constatou-se que estes são constituídos de óxidos (Al_2O_3 – majoritariamente) com incrementos de elementos tanto da liga tratada (como Si, Mg, Mn, Cu) quanto do eletrólito (Na, P, Si), com morfologia distinta, como microestruturas agulhadas tipo mulita, protuberâncias esféricas isoladas e uma superfície esponjosa. Seguindo a norma NBR 12611:2006, para avaliar a espessura dos revestimentos por microscopia óptica constatou-se que, em média o valor foi de $\sim 93,0 \mu\text{m}$. A partir do ensaio eletroquímico potenciodinâmico, observa-se que, os revestimentos forneceram a liga maior resistência a corrosão, como taxa de corrosão (mm/ano) em no mínimo 3,2 vezes menor. Em média, os valores de tensão de cisalhamento variaram entre 2,6 a 8,5 MPa para soldagem com GLP e 2,5 a 7,3 MPa para soldagem oxi-acetilênica. A partir da análise ANOVA (análise de variância), verificou-se que os modelos elaborados abrangiam apenas entre 13,02 a 29,91% de toda a variabilidade do processo de tratamento superficial a plasma. Pode-se inferir que o teor de Si no revestimento tenha aumentado a fragilidade da junta, quando submetida a forças de cisalhamento.

PALAVRAS-CHAVE: Soldagem OFW. PEO. Planejamento experimental. AA2024-T3.

ABSTRACT

The development of processes that aim to joined dissimilar materials are extremely important for national technological sovereignty, as it allows the development of equipment of the most diverse types with high added value. For this, it becomes necessary to create and apply advanced processes of surface treatments, manufacture, maintenance and joining of materials. In this work, the plasma oxidation process (PEO – Plasma Electrolytic Oxidation) was used to produce oxide films on AA2024-T3, to improve the surface adhesion with the PEI/Fiberglass thermoplastic composite, from the process of joining by welding (OFW - Oxy Fuel Welding) with LPG (Liquefied Petroleum Gas) and oxyacetylene gas. For the possibility of optimizing the joining process, an experimental design (factorial) 2^2 was applied in this study, having as variables the voltage and the time of the plasma oxidation process, being the shear stress response variable (MPa), obtained from the Lap Shear Strength (LSS) test. Using SEM/EDS characterizations of the coatings obtained via PEO, it was found that they are made up of oxides (Al_2O_3 - mostly) with increments of elements both from the treated alloy (such as Si, Mg, Mn, Cu) and from the electrolyte (Na, P, Si), with distinctive morphology, such as mullite microstructures, isolated spherical protuberances and a spongy surface. Following the NBR 12611:2006 standard, to evaluate the thickness of the coatings by optical microscopy, it was found that, on average, the value was $\sim 93.0 \mu\text{m}$. From the potentiodynamic electrochemical test, it's observed that the coatings provided the alloy with greater corrosion resistance, as a corrosion rate (mm/year) at least 3.2x lower. On average, the shear stress values ranged from 2.6 to 8.5 MPa for LPG welding and 2.5 to 7.3 MPa for oxyacetylene welding. From the ANOVA (analysis of variance), it was verified that the models elaborated covered only between 13.02 and 29.91% of all the variability of the plasma surface treatment process. It can be inferred that the Si content in the coating increased the joint fragility when subjected to shear forces.

KEY-WORDS: OFW Welding. PEO. Experimental planning. AA2024-T3.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 OBJETIVOS	14
2.1 GERAL	14
2.2 ESPECÍFICOS	14
3 REVISÃO DA LITERATURA	15
3.1 ALUMÍNIO	15
3.1.1 Liga AA2024-T3.....	18
3.2 ANODIZAÇÃO	19
3.3 PLASMA.....	20
3.3.1 Tratamentos superficiais a plasma	21
3.4 OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA A PLASMA (PEO)	21
3.4.1 Principais eletrólitos empregados	24
3.4.2 Fundamentos eletroquímicos do PEO	25
3.5 MATERIAIS COMPÓSITOS COM MATRIZ POLIMÉRICA	27
3.5.1 Polieterimida (PEI).....	29
3.6 UNIÃO DE ESTRUTURAS HÍBRIDAS	29
3.6.1 União por adesivos.....	30
3.6.2 União por rebitagem.....	31
3.6.3 União por soldagem OFW	32
3.7 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	33
3.7.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	33
3.7.2 Espectroscopia no infravermelho por Transformada de Fourier (FT-IR)	34
3.7.3 Ensaio mecânico por <i>Lap Shear</i>	35
3.7.4 Rugosidade	37
3.7.5 Análise de espessura por corrente de Foucault	38
3.7.6 Ensaios Eletroquímicos	38
4 METODOLOGIA.....	41

4.1 MATERIAIS EMPREGADOS	41
4.1.1 AA2024-T3	41
4.1.2 Compósito PEI/Fibra de Vidro	42
4.2 OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA A PLASMA (PEO)	42
4.2.1 Preparação dos substratos e do eletrólito.....	42
4.2.2 Operação do sistema experimental	43
4.3 PLANEJAMENTO E ANÁLISE DE PARÂMETROS PARA PEO.....	45
4.4 PROCESSO DE UNIÃO POR SOLDAGEM.....	46
4.4.1 Soldagem OFW por GLP.....	46
4.4.2 Soldagem por oxi-acetileno	47
4.5 CARACTERIZAÇÕES UTILIZADAS	48
4.5.1 Monitoramento dos parâmetros de tratamento superficial.....	48
4.5.2 Variação da massa dos substratos.....	49
4.5.3 Espessura dos revestimentos óxidos.....	49
4.5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	50
4.5.5 Espectroscopia no Infravermelho (FT-IR).....	50
4.5.6 Ensaio Mecânico de Cisalhamento (<i>Lap Shear</i>).....	50
4.5.7 Ensaio Eletroquímico	51
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	52
5.1 CARACTERIZAÇÕES DO TRATAMENTO SUPERFICIAL	52
5.1.1 Densidade de corrente	52
5.1.2 Temperatura do eletrólito.....	53
5.1.3 Potência média dos tratamentos.....	54
5.2 CARACTERIZAÇÕES DOS REVESTIMENTOS	55
5.2.1 Variação da massa dos substratos.....	55
5.2.2 Espessura dos revestimentos	57
5.2.3 Microscopia Eletrônica e Espectroscopia por energia dispersiva.....	59

5.2.4 Espectroscopia no infravermelho (FT-IR)	65
5.3 VIABILIDADE DA LIGA ANODIZADA EM ESTRUTURA HÍBRIDA.....	68
5.3.1 Verificação da temperatura de soldagem.....	68
5.3.2 Ensaio mecânico de cisalhamento (<i>Lap Shear Strength</i>)	69
5.3.3 Ensaio eletroquímicos do revestimento PEO em melhores condições	75
5.4 AVALIAÇÃO DO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	78
6 CONCLUSÃO	83
6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	84
6.2 PRODUÇÕES CIENTÍFICAS GERADAS	85
REFERÊNCIAS	86
APÊNDICE A - Valores de espessura (em μm) dos revestimentos obtidos pela técnica de correntes parasitas (Eddy Current) seguindo norma NBR 12610:2010.....	94
APÊNDICE B – Valores obtidos dos ensaios de “Lap Shear” das amostras soldadas por GLP.....	95
APÊNDICE C – Valores obtidos a partir dos ensaios de “Lap Shear” das amostras soldadas por Oxi-acetileno.....	96
ANEXO A – Ficha técnica do laminado PEI/Fibra de Vidro da empresa <i>Toray Advanced Composites</i> (Subsidiária da <i>Tencate Composites</i>).....	97
ANEXO B – Composição química da liga AA2024-T3 da fornecedora VBT- Viner Brasil Tecnologia.....	99

1 INTRODUÇÃO

Estruturas com materiais dissimilares são de extrema importância para o desenvolvimento tecnológico, pois podem ser empregados desde equipamentos e ferramentas simples até tecnologias aeroespaciais e/ou produtos com maior valor agregado, unindo características importantes de dois ou mais materiais. A união de laminados de compósitos poliméricos com ligas metálicas e não metálicas leves, como o alumínio, proporciona elevada resistência mecânica aliada com baixo peso específico. Associado a este fato, a utilização de materiais compósitos com matrizes termoplásticas garante até 25% na redução de custo dos produtos finais obtidos (M'SAOUBI *et al.*, 2015; REIS *et al.*, 2019).

Ligas de alumínio vem ganhando cada vez mais espaço no mercado internacional devido ao seu baixo peso específico ($\sim 2,7 \text{ g/cm}^3$) e em virtude da sua característica de desenvolver revestimentos passivos em ambientes que seriam agressivos para metais ferrosos. Entre as décadas de 1930 e 1940 estruturas fabricadas em alumínio já dominavam o mercado aeronáutico internacional, principalmente em fuselagens; considerando especificamente a liga 2024-T3 que possui elevada resistência mecânica; esta pode ser aplicada na forma de chapas na fuselagem, anteparo e asa inferior de aeronaves; além de diversos outros veículos de transporte terrestres e marítimos. Porém, possui a desvantagem da suscetibilidade a desenvolver corrosão intergranular, devido a sua composição conter cobre, formando assim micro pares galvânicos, requisitando estudos mais aprofundados em corrosão (KHAN; KINTZEL; MOSLER 2012; LOPEZ; FRANKEL 2014; TIAMIYU *et al.*, 2017; ZHANG *et al.*, 2018).

Processos de tratamentos superficiais alteram as características dos materiais a serem trabalhados, como aumento de resistência a corrosão, aumento de resistência a abrasão e até mesmo mudanças simplesmente para fins estéticos. Entre os mais diversos processos, destaca-se o processo de anodização, especificamente para ligas de alumínio, magnésio, entre outros; pois esse processo aumenta a espessura da camada de óxido, além de ter este processo acelerado (MENEGBESSO 2006).

Embora o processo de anodização seja amplamente empregado, este possui deficiências do ponto de vista ambiental e sanitário, pois com a utilização de soluções ácidas a base de ácidos sulfúrico (H_2SO_4) e nítrico (HNO_3), surge a necessidade posterior do descarte adequado dos subprodutos gerados, além do risco aos operadores que estão diretamente envolvidos neste processo (YEROKHIN *et al.*, 1999; MENEGBESSO 2006; GUPTA *et al.*, 2007).

Desde a década de 1970 vem-se aplicando um processo com soluções menos agressivas e com potenciais mais elevados que os aplicados em processos convencionais de anodização, porém, devido ao pouco conhecimento na época, este processo adquiriu diversas denominações, como: oxidação a micro-plasma, eletrólise anódica com faísca, oxidação eletrolítica a plasma (PEO), entre outros. Este tipo de processo permite que se formem camadas de óxido de alumínio em tempos muito menores que o processo convencional, com propriedades estruturais e tribológicas de qualidade igual ou melhor que as produzidas convencionalmente (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007; BLAWERT *et al.*, 2009; DEHNAVI *et al.*, 2013; SOTOMONTE *et al.*, 2016).

O presente trabalho tem como objetivo, utilizar o método de oxidação eletrolítica a plasma (PEO) na liga AA 2024-T3, crescendo sobre esta uma fina camada da ordem de micrometros, suficientemente porosa com a premissa de gerar bom ancoramento mecânico da matriz polimérica de um material compósito. Posteriormente ao processo de oxidação eletrolítica é realizada a soldagem OFW por GLP e Acetileno com material compósito PEI/fibra de vidro e posteriormente são realizados ensaios de *Lap Shear Strength* para a avaliação da resistência da junta soldada e assim avaliar a aplicação dos métodos para futuros processos industriais e/ou produtos. Os materiais e equipamentos utilizados estão disponíveis nas dependências da UNESP – Campus de Guaratinguetá, nos laboratórios pertencentes aos Departamentos de Física e de Materiais e Tecnologia; e alguns ensaios realizados em parceria com a Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba (FATEC), como ensaios eletroquímicos. No Departamento de Física (DFI) já foram desenvolvidos trabalhos envolvendo oxidação eletrolítica a plasma (PEO) como Lucas, Silva e Santos (2020) em outras instituições e no Departamento de Materiais e Tecnologia alguns trabalhos envolvendo soldagem de estruturas híbridas (ABRAHÃO 2015; REIS *et al.*, 2019; BARBOSA 2020), sendo estes estudos “peças-chave” para o desenvolvimento do presente estudo.

2 OBJETIVOS

2.1 GERAL

Realizar estudo de viabilidade de soldagem por GLP e oxi-acetileno entre AA2024-T3 tratado superficialmente por PEO (do inglês - *Plasma Electrolytic Oxidation*) e compósito termoplástico PEI (polieterimida), reforçada com fibras de vidro, e avaliar sua resistência ao cisalhamento (MPa) a partir do ensaio mecânico *Lap Shear*.

2.2 ESPECÍFICOS

- ✓ Determinar melhores condições experimentais para a realização da oxidação eletrolítica a plasma com o software Design Expert 6.0;
- ✓ Realizar Oxidação Eletrolítica a Plasma (PEO) nas amostras de AA2024-T3;
- ✓ Caracterizar os revestimentos produzidos;
- ✓ Realizar soldagem por GLP entre as amostras de AA2024-T3 tratadas e o compósito termoplástico;
- ✓ Realizar soldagem oxi-acetilênica entre as amostras de AA2024-T3 tratadas e o compósito termoplástico;
- ✓ Avaliação da resistência por *Lap Shear* da junta realizada;
- ✓ Avaliar a aplicabilidade dos processos estudados neste trabalho verificando possíveis otimizações para estudos futuros.

3 REVISÃO DA LITERATURA

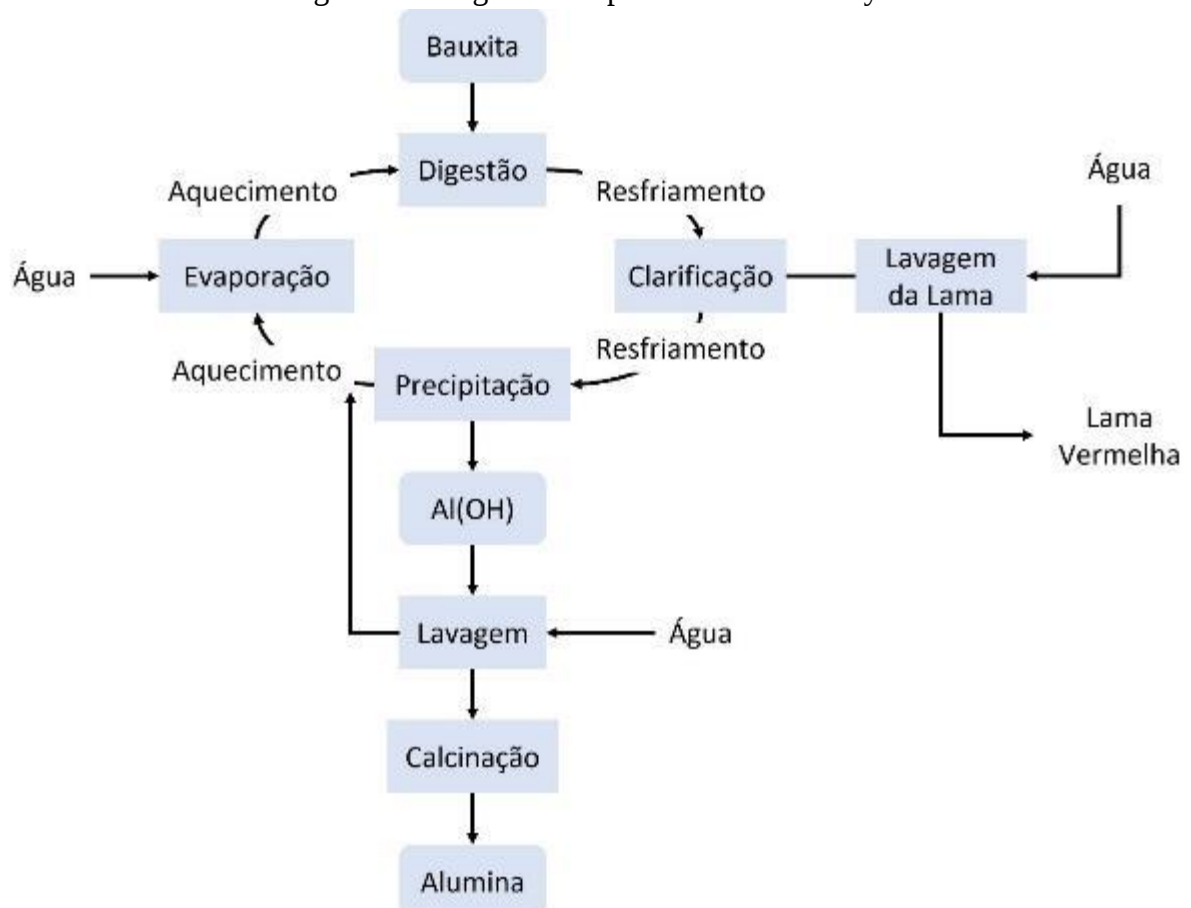
3.1 ALUMÍNIO

Segundo Zangrandi (2008), aproximadamente 8,0% da crosta terrestre é constituída de alumínio, que geralmente é encontrado na natureza na forma de óxido (Al_2O_3), sendo o minério bauxita mais utilizado industrialmente devido ao elevado teor de alumina em sua composição.

De acordo com Silva (2007) *apud* Mui (2016), o alumínio pode ser obtido a partir de dois métodos sendo o primário e o secundário.

Primário: Realizado basicamente em três etapas, sendo: a mineração, refinação e redução; tendo um dos processos mais importantes segundo Constantino *et al.*, (2001) o processo Bayer que pode ser visualizado no diagrama apresentado da Figura 1.

Figura 1 – Diagrama simples do Processo Bayer.



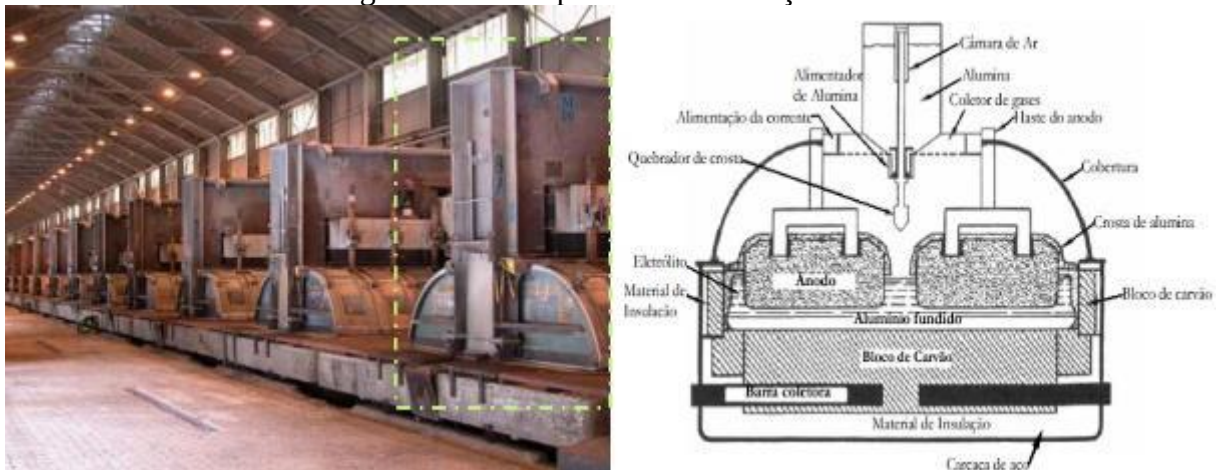
Fonte: Adaptado de Constantino *et al.* (2001).

Posteriormente ao processo Bayer, a Alumina é reduzida em alumínio primário a partir do processo Hall-Héroult, desenvolvido pelo americano Charles Martin Hall e pelo francês Paul Louis Toussaint Héroult em 1886.

O processo Hall-Héroult ocorre no interior de fornos, com temperaturas próximas de 1000 °C; estes fornos são constituídos de diversos componentes, sendo estes: os anodos, posicionados na parte superior; e o catodo, sendo o próprio forno ou cuba como conhecida (MADSHUS 2005; LAZARINOS 2007).

Este processo ocorre por meio da redução eletrolítica da alumina, em fornos especiais como apresentado na Figura 2.

Figura 2 – Forno para realizar redução da alumina.



Fonte: Adaptado de Madshus (2005).

O esquema do forno mostrado na Figura 2, é do tipo anodo pré-cozido, sendo estes anodos consumidos no processo, havendo a necessidade de substituição periódica. Estes eletrodos são confeccionados em processos a parte, utilizando como matéria prima o coque de petróleo e piche. Durante a redução, o oxigênio formado, reage com o carbono dos eletrodos, formando CO_2 e CO , nas proporções de 75% e 25%, respectivamente (LAZARINOS 2007).

Neste exemplo, o eletrólito empregado é a base de criolita (Na_3AlF_6), garantindo uma boa dissolução da alumina. Além disso, este se caracteriza por apresentar um grande potencial de decomposição (maior que o da alumina), ser um ótimo condutor de eletricidade, diminuir o ponto de fusão, e não reagir quimicamente com os eletrodos e os produtos da eletrólise (CHANANIA 2000).

A composição exata do eletrólito varia muito para cada fabricante, mas na literatura, tem-se uma ideia dos valores, sendo estes apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição típica do eletrólito a base de criolita empregado.

Reagente	%
Criolita (Na_3AlF_6)	80 – 85
Fluoreto de Cálcio (CaF_2)	5 – 7
Fluoreto de Alumínio (AlF_3)	5 – 7
Alumina (Al_2O_3)	2 – 8

Fonte: Chanania (2000).

O alumínio gerado a partir do processo Hall-Héroult, apresenta pureza de 99,5 – 99,9%, sendo as principais impurezas constituídas de silício (Si) e ferro (Fe). Considerando todo o processo, desde a mineração da bauxita, até a redução da alumina, o consumo elétrico gira em torno de 16,5 kWh/kg de alumínio primário produzido (CHANANIA 2000; LAZARINOS 2007).

Secundário: Realizado a partir da reciclagem de latas, peças automotivas, componentes mecânicos e demais utensílios domésticos, vindos dos mais diversos centros de triagem de reciclagem; o processo secundário vem atraindo mais adeptos, pois reduz significativamente o consumo de energia em comparação com o processo primário (95%) e de matéria prima bauxita.

As ligas de alumínio nas últimas décadas vêm sendo aplicadas com muita recorrência, devido ao seu baixo peso específico, cerca de 1/3 do aço, em média. Além disso, este material apresenta uma resistência natural química, formando um filme passivo de alumina (Al_2O_3); e de outros atributos que o torna muito atrativo, como boa conformação mecânica, excelente acabamento superficial no produto etc. (PEREZ 2016; CALTABIANO 2016).

A Tabela 2 mostra as principais propriedades físicas do alumínio.

Tabela 2 – Propriedades físicas do alumínio.

Propriedades	
Densidade (g/cm^3)	2,70
Temperatura de Fusão ($^{\circ}\text{C}$)	660
Módulo de Elasticidade (MPa)	70.000
Coefficiente de dilatação térmica ($\text{L}/^{\circ}\text{C}$)	23.10-6
Condutividade Térmica ($\text{Cal/cm}/^{\circ}\text{C}$)	0,53
Condutividade Elétrica (%IACS)	61

Fonte: Associação Brasileira do Alumínio (2000).

3.1.1 Liga AA2024-T3

Embora o alumínio tenha uma excelente resistência a corrosão, este possui algumas desvantagens que é sua baixa resistência mecânica (Al puro). Com o intuito de melhorar esta propriedade, são adicionados elementos em sua matriz, como Mg, Cu, Zn, Si, dentre outros, como indicado na Tabela 3.

Tabela 3 – Designação de ligas de alumínio e elementos de liga.

Principais elementos da liga	Designação comercial
Al Puro (99% mínimo)	1XXX
Cu	2XXX
Mn	3XXX
Si	4XXX
Mg	5XXX
Mg e Si	6XXX
Zn	7XXX

Fonte: Associação Brasileira do Alumínio (2000).

Para este trabalho, a liga utilizada foi a 2024-T3, que é amplamente utilizada no setor aeroespacial em confecção de estruturas leves e veículos de transporte na forma de chapas para fuselagem, anteparo e/ou nas asas inferiores (TIAMIYU *et al.*, 2017; ZHANG *et al.*, 2018). Embora a liga da família 2XXX apresente elevada resistência mecânica, sua resistência a corrosão fica comprometida, devido a elementos de ligas adicionados (como o cobre) que favorecem o desenvolvimento de corrosão localizada tipo pites (RAMIREZ *et al.*, 2010).

Devido a este fato, vem-se desenvolvendo diversos métodos de proteção para as ligas de alumínio, desde pinturas convencionais, tratamentos térmicos, tratamentos superficiais como a anodização, que é a mais utilizada industrialmente, até processos “*clad*” (onde coloca-se uma chapa de alumínio com maior resistência a corrosão na superfície que entrará em contato com ambiente mais agressivo).

De acordo com Magnani (2008) *apud* Mui (2016), as ligas podem ser submetidas a tratamentos térmicos e/ou termomecânicos, que produzem na liga desejada microestruturas e propriedades mecânicas distintas. Para isso, estes estados seguem a norma ABNT NBR 6835:2000, sendo essas nomenclaturas apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4 – Nomenclatura de tratamentos térmicos ABNT NBR 6835 (2000).

Nomenclatura	Como se lê	Descrição
F	Como Fabricada	Não possuem propriedades mecânicas especificadas, sendo atribuídas a produtos de processos de conformação que não têm controle especial sobre condições térmicas e/ou de encruamento.
O	Recozida	Produtos acabados, que apresentam menor valor de resistência mecânica.
H	Encruada	Produtos que tiveram sua resistência mecânica aumentada através de deformação plástica a frio. A nomenclatura “H” deve sempre vir acompanhado de um ou dois dígitos.
W	Solubilizado	Ligas que envelhecem naturalmente à temperatura natural.
T	Tratado Termicamente	Aplicado em ligas para estabilizar a microestrutura (além da O), podendo a liga sofrer ou não tratamento mecânico. O “T” é seguido de um ou mais dígitos, sendo o primeiro indicando a sequência de tratamentos. Sendo essa classificação de 1 a 10.

Fonte: NBR 6835 (2000).

3.2 ANODIZAÇÃO

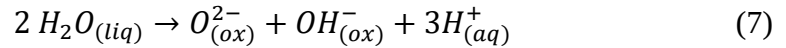
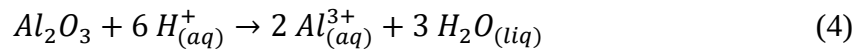
Ligas de alumínio-cobre, como a liga 2024-T3 possuem algumas desvantagens tais como a susceptibilidade a corrosão localizada, principalmente em ambientes ricos em cloretos, necessitando assim de proteções mais robustas, como a anodização, que além de fornecer uma camada de barreira contra a corrosão, gera a formação de sítios de ancoramento para aplicações de filmes orgânicos, tais como tintas (GUADAGNIN 2017; RAMIREZ *et al.*, 2018).

Porém, os processos de anodização empregando íons de cromato são extremamente cancerígenos, causando problemas de pele e nas vias respiratórias dos operadores diretamente envolvidos, que futuramente tendem a serem proibidos, sendo totalmente ou parcialmente substituídos pelo emprego do ácido sulfúrico-tartárico (TSA). Embora o TSA seja um eletrólito ácido, este apresenta menos problemas à saúde humana e ao meio ambiente (GUADAGNIN 2017; RAMIREZ *et al.*, 2018).

Segundo Lee e Park (2014) *apud* Guadagnin (2018), as reações que ocorrem no crescimento do filme anódico ocorrem na interface metal/óxido, de acordo com as Equações de 1 a 7.



Na interface óxido com eletrólito:



As Equações 2 e 3 são atribuídas a formação de filme óxido anódico nas interfaces substrato/óxido e óxido/eletrólito, respectivamente. Na Equação 4 é descrito a dissolução da alumina anódica a partir do efeito Joule no sistema; por outro lado na Equação 5 ocorre a liberação de íons Al^{3+} na interface substrato/óxido no meio aquoso. As Equações 4 e 6 tendem a ter sua eficiência diminuída devido a formação da camada anódica; já na Equação 7 é descrito a dissociação das moléculas de água na interface óxido/eletrólito que fornece ânions de oxigênio para a interface substrato/óxido, reforçando assim a manutenção do filme óxido anódico.

3.3 PLASMA

Nos campos de pesquisa da física e da química, o plasma é definido como um gás ionizado parcial ou totalmente, sendo resultado do superaquecimento de gases rompendo, assim, suas moléculas resultando em radicais livres, ou também conhecido como “quarto estado da matéria”, devido a suas características serem totalmente distintas dos demais estados (sólido, líquido e gasoso) (MUI 2016).

