

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
ENGENHARIA MECÂNICA

GABRIEL DOS SANTOS RODRIGUES

**ANÁLISE DE TÉCNICAS PARA MEDIR A ESPESSURA DE
FILME DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO OBTIDO POR ANODIZAÇÃO**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

GUARAPUAVA

2019

GABRIEL DOS SANTOS RODRIGUES

**ANÁLISE DE TÉCNICAS PARA MEDIR A ESPESSURA DE
FILME DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO OBTIDO POR ANODIZAÇÃO**

Trabalho de Conclusão de Curso 4
apresentado como requisito à obtenção
do título de Bacharel em Engenharia
Mecânica, do Departamento de
Engenharia Mecânica, da Universidade
Tecnológica Federal do Paraná.

Orientador: Prof.^a Dr.^a Sílvia do
Nascimento Rosa

GUARAPUAVA

2019



TERMO DE APROVAÇÃO

Trabalho de Conclusão de Curso

ANÁLISE DE TÉCNICAS PARA MEDIR A ESPESSURA DE FILME DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO OBTIDO POR ANODIZAÇÃO

GABRIEL DOS SANTOS RODRIGUES

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi apresentado no dia 12 de julho de 2019 como requisito parcial para a obtenção do título de bacharel em ENGENHARIA MECÂNICA, pela Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Prof^a. Dr^a. Silvia do Nascimento Rosa
Orientadora

Prof. Dr. Rolf de Campos Intema
Membro titular

Prof. Ms. João Paulo Gabre Ferreira
Membro titular

A Folha de Aprovação assinada encontra-se na Coordenação do Curso.

AGRADECIMENTOS

Provavelmente nem todos que contribuíram com esse trabalho estarão aqui. De toda forma, desde já agradeço a participação de todos aqueles que contribuíram, seja direta ou indiretamente para essa fase final de minha vida onde concluo mais um ciclo.

Primeiramente gostaria de agradecer a minha orientadora, Prof^a Dr^a Silvia Rosa, sem ela o trabalho não chegaria nem perto de ter sido concluído, graças a sua sabedoria e vontade de correr atrás das coisas para que o trabalho fosse feito, ele chegou onde deveria chegar.

Gostaria de deixar meu reconhecimento aos meus amigos, que me ajudaram na preparação das amostras, Yuji de Araújo Takahashi e Pedro Igor Fernandes Boa Sorte. Sem a ajuda deles, o custo e o tempo para realizar o trabalho teria sido bastante estendido e provavelmente não seria concluído a tempo.

Deixo também um obrigado para a minha família que sempre me apoiou nos tempos de universidade, inclusive nesse último semestre do curso onde eu estava apertado com o estágio, o TCC e a autoescola.

Gostaria de agradecer às instituições que me deram auxílio através de concessões, doações e flexibilidade. A empresa Metalúrgica Frenobrás pela doação da liga de alumínio. O apoio financeiro recebido pelo edital da DIRPPG campus Guarapuava, no início da pesquisa deste tema, que possibilitou a preparação da liga e os experimentos em outras instituições. Em especial, a UTFPR-PG, Unicentro-GP, empresa Londripox em Londrina, principalmente ao Engenheiro Químico Anderson Rodrigues Bitencourt e a UEL também em Londrina, em especial ao técnico Osvaldo Capelo.

Por fim, deixo meu agradecimento ao principal de todos aqueles que me apoiaram nesse difícil caminho, deixo meu agradecimento à Deus que acredito ter iluminado tanto a mim, como todos aqueles que enviou em meu caminho para que me dessem o auxílio necessário.

RESUMO

RODRIGUES, Gabriel dos Santos. **Análise De Técnicas Para Medir A Espessura De Filme De Óxido De Alumínio Obtido Por Anodização**. 2019. 44. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Guarapuava, 2019.