Segundo Bárdos e Baránková (2010) *apud* Mui (2016), estudos com plasma obtidos em laboratório são desenvolvidos a mais de 100 anos, tendo suas aplicações em geração de luz, estudos com materiais nucleares, modificações superficiais etc.

Na área de modificações superficiais, o plasma pode aumentar a energia superficial (molhabilidade) do material, melhorias na propriedade de adesão da superfície, limpeza e esterilização, deposição de filmes finos, ataque (*etching*), ativação, entre outros (CIOFFI *et al.*, 2003; WOEDTKE *et al.*, 2013; MUI 2016; CASTRO *et al.*, 2016).

3.3.1 Tratamentos superficiais a plasma

Dentre os tratamentos a plasma, podem ser citados aqueles de alta temperatura, como é o caso de fornos a plasma para nitretação, sinterização de pós, etc., que atingem variadas temperaturas. Como exemplo deste processo, pode-se citar nitretação a plasma, que pode ser utilizada em temperaturas abaixo de 375°C, enquanto a nitretação a gás só funciona a partir de 500°C (SKONIESKI *et al.*, 2008).

Outro emprego do plasma de alta temperatura, é a sinterização de pós-metálicos, que a partir do bombardeamento de espécies presentes no plasma na superfície do material, podem provocar dissociações das moléculas presentes, que geram partículas de alta energia e que, conseqüentemente, apresentam temperaturas suficientes para sinterizar o material (aproximadamente 1100°C) (COBOS 2003).

Tratamentos superficiais a plasma também podem ser desenvolvidos em temperatura ambiente, como é o caso do plasma atmosférico frio ou DBD (Descarga por Barreira Dielétrica) que nas últimas duas décadas vêm atraindo a atenção de diversos pesquisadores, devido ao seu fácil manuseio, ser um processo rápido e barato e ambientalmente amigável por não gerar resíduos. Sua operação em temperatura ambiente permite diversas aplicações desde a agricultura, como tratamento de sementes, até na obtenção de biomateriais (SECCO *et al.*, 2009; JIANG *et al.*, 2014; NISHIME 2015).

3.4 OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA A PLASMA (PEO)

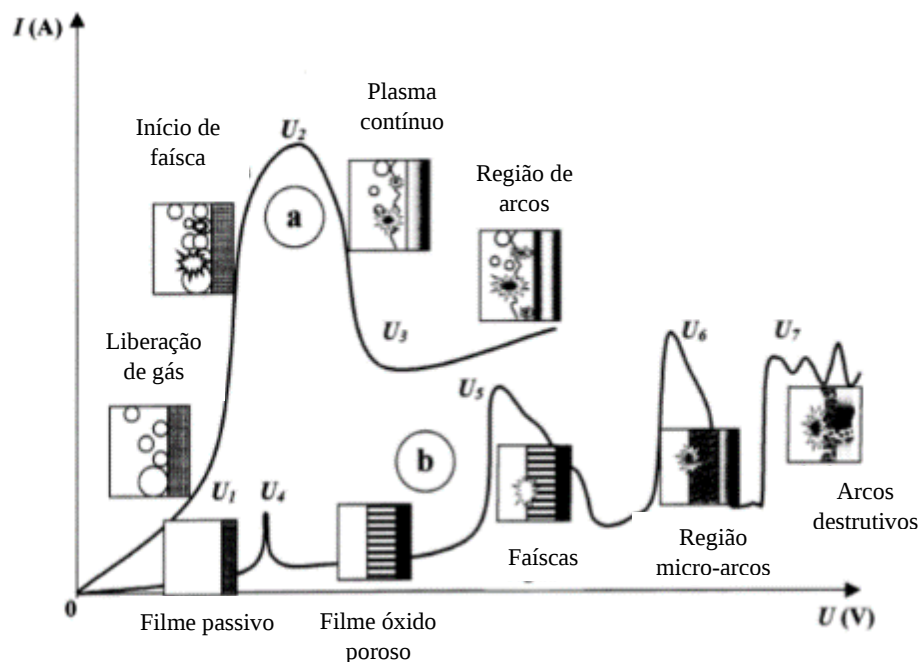
O processo de oxidação eletrolítica a plasma (*Plasma Electrolytic Oxidation – PEO*), é similar ao processo de anodização convencional, com emprego de potencial mais elevado, sendo este processo apontado como uma alternativa ao processo convencional, devido a utilização de eletrólitos de caráter básico e menor tempo de processamento. O emprego de potenciais altos (> 120V), permite que revestimentos gerados apresentem características físicas e químicas aprimoradas referentes aos obtidos a partir de processos convencionais (GUPTA *et al.*, 2007; FATIMAH *et al.*, 2021; YEROKHIN *et al.*, 2021).

Durante o procedimento de anodização a plasma, alguns parâmetros são levados em consideração, tais como: tamanhos dos eletrodos (anodo e catodo), considerando que o anodo deve possuir área de contato menor, para que haja aumento do campo elétrico próximo a ele, consequentemente aumentando a temperatura do eletrólito (efeito Joule), que irá gerar gases e, posteriormente, com o plasma concentrado no anodo. Além da área de contato dos eletrodos, outros parâmetros de grande importância, são: densidade de corrente elétrica; distância entre eletrodos; composição química do eletrólito; tempo de deposição; temperatura do eletrólito; composição química da liga tratada; método de agitação da solução; dentre outros parâmetros (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007; LI *et al.*, 2013; GIANELLI 2014).

Dentre os parâmetros aqui citados, o mais importante é a densidade de corrente elétrica, sendo seus limites mínimo e máximo entre 0,01 e 0,3 A/cm². Este processo respeita a primeira lei de Faraday, que define a taxa de crescimento do filme poroso de alumina durante a deposição, e é possível ver no começo o aumento rápido do potencial até que as condições do plasma estejam estáveis, onde ocorre o aumento lento do mesmo. O valor exato desta estabilização depende fortemente da combinação metal-solução, porém, observa-se na literatura que este potencial é em torno de 120 – 350V (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007).

Na Figura 3 é apresentada a correlação entre potencial/corrente elétrica para a formação do plasma no anodo.

Figura 3 – Potencial (U) e corrente (I) no plasma eletrolítico.



Fonte: Adaptado de Yerokhin *et al.* (1999).

A eletrólise em soluções aquosas pode envolver diversos processos no eletrodo anódico, como a liberação de gás O_2 e a formação de filme óxido; como observado na Figura 3, precisamente no circuito “a”, em potenciais relativamente baixos, menores que 100V, caracterizando praticamente um processo convencional entre U_0 e U_1 . Neste processo ocorre a liberação de gás da superfície do anodo. Com o aumento do potencial, chega-se então entre as fases $U_1 - U_2$, chamada de “região de centelha” onde começa as oscilações de corrente com o acompanhamento de luminescência característica do processo, podendo começar entre 100 - 120V (U_1); com potencial superior a U_2 , ocorre a formação do “envelope” de plasma contínuo em toda a superfície do anodo em contato com o eletrólito, com intensos campos elétricos (entre 10^6 a 10^8 V/m), sendo então suficiente para a ionização dos gases presentes na região do eletrodo (GUPTA *et al.*, 2007).

Em potenciais acima de U_3 , com a camada de óxido já depositada, tem-se a rigidez dielétrica rompida e ocorre nova formação de um filme óxido e/ou acarretando danos nos filmes, sendo esta região denominada “região de arcos” (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007; GIANELLI 2014).

Analisando a Figura 3, agora com destaque no circuito “b”, é possível avaliar o tipo de filme formado durante toda a variação do potencial de trabalho no decorrer do processo, observando-se da esquerda para a direita, a primeira figura “filme passivo” que possui o mesmo mecanismo de ativação observado para a anodização realizada convencionalmente, considerando a região entre os pontos 0 e U_4 . Porém, com o aumento do potencial elétrico ($U_4 - U_5$), o potencial de corrosão da liga tratada é atingido dissolvendo o filme passivo em um filme mais poroso. A partir de potenciais próximos de U_5 , indo pra U_6 , é possível observar o início de centelhas na região do anodo, sendo esta região denomina como “região de faíscas”, ocorrendo a distribuição destas faíscas em torno de toda a superfície da amostra. Esta região geralmente coincide com o potencial de estabilidade do plasma entre 120 – 350V (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007), em que são percebidos ruídos de baixa frequência, característicos do processo e presença de fenômenos elétricos de alta intensidade, como o apresentado na Figura 4.

Figura 4 – Amostra de alumínio sob efeito de tratamento PEO.



Fonte: Lucas; Silva e Santos (2020).

Considerando a região $U_6 - U_7$ “região dos micro arcos”, o filme obtido já apresenta uma alta resistividade elétrica superficial dificultando, assim, o surgimento do plasma homogêneo na superfície e propiciando pontos espalhados de micro-arcos. Este processo facilita a aderência do filme ao substrato; que seria o potencial benéfico do tratamento, pois quando se ultrapassa o potencial de U_7 ocorre a destruição do filme depositado (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007; GIANELLI 2014).

3.4.1 Principais eletrólitos empregados

Dentre os principais parâmetros considerados, a composição do eletrólito também influencia muito o procedimento de anodização, pois os elementos básicos contidos contribuirão para uma ampla gama de características do filme. Neste contexto, para selecionar os reagentes a serem utilizados, leva-se em consideração dados de polarização na passivação de metais. Com isto, 5 grupos de reagentes que podem ser utilizados para formar filmes de óxidos em alumínio são estudados, sendo estes:

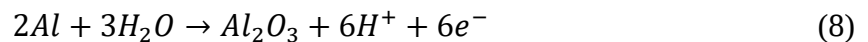
- 1) Eletrólitos para promover rápida dissolução do alumínio: NaOH, NaCl, NaClO₃, NaNO₃;
- 2) Eletrólitos que promovem a lenta dissolução do alumínio: H₂SO₄, Na₂SO₄, (NH₄)₂S₂O₈;

- 3) Eletrólitos que promovem passivação em faixa estreita de potencial: CH_3COONa ; H_3PO_4 ;
- 4) Eletrólitos fluorados complexos: KF , NaKF ;
- 5) Eletrólitos que causam forte passivação: H_3BO_3 , silicatos, aluminatos, fosfatos etc.;

Os eletrólitos apresentados em 4 e 5 são os mais promissores para apresentarem filmes óxidos, pois garantem que o potencial de descarga dos micro-arcs seja atingido facilmente. Soluções contendo silicatos de sódio (Na_2SiO_3) ou de potássio são amplamente empregadas em tratamentos de oxidação eletrolítica. Além dos silicatos, pode-se adotar componentes que aumentem a condutividade do eletrólito como KOH , ou então componentes modificantes como NaAlO_2 ou Na_3PO_4 , podendo este último causar a selagem dos poros e assim aumentar a resistência à corrosão da liga tratada, como também favorecer o ancoramento do revestimento óxido ao substrato (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007; LUCAS; SILVA e SANTOS 2020).

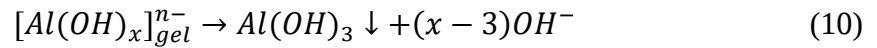
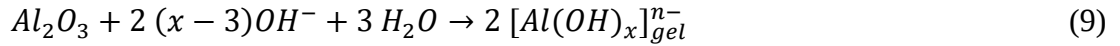
3.4.2 Fundamentos eletroquímicos do PEO

O PEO se caracteriza por ser diferente do processo de anodização convencional, em que a formação de alumina respeita a equação global de anodização (Equação 8), onde o alumínio encontra-se em meio ácido como o sulfúrico que não participa da reação, permanecendo na solução ainda mais concentrada posteriormente ao processo.

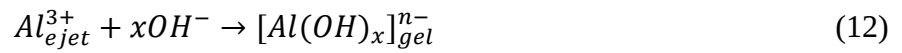


Na anodização eletrolítica a plasma, com eletrólitos alcalinos, o eletrólito participa ativamente no processo de formação da camada oxida, garantindo o aumento da taxa de crescimento da camada.

Como observado na Figura 3, a região com potencial elétrico baixo (<100 V), o processo tende a comportar-se como anodização convencional, respeitando as leis de Faraday e de Ohm, porém com o aumento do potencial (U_1 - U_2), a formação de oxigênio aumenta gradualmente favorecendo o aumento de dissolução do filme passivo da liga. Desta dissolução são produzidos hidróxidos na forma de gel (ou precipitadas) conforme apresentado nas Equações 9 e 10, que são muitas vezes inseridos no filme formado.

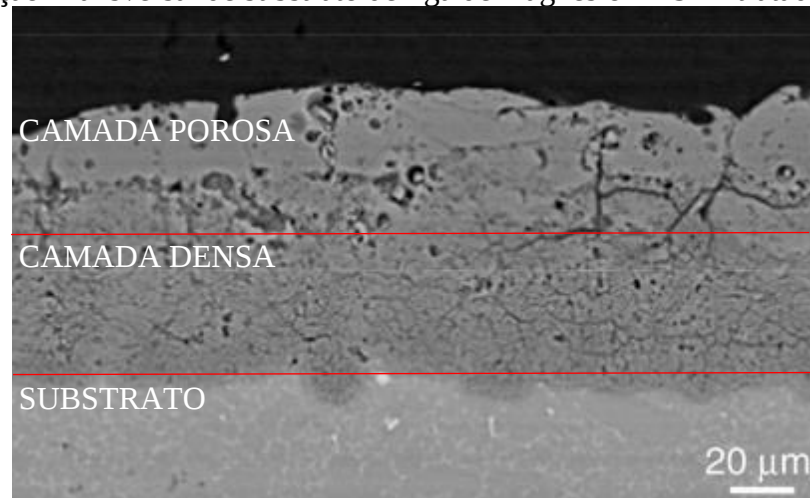


Por efeito Joule causado a partir do aumento da resistividade do revestimento óxido produzido na superfície da liga tratada, ocorre o aumento de temperatura pontual (~11.000 K) resultando, assim, na solidificação do hidróxido de alumínio na superfície (interface óxido/eletrolito), tendo um alto campo elétrico no sistema; íons O^{2-} e OH^- tendem a atravessar a camada óxida e participar do filme anódico, assim como íons Al^{3+} (Equação 3, resultado da oxidação do metal). Com isso, esse fluxo iônico favorece o crescimento da camada dielétrica anódica na interface metal/óxido e óxido/eletrolito, como apresentado nas Equações 11 e 12, respectivamente. Com o aumento do potencial ($U_3 - U_4$) ocorre o aumento da quantidade de bolhas envolvendo todo anodo de trabalho, resultando em um plasma uniforme, que forma uma camada barreira dielétrica responsável pela interrupção abrupta da corrente elétrica no sistema (GUPTA *et al.*, 2007; CLYNE *et al.*, 2009; STOJADINOVIC *et al.*, 2014; FATIMAH *et al.*, 2021).



A partir destes mecanismos físicos, eletroquímicos e térmicos é possível explicar, em parte, a morfologia totalmente distinta resultante, como uma camada extremamente densa junto ao substrato, e uma camada mais porosa externa devido ao contato direto com bolhas do processo e rápido resfriamento pelo contato com o eletrólito, assim como apresentado na Figura 5 (MELHEM *et al.*, 2011; HUSSEIN *et al.*, 2014; TSAI *et al.*, 2018).

Figura 5 – Seção Transversal de substrato de liga de magnésio AZ91D tratado por PEO.



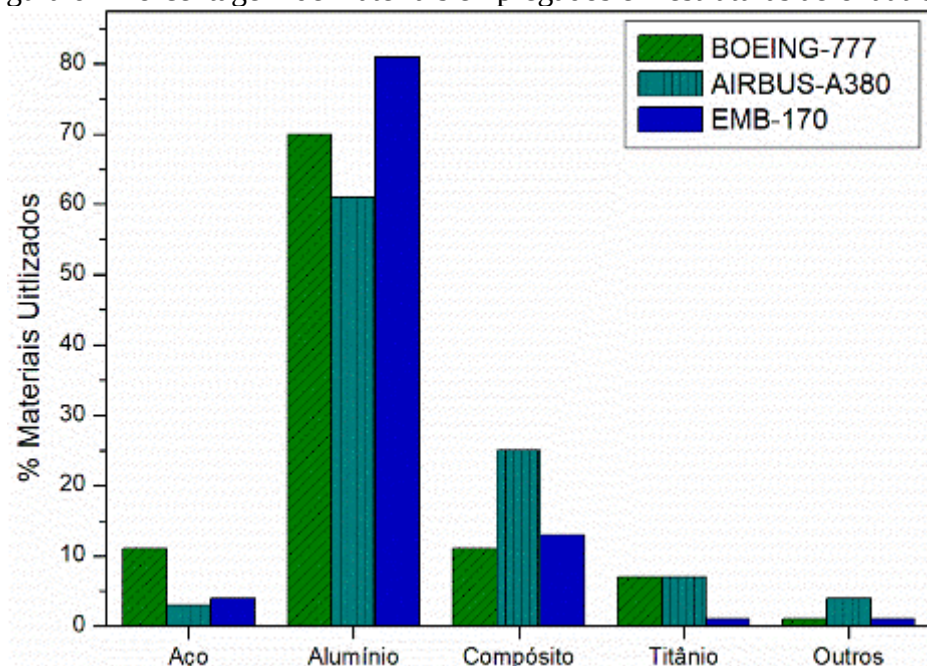
Fonte: TSAI *et al.* (2018).

3.5 MATERIAIS COMPÓSITOS COM MATRIZ POLIMÉRICA

A indústria aeronáutica tem sido uma grande desenvolvedora de materiais compósitos, principalmente aqueles voltados para componentes estruturais. Desde o desenvolvimento de fibras sintéticas, como vidro, carbono, entre outros, a indústria aeroespacial vem usufruindo de tal tecnologia, para confecção de estruturas (REZENDE 2007).

A Figura 6 mostra um comparativo entre 3 aeronaves e a porcentagem de materiais empregados em suas principais estruturas.

Figura 6 – Porcentagem de materiais empregados em estruturas aeronáuticas.

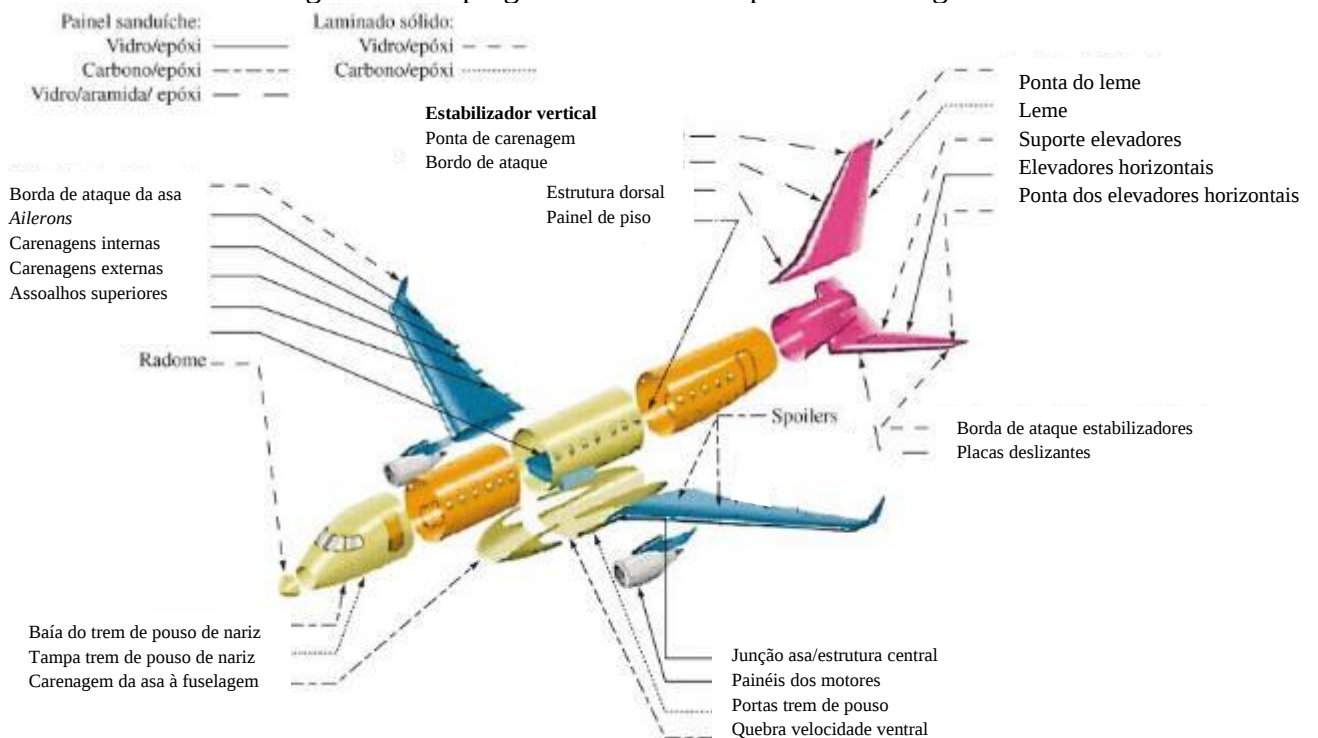


Fonte: Adaptado de Rezende (2007).

Compósitos com matrizes poliméricas apresentam um futuro muito promissor, devido a sua ótima relação resistência/peso, com uma redução de peso próxima de 30% com relação de peças obtidas com ligas metálicas e, conseqüentemente, levando a uma redução significativa de combustível. A Figura 7 apresenta exemplos de aplicações destes compósitos em aeronaves, considerando neste caso, matrizes poliméricas termorrígidas.

Entretanto, quando utilizadas matrizes termoplásticas, estas apresentam vantagens quando comparadas às termorrígidas podendo-se destacar: maior facilidade de confecção de peças como formatos complexos; maior resistência ao impacto; maior vida útil de armazenamento (*pot life*), possibilidade de reciclagem e maior facilidade para soldagem. Polímeros termoplásticos ao serem submetidos ao aquecimento, tendem a ter suas ligações intermoleculares rompidas por certo tempo garantindo, assim, maior mobilidade de suas moléculas, permitindo sua conformação em diversos formatos mais complexos. Com o resfriamento adequado, suas ligações secundárias retornam ao seu estado inicial (BISCARO et al., 2002; CHEN *et al.*, 2013; ABRAHÃO 2015).

Figura 7 – Emprego de material composto termorrígido.



Fonte: Rezende (2007).

3.5.1 Polieterimida (PEI)

O polieterimida é um termoplástico amorfo de engenharia desenvolvido entre as décadas de 1960 e 1970. Como características básicas, este polímero apresenta uma coloração amarelada, é translúcido, e apresenta elevada resistência mecânica em temperaturas mais elevadas, ~100 MPa em 260 °C, permitindo seu emprego de forma contínua (ABRAHÃO 2015).

Dentre as diversas propriedades deste polímero, podem-se destacar: excelente estabilidade dimensional em temperaturas variadas e boa resistência química e ao desgaste. Desta forma, o emprego do polieterimida é ideal na industrial aeronáutica, como matriz de compósito em estruturas de painéis de assoalho, assentos e estruturas secundárias (radome, bordo de ataque de asas, revestimento de asas) (AMANCIO 2011; ABRAHÃO *et al.* 2015).

3.6 UNIÃO DE ESTRUTURAS HÍBRIDAS

Atualmente, diversas técnicas vêm sendo utilizadas visando a união de peças estruturais, podendo estas serem classificadas em dois grupos, sendo: união permanente e móvel. A união permanente vem sendo a mais aplicada, tendo como desvantagem a não separação dos materiais sem a danificação dos mesmos (FARIA 2018). A Figura 8 apresenta os diversos grupos e subgrupos de técnicas de união atualmente utilizadas para materiais dissimilares.

Figura 8 – Principais técnicas de união de materiais.

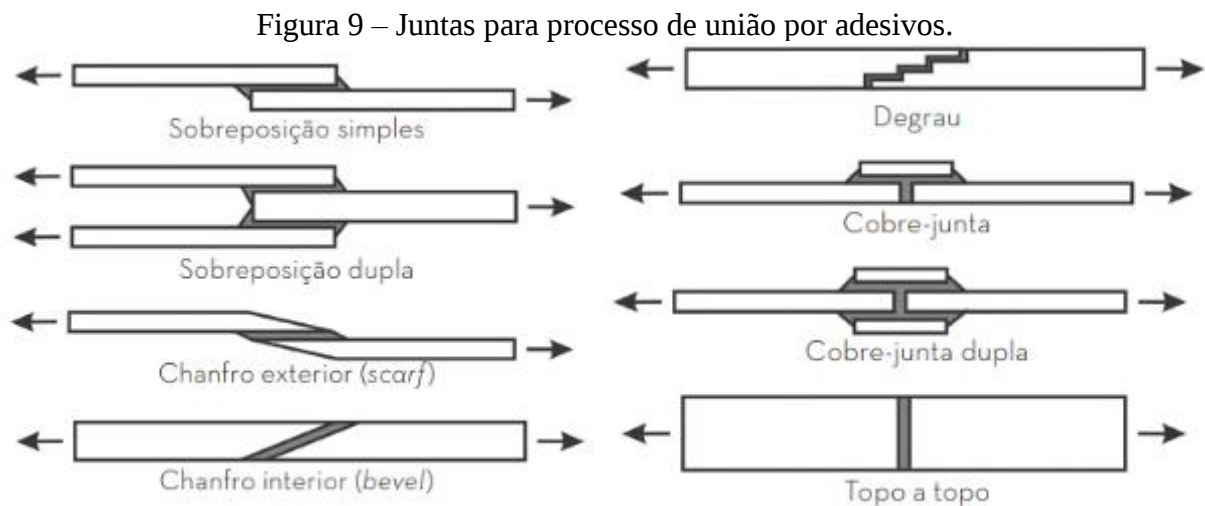


Fonte: Adaptado de Faria (2018).

3.6.1 União por adesivos

Os adesivos poliméricos promovem a união entre dois materiais iguais, ou dissimilares a partir das forças intermoleculares. As juntas resultantes do processo de união por adesivos, apresentam melhor resistência ao cisalhamento, isso porque toda a área unida contribui, garantindo o alinhamento dos substratos. A união das estruturas híbridas por adesivos permite o emprego de diversos materiais, além de que fazendo com que as estruturas geradas não apresentem perturbações estéticas (SILVA *et al.*, 2017; FARIA 2018).

A Figura 9 apresenta exemplos de juntas realizadas com processo de união por adesivos.



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

Porém, como há de se supor, o processo de união apresenta tanto vantagens, como desvantagens, como apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5 – Vantagens e Desvantagens do processo de união por adesivos.

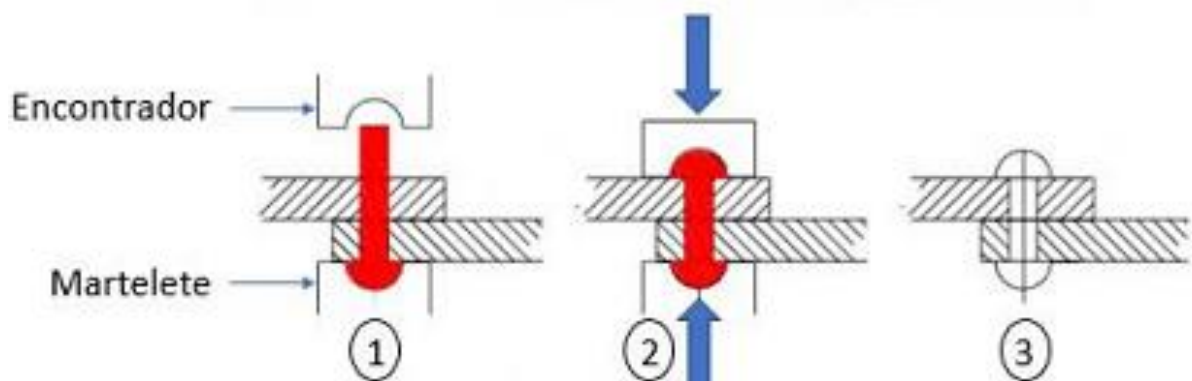
Vantagens	Desvantagens
• Fornece grande área de suporte; • Integridade dos materiais unidos; • Juntas seladas totalmente; • Isolamento térmico e elétrico; • Amortece vibrações e choques; • Minimiza corrosão galvânica; • União de várias formas; • Fornece contornos suaves	• Superfícies devem estar bem limpas; • Necessário calor e pressão; • Longos tempos de cura; • Vida útil depende do ambiente; • Dificuldade na inspeção das juntas; • END's não validados; • Controle de processo rígidos; • Limitação de temperatura operação

Fonte: Adaptado de Faria (2018).

3.6.2 União por rebiteagem

O processo de união por rebiteagem, é o mais empregado para união de estruturas híbridas, principalmente em estruturas aeroespaciais, automotivas etc. Neste processo são unidos dois ou mais materiais devidamente preparados, pela aplicação de uma força, garantindo a permanência dos mesmos como apresentado na Figura 10 (CAMPANELLI *et al.*, 2011; PAIVA 2018; SILVA *et al.*, 2020).

Figura 10 – Ilustração de processo típico de rebiteagem.



Fonte: Paiva (2018).

Embora o processo de rebiteagem seja amplamente empregado, este possui suas desvantagens, podendo-se destacar: aumento de custo operacional; aumento de peso da estrutura unida, e a adição de pontos heterogêneos na estrutura (CAMPANELLI *et al.*, 2011).

3.6.3 União por soldagem OFW

A soldagem OFW é muito tradicional em oficinas, isso devido ao seu baixo custo de aquisição e manutenção, além de não necessitar de ampla experiência de seus operadores, sendo constituído basicamente de cilindros nos quais possuem os gases carburantes como o acetileno, GLP etc. e o oxidante como oxigênio (REIS *et al.*, 2019; MARQUES 2020).

A metodologia de união de materiais híbridos por fusão apresenta resultados promissores, pois a união é eficiente com relação a outros métodos de união, como adesivos, rebitagem, parafusos, dentre outras técnicas; uma vez que as técnicas de soldagem de compósitos termoplásticos consistem basicamente em preparar a face/chanfro da área a ser soldada, aquecer o polímero até temperaturas acima da temperatura de transição vítrea, e no resfriamento ocorre a união propriamente dita (DUBÉ *et al.*, 2008; ABRAHÃO 2015; CINTRA *et al.*, 2019).

Na literatura, as informações sobre soldagem OFW em materiais compósitos, ou soldagem híbrida metal/compósitos são muito escassas, isso devido a diversas complicações no processo, como o controle de temperatura da chama dentro do limite de trabalho de compósitos termoplásticos (210 ~ 220 °C, no caso do polieterimida). No entanto, estudos visando a viabilidade desta soldagem em materiais compósitos foram surgindo em meados 2015 (ABRAHÃO *et al.*, 2015; REIS *et al.*, 2019; MARQUES 2020; REIS *et al.*, 2021).

Segundo Oliveira *et al.*, (2017) *apud* Reis *et al.*, (2020), com parâmetros de soldagem OFW, com altura da chama em 40 mm, tempo de soldagem de 60 segundos, e temperatura após soldagem em 300 °C, foram obtidos valores de *Lap Shear* em torno de 10 MPa, e sem degradação do material compósito, isso devido a um aparato técnico cerâmico que protegia o compósito da chama, como apresentado na Figura 11.

Figura 11 – Dispositivo confeccionado de material refratário



Fonte: Reis *et al.* (2019)

No estudo de Oliveira *et al.*, (2020), utilizando os parâmetros de 50 mm de distância da chama até as amostras, tempo de 50 segundos, resultados obtidos a partir do ensaio de *Lap Shear* resultou em uma tensão de cisalhamento em torno de 12,5 MPa. Já com relação a soldagem de estrutura híbrida de AA2024-T3 com PEI/fibra de vidro, autores como Reis *et al.*, (2021) atingiram valores próximos de 6,3 MPa com parâmetros de 35 mm de distância e 105 segundos de soldagem, tendo este valor otimizado até 13,8 MPa realizando a anodização do substrato de alumínio.

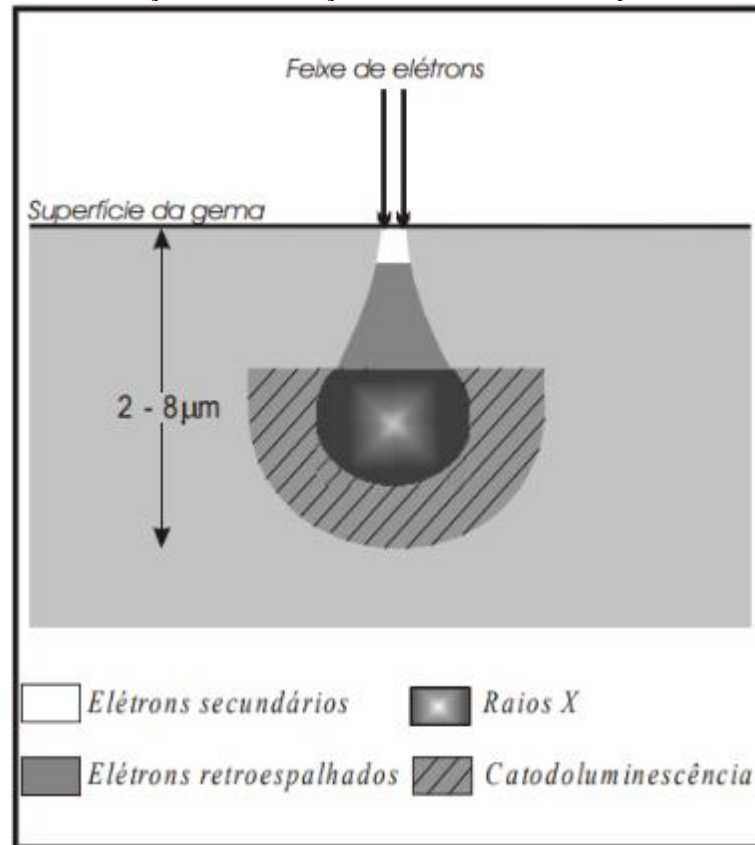
3.7 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

3.7.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Microscópios ópticos são amplamente empregados tanto para fins industriais quanto científicos, porém, possuem limites de resolução (aproximadamente 0,5 μm). Em comparação a esta técnica, os microscópios eletrônicos de varredura (MEV) ou SEM (do inglês *Scanning Electron Microscopy*) utilizam feixe de elétrons, possuindo assim resoluções da ordem de 1 a 5 nm e com ampliações de 500.000 vezes, podendo chegar até 1.000.000 (FEG – *Field Emission Gun*) (DEDAVID; GOMES e MACHADO 2007).

O funcionamento desta técnica parte do aquecimento de um filamento de tungstênio, produzindo elétrons acelerados por potenciais de 1 a 50 kV. Conforme estes elétrons atingem a superfície e penetram na amostra em questão, estes interagem com espécies da amostra de forma elástica e inelástica; nas interações inelásticas são formados os elétrons secundários, resultando em análise de topografia. Nas interações elásticas há o retroespalhamento dos elétrons incidentes sendo possível a análise quantitativa de elementos presentes na superfície. Estas interações ocorrem na amostra em formato peculiar, tipo pêra (DUARTE *et al.*, 2003; MASCAGNI 2009), como pode ser observado na Figura 12.

Figura 12 – Ilustração das interações dos elétrons na superfície da amostra.



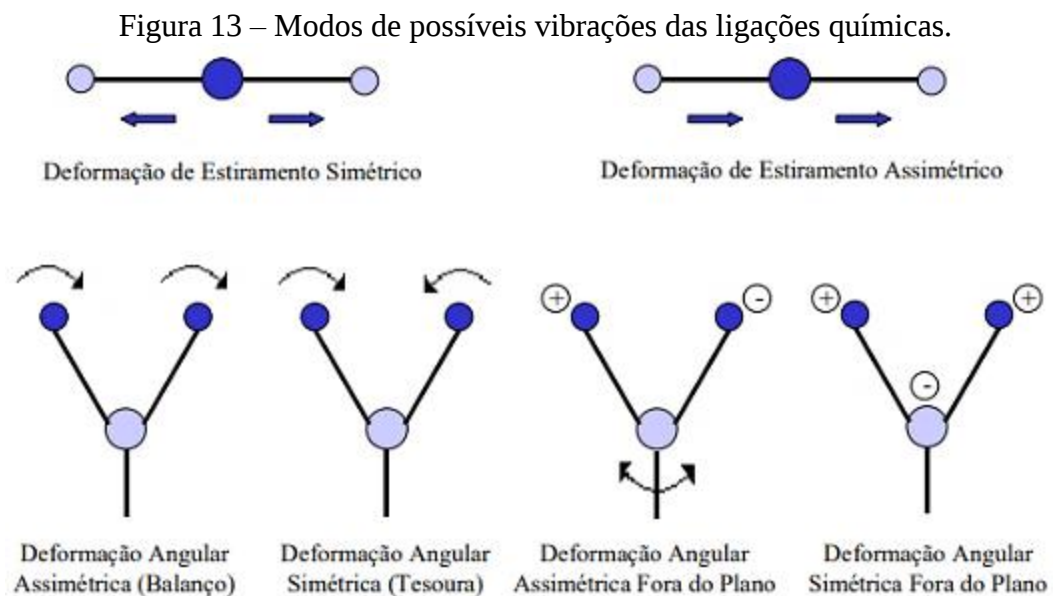
Fonte: Duarte *et al.* (2003).

3.7.2 Espectroscopia no infravermelho por Transformada de Fourier (FT-IR)

Do inglês *Fourier transform infrared spectroscopy*, é uma técnica rápida e não destrutiva capaz de analisar amostras gasosas, líquidas e sólidas. Esta consiste em uma das técnicas de caracterização mais usual no campo de engenharia de materiais, permitindo obter diversas características tais como: estrutura molecular; tipo de ligações presentes; grupos funcionais, etc., atingindo a amostra com radiação infravermelha para adquirir as transições entre os estados energéticos das matérias, podendo estas serem: eletrônicas, vibracionais e rotacionais (RANGEL 1999; MASCAGNI 2009; KODAIRA 2016).

Geralmente, os modos vibracionais das ligações químicas dos elementos presentes nos materiais em estudos, quando atingidos por radiações eletromagnéticas no infravermelho, apresentam deformações axiais como estiramentos (simétricos e assimétricos), e deformações angulares, como: simétrica (tesoura), assimétrica (rotacional), simétrica fora do plano (balanço) e assimétrica fora do plano (torção), assim como é possível observar na Figura 13 (RANGEL 1999).

As transições entre os estados energéticos ocorrem em diferentes regiões do espectro, como por exemplo: as transições eletrônicas ocorrem na faixa do ultravioleta e do visível, na faixa do infravermelho é possível observar as vibracionais e as rotacionais na faixa de micro-ondas. Todos os corpos possuem ligações químicas que possuem diferentes vibrações, podendo essas vibrações serem quantificadas a partir de radiações no infravermelho, absorvendo apenas frequências específicas para cada ligação presente, porém, pode ser que ligações vizinhas àquelas que absorveram a radiação influenciem nos dados, deslocando, assim, algumas curvas apresentadas, e utilizando uma transformada de Fourier na faixa aplicada. Com auxílio de software é possível obter o espectro vibracional do material (RANGEL 1999; KODAIRA 2016).



Fonte: Rangel (1999).

3.7.3 Ensaio mecânico por *Lap Shear*

Após a realização do processo de soldagem, o *Lap Shear* é um dos testes mais empregados atualmente para avaliar a qualidade da soldagem, pois garante a análise da resistência de cisalhamento de diversos materiais distintos, como em materiais compósitos e soldagem de estruturas híbridas, avaliando a eficiência da junta soldada. Este método consiste em aplicar força em sentidos contrários, tipo tração em corpos de prova devidamente soldados, com as dimensões de 100 x 25 mm (comprimento e largura respectivamente), baseando-se na norma ASTM D1002-10 (ABRAHÃO 2015; REIS *et al.*, 2018). A tensão de ruptura de CDP's pode ser calculada a partir da Equação 13:

$$T = \frac{F_{\text{máx}}}{L \cdot b} \left[\frac{N}{\text{mm}^2} \right] \quad (13)$$

Sendo:

T: Tensão de cisalhamento [MPa]

F_{máx}: Força máxima aplicada no teste [N]

L: comprimento sobreposto das lâminas soldadas [mm];

b: largura das amostras soldadas [mm].

O ensaio de *Lap Shear* é realizado em uma máquina universal de ensaios mecânicos, como apresentado na Figura 14.

Figura 14 - Máquina de ensaios mecânicos com CDP de *Lap Shear*.



Fonte: Abrahão (2015).

3.7.4 Rugosidade

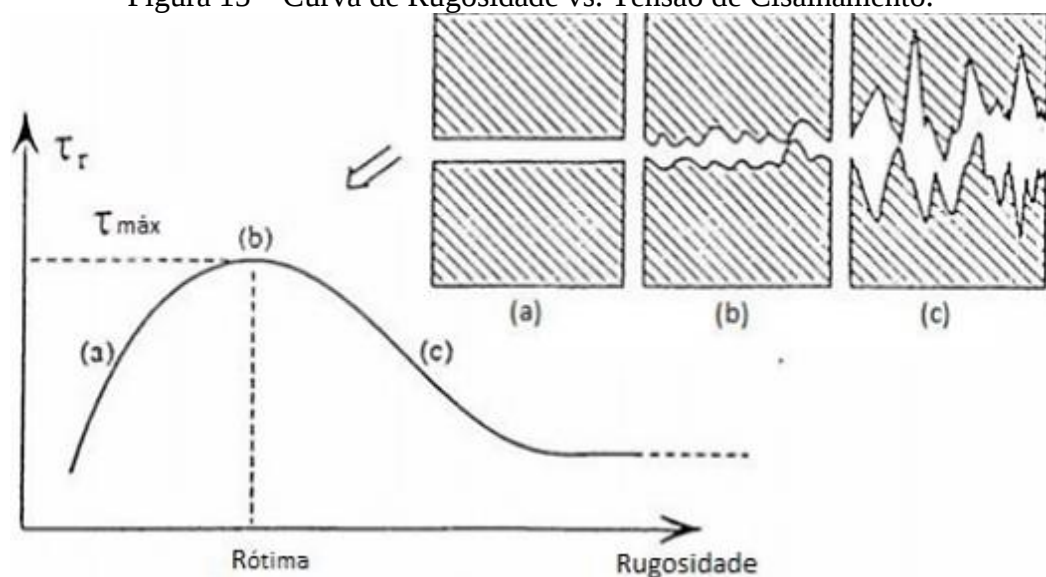
A rugosidade é considerada como estruturas micro geométricas, formadas por conjuntos de irregularidades, como saliências, reentrâncias, poros, entre outros. Esta propriedade, possui um papel fundamental em conjuntos mecânicos, pois as características de deslizamento, escoamento de fluidos e resistência ao desgaste são fortemente dependentes da rugosidade (NBR 4287:2002).

A análise de rugosidade consiste em calcular o R_a (valor da altura média aritmética) sendo o valor mais utilizado para controle de qualidade dos mais diversos ramos, e verificar o R_z (valor da altura máxima do perfil de rugosidade) que segundo a ISO é definido como a diferença de altura entre os cinco picos mais altos e os cinco vales mais profundos ao longo da superfície da amostra.

A avaliação da rugosidade superficial é de grande importância, pois, esta garante o aumento da área de contato dos substratos e o aumento de ligações de interface. A rugosidade desempenha um papel importante no comportamento de componentes mecânicos (AGOSTINHO *et al.*, 1995; CUNHA 2012; MELLO 2016).

Embora a rugosidade possa ser benéfica para o mecanismo de ancoramento mecânico, esta possui um valor limitante, sendo, uma rugosidade que forneça o máximo de adesão ($R_{ótima}$) no ponto (b) do gráfico da Figura 15; quando a superfície não apresenta rugosidade (a) não há pontos suficientes para facilitar a adesão, e quando a rugosidade é exagerada (c) não ocorre a penetração de material nas cavidades (QUARESIMIN e RICOTTA 2006; MELLO 2016).

Figura 15 – Curva de Rugosidade vs. Tensão de Cisalhamento.



Fonte: Quaresmin e Ricotta (2006).

3.7.5 Análise de espessura por corrente de Foucault

O método de análise por corrente de Foucault, também conhecido por corrente parasita ou do inglês *Eddy Current* (EC), é um método de inspeção não destrutivo, baseando-se na introdução de uma corrente elétrica alternada em um corpo metálico, gerando assim um campo eletromagnético que é detectado pela sonda no interior do aparelho que esteja aplicando tal corrente, tendo o sinal correlacionado com a espessura (ANTONIO 2011).

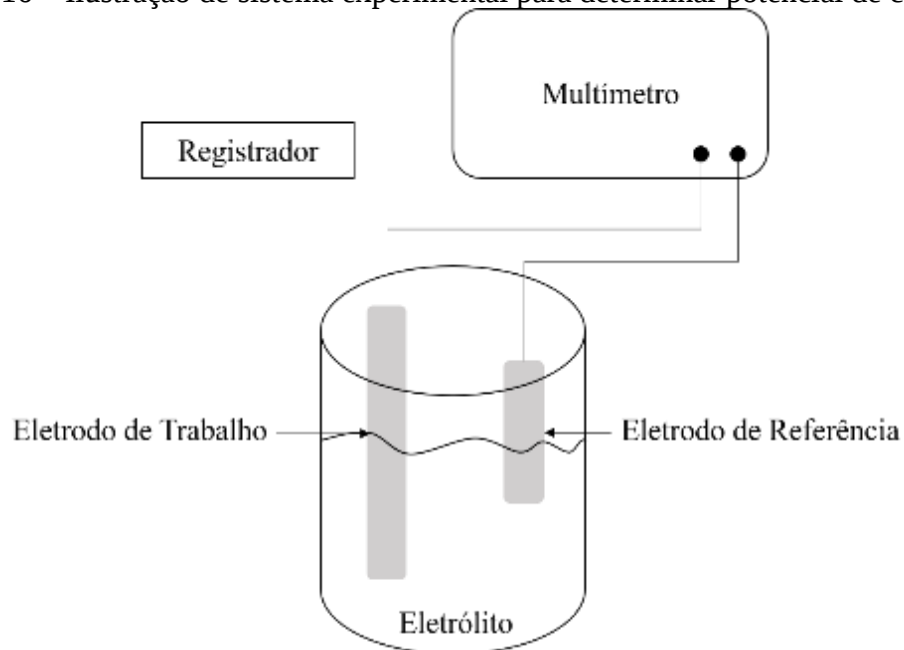
Pryor (2021) aplicou o método de corrente de Foucault para inspeção em vigas estruturais de pontes com VANT (Veículo Aéreo Não Tripulado), afirmando ser uma excelente técnica para avaliação de materiais com baixo custo operacional e de menor risco. No processo de medição, a incerteza da espessura analisada está diretamente relacionada a alteração da microestrutura do material, da composição das fases constituintes e da rugosidade superficial (MUKHERJEE *et al.*, 2020; GROS *et al.*, 2020).

Segundo Antônio (2011), esta técnica é de ampla versatilidade para medições de filmes não condutores em corpos condutores, seguindo as normas ABNT NBR 12610:2010, ASTM B244 e DIN EN ISO 2360.

3.7.6 Ensaios Eletroquímicos

Para este estudo, foram adotados dois métodos de avaliação de corrosão das amostras tratadas, sendo o primeiro, a medida de potencial em circuito aberto (OCP - *Open Circuit Potential*), pois trata-se de um dos métodos mais simples de obtenção do parâmetro do potencial de corrosão da liga AA2024-T3 tratada e não tratada. Simplificadamente, um metal cujo potencial de corrosão será avaliado (eletrodo de trabalho) é imerso em uma célula eletroquímica juntamente com um eletrodo de referência (ER), ambos conectados em um multímetro de alta impedância, sendo assim possível medir em tempo real o valor do potencial de corrosão do eletrodo de trabalho (CARDOSO *et al.*, 2009; WOLYNEC 2013). Uma ilustração do sistema é mostrada na Figura 16.

Figura 16 – Ilustração de sistema experimental para determinar potencial de corrosão.

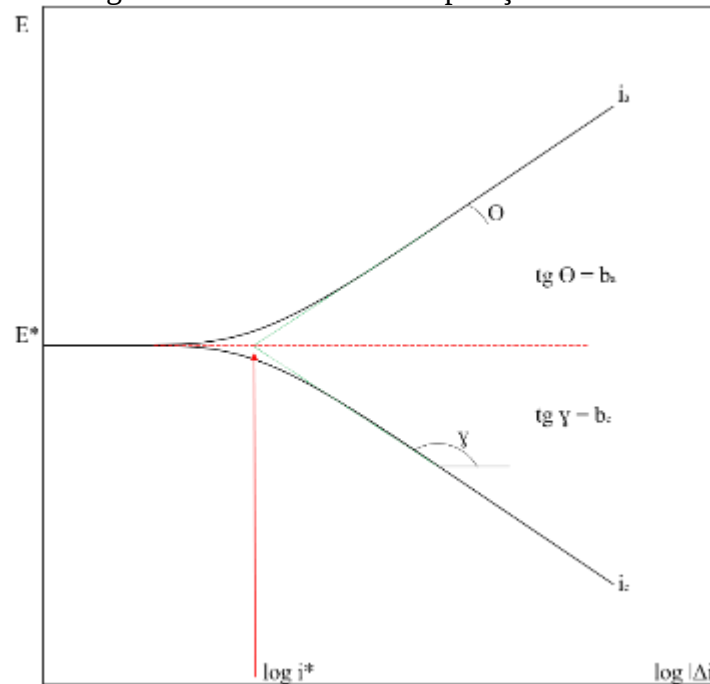


Fonte: Adaptado de Wolyneec (2013).

Na maioria das aplicações, há necessidade em plotar o valor do potencial de corrosão ao longo do tempo, por isso, adota-se o emprego de um registrador para tal finalidade, porém, atualmente potenciostatos com softwares mais atualizados já conseguem realizar este trabalho.

O segundo ensaio eletroquímico utilizado é o método de extrapolação da reta de Tafel (Figura 17), que diferente da Figura 16, emprega um sistema de três eletrodos, o ensaio de polarização potenciodinâmica é baseado na equação de Wagner-Traud plotada em um gráfico E em função de $\log |i|$, onde mostra-se o potencial de corrosão (E^*) e determina a corrente de corrosão (i^*) (WOLLYNEC 2013).

Figura 17 – Método de extrapolação de Tafel.



Fonte: Adaptado de Wolynech (2013).

Com a determinação da corrente de corrosão (I_{corr} ou $\log i^*$), é necessária sua transformação para densidade de corrente i_{corr} ($i_{\text{corr}} = I_{\text{corr}}/\text{área de ensaio}$) tendo seu valor multiplicado pela massa equivalente do material estudado (W) e a partir da divisão de sua densidade (g/cm^3), tem-se o valor da taxa de corrosão (mm/ano), assim como mostrado na Equação 14.

$$TC = \frac{3,27 \cdot 10^{-3} \times i_{\text{corr}} \times W}{\rho} \quad (14)$$

A partir do valor da taxa de corrosão, é possível determinar o índice de corrosividade de um material em estudo, sendo este índice exemplificado na Tabela 6.

Tabela 6 – Índice de corrosividade de material em estudo.

Corrosividade	Taxa de corrosão uniforme	Taxa de corrosão por pites
Baixa	<0,025 mm/ano	<0,13 mm/ano
Moderada	0,025 a 0,12 mm/ano	0,13 a 0,20 mm/ano
Alta	0,13 a 0,25 mm/ano	0,21 a 0,38 mm/ano
Severa	>0,25 mm/ano	>0,38 mm/ano

Fonte: Adaptado de Cordeiro (2016).

4 METODOLOGIA

4.1 MATERIAIS EMPREGADOS

4.1.1 AA2024-T3

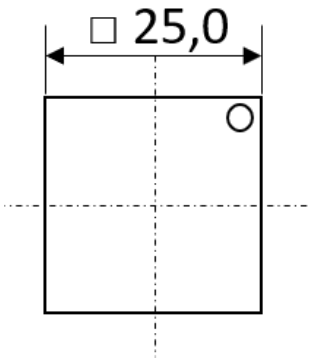
A liga de alumínio 2024-T3 foi adquirida da empresa VBTec (Viner Brasil Tecnologia) em formato de chapa de 3,50 mm de espessura, tendo sua composição química nominal (ANEXO II) descrita na Tabela 7; sendo então cortadas em amostras menores, em dimensões de 25,0 mm x 25,0 mm, como apresentado na Figura 18, para análise de espessura do revestimento óxido depositado e ensaios eletroquímicos. Os testes nas amostras menores foram realizados com o intuito de avaliar os parâmetros mais adequados para a anodização das amostras (ASTM D1002-10), com dimensões apresentadas na Figura 19.

Tabela 7 – Composição química AA2024-T3.

	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
%	balanço	<0,5	<0,5	3,8–4,9	0,3–0,9	1,2–1,8	0,10	<0,25	<0,15

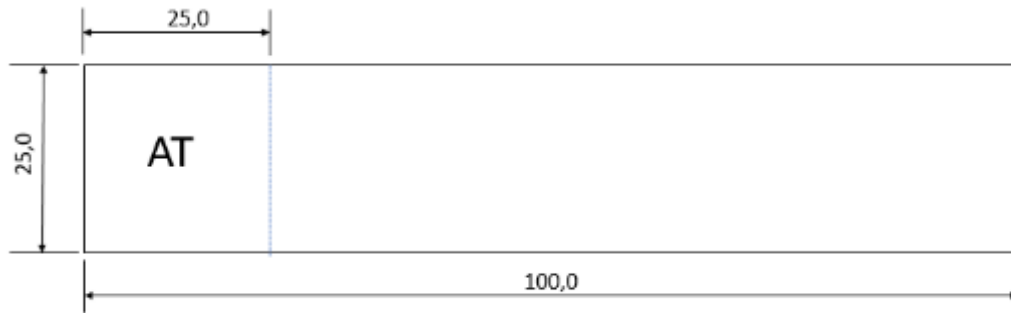
Fonte: Viner Brasil Tecnologia (2022).

Figura 18 – Amostra AA2024-T3, 25x25 mm.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 19 – Amostra AA2024-T3, 100x25 mm (soldagem).



Fonte: Elaborado pelo autor.

Nas amostras que foram destinadas para o processo de soldagem, ilustrada na Figura 19, foi especificada uma região com as iniciais “AT” (Área de Tratamento) que corresponde a mesma área das amostras da Figura 18, porém as amostras para soldagem não foram furadas e sim presas por garras elétricas (jacarés).

4.1.2 Compósito PEI/Fibra de Vidro

O material compósito utilizado neste trabalho foi o PEI (polieterimida) com reforço de fibras de vidro, adquirido da empresa Toray *Advanced Composites*, proveniente da Holanda na forma de chapas com espessura de 2,5 mm, sendo então posteriormente cortada em amostras menores para adequar a norma de soldagem, com dimensões de 100 mm x 25 mm, assim como as amostras da liga AA2024-T3, ilustradas na Figura 19.

Na literatura é apresentado que a temperatura de transição vítrea do polímero termoplástico PEI é em torno de 210 – 220°C (BOTELHO, E. *et al.* 2008; ABRAHÃO, A. 2015; REIS, J. 2019). Com base nessa informação foi possível a utilização de valores de temperatura mais apropriados para a soldagem das amostras.

4.2 OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA A PLASMA (PEO)

4.2.1 Preparação dos substratos e do eletrólito

Todas as amostras de alumínio (25 mm x 25 mm quanto 100 mm x 25 mm) foram inicialmente lixadas com lixas 220# e 600#, submetidas a limpeza em cuba ultrassônica com água destilada e detergente neutro por 15 minutos. Na sequência estas amostras, foram submetidas a banho ultrassônico em álcool isopropílico também por 15 minutos. As amostras

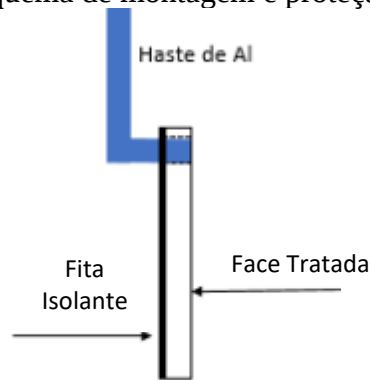
menores foram secas e armazenadas em placas de petri com papel macio e guardadas em local seco até o início processo, as maiores também foram secas e guardadas em potes maiores com papel macio.

A solução eletrolítica foi preparada com proporção de 15 g/L de silicato de sódio (Na_2SiO_3) e 1,5 g/L de fosfato trissódico (Na_3PO_4) que, de acordo com a literatura, é o melhor eletrólito para o aumento de passivação de ligas de alumínio (Na_2SiO_3) e o eletrólito que obteve melhor resultado para um filme mais resistivo a corrosão, além de garantir um melhor ancoramento do revestimento ao substrato (Na_3PO_4) (LUCAS; SILVA e SANTOS 2020; YEROKHIN *et al.*, 2021). Com a solução misturada, esta foi para cuba ultrassônica por cerca de 15 min para completa homogeneização e, posteriormente, inserida na cuba eletrolítica, para realização do processo de anodização.