Diversas aplicações de alumínio têm exigido que seus elementos trabalhem em condições severas de atrito, desgaste e corrosão, como na utilização de esquadrias, perfis, artigos domésticos, indústria automobilística, indústria aeronáutica, elementos ornamentais arquitetônicos, celulares e computadores. Essa necessidade tem levado a diversos estudos com o intuito de aumentar a vida útil e a qualidade dos materiais a serem utilizados, como na parte de revestimentos. Para obter tais resultados, é necessário que sejam desenvolvidos estudos na área para que sempre tente-se obter os melhores resultados possíveis. Alguns dos processos que têm sido utilizados é o da cromagem e da niquelagem, onde é depositada uma camada de cromo e de níquel, respectivamente, sobre o material com o intuito de aumentar sua resistência. O problema é que o cromo e o níquel são metais pesados, ou seja, são extremamente poluentes, causando diversos impactos ambientais. Essas questões levaram ao presente trabalho, onde será realizado um estudo sobre a anodização, ou seja, um processo de revestimento onde não é realizada a deposição de metais pesados sobre o alumínio, mas de óxido de alumínio ao fazer com que o material reaja em um banho eletrolítico, onde as aplicações são bastante próximas dos outros processos de revestimento mencionados. Como o trabalho visa que seja amplamente utilizado, será utilizada uma das ligas que mais passam pelo processo de cromagem, uma liga de alumínio fundido (Al-Si) 403.2. As amostras foram comparadas em dois tempos de imersão, sendo de 15 e 30 minutos, onde a espessura da camada nos dois tempos foi analisada através de dois métodos de medição, sendo o primeiro o método por correntes parasitas, que já é utilizado comercialmente para o controle de qualidade e o segundo por MEV, após uma fratura frágil, na tentativa de analisar se o segundo método também pode ser utilizado de acordo com a sua aplicação, já que o óxido de alumínio é bastante parecido com o alumínio e talvez não seja possível de o diferenciar do alumínio.

Palavras-chave: Anodização; Ligas de Alumínio; MEV; Correntes Parasitas.

ABSTRACT

RODRIGUES, Gabriel dos Santos. **Characterization of Thickness of Aluminum Oxide Films Obtained by Anodizing**. 2019. 44. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica) - Federal Technology University - Paraná. Guarapuava, 2019.

Various applications of aluminum have required their elements to work in severe conditions of friction, wear and corrosion, such as in the use of frames, profiles, household articles, automobile industry, aeronautical industry, architectural ornamental elements, cell phones and computers. This need has led to several studies in order to increase the useful life and quality of the materials to be used, such as in coatings. To obtain such results, it is necessary that studies be developed in the area so that the best possible results are always tried. To obtain such results, it is necessary that studies be developed in the area so that the best possible results are always tried. Some of the processes that have been used are chrome plating and nickel plating, where a layer of chromium and nickel, respectively, is deposited on the material in order to increase its strength. The problem is that chromium and nickel are heavy metals, that is, they are extremely polluting, causing various environmental impacts. These issues led to the present work, where a study on anodization, that is, a coating process where is not used the deposition of heavy metals on aluminum, but of aluminum oxide carried out in causing by the material react in a electrolytic bath, where the applications are quite close to the other coating processes mentioned. As the work is intended to be widely used, one of the alloys that go through the process of chrome plating, a molten aluminum alloy (Al-Si) 403.2 will be used. The samples were compared in two immersion times, being 15 and 30 minutes, where the thickness of the layer in the two times was analyzed by two methods of measurement, the first being the parasite current method, which is already used commercially for the quality control and the second by SEM after a fragile fracture in an attempt to analyze whether the second method can also be used according to its application, since the aluminum oxide is very similar to aluminum and may not be possible to differentiate it from aluminum.