4.2.2 Operação do sistema experimental

Nas amostras, para confirmar os parâmetros de anodização, foram feitos furos com diâmetro de 3,00 mm para que houvesse encaixe perfeito de hastes também produzidas em alumínio, protegidas com politetrafluoretileno (PTFE) para que não houvesse participação do processo. Considerando que uma amostra possui uma área superficial de 14,75 cm², e que a densidade de corrente necessária para que ocorresse a deposição a plasma seria em torno de 0,01 a 0,3 A/cm² (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007), o sistema montado no Laboratório de Plasma da UNESP- Guaratinguetá deveria fornecer uma corrente de 0,15 a 4,43 A, porém como já observado em trabalhos anteriores, o sistema atua no máximo em 4,0 A; por isso adotou-se um recurso para proteger a face contrária da face a ser tratada da amostra resultando em uma diminuição de 6,25 cm² em cada amostra, assim como esquematizado na Figura 20. Outro motivo da adoção deste recurso, que para o processo de soldagem fosse efetivo, não deveria ter camada oxidada na face onde seria aplicado a chama e para melhorar o contato no ensaio eletroquímico. Após a adoção do recurso, cada amostra apresentou 8,5 cm² de área superficial.

Figura 20 – Esquema de montagem e proteção da amostra.

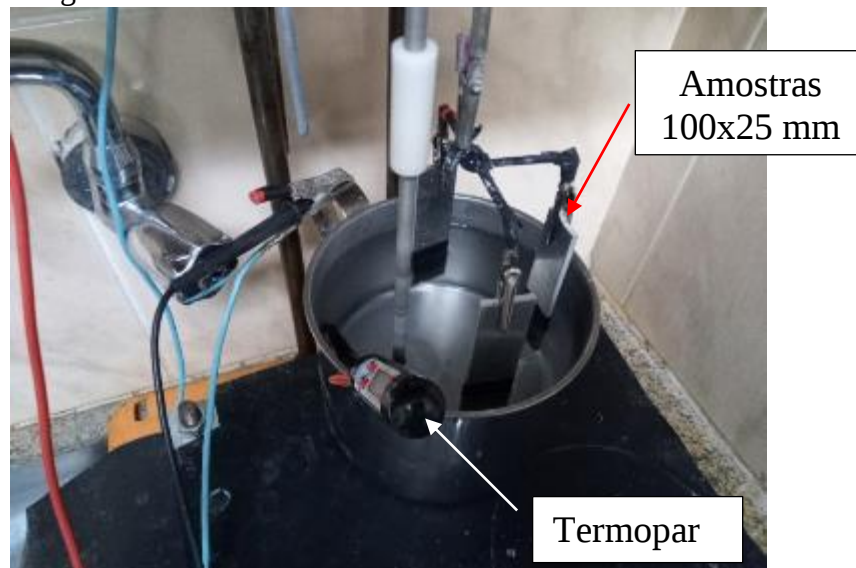


Fonte: Elaborado pelo autor.

Para melhorar a precisão do processo de deposição do filme, foi adotado um recurso para realizar a anodização de três amostras simultaneamente, sendo este recurso apresentado na Figura 21.

Utilizando uma cuba de aço inoxidável AISI 430 (ferrítico) como contra eletrodo, é possível garantir que este ficaria inerte durante o processo. A cuba utilizada foi de 2 litros de capacidade volumétrica, com diâmetro de 150 mm por 180 mm de altura. Ao posicionar a haste no centro, cada amostra possuía um afastamento de 20 mm da parede da cuba eletrolítica.

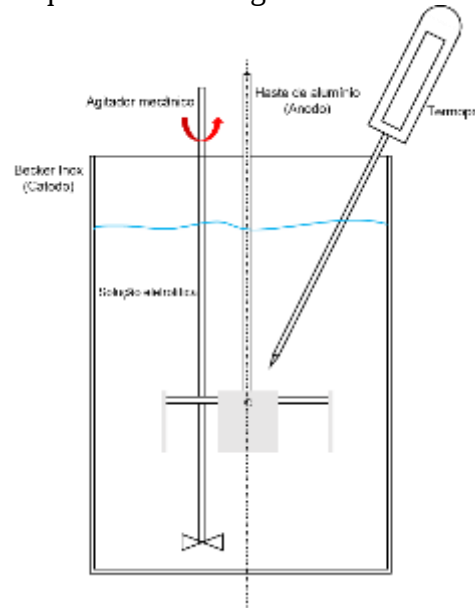
Figura 21 – Cuba eletrolítica com amostra 100x25 mm.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Nesta mesma cuba, foram posicionados um agitador mecânico para garantir o fluxo de íons do eletrólito constante, e um termopar do tipo espeto para acompanhar o comportamento da temperatura da solução durante o processo, sendo possível visualizar esta montagem na Figura 22.

Figura 22 – Esquema de montagem da cuba eletrolítica.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3 PLANEJAMENTO E ANÁLISE DE PARÂMETROS PARA PEO

Com o conhecimento de valores mínimos e máximos dos parâmetros para a “abertura” e manutenção do processo de tratamento por plasma, foi possível aplicar a ferramenta estatística conhecida como planejamento experimental.

Na literatura, sabe-se que a oxidação eletrolítica a plasma tem diversos parâmetros de processos, como: material do substrato; concentração do eletrólito; tipo de eletrólito; densidade de corrente elétrica; tipo de corrente (AC/DC); potencial aplicado; tempo de processo; etc. (YEROKHIN *et al.*, 1999; LI *et al.*, 2013; MENEZES *et al.*, 2021).

Para este estudo, as variáveis independentes a serem investigadas foram: o potencial aplicado (em conformidade com as capacidades do equipamento) e o tempo de tratamento; a variável independente (resposta) foi a tensão de tração obtida pelo ensaio de **Lap Shear**.

Para a determinação dos melhores parâmetros para a soldagem pelo processo de oxiacetileno, foi utilizado o planejamento experimental Central Composite Design (CCD) para k fatores ($k = 2 =$ tempo de soldagem e distância da chama) que é uma matriz formada por dois grupos distintos de elementos experimentais: um fatorial completo 2^2 , um design com um determinado número de pontos centrais (nesse trabalho, serão feitas cinco replicatas no ponto central), e adicionalmente apresenta um grupo de níveis extras denominados de pontos axiais em um CCD, sendo este igual ao dobro do número de fatores envolvidos no experimento ($2^2 =$

4). Os resultados obtidos serão analisados com auxílio do software Design-Expert 6.0 (Stat-Ease Corporation, USA). Este último software será também empregado para determinação dos valores máximos de tensão de ruptura (MPa).

4.4 PROCESSO DE UNIÃO POR SOLDAGEM

4.4.1 Soldagem OFW por GLP

O sistema adotado para realização da soldagem das amostras de AA2024-T3 anodizada via oxidação eletrolítica a plasma com o material compósito PEI (polieterimida) reforçado com fibra de vidro é muito simples, consistindo em um cilindro de gás GLP (Gás Liquefeito de Petróleo) do tipo P13, um sistema para controle de pressão de saída do gás, no qual a pressão ficou controlada em 5 psi, um maçarico e uma bancada simples para montagem das amostras a serem soldadas, como mostrado na fotografia apresentada na Figura 23.

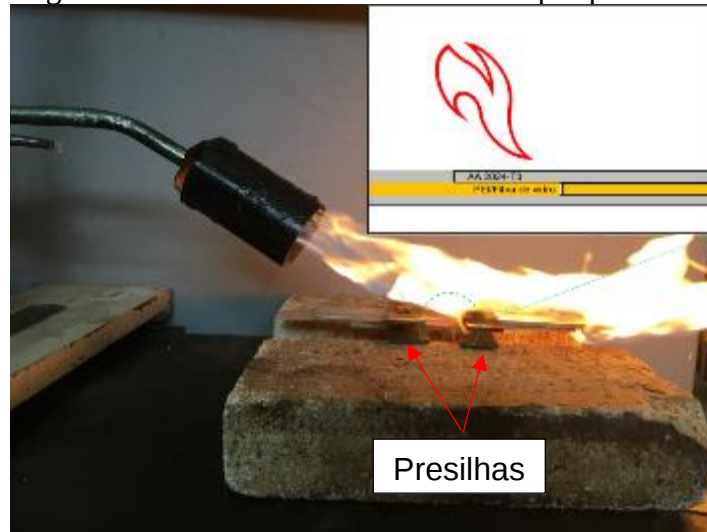
Figura 23 – Sistema para soldagem por GLP.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Para a realização da soldagem híbrida, foi montado um esquema tipo “sanduíche” fixado por presilhas, sendo apoiados por tijolos refratários, como apresentado na Figura 24.

Figura 24 – Sistema “sanduíche” fixado por presilhas.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Um detalhe importante durante o processo de soldagem, é garantir que a amostra de PEI/Fibra de vidro fique posicionado para trás da chama, para não haver a degradação deste material.

Logo após o desligamento da chama é importante medir a temperatura superficial (T_s) da amostra de alumínio, para se ter garantia de que a temperatura de transição vítrea do PEI tenha sido atingida. Para isso foi utilizado um termômetro infravermelho da marca MINIPA modelo MT-395, com faixa de medição de $-50\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 1650\text{ }^{\circ}\text{C}$ e resolução de $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.4.2 Soldagem por oxi-acetileno

Para a soldagem por oxi-acetileno, houve o controle de saída dos gases oxigênio e acetileno em 1,0 psi e 0,5 psi, respectivamente. A distância de soldagem e o tempo de soldagem foram 50 mm de distância e 100 segundos.

A soldagem dos substratos de alumínio tratados com o compósito PEI, também ocorreu com o processo oxi-acetileno, sendo este equipamento também de fácil aquisição e manutenção. O sistema empregado é visualizado nas Figuras 25 e 26.

Figura 25 – Sistema para soldagem por oxi-acetileno.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 26 – Soldagem das amostras por oxi-acetileno.



Fonte: Do Autor.

4.5 CARACTERIZAÇÕES UTILIZADAS

4.5.1 Monitoramento dos parâmetros de tratamento superficial

Para monitorar as variáveis potencial e corrente elétrica aplicadas, foram utilizados multímetros FLUKE, modelo True-RMS 115, com medição de potencial DC 0 – 600 V e resolução de 0,1V; para acompanhamento da temperatura do eletrólito ao longo dos processos foi utilizado um termômetro tipo espeto mostrado anteriormente.

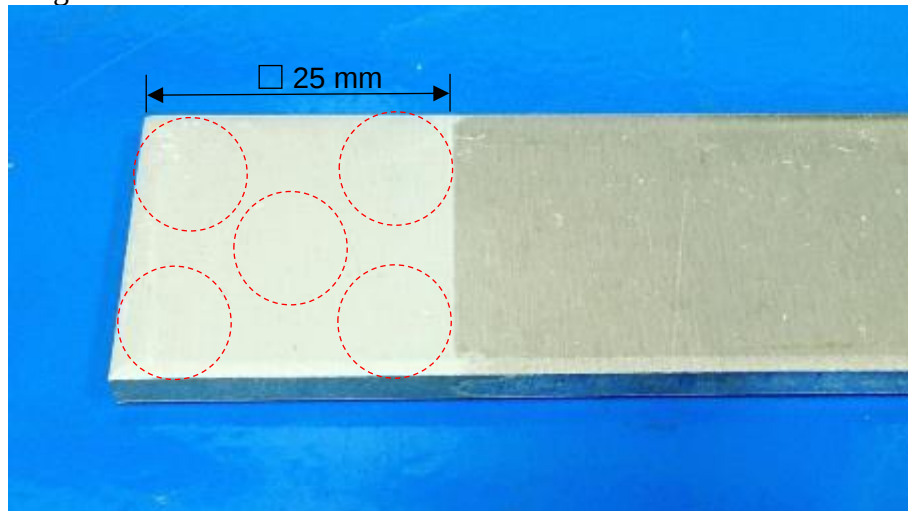
4.5.2 Variação da massa dos substratos

Todas as amostras tiveram sua massa avaliada com uma balança analítica da marca SHIMADZU, modelo AUY220, com precisão de 0,1 mg. Em todas as amostras foram efetuadas 10 medições, antes e depois de cada deposição e calculadas suas respectivas médias.

4.5.3 Espessura dos revestimentos óxidos

Para a realização da medição da espessura dos filmes, foram utilizados dois métodos, sendo estes: por corrente parasita, utilizando um medidor de espessura de filmes não condutivos da INSTRUTHERM, modelo ME-250 com escala de medição 0 ~ 1250 μm com precisão de 0,1 μm . Baseando-se na norma NBR 12610:2010, que abrange o método de correntes parasitas, nos revestimentos gerados, foram efetuadas 15 medições distribuídas em 5 áreas ao longo da superfície tratada, ilustrado na Figura 27.

Figura 27 – Revestimento óxido PEO com áreas a serem analisadas.

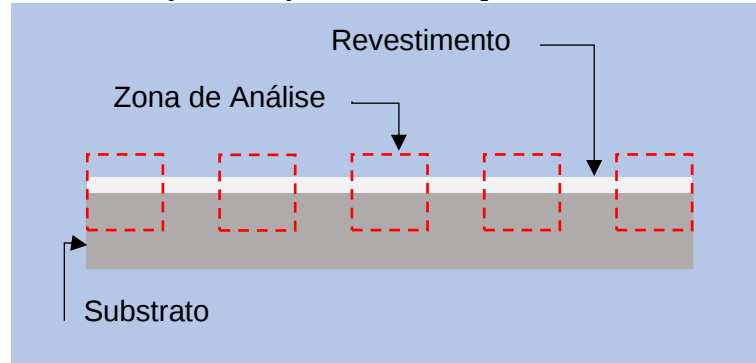


Fonte: Elaborado pelo autor.

O segundo método empregado foi por microscopia óptica, baseando-se na norma NBR 12611:2006, que consiste em avaliar a espessura do revestimento pela seção transversal. Para esta finalidade, foi necessário preparar amostras em cada parâmetro de processamento, realizando o seccionamento, embutimento a frio das amostras, lixamento de 220# a 2000#, polimento com pasta de diamante 1 μm e ataque químico de solução ácida de HF 2%. As amostras foram avaliadas por microscopia óptica, com aumento de 100x; a norma recomenda

avaliar 5 pontos (no mínimo) distintos ao longo da interface substrato/revestimento, obtendo a média aritmética da espessura do filme, assim como apresentado na Figura 28.

Figura 28 – Ilustração de seção transversal para análise de revestimento.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para avaliação morfológica superficial dos filmes obtidos a partir processo de oxidação eletrolítica a plasma, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV) VEGA3 TESCAN, com energia de varredura em 25 kV, distância focal de 13,23 mm com modo de energia BSE.

4.5.5 Espectroscopia no Infravermelho (FT-IR)

A análise de FT-IR foi realizada em um equipamento Perkin Elmer Spectrum 100 com módulo ATR, sendo realizadas 128 varreduras em cada amostra, com resolução de 4 cm^{-1} em uma faixa de análise de 4000 a 650 cm^{-1} .

4.5.6 Ensaio Mecânico de Cisalhamento (*Lap Shear*)

O ensaio de *Lap Shear* foi realizado em uma máquina universal de ensaio da marca SHIMADZU, modelo AG-X, conforme norma ASTM D1002, com carga de 50kN e deslocamento de 1,5 mm/min. Este ensaio foi realizado nas 130 amostras soldadas, sendo 65 soldadas por GLP e 65 por oxi-acetileno, sendo 5 amostras para cada parâmetro (APÊNDICE II e III) com dimensões dos corpos de prova seguindo a norma vigente.

4.5.7 Ensaios Eletroquímicos

Os ensaios eletroquímicos foram realizados com o intuito, de obter-se o potencial de corrosão da liga AA2024-T3 tratada na melhor condição de PEO, sendo esta condição avaliada a partir dos maiores valores de *Lap Shear*. Os ensaios ocorreram em um potenciostato/galvanostato AUTOLAB modelo PGSTAT302N, da Metrohn Autolab®, mostrado na Figura 29.

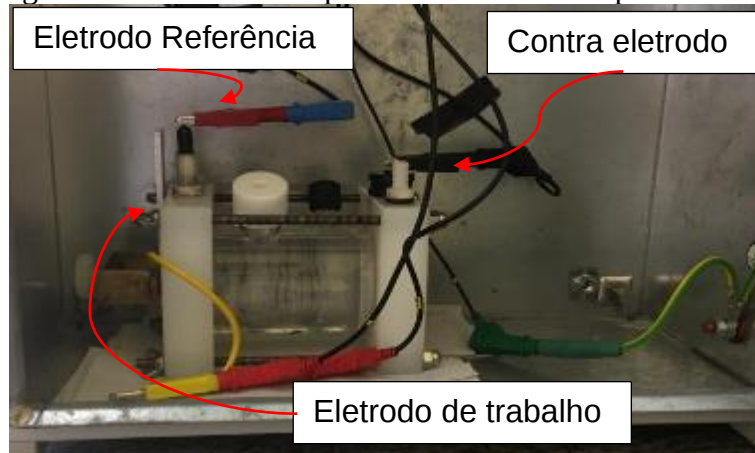
Figura 29 – Potenciostato AUTOLAB PGSTAT.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os ensaios foram conduzidos em uma célula eletroquímica horizontal, com solução de NaCl 3,5% e montada com três eletrodos, sendo: AA2024-T3 tratada (eletrodo de trabalho), platina (contra eletrodo), Ag/AgCl (KCl saturado) (eletrodo de referência), assim como mostrado na Figura 30.

Figura 30 – Célula eletroquímica com eletrodos para ensaios.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O ensaio de polarização linear foi realizado com velocidade de $0,33 \text{ mV.s}^{-1}$, em intervalo de análise de +700 mV a -300 mV a partir do valor do potencial de circuito aberto (OCP).

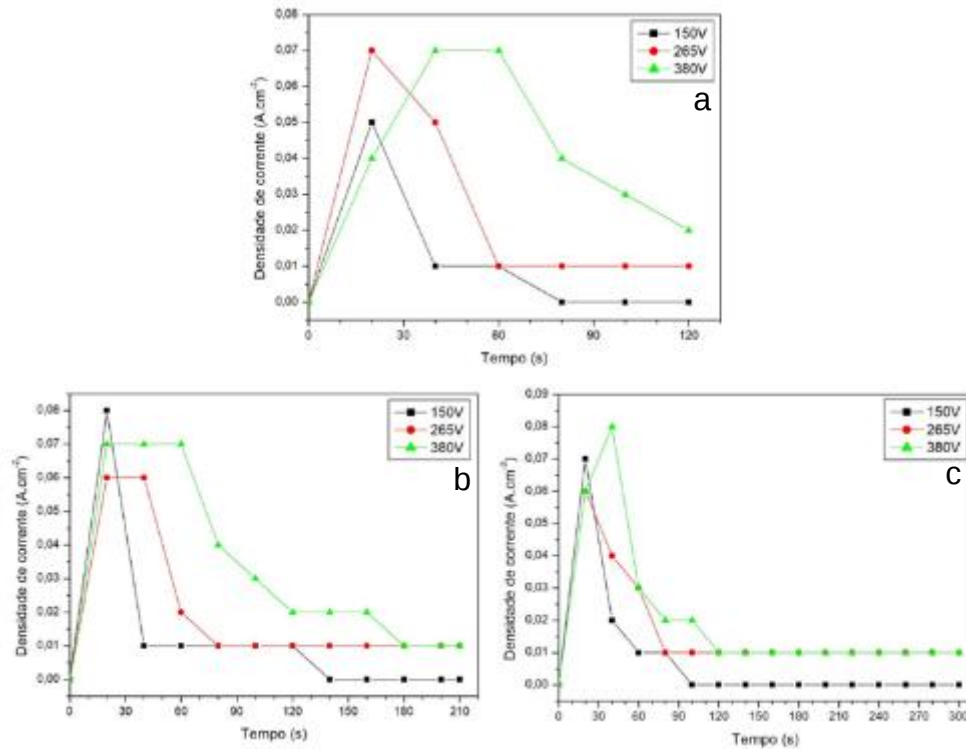
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 CARACTERIZAÇÕES DO TRATAMENTO SUPERFICIAL

5.1.1 Densidade de corrente

Com a utilização do potencial constante para a realização da oxidação dos substratos de alumínio, o revestimento por possuir propriedades dielétricas inibiu a passagem de corrente elétrica no sistema acarretando, assim, sua diminuição ao longo do tempo, assim como mostra a Figura 31.

Figura 31 - Densidade de corrente nos processos de 120 (a), 210 (b) e 300 segundos (c).



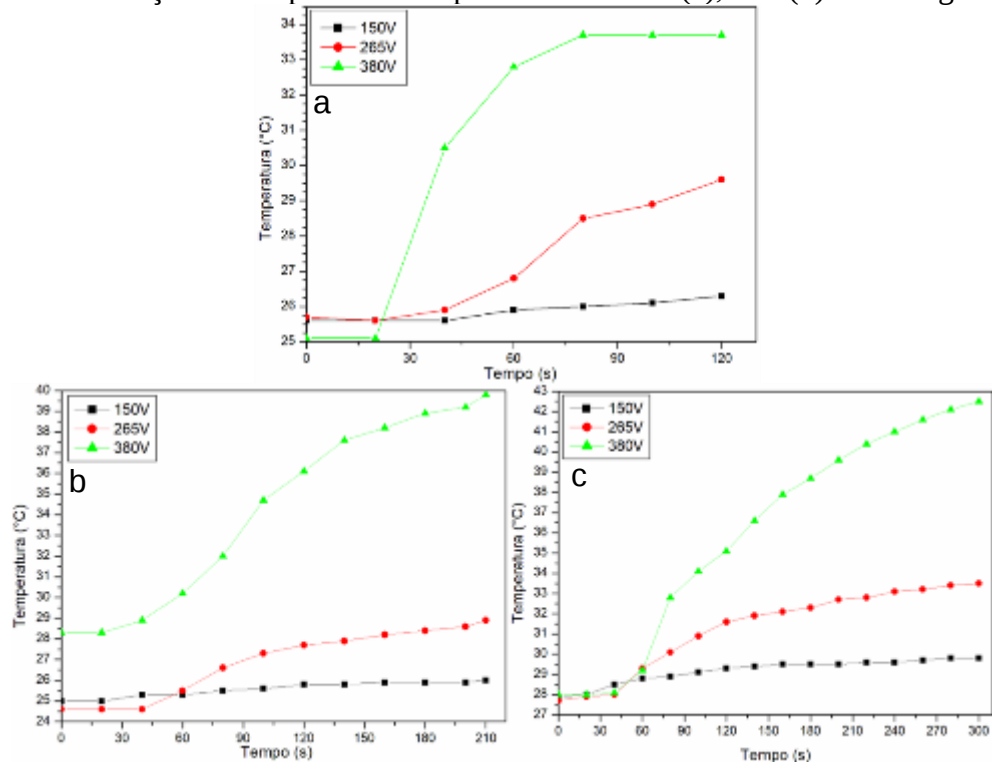
Fonte: Elaborado pelo autor.

A partir dos dados obtidos, percebe-se que os tratamentos realizados com menores potenciais (150V), apresentaram menores picos de densidade de corrente na maioria dos casos. Os valores mínimos de densidade de corrente para que houvesse a deposição a plasma ($0,01 \text{ A/cm}^2$) foram atingidos em ~ 70 , 100 e ~ 90 segundos, para os processos de 120, 210 e 300 segundos, respectivamente. Pode-se inferir que, a partir deste ponto a taxa de deposição não foi tão eficaz, mostrando assim a agilidade deste tipo de tratamento, como já relatado por Yerokhin *et al.*, (1999) e Gupta *et al.*, (2007).

5.1.2 Temperatura do eletrólito

Neste processo de anodização a plasma, com a passagem de corrente elétrica pelo sistema e a criação do revestimento resistivo, faz com que a temperatura do eletrólito aumente (Efeito Joule), nas diferentes condições experimentais, nenhuma excedeu 50°C ; assim como observa-se na Figura 32.

Figura 32 - Evolução da temperatura nos processos de 120 (a), 210 (b) e 300 segundos (c).



Fonte: Elaborado pelo autor.

A temperatura do eletrólito durante o processo de anodização, possui forte influência tanto na morfologia, quanto na espessura do revestimento resultante. Como relatado por Fatimah *et al.*, (2021), com o emprego de eletrólitos a temperatura ambiente (24°C), o filme óxido apresenta microfissuras aleatórias, assim como também maior concentração de microporos e maior espessura, do que com o uso de eletrólitos a temperaturas negativas (-5°C).

5.1.3 Potência média dos tratamentos

A potência média elétrica é definida como o trabalho realizado em um intervalo de tempo, ou taxa de variação de energia, sendo que pelo Sistema Internacional de Unidades (SI) é medido em Watts. Neste estudo considerou-se a potência média de consumo, devido a variação da corrente elétrica no tempo.

Os dados obtidos de potencial aplicado e corrente elétrica gerada nos diferentes processos eram gravados por câmera digital. Com esta gravação, foi montado no software Excel uma tabela com pontos de potencial e corrente elétrica para os processos de 120, 210 e 300 segundos, geradas curvas que melhor representam esses pontos, e com a integral da área das curvas foi possível estipular a potência média, como apresentada na Tabela 8.

Tabela 8 - Potência média consumida.

Tempo (s)	P_{med} (kW)	Energia (kJ)
120	0,30	35,8
210	0,33	70,1
300	0,29	87,9

Fonte: Elaborado pelo Autor.

A potência média consumida em kW variou em cada processo, observou-se que as potências geradas nos processos de 120 e 300 segundos tiveram valores próximos. Porém, considerando a energia consumida em kJ para os processos de 120, 210 e 300 segundos, os valores aumentaram justamente devido ao aumento do tempo de tratamento.

Segundo Gianelli (2014) a potência média consumida do sistema, para a realização do tratamento superficial é de extrema importância para a avaliação do ciclo de vida de produtos, sendo neste estudo os revestimentos óxidos.

5.2 CARACTERIZAÇÕES DOS REVESTIMENTOS

5.2.1 Variação da massa dos substratos

Como apresentado na Tabela 9, observou-se que os parâmetros adotados (potencial aplicado e tempo de tratamento) afetaram de forma significativa a variação de massa dos substratos.

Tabela 9 - Variação da massa dos substratos no tempo.

Tempo	Potencial (V)	Massa ₀ (g)	Massa Final (g)	Variação (mg)
120	150	23,4202	23,4207	0,5
	265	23,3406	23,3415	0,8
	380	23,2072	23,2090	1,8
210	150	22,8126	22,8133	0,7
	265	23,6619	23,6629	1,0
	 380	23,4473	23,4496	2,3
300	150	23,5137	23,5140	0,3 
	265	23,8700	22,8713	1,4
	380	23,1178	23,1194	1,6

Fonte: Elaborado pelo autor.

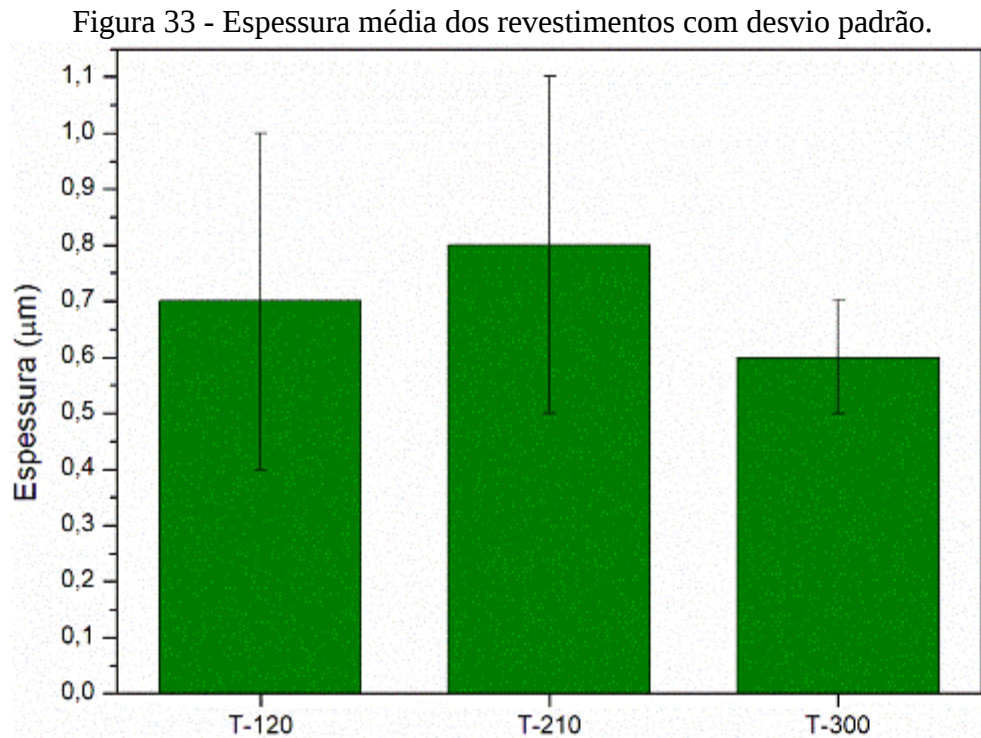
Em todos os tempos de processamento, observou-se que, com o aumento do potencial houve também o aumento da massa do substrato, sendo resultado da deposição da camada anódica. O processo que apresentou maior e menor variação da massa do substrato foi 210s/380V (2,3 mg), destacado pela seta verde e 300s/150V (0,3 mg), destacado pela seta vermelha, respectivamente.

Neste estudo, percebeu-se que o tempo de processamento é limitado levando em consideração a massa de óxido depositada, isso devido ao contínuo processo de rompimento da camada dielétrica do filme e seu crescimento respectivamente, evidenciando que o filme óxido gerado pelo plasma eletrolítico é resultado de combinações e quebras de ligações químicas presentes durante todo o processamento.

As descargas micrométricas localizadas (micro-arcos), características da oxidação eletrolítica a plasma, são os principais elementos que garantem a fusão do filme óxido (atingindo temperatura de aproximadamente 11.000 K ~10.800 °C) juntamente com os elementos contidos no eletrólito, resultando em um recobrimento com uma morfologia distinta. Um fato que corrobora para que o processo em 300V tenha apresentado menor massa de deposição de filme foi o aparecimento de partículas em suspensão e precipitadas após o tratamento, assim como já mencionado por outros autores (BARBOSA *et al.*, 2019).

5.2.2 Espessura dos revestimentos

A Figura 33 mostra os valores médios das espessuras dos revestimentos, com seus respectivos desvios, obtidos a partir da análise por corrente parasita, seguindo a NBR 12610:2010.



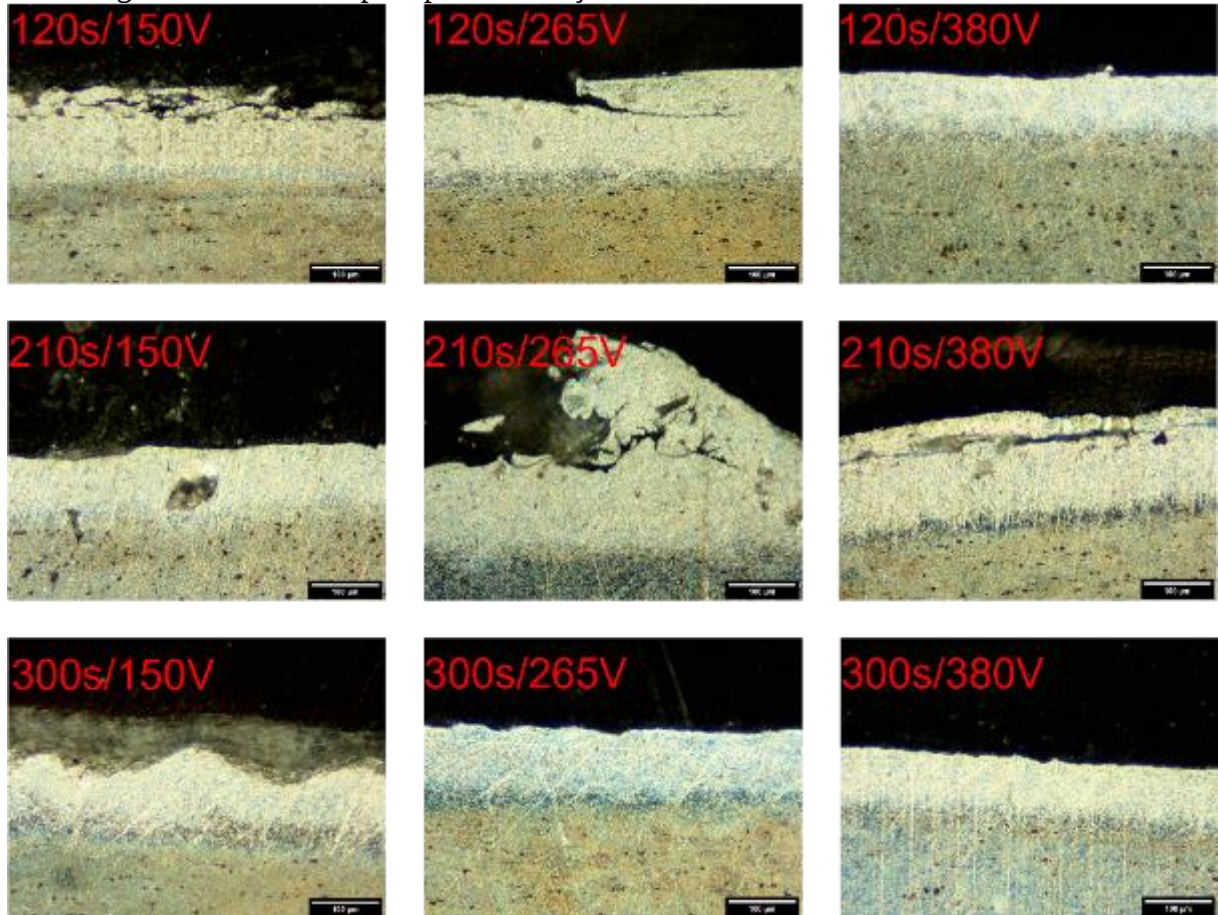
Fonte: Elaborado pelo autor.

No processo de crescimento da camada anódica de alumina, ocorre tanto a oxidação do substrato quanto a incorporação de elementos presentes no eletrólito utilizado (ANTÔNIO 2011). Como observado neste trabalho e relatado por outros autores (ANTÔNIO 2011; ERFANIFAR *et al.*, 2017; DAI *et al.*, 2018) o fator tempo é um parâmetro crucial para o aumento da espessura do filme depositado assim como sua massa, sendo que com maior tempo de deposição maior foi sua espessura, com exceção do tempo de 300 segundos, onde pode ser explicado que a reação de dissolução do filme foi maior que a de oxidação deste.

A taxa de deposição foi maior no menor tempo de deposição, no tempo de 120 segundos a taxa de deposição do filme foi de 0,35 µm/min, já no processo de 210 segundos a taxa foi ligeiramente menor sendo aproximadamente 0,23 µm/min e no processo de 300 segundos foi a menor taxa sendo próximo de 0,12 µm/min. Estatisticamente, todos os filmes apresentaram uma espessura muito próxima uma da outra considerando seus desvios padrões apresentados.

Para complementar a análise de espessura dos revestimentos óxidos nos substratos, amostras anodizadas foram embutidas e analisadas suas seções transversais, seguindo a NBR 12611:2006, como é mostrado na Figura 34.

Figura 34 - Microscopia óptica das seções transversais dos substratos anodizados.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Segundo a norma vigente de análise microscópica, foram avaliadas, com software de processamento de imagens ImageJ, 5 regiões das amostras anodizadas para cálculo de suas médias, com respectivos desvios padrão. Com resultados muito diferentes dos obtidos por corrente de Foucault, as amostras anodizadas por 120, 210 e 300 segundos apresentaram espessuras de $93,03 \pm 43,8 \mu\text{m}$ / $109,03 \pm 30,7 \mu\text{m}$ / $77,21 \pm 25,1 \mu\text{m}$, respectivamente.

Reavaliando a taxa de deposição, com os dados obtidos da microscopia, ainda assim o processo de menor tempo apresentou maior taxa, sendo $46,5 \mu\text{m}/\text{min}$; $31,2 \mu\text{m}/\text{min}$ e $15,4 \mu\text{m}/\text{min}$, nos processos de 120, 210 e 300 segundos, respectivamente.

Para este estudo, a análise por corrente de Foucault não apresentou exatidão, mesmo tendo sido seguido sua norma vigente. Alguns dos motivos que possam ter influenciado, são efeito de borda, que segundo a norma NBR 12610:10, aparelhos para medições deste tipo são sensíveis

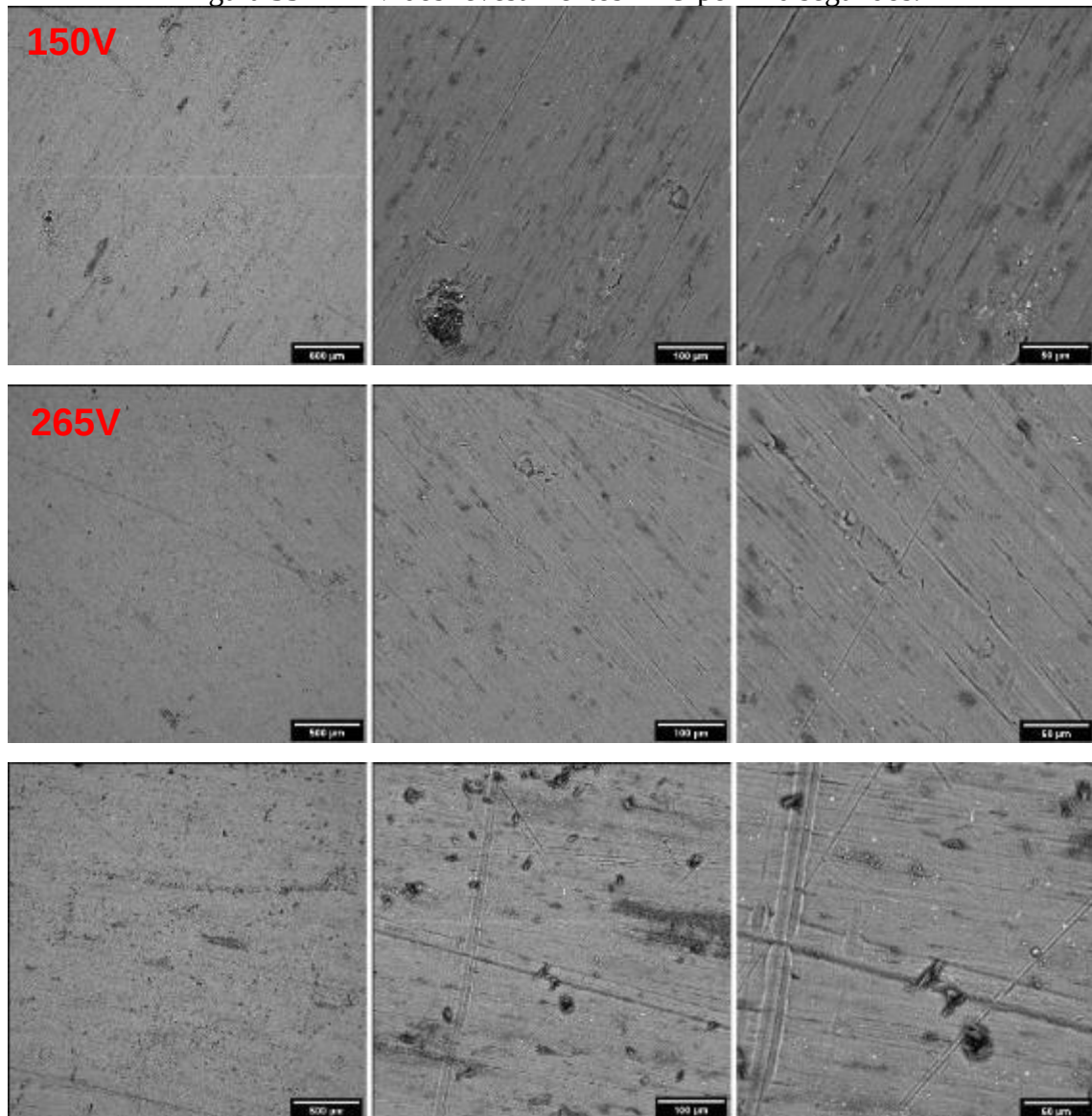
quando submetidos para avaliarem revestimentos próximos de bordas, como foi o caso das amostras de pequena largura (25 mm); outro fator que corroborou para a não exatidão das medições foi a rugosidade, que pode acarretar tanto em erros de medição sistemáticos como os aleatórios, sendo o aleatório mitigado pela quantidade de medições (Apêndice A).

5.2.3 Microscopia Eletrônica e Espectroscopia por energia dispersiva

As Figuras 35, 36 e 37 mostram as imagens obtidas por MEV da liga AA2024-T3 tratada via PEO, com tempos de 120, 210 e 300 segundos, respectivamente.

Com o aumento do potencial aplicado, observa-se microestruturas no formato de “agulhas”, sendo estas conhecidas na literatura como mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$), isso ocorre quando há o aumento significativo de ligações Si-O nos revestimentos produzidos, no mais os filmes produzidos com 120 segundos não apresentaram fortes características de filmes gerados por plasma eletrolítico, além também de se notar riscos provenientes dos processos de preparação das amostras.

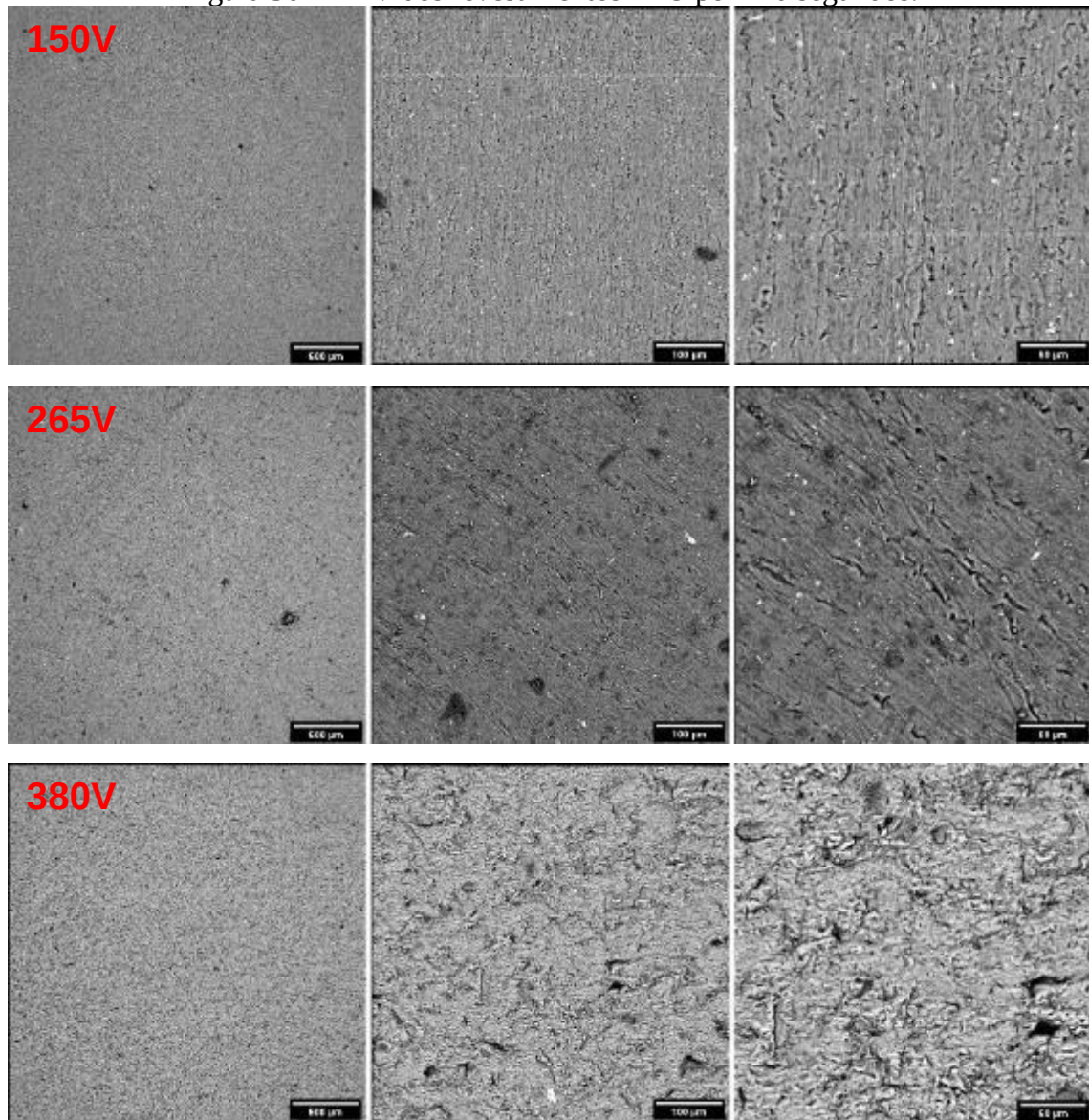
Figura 35 - MEV dos revestimentos PEO por 120 segundos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Já nos processos que ocorreram nos tempos de 210 segundos, é possível observar filmes mais homogêneos e característicos de processos eletrolíticos a plasma, como uma superfície esponjosa, ou em formato de “corais”; visualmente sendo este processo o melhor, pois, não foi possível visualizar riscos de preparação das amostras, mostrando assim que os revestimentos de alumina (majoritariamente), apresentaram espessuras consideráveis.

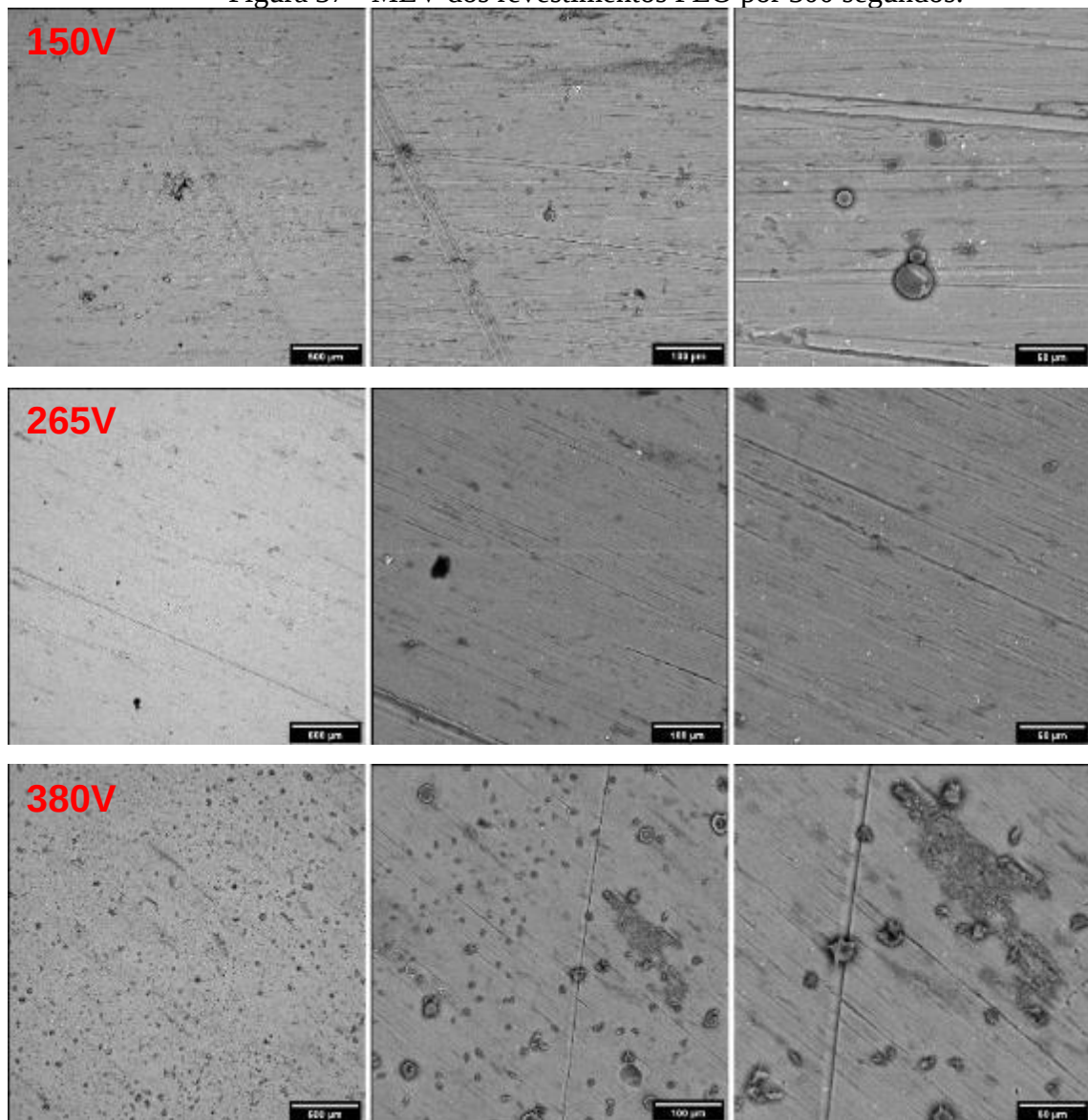
Figura 36 - MEV dos revestimentos PEO por 210 segundos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Com o aumento do tempo de tratamento, o revestimento óxido deveria cobrir melhor a superfície da liga (teoricamente), porém como observa-se na Figura 37, o filme obtido com 300 segundos apresenta praticamente as mesmas características morfológicas dos filmes gerados com o processo de 120 segundos, os filmes não cobriram os riscos dos processos de preparação; apresentaram microestruturas agulhadas (mulita); como também, observa-se micro-poros provenientes de fenômenos elétricos de alta intensidade, como já citados na literatura (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007).

Figura 37 - MEV dos revestimentos PEO por 300 segundos.



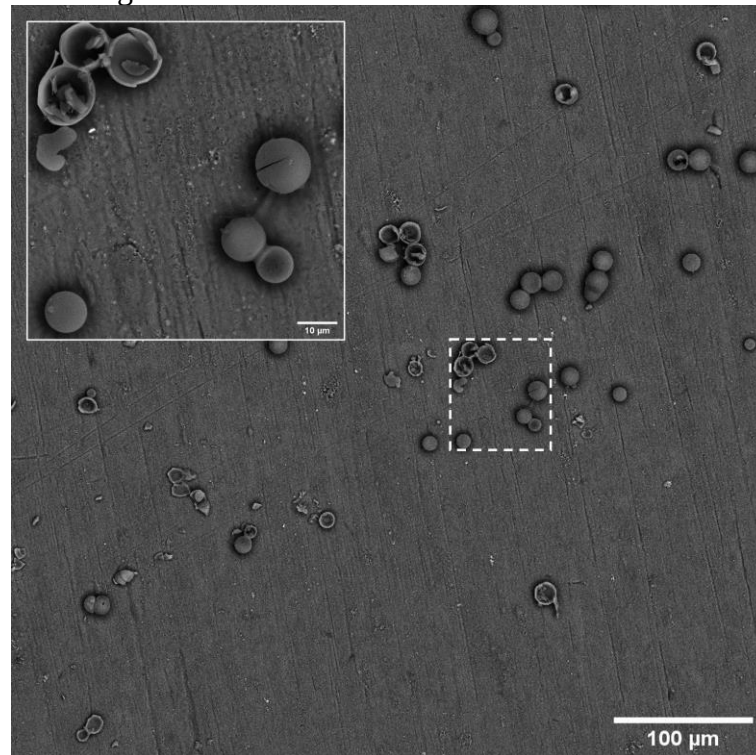
Fonte: Elaborado pelo autor.

O fenômeno que pode explicar o fato dos filmes obtidos com os processos de 300 segundos serem semelhantes aos produzidos com 120 segundos é a dissolução do filme óxido descritos nas Equações 9 e 10, onde tem-se que entre o intervalo de 210 a 300 segundos houve alguns pontos onde ocorreu um pico de alto campo elétrico (micro-arco isolado), que causou rápida dissolução do revestimento gerado até 210 segundos, a partir desse ponto houve novamente o processo de formação do filme. Porém com 300 segundos não houve tempo suficiente de um filme espesso ser totalmente produzido para cobrir os campos observados pelo MEV.

Nos revestimentos gerados por 300 segundos e potencial de 380 volts, foram identificados também algumas características de processos de oxidação a plasma, como é o caso de

protuberâncias esféricas (Figura 38) que apresentam diâmetro de $12^{\pm 2}$ μm . Estas microestruturas segundso relatos de autores (QIU *et al.*, 2019) apresentam efeito “tampão”, diminuindo notavelmente a rugosidade superficial, assim como também a porosidade do revestimento, desde que, distribuídas em toda a superfície.

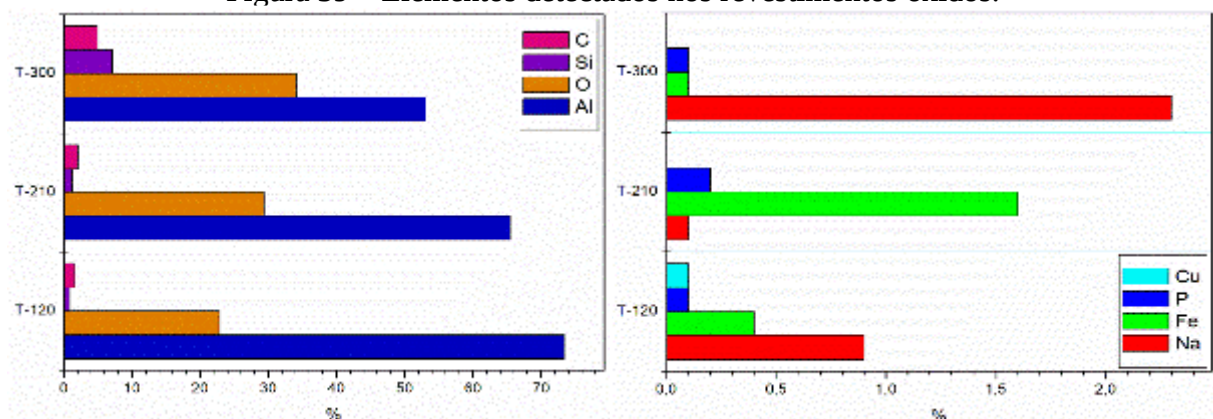
Figura 38 – Protuberância esférica de alumina.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 39 são mostrados os principais elementos detectados nos revestimentos gerados, pela espectroscopia por energia dispersiva.

Figura 39 – Elementos detectados nos revestimentos óxidos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

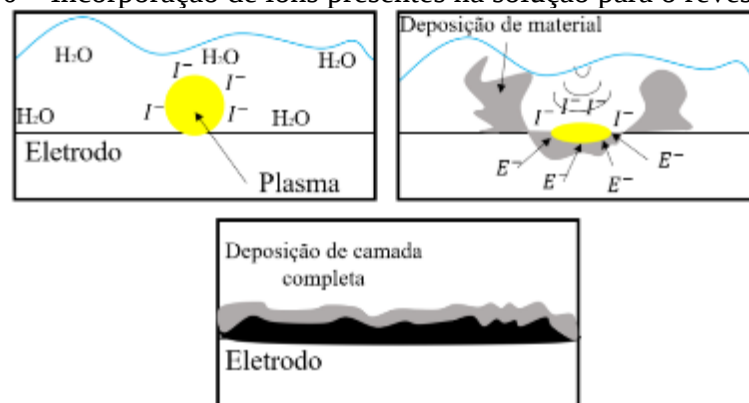
Os dados obtidos por EDS, mostram que os filmes produzidos pelo processo de oxidação eletrolítica à plasma são constituídos majoritariamente de alumínio (Al), variando de ~73,4% a 53,1% nos tempos de 120 e 300 segundos, oxigênio (O), variando de ~22,8% a 34,1%, formando a camada de alumina (Al_2O_3), além de outros elementos que estão presentes na liga como Cu, Fe, etc; assim como também elementos constituintes do eletrólito como Na, P, como também o silício (Si), que neste caso pode ser oriundo tanto do substrato quanto da solução; que diferente do processo convencional, onde o eletrólito não participa ou participa muito pouco na formação do filme, em processos a plasma devido a processos químicos, elétricos e térmicos que permitem que haja incremento de íons que favorecem a formação de uma camada com características químicas e físicas superiores, tais como: resistência a corrosão, resistência ao desgaste, etc; tendo essas características mencionadas por outros autores (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007; TAVARES 2018).

Na maioria dos espectros outro elemento que é identificado é o carbono (C), sendo este proveniente de possíveis ligações de CO_x absorvidas do ambiente sendo então contaminantes do filme, já relatados por outros autores (LUCAS; SILVA e SANTOS 2020).

Observa-se que, com o aumento de tempo de tratamento a porcentagem de silício (Si) aumentou em média no filme depositado. Em média 0,84% para 120 segundos de tratamento, ~1,19% para 210 segundos e ~7,06% para 300 segundos, juntamente com a análise morfológica a partir dos quais os espectros foram analisados. Assim percebe-se a formação de mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$) no revestimento óxido produzido pelo processo; não foi possível fazer uma correlação com o aumento de silício e o potencial aplicado.

Na Figura 40 é elucidado o processo de incorporação de íons do eletrólito no revestimento produzido.

Figura 40 – Incorporação de íons presentes na solução para o revestimento.