Keywords: Anodization; Aluminum alloys; MEV; Parasite Current.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 1 – ESQUEMA DE ANODIZAÇÃO DE ALUMÍNIO	20
FIGURA 2 - CAMADA DE ÓXIDO NA ANODIZAÇÃO	23
FIGURA 3 - INSPEÇÃO POR CORRENTES PARASITAS.....	28
FIGURA 4 - FUNCIONAMENTO DE MEV	29
FIGURA 5 - ESPESSURA DO FILME DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO	30
FIGURA 6 - AMOSTRA CEDIDA PELA METALURGICA FRENOBRÁS	31
FIGURA 7 - AMOSTRAS APÓS O CORTE (A) E LIXAMENTO (B).	32
FIGURA 8 - ANODIZAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	33
FIGURA 9 - MEDIDOR POR CORRENTES PARASITAS UTILIZADOS	34
FIGURA 10 – AMOSTRAS FRATURADAS POR FRATURA FRÁGIL	35
FIGURA 11 – AMOSTRA DE ALUMÍNIO ANODIZADA APÓS ELETRODEPOSIÇÃO DE OURO	35
FIGURA 12 – MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA	36
FIGURA 13 – MEDIÇÃO POR CORRENTES PARASITA ATRAVÉS DO MP0R.....	38
FIGURA 14 – CAMADA DE ALUMÍNIO NA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 15 MINUTOS E ANALISADA NO MEV	46
FIGURA 15 – MEDIÇÃO DA CAMADA DE ALUMÍNIO NA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 15 MINUTOS REALIZADA NO MEV	47
FIGURA 16 - CAMADA DE ALUMÍNIO NA AMOSTRA 2 ANODIZADA POR 15 MINUTOS E ANALISADA NO MEV	48
FIGURA 17 – MEDIÇÃO DA CAMADA DE ALUMÍNIO NA AMOSTRA 2 ANODIZADA POR 15 MINUTOS E REALIZADA NO MEV.....	48
FIGURA 18 – CAMADA DE ALUMÍNIO NA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 30 MINUTOS E ANALISADA NO MEV	49
FIGURA 19 – MEDIÇÃO DA CAMADA DE ALUMÍNIO NA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 30 MINUTOS E REALIZADA NO MEV	50
FIGURA 20 - CAMADA DE ALUMÍNIO NA AMOSTRA 2 ANODIZADA POR 30 MINUTOS E ANALISADA NO MEV.....	51
FIGURA 21 – MEDIÇÃO DA CAMADA DE ALUMÍNIO NA AMOSTRA 2 ANODIZADA POR 30 MINUTOS E REALIZADA NO MEV	51

LISTA DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1 - GRÁFICO DA ESPESSURA DA CAMADA X TEMPO DE ANODIZAÇÃO EM RELAÇÃO À DIFERENTES TEMPERATURAS.....	24
GRÁFICO 2 - GRÁFICO DA ESPESSURA DA CAMADA X INTENSIDADE DA CORRENTE	24
GRÁFICO 3 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA LIGA MEDIDA POR MEV.....	37
GRÁFICO 4 – ESPESSURA DA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 15 MINUTOS E MEDIDA POR CORRENTE PARASITA.....	40
GRÁFICO 5 - AMOSTRA 2 ANODIZADA POR 15 MINUTOS E MEDIDA POR CORRENTE PARASITA	41
GRÁFICO 6 – COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS POR CORRENTES PARASITAS DAS AMOSTRAS ANODIZADAS POR 15 MINUTOS	42
GRÁFICO 7 – AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 30 MINUTOS E MEDIDA POR CORRENTE PARASITA	43
GRÁFICO 8 - AMOSTRA 2 ANODIZADA POR 30 MINUTOS E MEDIDA POR CORRENTE PARASITA	44
GRÁFICO 9 – COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS POR CORRENTES PARASITAS DAS AMOSTRAS ANODIZADAS POR 30 MINUTOS	45
QUADRO 1 - SISTEMA DE CLASSIFICAÇÃO DE LIGAS DE ALUMÍNIO TRABALHADAS	18
QUADRO 2 - SISTEMA DE CLASSIFICAÇÃO DE LIGAS DE ALUMÍNIO FUNDIDAS.....	19
QUADRO 3 - VALORES ADEQUADOS EM CONDIÇÕES DE TRABALHO DURANTE A ANODIZAÇÃO DE ALUMÍNIO.....	21
QUADRO 4 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA LIGA MEDIDA POR MEV	38
QUADRO 5 – ESPESSURA DA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 15 MINUTOS E MEDIDA EM CORRENTE PARASITA.....	39
QUADRO 6 – ESPESSURA DA AMOSTRA 2 ANODIZADA POR 15 MINUTOS E MEDIDA POR CORRENTE PARASITA.....	41
QUADRO 7 – ESPESSURA DA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 30 MINUTOS E MEDIDA POR CORRENTE PARASITA.....	43
QUADRO 8 – ESPESSURA DA AMOSTRA 2 ANODIZADA POR 30 MINUTOS E MEDIDA POR CORRENTE PARASITA.....	44
QUADRO 9 – MEDIDAS OBTIDAS POR MEV NA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 15 MINUTOS	47
QUADRO 10 – MEDIDAS OBTIDAS POR MEV NA AMOSTRA 2 ANODIZADA POR 15 MINUTOS	49
QUADRO 11 – MEDIDAS OBTIDAS POR MEV NA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 30 MINUTOS	50
QUADRO 12 – MEDIDAS OBTIDAS POR MEV NA AMOSTRA 1 ANODIZADA POR 30 MINUTOS	52
QUADRO 13 – RESULTADOS DA MÉDIA DA ESPESSURA DA CAMADA DE ÓXIDO OBTIDOS PELAS TÉCNICAS UTILIZADAS	52