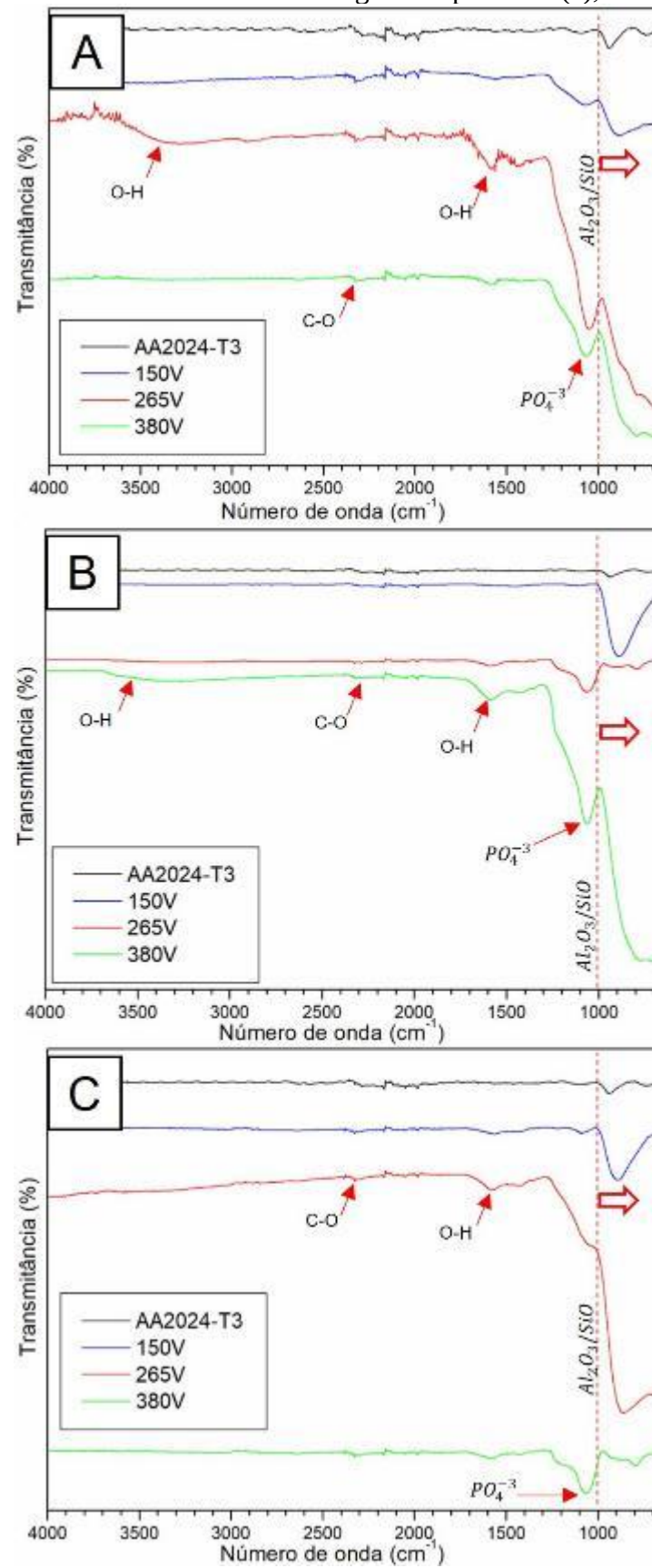
Fonte: Adaptado de Gupta *et al.* (2007).

5.2.4 Espectroscopia no infravermelho (FT-IR)

A Figura 41 (a, b e c) mostra os espectros de infravermelho dos revestimentos produzidos na liga de alumínio 2024-T3 a partir do processo de oxidação eletrolítica à plasma (PEO) com tempo de 120, 210 e 300 segundos respectivamente, variando os potenciais aplicados em 150V, 265V e 380V. Observa-se que a variação do potencial aplicado no tratamento superficial variou significativamente os espectros, uma banda larga aparente nas curvas de 265V e 380V no intervalo de $3600 \sim 3400 \text{ cm}^{-1}$, atribuído ao estiramento OH^- , havendo relação com a umidade do meio que o filme absorveu, além de hidróxidos formados na solução eletrolítica como Al-OH entre outros, que são mais evidentes quando o potencial de tratamento é superior a 250 V; além dessas bandas é possível constatar a presença de água absorvida em picos presentes em 1635 cm^{-1} , assim como já relatado por outros autores (OLIVEIRA 2010; LIU *et al.*, 2014; LUCAS; SILVA e SANTOS 2020; HUANG *et al.*, 2020).

Grupos funcionais de baixa intensidade, em 1550 cm^{-1} são relacionados a hidróxidos de alumínio formados no meio eletrolítico, sendo somente mais evidente nos espectros de 265 V e 380 V. Um pico muito discreto em torno de 1430 cm^{-1} pode ser visualizado no espectro do revestimento (120s/265V), sendo atribuído a possíveis ligações C-O, já relatado na literatura (GOES *et al.*, 2014; ZHANG *et al.*, 2018; MAHDAVIAN *et al.*, 2020); assim como foi visível a presença de C na espectroscopia de energia dispersiva.

Figura 41 – Espectros de FT-IR nos revestimentos gerados por 120s (a), 210s (b) e 300s (c).



Fonte: Elaborado pelo autor.

Picos mais aparentes em 1060 cm^{-1} são visualizados nos espectros dos revestimentos gerados a partir de 265 V, assim como já relatado por Zhang *et al.*, (2018) estão atribuídos a ligações PO_4^{3-} . Bandas presentes abaixo de 1000 cm^{-1} são atribuídos a vibrações de alumina (Al_2O_3) em diferentes orientações atômicas, assim como também a grupos funcionais de sílica (SiO_2) e mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$) (LUCAS; SILVA e SANTOS 2020; SALEM *et al.*, 2014).

Nas Tabelas 10, 11 e 12 estão resumidos os principais picos identificados nos espectros de infravermelho dos revestimentos gerados.

Tabela 10 – Principais picos identificados no revestimento gerado em 120 segundos.

Amostras	Picos identificados (cm^{-1})					
AA2024-T3	-	2280	-	-	-	937
150 V	-	2300	-	-	1076	890
265 V	3360	2300	1589	1430	1053	~ 830
380 V	-	2300	1585	-	1060	~ 790
Ligações	O-H	C-O	O-H	C-O	PO_4^{3-}	Al_2O_3

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 11 – Principais picos identificados no revestimento gerado em 210 segundos.

Amostras	Picos identificados (cm^{-1})					
AA2024-T3	-	2280	-	-	-	937
150 V	-	2300	-	-	-	890
265 V	-	2300	1585	-	1065	~ 930
380 V	3400	2300	1580	-	1068	~ 800
Ligações	O-H	C-O	O-H	C-O	PO_4^{3-}	Al_2O_3

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 12 – Principais picos identificados no revestimento gerado em 300 segundos.

Amostras	Picos identificados (cm^{-1})					
AA2024-T3	-	2280	-	-	-	937
150 V	-	2300	1561	-	-	890
265 V	-	2300	1570	-	-	862
380 V	-	2300	1570	-	1065	~ 800
Ligações	O-H	C-O	O-H	C-O	PO_4^{3-}	Al_2O_3

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3 VIABILIDADE DA LIGA ANODIZADA EM ESTRUTURA HÍBRIDA

5.3.1 Verificação da temperatura de soldagem

Para que a junta híbrida (alumínio anodizado/compósito) se concretize, é necessário que haja o controle de temperatura de soldagem. Após os processos de soldagem em cada lote, um termômetro por infravermelho foi utilizado para averiguar as temperaturas superficiais do alumínio, sendo estes valores apresentados na Tabela 13.

Tabela 13 – Temperaturas de soldagens por GLP e Oxi-Acetileno.

Lote	Plasma Eletrolítico		Soldagem	
	Tempo (s)	Potencial (V)	GLP	Oxi-Acetileno
01	120	150	409,7	228,8
02	300	150	408,4	152,6
03	120	380	421,0	288,3
04	300	380	414,2	199,0
05	83	265	415,3	225,4
06	300	265	414,2	261,3
07	210	120	419,1	276,4
08	210	380	424,7	279,8
09	120	265	412,0	221,7
10	210	265	420,5	259,3
11	210	265	430,0	303,9
12	210	265	423,0	297,9
13	210	265	425,7	252,5

Fonte: Elaborado pelo autor.

Considerando os dados citados anteriormente, sobre as propriedades térmicas do PEI, e as temperaturas médias superficiais (T_s) em cada lote, que em uma média geral tem-se $418^{\pm 6,3}$ °C para a soldagem por GLP e $249,8^{\pm 83,9}$ °C para o processo por oxi-acetileno. Pode-se afirmar que houve energia suficiente para amolecer o polímero (transição vítrea), e este realizar ancoramento mecânico entre os poros de alumina do substrato de AA2024-T3. Considerando que a temperatura de transição vítrea do polímero PEI em torno de 210 - 220 °C e sua

temperatura de degradação inicia-se em torno de 550 °C (AZEVEDO *et al.*, 2006; ABRAHÃO *et al.*, 2015; OLIVEIRA *et al.*, 2020; REIS *et al.*, 2021).

5.3.2 Ensaio mecânico de cisalhamento (*Lap Shear Strength*)

Após o processo de soldagem, as amostras híbridas (alumínio/PEI) foram submetidas ao ensaio mecânico de *Lap Shear Strength*, baseando-se na norma ASTM D1002-10, na Tabela 14 são apresentados os valores de tensão de cisalhamento em cada lote.

Tabela 14 – Tensão de cisalhamento amostras soldadas.

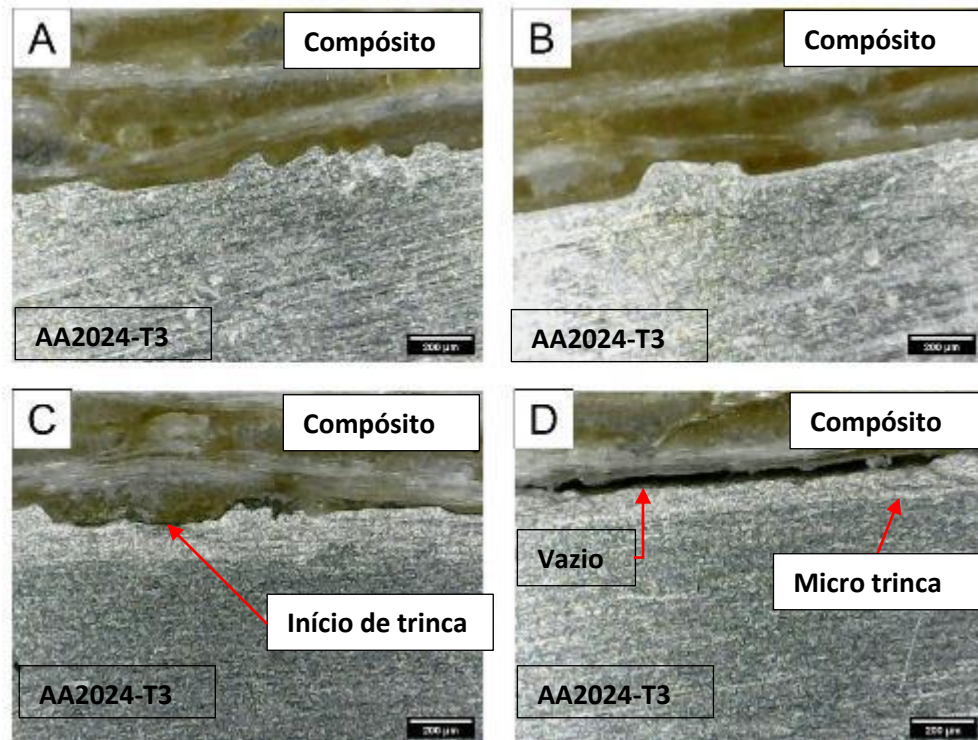
Lote	Plasma Eletrolítico		Tensão de Cisalhamento (MPa)	
	Tempo (s)	Potencial (V)	GLP	Oxi-Acetileno
01	120	150	5,3	5,3
02	300	150	4,0	4,1
03	120	380	4,2	6,7
04	300	380	4,0	2,5
05	83	265	5,5	5,1
06	300	265	4,6	5,4
07	210	120	5,7	5,7
08	210	380	5,2	6,2
09	120	265	7,2	6,6
10	210	265	2,6	4,7
11	210	265	8,5	6,7
12	210	265	3,0	5,4
13	210	265	4,6	7,3

Fonte: Elaborado pelo autor.

Em média, os valores de *Lap Shear Strength* pela soldagem OFW usando GLP foi de ~5,1 MPa, com desvio padrão de $\pm 2,5$ (valor relativamente alto), e para a soldagem por oxi-acetileno foi de ~5,6 MPa, com desvio padrão de $\pm 2,1$. Estes valores altos de desvio padrão, podem ser explicados devido a quantidade de amostras que falharam durante e/ou antes do ensaio mecânico, cerca de 24,6% das amostras soldadas por GLP e 38,46% das amostras por oxi-acetileno. Tais falhas, não são (ou muito pouco provável) de serem provenientes dos processos de soldagem, sendo que em estudos de Reis, J. *et al.* (2021), valores acima de 10,0 MPa

(sistema otimizado) foram obtidos; e neste estudo, as amostras apresentaram grande variação dos valores de tensão de cisalhamento, sendo assim, a interface da junta realizada foi caracterizada por macroscopia (Figura 42).

Figura 42 – Macroscopia das juntas.

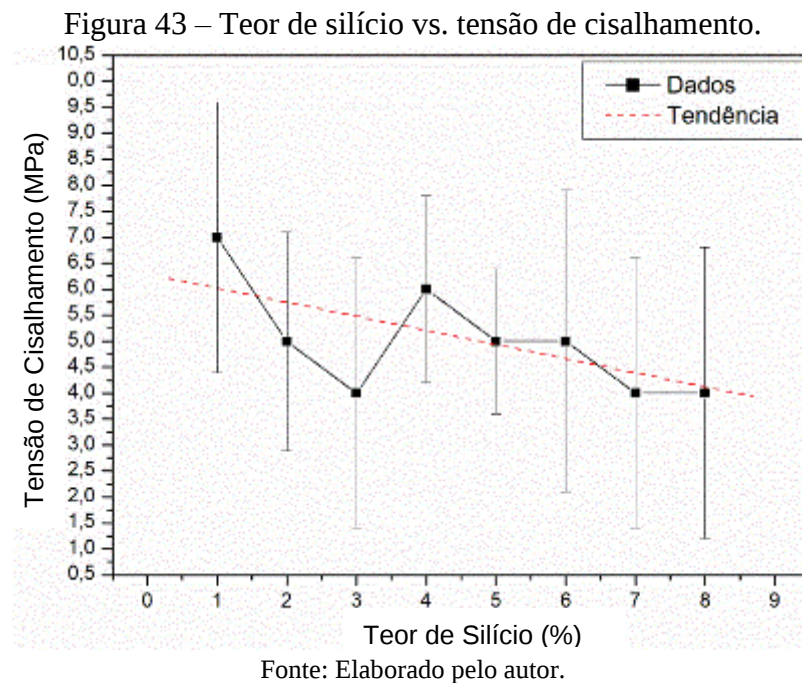


Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 42 (A e B) é mostrado a interface de uma amostra do lote 11 (melhor condição), onde, observa-se o bom ancoramento entre o revestimento óxido com a matriz polimérica do material compósito, já na Figura (C e D) observa-se a interface de uma amostra do lote 02 (pior condição), observa-se que a interface entre os materiais dissimilares não é homogênea, havendo vazios ao longo da mesma, percebe-se também que os revestimentos gerados espessos, que assim como relatado por Wilson *et al.*, (2018) e Yerokhin *et al.*, (2021) para a aplicação em união de materiais dissimilares, não apresentam eficiência.

Revestimentos mais espessos, devido suas características, tendem a apresentar maior quantidade de poros em suas camadas mais externas, com isso apresentam menor resistência mecânica quando solicitados, complementando a isso, os revestimentos gerados em 300 segundos apresentaram maior teor de sílica e/ou alumino silicatos em sua superfície, assim como mostrado na Figura 39, permitindo que aquela região que se encontra rica em Si, apresente maior fragilidade. Na Figura 43 é apresentada a correlação entre o porcentual de Si na superfície das amostras e sua resistência ao cisalhamento, sendo realizado com a análise de

química superficial, da espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e os valores médios de resistência de cisalhamento das juntas com esses materiais.

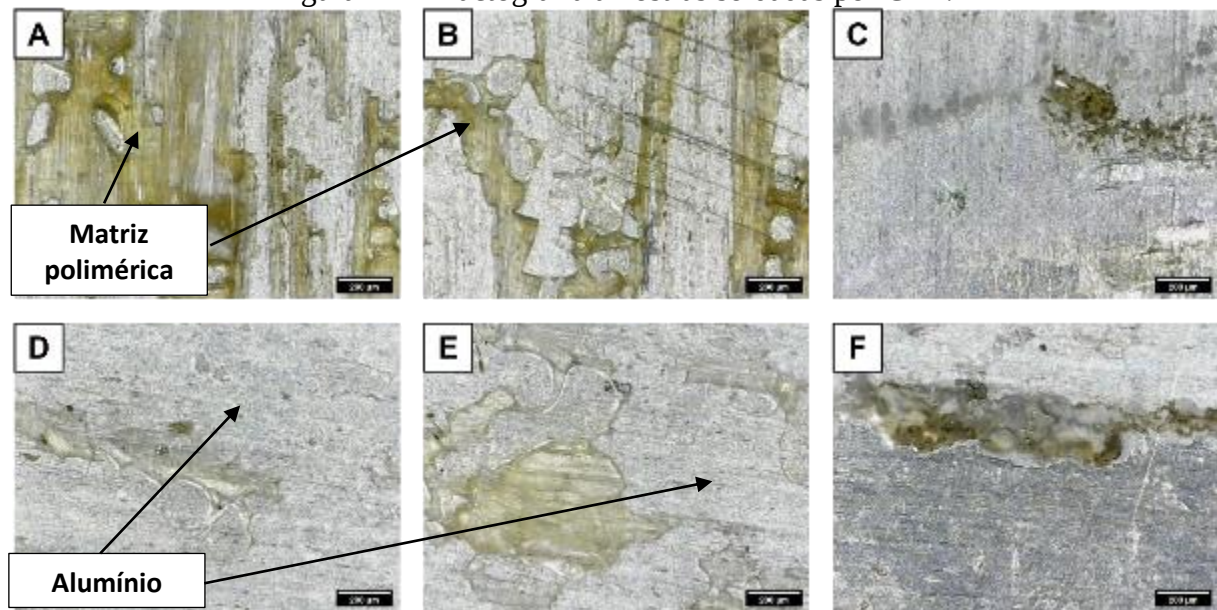


De acordo com a Figura 43, observa-se claramente a diminuição da resistência de ligação adesiva entre o revestimento com a matriz polimérica, com o aumento do teor de silício, causando simultaneamente a diminuição de fases atribuídas Al_2O_3 , relatada por Gao *et al.*, (2014) e Yerokhin *et al.*, (1999) como de extrema importância para a formação de grupos O-H, que potencializam a capacidade de absorção de umidade do revestimento, que favorecem ligações de hidrogênio com matrizes poliméricas.

Nas Figuras 44 e 45 são mostradas as regiões fraturadas do alumínio anodizado, após soldagem por GLP e oxi-acetileno, respectivamente.

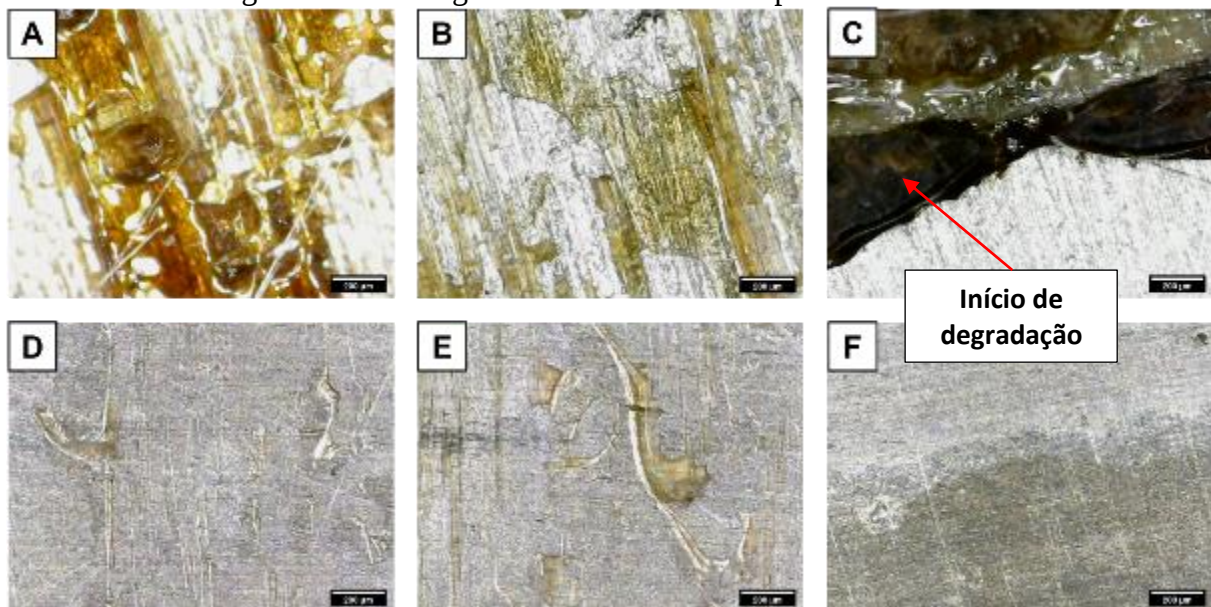
Observou-se que as amostras que apresentaram maiores valores de *Lap Shear* (A, B e C), apresentaram maior concentração de matriz polimérica ancorada no substrato de alumínio após a fratura, mostrando que houve uma falha coesa dentro da matriz polimérica do compósito, ao contrário destas, tem-se as amostras D, E e F, que apresentaram baixa ou quase nenhuma região com matriz polimérica ancorada, pode-se inferir que estas regiões podem ser ricas em concentrações de sílica e/ou alumina silicatos, como também apresentam espessuras mais elevadas, acarretando em falha coesa dentro do revestimento óxido, que possui maior número de defeitos, sendo este tipo de fratura indesejável.

Figura 44 – Fractografia amostras soldadas por GLP.



Fonte: Elaborado pelo autor.

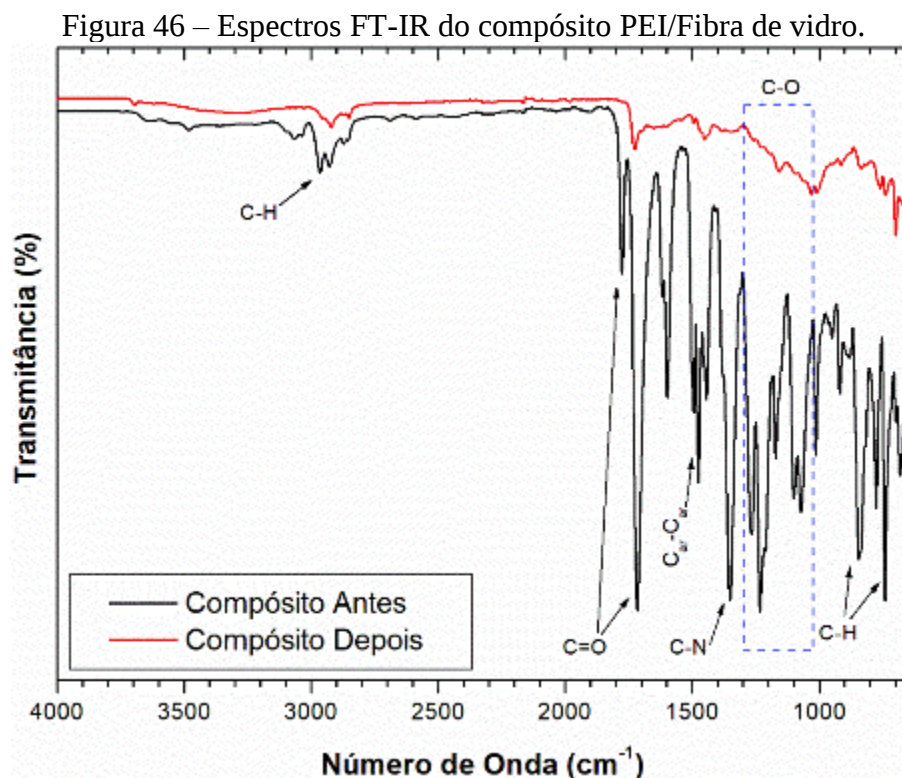
Figura 45 – Fractografia amostras soldadas por oxi-acetileno.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Observa-se, que as amostras soldadas por oxi-acetileno apresentaram maior concentração de matriz polimérica ancorada, porém, pela Tabela 14 os valores de “*Lap Shear*” foram ligeiramente menores, isso pode estar relacionado ao fato da soldagem ter iniciado o processo de degradação térmica da matriz polimérica em alguns pontos da região unida, como observado na Figura 45-C, afetando assim a capacidade de adesão dos materiais dissimilares.

Para comprovar o efeito de degradação térmica no material compósito, pela soldagem por oxi-acetileno, a análise de FT-IR foi realizada em um corpo de prova antes e depois da soldagem, sendo o resultado apresentado na Figura 46.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Observou-se que houve diminuição drástica em todas as bandas, em especial aos grupos funcionais de carboxilas (abaixo de 1900 cm^{-1}), grupos funcionais de C=O/COOH (1008 cm^{-1} / 1475 cm^{-1}) apresentaram a maior diminuição de sua intensidade após a soldagem por oxi-acetileno, sendo atribuídos a degradação de grupos de ésteres e a termo oxidação da matriz polimérica (CANGEMI *et al.*, 2006; SÔNEGO *et al.*, 2016; LUNA *et al.*, 2019).

Dentre os diversos fatores que podem influenciar o mecanismo de adesão é a rugosidade, que assim como relatado por Cunha (2012) e Mello (2016), fornece maior área de contato, assim aumentando o intertravamento mecânico. Na Tabela 15 é mostrado os valores de rugosidade (médio) dos filmes tratados em 120, 210 e 300 segundos (T-120, T-210 e T-300) e os valores de tensão de cisalhamento (em média) por cada processo de soldagem (GLP e Oxi-acetilênica).

Tabela 15 – Correlação da tensão de cisalhamento pela rugosidade superficial.

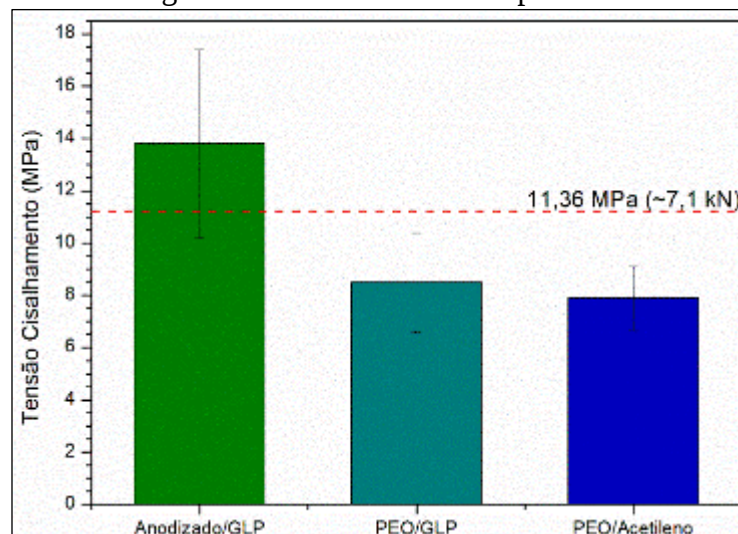
Amostras	Rugosidade (μm)	GLP (MPa)	Acetileno (MPa)
T-120	$0,45^{\pm 0,2}$	3,53	6,2
T-210	$0,51^{\pm 0,1}$	4,48	6,0
T-300	$0,41^{\pm 0,2}$	2,81	4,0

Fonte: Elaborado pelo autor.

Para este estudo, todas as amostras apresentaram valores de rugosidade superior ao substrato sem tratamento ($0,19^{\pm 0,1} \mu\text{m}$), e assim como relatado por Ricotta, M. (2006), maiores valores de rugosidade geram maior adesão e assim consequentemente, maior valor de “*Lap Shear*”.

Considerando melhores condições de tratamento, visando maior valor de “*Lap Shear*” (observados na Tabela 14), as amostras unidas por GLP resultaram em uma tensão de cisalhamento de $\sim 8,5 \text{ MPa}$ e as soldadas por oxi-acetileno $\sim 7,3 \text{ MPa}$, em estudos preliminares de Reis *et al.*, (2021) com sistema otimizado de soldagem por GLP, entre alumínio anodizado (processo convencional) com material compósito, foram alcançados valores em torno de $13,8^{\pm 3,6} \text{ MPa}$. Na Figura 47 é mostrado um benchmark entre esses valores, e uma reta tracejada mostrando o valor mínimo relatado por Wilson *et al.*, (2018) que é adotado industrialmente, para aprovação do material a ser aplicado na linha de montagem.

Figura 47 – Benchmark de Lap Shear.

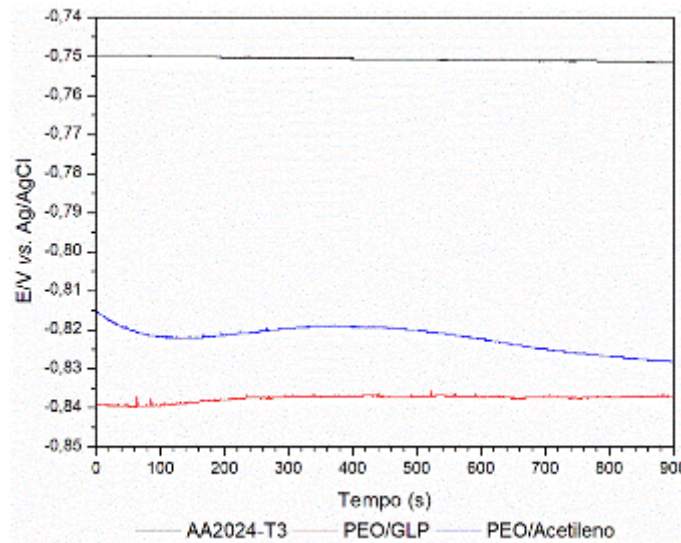


Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3.3 Ensaio eletroquímico do revestimento PEO em melhores condições

Para este estudo, a liga AA2024-T3 como fornecida e as amostras soldadas por oxi-acetileno e GLP nas melhores condições foram submetidas aos ensaios eletroquímicos de potencial em circuito aberto (OCP), apresentado na Figura 48.

Figura 48 – Medida de Potencial em Circuito Aberto (OCP) das amostras AA2024-T3, PEO/GLP e PEO/Acetileno.

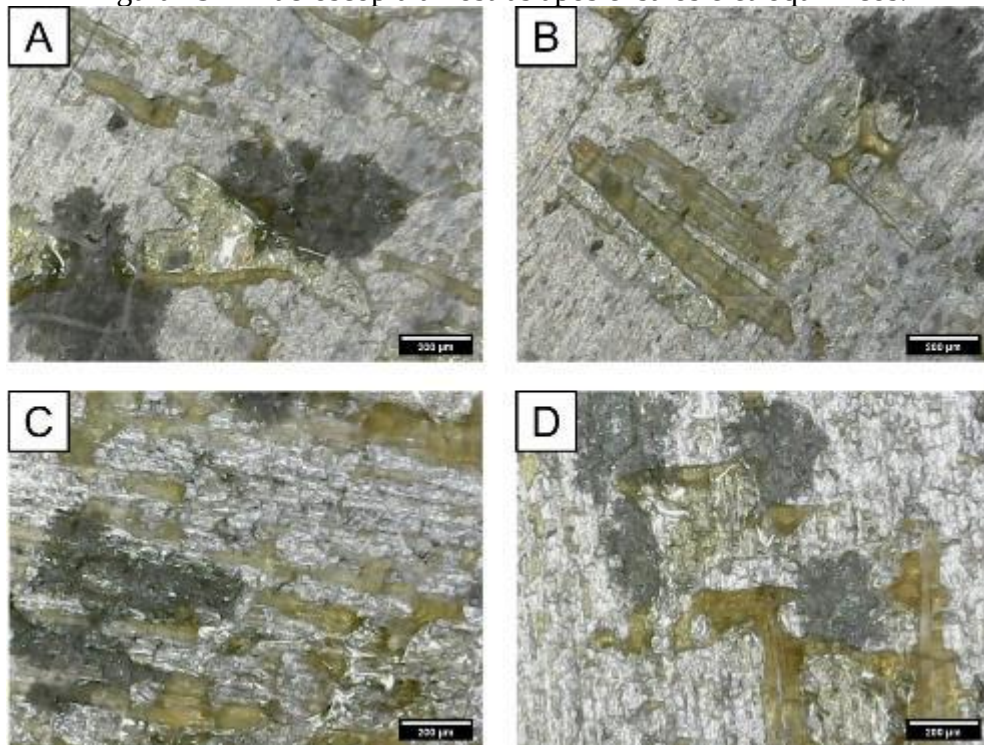


Fonte: Elaborado pelo autor.

A medida de potencial em circuito aberto das amostras como fornecida (preto), tratadas e soldadas não conduzem a resultados conclusivos, pois há grande variação do E_{corr} referente a amostra soldada por oxi-acetileno (azul), sendo esta, relacionada a variação da área com revestimento anódico ativo, como também ocorre queda brusca entre 0 e 100 segundos, relacionado a dissolução da camada anódica pelo processo de dissolução redutiva, como já relatado por Wolyneć, S. (2003). As amostras tratadas também apresentam potenciais de corrosão mais ativos, em relação a amostra como fornecida (Figura 50a), sendo explicado pelo fato dos revestimentos não apresentarem uniformidade superficial, como foi observado nas microscopias eletrônica e óptica.

Observa-se ruídos ao longo do tempo, sendo relacionado a corrosão localizada (pites), que são originados dos íons de Cl^- , reagindo sobre as regiões que foram pouco ou não protegida pelo revestimento PEO. Esta corrosão pode ser visualizada na Figura 49, mostrando macroscopias das amostradas após ensaios eletroquímicos, sendo PEO/GLP (A e B) e PEO/Acetileno (C e D).

Figura 49 – Macroscopia amostras após ensaios eletroquímicos.

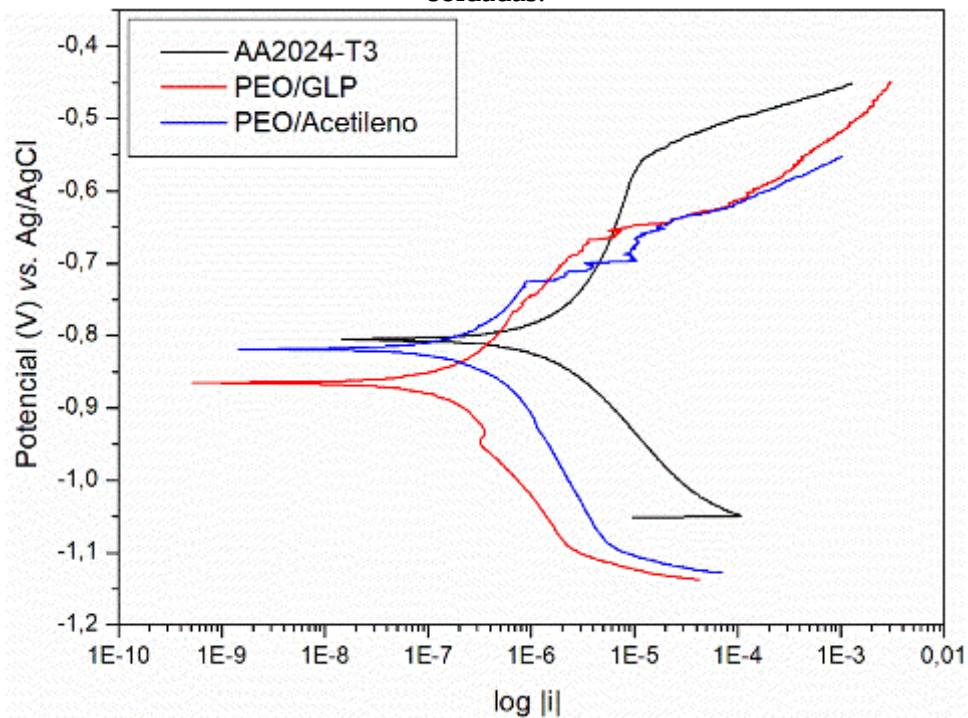


Fonte: Elaborado pelo autor.

Após as medidas de potencial em circuito aberto, foi realizado o ensaio eletroquímico potenciodinâmico, como apresentado na Figura 50.

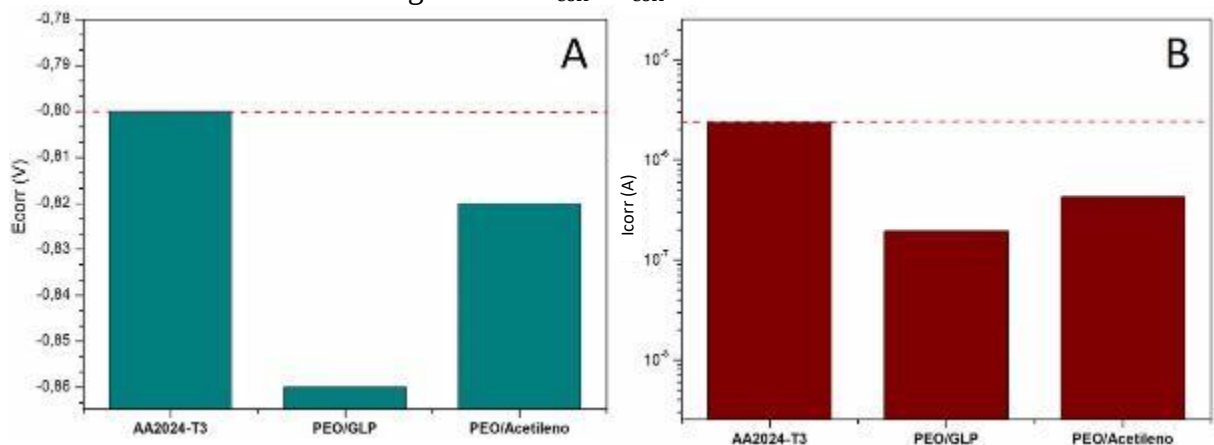
Observa-se que, a região catódica apresenta características típicas para este ensaio empregado, porém, assim como observado por Oliveira (2010), a região anódica apresenta irregularidades, que são atribuídas a quebra da camada passiva do material (revestimento PEO) e repassivação (-0,67V para PEO/GLP e -0,72V para PEO/Acetileno) do mesmo na tentativa de proteger o substrato.

Figura 50 – Conjunto de curvas de polarização AA2024-T3 como recebida, tratadas e soldadas.



Com o ensaio potenciodinâmico das amostras, foi possível determinar o potencial de corrosão (E_{corr}) e a corrente para corrosão (I_{corr}), sendo estes apresentados na Figura 51.

Figura 51 – E_{corr} e I_{corr} das amostras.



Embora os revestimentos PEO não forneçam maior nobreza ao substrato (E_{corr} inferior ao da liga como recebida), o tratamento superficial juntamente ao processo de soldagem fornece maior resistência a corrosão, devido a menores valores de I_{corr} , este relacionado a íons que

tendem a passar pelo revestimento protetivo. Seguindo a norma ASTM G 102-89, as taxas de corrosão em mm/ano das amostras ensaiadas, são apresentadas na Tabela 16.

Tabela 16 – Taxa de corrosão das amostras em mm/ano.

	AA2024-T3	PEO/GLP	PEO/Acetileno
i_{corr} ($\mu A.cm^{-2}$)	2,990	0,247	0,544
mm/ano	0,02352	0,00331	0,00729

Fonte: Elaborado pelo autor.

Conforme visto anteriormente na Tabela 6, em todos os casos as amostras apresentaram índice de corrosividade baixo ($<0,13$ mm/ano), considerando por pites devido a característica de corrosão da liga empregada. Avaliando as amostras entre si, percebe-se que as amostras tratadas tiveram sua resistividade aumentada em relação a amostra como fornecida, em torno de 7 vezes (PEO/GLP) e 3,2 vezes (PEO/Acetileno).

5.4 AVALIAÇÃO DO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Para este estudo, os parâmetros tempo e potencial da oxidação eletrolítica a plasma foram tratados como variáveis independentes; obtendo como variável resposta tensão de cisalhamento (MPa) obtido do ensaio mecânico de *Lap Shear* das juntas soldadas da liga AA2024-T3 com o compósito PEI/Fibra de vidro. Dentre as diversas técnicas de planejamento disponíveis, o sistema fatorial 2^k , sendo neste estudo $k=2$, tempo e potencial do tratamento, foi considerado como o mais adequado para este trabalho.

De acordo com Albiero (2012) *apud* Reis (2021), planejamentos experimentais fatoriais 2^k , são de extrema importância em processos de otimização (particularmente desse CCD – “*Central Composite Design*”) de sistema que possuem muitas variáveis; que considera pontos centrais sendo realizadas replicatas (210 segundos com 265 volts), em todos os 13 experimentos (Tabela 17) foram realizadas 5 amostras em cada, totalizando 65 amostras para cada processo de soldagem, para um melhor estudo estatístico.

A partir do estudo dos parâmetros necessários para que houvesse a manutenção do tratamento de plasma (com os valores permitidos a partir do equipamento utilizado), utilizando o software estatístico Design Expert 6.0.6, foi possível determinar todas as condições experimentais apresentadas na Tabela 17, totalizando 13 experimentos (lotes) com 6 réplicas

em cada experimento, 5 para atender o planejamento experimental e mais 1 para análise macroscópica da junta.

Tabela 17 – Parâmetros para anodização.

Lote	Tempo (s)	Potencial (V)
01	120	150
02	300	150
03	120	380
04	300	380
05	83	265
06	300	265
07	210	120
08	210	380
09	120	265
10	210	265
11	210	265
12	210	265
13	210	265

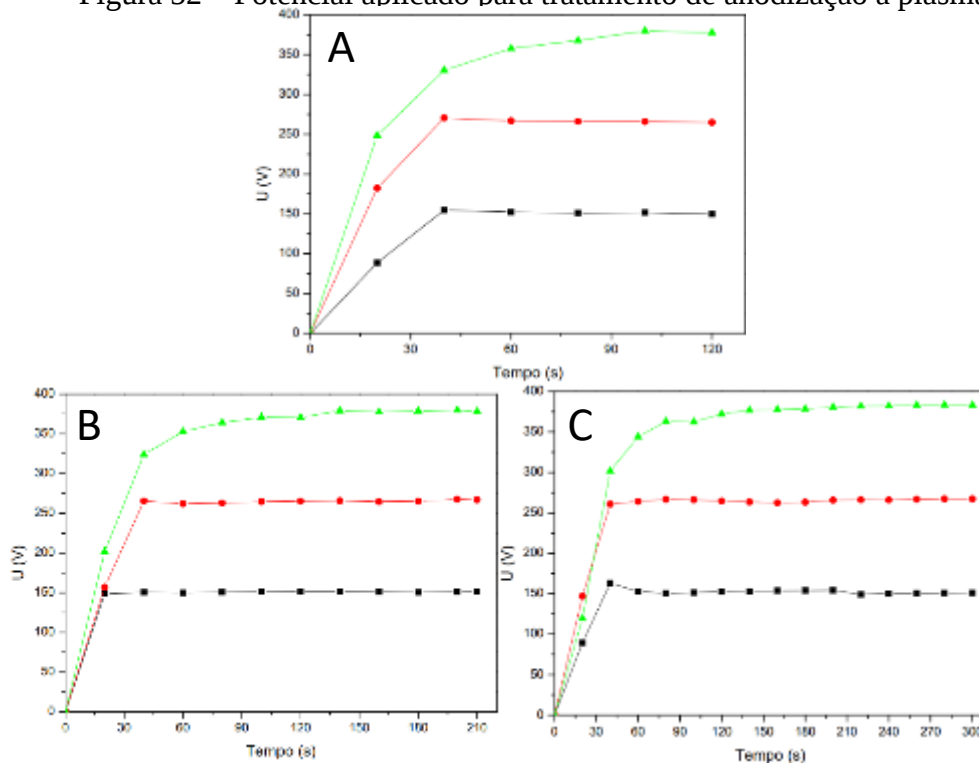
Fonte: Elaborado pelo autor.

Para garantir que o modelo planejado para realização do tratamento fosse confiável, este estudo também adotou o uso de análise de variância (ANOVA); esta análise avalia o efeito dos fatores adotados no tratamento de forma individual (REIS *et al.*, 2021; ABRAHÃO 2015).

Para a validação do modelo, podem ser empregados três testes, sendo estes: (1) análise a partir da utilização do ANOVA indicando a significância de cada fator adotado; (2) análise de correlação (R^2) e (3) ajuste, indicando a diferença entre os valores reais e os valores calculados pelo modelo.

Entre os parâmetros dos processos analisados, os que foram acompanhados em tempo real sendo filmados e dados retirados a cada 20 segundos foram o potencial e a densidade de corrente elétrica (calculada a partir da corrente elétrica no sistema dividido pela área de tratamento em cm^2), sendo os valores dos potenciais principais aplicados apresentados na Figura 52 (A, B e C).

Figura 52 – Potencial aplicado para tratamento de anodização a plasma.



Fonte: Elaborado pelo autor.

De 0 a 60 segundos, houve o desenvolvimento da camada barreira (CB) de Al_2O_3 . Esta camada é na sua maioria selada e garante boa resistência do metal base no meio em que se encontra; neste período o eletrólito utilizado possui grande influência para o aumento da espessura desta camada com o transporte de íons presentes, como abordado na literatura (YEROKHIN *et al.*, 1999; GUPTA *et al.*, 2007).

Após os 60 segundos do processo, há a manutenção do comportamento constante do potencial em relação ao tempo, favorecendo a nucleação e desenvolvimento da camada interna de óxido de alumínio, que corresponde de 60 a 80% da espessura final do revestimento final, além de fornecer resistência mecânica e tribológica ao substrato tratado; e a camada externa que possui alta densidade de poros com relação a camada interna, sendo esta camada a responsável para garantir uma boa ancoragem mecânica com os substratos de compósitos.

Nas Tabelas 18 e 19 são mostradas análises de variância, para os processos de soldagem por GLP e oxi-acetileno, avaliando os efeitos dos parâmetros de anodização (tempo e potencial), na variável resposta tensão de cisalhamento.

Pela nova análise de variância, constata-se que o modelo desenvolvido não apresenta significância, devido ao “Valor de F” serem muito baixos (0,21 e 0,60) para soldagem com

GLP e oxi-acetileno, respectivamente, além de que há a probabilidade de 94,78% e 70,48% dos defeitos valores gerados, ocorram devido a ruídos.

Tabela 18 – ANOVA para modelo quadrático da soldagem por GLP das amostras.

Fator	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Valor de F	Prob > F
Modelo	3,99	5	0,21	0,9478
Tempo	2,80	1	0,73	0,4200
Potencial	0,56	1	0,15	0,7140
Tempo²	0,05	1	0,01	0,9124
Potencial²	0,11	1	0,03	0,8702
Tempo*Potencial	0,30	1	0,08	0,7862
Residual	26,66	7	-	-
Falta de ajuste	4,91	4	0,17	0,9404
Erro Puro	21,75	3	-	-
R²	0,1302			

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 19 – ANOVA para modelo quadrático da soldagem por acetileno das amostras.

Fator	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Valor de F	Prob > F
Modelo	7,57	5	0,60	0,7048
Tempo	0,332	1	0,13	0,7348
Potencial	0,55	1	0,22	0,6564
Tempo²	6,56x10 ⁻³	1	2,59x10 ⁻³	0,9608
Potencial²	4,79	1	1,89	0,2118
Tempo*Potencial	2,25	1	0,89	0,3775
Residual	17,74	7		
Falta de ajuste	13,52	4	2,40	0,2492
Erro Puro	4,23	3		
R²	0,2991			

Fonte: Elaborado pelo autor.

Com os resultados provenientes da análise de variância, não é possível prever possíveis valores de tensão de cisalhamento entre os materiais, sendo assim, um sistema otimizado com tal sistema híbrido não seria eficaz de ser realizado.

Verificou-se como o valor de ruído alto ($\text{Prob}>F = 0,9478 = 94,78\%$) para soldagem por GLP, e ($\text{Prob}>F = 0,7048 = 70,48\%$) para soldagem oxi-acetilênica aumentam a imprevisibilidade dos valores de resistência das juntas realizadas. Pode-se inferir, que o ruído desta magnitude possa ter sido causado pelo aumento significativo do teor de sílica ou alumina silicatos, presentes nos revestimentos; sendo provenientes tanto da liga quanto do eletrólito empregado.

Sendo assim, para este estudo um modelo que melhor abrangesse os parâmetros da oxidação eletrolítica a plasma, seria um modelo cúbico (2^3), onde o terceiro fator seria a concentração do eletrólito empregado. Que assim, como abordado na literatura, possui forte influência na quantidade de íons que migram para o revestimento em formação.

6 CONCLUSÃO

Os revestimentos gerados, apresentam propriedades dielétricas, devido à queda abrupta da densidade de corrente no sistema ao longo do tempo no tratamento superficial. Os substratos tratados apresentaram variação de massa em torno de $\sim 1,16$ mg. Empregando a norma NBR 12611:2006, constatou-se que, os filmes óxidos têm espessura em média de $93,0 \mu\text{m}$; porém em alguns pontos analisados a espessura apresenta alta variabilidade (de $21,8$ a $318,2 \mu\text{m}$), sendo justificado pelo tipo de fonte empregada (DC) que possui baixo índice de controle do processo.

Os revestimentos apresentam poucas características de processo PEO, como: muita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$), que ocorrem devido ao aumento significativo de ligações Si-O; micro poros com trincas superficiais e protuberâncias esféricas. Em uma avaliação química superficial, os revestimentos óxidos, são constituídos de elementos tanto da liga AA2024-T3, como: Al, Mg, Cu, Fe; quanto do eletrólito utilizado, como: Si, Na, P.

Os processos de soldagem empregados, garantiram energia, para que a temperatura de transição vítrea da matriz polimérica, fosse atingida. Com o ensaio de Lap Shear, as juntas dos materiais apresentaram tensão de cisalhamento entre $2,6$ a $8,5$ MPa, para soldagem por GLP e $2,5$ a $7,3$ MPa, para a soldagem por oxi-acetileno.

Observou-se que, tempos maiores de tratamento superficial apresentam menores valores de tensão de cisalhamento; pode-se inferir que o aumento do teor de silício no revestimento (que aumentou juntamente com o tempo de processamento) em combinação com filmes espessos e porosos, gerou aumento da fragilidade do filme. O aumento de ligações do tipo Si-O causaram a diminuição de ligações O-H e conseqüentemente a diminuição de ligações de hidrogênio com a matriz polimérica.

Nos ensaios eletroquímicos, as amostras tratadas apresentaram menores valores de potencial de corrosão (E_{corr}); as camadas óxidas resultaram em uma proteção mais do tipo barreira com menores taxa de corrosão, entre 3,2 a 7 vezes da camada óxida nativa do substrato.

Na avaliação do modelo estatístico, nota-se um alto índice de ruído, sendo: $94,78\%$ e $70,48\%$ para as soldagens por GLP e oxi-acetileno, respectivamente. Os modelos gerados abrangem entre $13,02\%$ a $29,91\%$ do processo de tratamento superficial a plasma, mostrando que o plasma eletrolítico demanda de estudos mais aprofundados de todos os parâmetros, sendo: temperatura do eletrólito, concentração da solução empregada, corrente empregada etc.

6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Otimização do equipamento para anodização a plasma, onde seja possível o emprego de regimes elétricos AC e/ou DC, como também aplicação de maiores potenciais;
- Aplicação de modelo estatístico cúbico ou com mais variáveis, para determinação de parâmetros com maior efeito sobre a anodização a plasma;
- Estudo com outros métodos de soldagem, como: laser, resistência elétrica, plasma; visando o melhor processo custo/benefício.
- Emprego de outras ligas, tais como Al, Ti, Mg para soldagem com material compósito termoplástico, avaliando possíveis aplicações industriais.

6.2 PRODUÇÕES CIENTÍFICAS GERADAS

- [1] LUCAS, Rafael R. *et al.* Characterization of oxide coating grown by plasma electrolytic oxidation (PEO) at different times on aluminum alloy AA2024-T3. **MRS Communications**, [S.L.], v. 12, n.2, p.xxx-xxx, março 2022. The Materials Research Society. <https://doi.org/10.1557/s43579-022-00174-9>.
- [2] LUCAS, Rafael R. *et al.* Applicability of AA2024-T3 treated by Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) in hybrid structure joined with PEI/Fiberglass. **Applied Composite Materials**, [S.L.], v. xx, n. xx, p.xxx-xxx. The Materials Research Society. Submetido.
- [3] **“Análise do efeito da anodização convencional na resistência à corrosão da liga AA 2024”**. Resumo Expandido. XIII Simpósio de Tecnologia, Fatec Pindamonhangaba (2020).
- [4] **“Efeito da soldagem por GLP na resistência a corrosão da liga AA 2024-T3 anodizada e unida com compósito polimérico”**. Resumo Expandido. XIII Simpósio de Tecnologia, Fatec Pindamonhangaba (2020).
- [5] **“Espectroscopia no infravermelho de alumina depositada via oxidação eletrolítica a plasma na liga AA2024-T3”**. Resumo Expandido. III EngMatCon (2021). ISBN: 978-65-89908-00-5.
- [6] **“Estudo e avaliação morfológica de alumina depositada via PEO em liga AA 2024-T3”**. Resumo. II CoBICET (2021). ISSN: 2764-0582
- [7] **“Development of the Oxyacetylene Welding Process for PEI/Glass Fiber Laminates”**. Welding Journal 100 (2021) 142-149. Doi: 10.2939/2021.100.012.
- [8] **“Análise da espessura e rugosidade de revestimento óxido crescido por oxidação eletrolítica a plasma sobre a liga AA2024-T3”**. Resumo Expandido. V Workshop de engenharia mecânica e de produção. UNESP/FEG (2021).
- [9] **“Evaluation of x-ray diffractometry in alumina grown on AA2024-T3 assisted by plasma electrolytic oxidation”**. Apresentação. XLII CBrAVIC (2021).

REFERÊNCIAS

- ABRAHÃO, A. B. R. M. *et al.* Avaliação dos parâmetros tempo, corrente e pressão na soldagem por resistência elétrica de compósitos PEI/fibras contínuas: influência na resistência mecânica. **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 20, n. 2, p. 530-543, jun. 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620150002.0053>. Acesso em: 15 jun. 2020.
- ABRAHÃO, A. B. R. M. **Otimização do processo de soldagem por resistência elétrica em compósitos PEI/fibras contínuas para aplicações aeronáuticas**. 2015. 200 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/127942>. Acesso em: 15 jun. 2020.
- ALIASGHARI, S. *et al.* Influence of coating morphology on adhesive bonding of titanium pre-treated by plasma electrolytic oxidation. **Surface And Coatings Technology**, Laussane, v. 289, p. 101-109, 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.01.042>. Acesso em: 14 jun. 2020.
- AMANCIO-FILHO, S. T. Rebitagem por fricção: propriedades térmicas e mecânicas. **Soldagem & Inspeção**, Rio de Janeiro, v. 16, n. 4, p. 396-404, 2011. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s0104-92242011000400011>. Acesso em: 14 jun. 2020.
- ANTÔNIO, C. A. **Deposição de filmes por plasma eletrolítico em ligas de alumínio**. 2011. 96 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais) – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Sorocaba, 2011. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/88448>. Acesso em: 15 mar. 2020.
- BARBOSA, B. A. *et al.* Estudo de recobrimentos de silicato e aluminato obtidos por oxidação por plasma eletrolítico em liga de alumínio. **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 24, n. 1, p. 1-9, 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620190001.0620>. Acesso em: 20 jan. 2021.
- BÁRDOS, L. *et al.* Cold atmospheric plasma: sources, processes, and applications. **Thin Solid Films**, Laussane, v. 518, n. 23, p. 6705-6713, 2010. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2010.07.044>. Acesso em: 20 jan. 2021.
- BISCARO, R. S. *et al.* Estudo reológico de tintas de poliuretano contendo PAni-DBSA aplicadas como materiais absorvedores de microondas (8-12 GHz). **Polímeros**, São Carlos, v. 12, n. 4, p. 318-327, 2002. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s0104-14282002000400016>. Acesso em: 25 fev. 2021.
- BOSTA, M. M. S. *et al.* Influence of electrolyte temperature on properties and infrared emissivity of MAO ceramic coating on 6061 aluminum alloy. **Infrared Physics & Technology**, Exeter, v. 67, p. 63-72, 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.infrared.2014.07.009>. Acesso em: 12 jan. 2021.
- CALTABIANO, P. C. R. O. **Caracterização morfológica e microestrutural da Liga AA7075 por microscopia correlativa e Processamento digital de imagens**. 2016. 121 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá,

Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/147994>. Acesso em: 20 jan. 2021.

CAMPANELLI, L. C. *et al.* Soldagem por ponto no estado sólido de ligas leves. **Soldagem & Inspeção**, Rio de Janeiro, v. 16, n. 3, p. 301-307, 2011. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s0104-92242011000300011>. Acesso em: 20 jan. 2021.

CANGEMI, J. M. *et al.* Study of the biodegradation of a polymer derived from castor oil by scanning electron microscopy, thermogravimetry and infrared spectroscopy. **Polímeros**, São Carlos, v. 16, n. 2, p. 129-135, 2006. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s0104-14282006000200013>. Acesso em: 12 out. 2021.

CASTRO, A. H. R. *et al.* Deposition of thin films using argon/acetylene atmospheric pressure plasma jet. **Surface And Coatings Technology**, Laussane, v. 312, p. 13-18, 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.07.036>. Acesso em: 20 jan. 2021.

CINTRA, I. L. R. *et al.* Caracterização de juntas de compósitos pei/fibra de carbono submetidos a condicionamentos ambientais. **Cimatech**, São José dos Campos, v. 1, n. 6, p. 138-149, 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.37619/issn2447-5378.v1i6.210.138-149>. Acesso em: 20 fev. 2021.

CIOFFI, M.O.H. *et al.* Surface energy increase of oxygen-plasma-treated PET. **Materials Characterization**, New York, v. 50, n. 2-3, p. 209-215, 2003. Disponível em: [http://dx.doi.org/10.1016/s1044-5803\(03\)00094-9](http://dx.doi.org/10.1016/s1044-5803(03)00094-9). Acesso em: 20 fev. 2021.

CORREIA, S. *et al.* Effect of surface treatment on adhesively bonded aluminium-aluminium joints regarding aeronautical structures. **Engineering Failure Analysis**, Oxford, v. 84, p. 34-45, 2018. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfailanal.2017.10.010>. Acesso em: 25 fev. 2021.

COBOS, A. **Estudo da descarbonetação durante a sinterização por plasma de aço carbono**. 2003. 83 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/84835/196652.pdf?sequence=1>. Acesso em: 15 jan. 2022.

CODARO, E. N. **Estudo da corrosão em ligas de alumínio utilizadas na indústria aeronáutica**. 2006. 200 f. Tese (Livre-Docência) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Guaratinguetá, 2006. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/116075>. Acesso em: 20 jan. 2022.

CONSTANTINO, V. R. L. *et al.* Preparação de compostos de alumínio a partir da bauxita: considerações sobre alguns aspectos envolvidos em um experimento didático. **Química Nova**, São Paulo, v. 25, n. 3, p. 490-498, 2002. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422002000300024>. Acesso em: 15 jul. 2021.

DEHNAVI, V. *et al.* Effect of duty cycle and applied current frequency on plasma electrolytic oxidation (PEO) coating growth behavior. **Surface And Coatings Technology**, Laussane, v.

226, [s.n.] p. 100-107, 2013. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.03.041>. Acesso em: 20 set. 2020.

DUARTE, L. C. *et al.* Aplicações de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sistema de energia dispersiva (EDS) no estudo de gemas exemplos brasileiros. **Pesquisas em Geociências**, Porto Alegre, v. 30, n. 2, p. 3-15, 2003. Disponível em: <http://hdl.handle.net/10183/22602>. Acesso em: 20 nov. 2021.

DUBÉ, M. *et al.* Current leakage prevention in resistance welding of carbon fibre reinforced thermoplastics. **Composites Science And Technology**, Barking, v. 68, n. 6, p. 1579-1587, 2008. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.09.008>. Acesso em: 14 dez. 2021.

DUNLEAVY, C. S. *et al.* Characterisation of discharge events during plasma electrolytic oxidation. **Surface And Coatings Technology**, Laussane, v. 203, n. 22, p. 3410-3419, 2009. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.05.004>. Acesso em: 20 dez. 2020.

ERFANIFAR, E. *et al.* Growth kinetics and morphology of plasma electrolytic oxidation coating on aluminum. **Materials Chemistry And Physics**, Laussane, v. 185, p. 162-175, 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2016.10.019>. Acesso em: 20 out. 2020.

FARIA, R. V. F. **Utilização do método de elementos finitos estendido para a previsão de resistência de juntas híbridas em T**. 2018. 144 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto, 2018. Disponível em: <http://hdl.handle.net/10400.22/12703>. Acesso em: 20 jan. 2022.

FATIMAH, S. *et al.* Development of anti-corrosive coating on AZ31 Mg alloy subjected to plasma electrolytic oxidation at sub-zero temperature. **Journal of Magnesium and Alloys**, v. xx, p. 1-15, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jma.2021.07.013>. Acesso em: 20 jun. 2021.

GAO, H. *et al.* Effect of Na₂SiO₃ solution concentration of micro-arc oxidation process on lap-shear strength of adhesive-bonded magnesium alloys. **Applied Surface Science**, Amsterdam, v. 314, p. 447-452, 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/doi:10.1016/j.apsusc.2014.06.117>. Acesso em: 15 jan. 2021.

GIANELLI, B. F. **Avaliação de ciclo de vida comparativa dos processos de anodização e oxidação eletrolítica com plasma de liga de alumínio**. 2014. 120 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais) – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Sorocaba, 2014. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/110888>. Acesso em: 10 jan. 2021.

GOES, J. R. *et al.* Avaliação da potencialidade de argilas da formação geológica Calumbi e Riachuelo em Sergipe para aplicação em revestimento cerâmico. **Cerâmica**, São Paulo, v. 60, n. 354, p. 211-217, 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132014000200008>. Acesso em: 14 jan. 2021.

GROS, E. *et al.* Determining confounding sensitivities in eddy current thin film measurements. **Aip Conference Proceedings**, New York, p. 110021-110028, 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1063/1.4974680>. Acesso em: 12 fev. 2022.

GUADAGNIN, H. C. **Corrosion resistance study of AA2524 anodized in sulphuric-tartaric acid and sealed with hybrid coatings**. 2017. 239 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3137/tde-20072017-152947/en.php>. Acesso em: 6 mar. 2020.

GUPTA, P. *et al.* Electrolytic plasma technology: science and engineering.:an overview. **Surface And Coatings Technology**, Laussane, v. 201, n. 21, p. 8746-8760, 2007. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.11.023>. Acesso em: 12 mar. 2020.

HUANG, Q. *et al.* Corrosion-resistant plasma electrolytic oxidation coating modified by Zinc phosphate and self-healing mechanism in the salt-spray environment. **Surface And Coatings Technology**, Laussane, v. 384, p. 125321, 2020. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.125321>. Acesso em: 25 jun. 2021.

JIANG, J. *et al.* Effect of cold plasma treatment on seed germination and growth of wheat. **Plasma Science And Technology**, Beijing, v. 16, n. 1, p. 54-58, 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1088/1009-0630/16/1/12>. Acesso em: 12 jan. 2021.

KHAN, S. *et al.* Experimental and numerical lifetime assessment of Al 2024 sheet. **International Journal Of Fatigue**, Guildford, v. 37, p. 112-122, 2012. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2011.09.010>. Acesso em: 25 out. 2021.

KODAIRA, F. V. P. **Filmes finos depositados pela técnica de implantação iônica por imersão em plasma e deposição (IIIPD), utilizando o monômero HMDSN e os gases argônio, hélio e nitrogênio**. 2016. 65 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Guaratinguetá, 2016. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/137791>. Acesso em: 17 out. 2020.

LAZARINOS, J. G. C. **Tratamento de revestimentos gastos de cuba eletrolítica da indústria de alumínio**. 2017. 151 f. Dissertação (Mestrado em engenharia de materiais) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017. Disponível em: http://www.maxwell.vrac.puc-rio.br/10023/10023_1.PDF. Acesso em: 22 nov. 2020.

LEE, W. *et al.* Porous anodic aluminum oxide: anodization and templated synthesis of functional nanostructures. **Chemical Reviews**, Washington, v. 114, n. 15, p. 7487-7556, 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1021/cr500002z>. Acesso em: 15 jan. 2021.

LIU, F.C.; LIAO, J.; NAKATA, K. Joining of metal to plastic using friction lap welding. **Materials & Design**, Surrey, v. 54, p. 236-244, 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2013.08.056>. Acesso em: 26 nov. 2020.

LOPEZ-GARRITY, O. *et al.* Corrosion inhibition of aluminum alloy 2024-T3 by praseodymium chloride. **Corrosion**, Oxford, v. 70, n. 9, p. 928-941, 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.5006/1244>. Acesso em: 21 dez. 2021.

- LU, C. *et al.* Influence of surface microstructure on tribological properties of PEO-PTFE coating formed on aluminum alloy. **Surface And Coatings Technology**, Laussane, v. 364, p. 127-134, 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.02.064>. Acesso em: 20 set. 2020.
- LUCAS, R. R.; GONÇALVES, L. L.; SNATOS, D. C. R. Morphological and chemical characterization of oxide films produced by plasma anodization of 5052 aluminum alloy in solution containing sodium silicate and sodium phosphate. **Revista Brasileira de Aplicações no Vácuo**, Rio de Janeiro, v. 39, n. 1, p. 33-41, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.17563/rbav.v39i1.1154>. Acesso em: 20 jun. 2020.
- LUNA, C. B. B. *et al.* Influência do envelhecimento termo-oxidativo nas propriedades mecânicas e de amarelamento de blendas de poliestireno com borracha reciclada de estireno-butadieno (SBR). **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 24, n. 3, p. 1-13, 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620190003.0729>. Acesso em: 15 set. 2021.
- MADSHUS, S. **Thermal reactivity and structure of carbonized binder pitches**. 2005. 131 f. Tese (Doutorado em engenharia de materiais) – Fakultet For Naturvitenskap (Uspesifisert), Trondheim, 2005. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11250/244500>. Acesso em: 15 fev. 2022.
- MOHAMMADI, I. *et al.* Cerium/diethyldithiocarbamate complex as a novel corrosion inhibitive pigment for AA2024-T3. **Scientific Reports**, v. 10, n. 1, p. 1-15, 2020. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1038/s41598-020-61946-8>. Acesso em: 15 abr. 2021.
- MASCAGNI, D. B. T. **Estudo das propriedades de barreira de filmes depositados a plasma sobre a liga de alumínio 2024**. 2009. 137 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais) – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Sorocaba, 2009. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/88366>. Acesso em: 5 abr. 2020.
- MELHEM, A. *et al.* Changes induced by process parameters in oxide layers grown by the PEO process on Al alloys. **Surface And Coatings Technology**, Laussane, v. 205, p. 133-136, 2011. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.01.046>. Acesso em: 20 ago. 2021.
- M'SAOUBI, R. *et al.* High performance cutting of advanced aerospace alloys and composite materials. **Cirp Annals**, v. 64, n. 2, p. 557-580, 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cirp.2015.05.002>. Acesso em: 20 abr. 2021.
- MUI, T. S. M. **Influência de tratamentos a plasma na resistência à corrosão e na propriedade de adesão de uma camada protetiva sobre a superfície de ligas de alumínio**. 2016. 117 f. Dissertação (Mestrado em engenharia mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Guaratinguetá, 2016. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/136178>. Acesso em: 20 mar. 2020.
- NAGATSUKA, K. *et al.* Direct joining of carbon-fiber-reinforced plastic to an aluminum alloy using friction lap joining. **Composites Part B: Engineering**, v. 73, p. 82-88, 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.12.029>. Acesso em: 20 abr. 2021.

NISHIME, T. M. C. **Jato de plasma frio em pressão atmosférica para tratamento de materiais e esterilização**. 2015. 112 f. Dissertação (Mestrado em Física) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Guaratinguetá, 2015. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/132036>. Acesso em: 15 abr. 2020.

OLIVEIRA, C. R. **Alteração das propriedades superficiais do alumínio via eletrólise e plasma**. 2010. 122 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de materiais) – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Bauru, 2010. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/88487>. Acesso em: 20 jun. 2020.

OLIVEIRA, V. S. *et al.* Development of the oxyacetylene welding process for PEI/glass fiber laminates. **Welding Journal**, Miami, v. 100, n. 4, p. 142-149, 2021. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.29391/2021.100.012>. Acesso em: 15 out. 2021.

PAIVA, S. R. **Efeito da anisotropia na propagação de deformação induzida em ligas AA2024 termicamente tratadas**. 2018. 95 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Guaratinguetá, 2015. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/152874>. Acesso em: 10 jan. 2022.

PEREZ, J. C. G. **Avaliação do processo de deposição superficial por atrito em liga de alumínio AA6351-T6 sobre substrato de liga de alumínio AA5052-H32**. 2016. 125 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2016. Disponível em: <https://tede2.uepg.br/jspui/handle/prefix/1474>. Acesso em: 12 jun. 2021.

PRYOR, G. **Utilizing Unmanned Aerial Vehicles (UAVs) for the Estimation of Beam Corrosion of Steel Bridge Girders**. 2021. 134 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – University of Massachusetts Amherst, Amherst/USA, 2021. Disponível em: https://scholarworks.umass.edu/masters_theses_2/1021/. Acesso em: 10 out. 2021.

QUARESIMIN, M.; RICOTTA, M. Fatigue behaviour and damage evolution of single lap bonded joints in composite material. **Composites Science And Technology**, Laussane, v. 66, n. 2, p. 176-187, 2006. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.04.026>. Acesso em: 15 nov. 2020.

QIU, X. *et al.* Effects of dissimilar alumina particulates on microstructure and properties of cold-sprayed alumina/A380 composite coatings. **Acta Metallurgica Sinica (English Letters)**, v. 32, n. 12, p. 1449-1458, 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1007/s40195-019-00917-z>. Acesso em: 15 jan. 2021.

RANGEL, E. C. **Implantação iônica em filmes finos depositados por PECVD**. 1999. 144 f. Tese (Doutorado em Ciências) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1999. Disponível em: <https://core.ac.uk/works/96360607>. Acesso em: 10 fev. 2022.

REIS, J. F. *et al.* Estudo da soldagem por oxi-combustível (OCW) para a junção híbrida de compósito pei/fibra de vidro e alumínio 2024. **CiMATech**, São José dos Campos, v. 1, n. 5,

p. 1-10, 2018. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.21452/issn2447-5378.v1i5.2018p.6230>. Acesso em: 10 jun. 2020.

REIS, J. F. *et al.* Feasibility study of the Oxy Fuel Gas Welding (OFW) process in AA2024-T3 and GF/PEI composite hybrid joint. **Welding In The World**, London, v. 65, n. 6, p. 1145-1160, 2021. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1007/s40194-021-01091-6>. Acesso em: 15 maio 2021.

REZENDE, M. C. Fractografia de compósitos estruturais. **Polímeros**, São Carlos, v. 17, n. 3, p. 4-11, 2007. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1590/s0104-14282007000300003>. Acesso em: 12 jun. 2020.

SABOROWSKI, E. *et al.* Nickel-aluminum thermal spray coatings as adhesion promoter and susceptor for inductively joined polymer-metal hybrids. **Polymers**, v. 13, n. 8, p. 1320, 2021. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.3390/polym13081320>. Acesso em: 10 jan. 2022.

SALEM, R. E. P.; CHINELATTO, A. S. A.; CHINELATTO, A. L. Síntese de pós de alumina por meio de um método Pechini modificado com adição de sementes em diferentes atmosferas de calcinação. **Cerâmica**, São Paulo, v. 60, n. 353, p. 108-116, 2014. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132014000100016>. Acesso em: 12 ago. 2020.

SANTOS, A. L. **Estudo da modificação superficial de fibras de carbono por meio de tratamentos a plasma para o aumento da adesão na interface de compósitos fibra de carbono/PPS**. 2015. 155 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Guaratinguetá, 2015. Disponível em: <https://hdl.handle.net/11449/123292>. Acesso em: 15 dez. 2021.

SILVA, L. F. M.; CARBAS, R.; MARQUES, E. **Problemas e trabalhos práticos de juntas adesivas estruturais**. Porto: Publindústria, Edições Técnicas, 2017.

SHORE, D. *et al.* Adhesive bond strength of PEO coated AA6060-T6. **Surface And Coatings Technology**, Laussane, v. 428, p. 127898, 2021. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127898>. Acesso em 15 jan. 2022.

SILVA, V. S. P. *et al.* Desenvolvimento de tecnologia capaz de identificar choques mecânicos de alta energia em helicópteros. **Brazilian Journal Of Development**, v. 6, n. 8, p. 57594-57616, 2020. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.34117/bjdv6n8-245>. Acesso em: 15 out. 2021.

SÔNEGO, M. *et al.* Chemical changes in polyetherimide (PEI) joined by friction-based injection clinching joining (F-ICJ) technique. **Aip Conference Proceedings**, New York, v. 1779, n. 1, p. 1-5, 2016. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1063/1.4965539>. Acesso em: 14 set. 2020.

SOTOMONTE, S. F.; PINZON, C. B.; VERGARA, S. G. Growth of PEO ceramic coatings on AA 2024-T3 aluminium alloy. **Journal Of Physics: Conference Series**, v. 687, p. 012037, 2016. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/687/1/012037>. Acesso em: 2 fev. 2021.

SRINIVASAN, P. B. *et al.* Dry sliding wear behaviour of plasma electrolytic oxidation coated AZ91 cast magnesium alloy. **Wear**, Lausanne, v. 266, n. 11, p. 1241-1247, 2009. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2009.03.013>. Acesso em: 10 nov. 2021.

STOJADINOVIĆ, S. *et al.* Spectroscopic investigation of Direct Current (DC) plasma electrolytic oxidation of zirconium in citric acid. **Applied Spectroscopy**, Baltimore, v. 68, n. 1, p. 101-112, 2014. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1366/13-07198>. Acesso em: 20 ago. 2020.

TANG, Y. *et al.* The influences of duty cycle on the bonding strength of AZ31B magnesium alloy by microarc oxidation treatment. **Surface And Coatings Technology**, Lausanne, v. 205, n. 6, p. 1789-1792, 2010. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.05.016>. Acesso em: 17 dez. 2021.

TAVARES, M. M. **Oxidação por plasma eletrolítico em superfícies de Alumínio comercial**. 2018. 82 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Semi-árido. Mossoró, 2018. Disponível em: <https://repositorio.ufersa.edu.br/handle/prefix/4481>. Acesso em: 12 jun. 2021.

TIAMIYU, A. A. *et al.* The influence of temper condition on adiabatic shear failure of AA 2024 aluminum alloy. **Materials Science And Engineering: A**, v. 708, p. 492-502, 2017. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.10.026>. Acesso em: 15 nov. 2020.

TSAL, D. S.; CHOU, C. C. Review of the soft sparking issues in plasma electrolytic oxidation. **Metals**, v. 8, n. 2, p. 105, 2018. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.3390/met8020105>. Acesso em: 15 out. 2020.

VON WOEDTKE, T. *et al.* Plasmas for medicine. **Physics Reports**, Amsterdam, v. 530, n. 4, p. 291-320, 2013. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1016/j.physrep.2013.05.005>. Acesso em: 7 out. 2021.

WAGNER, H. E. *et al.* The barrier discharge: basic properties and applications to surface treatment. **Vacuum**, London, v. 71, n. 3, p. 417-436, 2003. Disponível em: [https://dx.doi.org/10.1016/s0042-207x\(02\)00765-0](https://dx.doi.org/10.1016/s0042-207x(02)00765-0). Acesso em: 15 mar. 2021.

WILSON, J. C. Avelar-Batista *et al.* Tartaric acid cross-contamination in post-cascade rinses after sulphuric acid anodising (SAA): effect on adhesive bond strength of AA6060-T6 alloy. **International Journal Of Adhesion And Adhesives**, Guildford, v. 81, p. 30-35, 2018. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.11.004>. Acesso em: 15 nov. 2021.

WOLYNEC, S. **Técnicas eletroquímicas em corrosão**. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 2013.

YEROKHIN, A. L. *et al.* Plasma electrolysis for surface engineering. **Surface And Coatings Technology**, Lausanne, v. 122, n. 2, p. 73-93, 1999. Disponível em: [https://dx.doi.org/10.1016/s0257-8972\(99\)00441-7](https://dx.doi.org/10.1016/s0257-8972(99)00441-7). Acesso em: 5 mar. 2020.

ZANGRANDI, A. **Alumínio e suas ligas: fundamentos metalúrgicos e tecnológicos**. Lorena: Gráfica & Editora Santa Teresa, 2008.

ZHANG, G. *et al.* Active corrosion protection by a smart coating based on a MgAl-layered double hydroxide on a cerium-modified plasma electrolytic oxidation coating on Mg alloy AZ31. **Corrosion Science**, Oxford, v. 139, p. 370-382, 2018. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2018.05.010>. Acesso em: 15 dez. 2020.

APÊNDICE A – Valores de espessura (em μm) dos revestimentos obtidos pela técnica de correntes parasitas (Eddy Current) seguindo norma NBR 12610:2010.

Lote	Medições Realizadas														
	01	02	03	04	05	06	07	08	09	10	11	12	13	14	15
01	0,1	0,8	0,7	0,3	0,7	0,7	1,6	1,3	1,4	1,4	0,7	0,8	1,5	0,8	0,4
02	1,2	0,4	0,3	0,1	0,2	0,5	0,4	0,1	0,1	1,3	1,6	0,3	0,4	1,1	0,7
03	0,9	0,3	1,0	2,6	1,7	1,3	1,3	0,3	0,2	0,1	1,0	1,0	1,0	0,2	0,9
04	0,3	0,8	0,8	0,1	1,4	0,5	0,6	0,4	1,1	0,3	1,0	0,2	0,7	1,1	0,6
05	0,2	1,8	1,9	0,3	0,4	0,1	0,3	0,3	0,5	0,7	0,7	0,7	0,7	0,8	0,6
06	0,7	0,1	0,7	0,1	0,1	0,7	0,8	0,8	0,7	0,4	0,4	0,7	0,8	0,7	0,6
07	1,1	1,0	1,0	0,5	0,4	1,3	1,1	1,3	1,0	0,9	0,9	1,0	1,0	0,2	1,0
08	0,1	0,1	1,0	1,6	1,8	0,2	0,7	0,6	0,1	1,3	3,2	1,5	2,1	0,9	1,3
09	0,4	0,3	0,4	0,4	0,1	0,2	0,3	0,3	0,4	0,4	0,3	0,4	0,4	0,4	0,5
10	0,5	0,3	0,6	0,2	0,2	0,4	1,1	0,2	0,4	0,1	0,8	0,2	0,1	0,6	0,2

APENDICE B – Valores obtidos a partir dos ensaios de “Lap Shear” das amostras soldadas por GLP.

Lote		Ensaio realizado			
01	3,36	5,61	6,94	F	F
02	F	5,68	2,33	F	F
03	4,89	F	F	3,42	F
04	F	2,12	1,88	2,93	8,97
05	7,0	7,0	3,0	5,0	F
06	F	0,61	5,62	7,54	4,51
07	6,59	7,07	6,98	3,44	4,55
08	F	9,75	2,92	6,6	1,37
09	5,28	F	11,02	6,65	5,82
10	F	4,17	2,45	0,76	2,95
11	9,83	8,33	8,82	8,42	7,07
12	6,39	1,88	0,84	F	F
13	5,41	4,46	4,88	5,27	3,22

F = Falha antes ou durante ensaio mecânico.

APÊNDICE C – Valores obtidos a partir dos ensaios de “Lap Shear” das amostras soldadas por Oxi-acetileno.

Lote		Ensaio realizado			
01	F	3,69	5,04	7,10	5,46
02	5,91	5,93	0,44	F	F
03	10,3	3,93	F	5,75	F
04	2,49	F	F	F	F
05	4,58	4,47	5,92	5,4	5,23
06	F	0,1	10,55	5,4	F
07	5,9	F	3,81	7,30	F
08	6,88	F	7,07	4,72	F
09	F	5,65	7,63	F	F
10	5,45	2,76	4,92	5,62	F
11	F	6,35	6,99	F	F
12	6,87	4,66	4,8	F	F
13	5,97	8,28	6,9	7,94	F

F = Falha antes ou durante ensaio mecânico.

ANEXO A – Ficha técnica do laminado PEI/Fibra de Vidro da empresa Toray Advanced Composites (Subsidiária da Tencate Composites).

Toray Cetex® TC1000 Design PEI

TORAY

Toray Advanced Composites

PRODUCT DATA SHEET

DESCRIPTION

Toray Cetex® TC1000 Design is a cost-effective, high-end thermoplastic composite, utilizing the amorphous PEI polymer for outstanding toughness and an inherently outstanding fire, smoke, and toxicity performance (< 15/15 OSU).

Mainly used in customer-qualified aircraft interior applications, Toray Cetex® TC1000 Design is a versatile material that guarantees efficient part production (< 3 minutes per cycle) at consistent quality. When used as a facesheet for sandwich panels, it results in a superior bond and an excellent surface quality without postprocessing. Toray Cetex® TC1000 Design performs exceptionally well in surface processes like bonding and coating.

Toray Cetex® Design is also an ideal choice for other applications with demanding fire performance requirements such as rail interiors. The material performs excellent in the most stringent categories of the European EN45545-2 standard.

Toray Cetex® TC1000 Design is available as a fabric prepreg, but is typically supplied in pre-consolidated reinforced thermoplastic laminates (RTLs) of varying thicknesses and lay-ups. Laminates and prepregs are available in gray, black, cream white, and natural (amber) resin colors. Additional colors are available upon request.

FEATURES

- Ideal for customer-qualified design programs
- Excellent FST performance (OSU < 15/15)
- Rapid processing with cycle times < 3 minutes
- Very low moisture absorption
- Range of surface textures available from gloss, matt, and anti-slip
- Broader color palette to include gray, black, cream white, and amber. Additional colors available upon request
- Good chemical resistance
- Indefinite shelf life at ambient temperature storage

PRODUCT TYPE

PEI (PolyEtherImide) Thermoplastic Resin System

TYPICAL APPLICATIONS

- Aircraft interiors: seat shells, ducting channels, galleys, trolleys
- Rail interiors
- Facesheets for structural sandwich panels
- Multiple material assemblies

TYPICAL NEAT RESIN PROPERTIES

Density (specific gravity)	1.27 g/cm³ (79.2 lb/ft³)
T _g (glass transition)	217°C (423°F)
T _m (melt)	N/A (amorphous)
T _p (processing)	320–350°C (610–660°F)

PHYSICAL PROPERTIES

Property	8 Harness Satin (EC9 Glass Woven Prepreg)	5 Harness Satin (FT300B Carbon Woven Prepreg)	Plain Weave (FT300B Carbon Woven Prepreg)
Fiber areal weight (FAW)	300 g/m² (8.85 oz/yd²)	280 g/m² (8.26 oz/yd²)	200 g/m² (5.90 oz/yd²)
Weight per ply (PAW)	450 g/m² (13.27 oz/yd²)	484 g/m² (14.27 oz/yd²)	346 g/m² (10.20 oz/yd²)
Resin content by weight (RC)	33%	42%	42%
Consolidated ply thickness (CPT)	0.24 mm (0.0094")	0.32 mm (0.0127")	0.23 mm (0.0091")
Density	1.91 g/cm³ (118.9 lb/ft³)	1.51 g/cm³ (93.95 lb/ft³)	1.51 g/cm³ (93.95 lb/ft³)
For the availability of other reinforcements, please contact Toray Advanced Composites			

MECHANICAL PROPERTIES

EC9 Glass 300gsm FAW 8HS Woven Fabric Reinforced Laminate 33% RC				
Property	Condition	Test Method	Result	
Tensile Strength 0°	RTD	EN2747-3	516 MPa	75 ksi
Tensile Modulus 0°	RTD	EN2747-3	25.0 GPa	3.6 Msi
Tensile Strength 90°	RTD	EN2747-3	442 MPa	64 ksi
Tensile Modulus 90°	RTD	EN2747-3	24.2 GPa	3.5 Msi
Compression Strength 0°	RTD	ASTM D 6641	613 MPa	89 ksi
Compression Modulus 0°	RTD	ASTM D 6641	29.2 GPa	4.2 Msi
Compression Strength 90°	RTD	ASTM D 6641	490 MPa	71 ksi
Compression Modulus 90°	RTD	ASTM D 6641	27.6 GPa	4.0 Msi
Flexural Strength 0°	RTD	ISO 178	781 MPa	113 ksi
Flexural Modulus 0°	RTD	ISO 178	24.5 GPa	3.6 Msi
Flexural Strength 90°	RTD	ISO 178	617 MPa	89 ksi
Flexural Modulus 90°	RTD	ISO 178	22.2 GPa	3.2 Msi
Data generated from a limited dataset Fabric style /361 50% fiber by volume (Vf) Room Temperature Dry (RTD) at 23°C (73°F)				

ANEXO B – Composição química da liga AA2024-T3 da fornecedora VBT- Viner Brasil Tecnologia.

	2024
Treatamento térmico	T351
Densidade, g/cm ³	2,78
Composição química, %	
Al	balanço
Cr	≤0,10
Cu	3,80-4,90
Fe	≤0,50
Mg	1,20-1,80
Mn	0,30-0,90
Outros, cada	≤0,05
Outros, total	≤0,15
Si	≤0,50
Ti	≤0,15
Zn	≤0,25
Propriedades mecânicas	
Resistência a tração, MPa	440
Resistência de escoamento, MPa	290
Alongamento na ruptura, %	18
Medidas, mm	Chapas: 1,0-4,50