LISTA DE ABREVIATURAS

A	Ampère
Al	Alumínio
B	Boro
Cu	Cobre
dm	Decímetro
Kv	Quilovolt
Li	Lítio
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
Mg	Magnésio
Mn	Manganês
O	Oxigênio
Si	Silício
Sn	Estanho
Zn	Zinco
Zr	Zircônio
µm	Micrometro

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	12
2 OBJETIVOS.....	14
2.1 OBJETIVO GERAL.....	14
2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	14
3 JUSTIFICATIVA.....	15
4 REFERENCIAL TEÓRICO.....	17
4.1 LIGAS DE ALUMÍNIO.....	17
4.2 ANODIZAÇÃO.....	20
4.2.1 VANTAGENS DA ANODIZAÇÃO DO ALUMÍNIO.....	21
4.2.2 CAMADA DE ÓXIDO FORMADA NA ANODIZAÇÃO.....	22
4.2.3 VARIÁVEIS NO PROCESSO DE ANODIZAÇÃO.....	23
4.2.3.1 TEMPERATURA.....	23
4.2.3.2 INTENSIDADE DA CORRENTE.....	24
4.2.3.3 CONCENTRAÇÃO DO ELETRÓLITO.....	25
4.2.3.4 IMPUREZAS E AGITAÇÃO DO BANHO.....	25
4.2.3.5 COMPOSIÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO.....	25
4.2.4 ANODIZAÇÃO X ELETRODEPOSIÇÃO.....	26
4.3 MÉTODOS DE MEDIÇÃO.....	26
4.3.1 CORRENTES PARASITAS.....	27
4.3.2 MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA - MEV.....	28
5 MATERIAIS E MÈTODOS.....	31
5.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	31
5.2 ANODIZAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	32
5.3 MEDIÇÃO DA ESPESSURA POR CORRENTES PARASITA.....	33
5.4 MEDIÇÃO DA ESPESSURA POR MEV.....	34

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	37
6.1 COMPOSIÇÃO DA LIGA.....	37
6.2 MEDIÇÃO DA ESPESSURA DA CAMADA POR CORRENTES PARASITAS.....	38
6.3 MEDIÇÃO DA ESPESSURA DA CAMADA POR MEV.....	45
7 CONCLUSÃO.....	54
8 REFERÊNCIAS.....	56

1 INTRODUÇÃO

A anodização é um tipo de revestimento que resulta de reações químicas entre o material metálico e o meio colocado, fazendo com que se formem produtos insolúveis do próprio material que o protejam contra outros ataques químicos, onde no caso do alumínio é formada uma camada de óxido de alumínio sobre o próprio alumínio após reagir (PEREIRA, 2011).

O processo de anodização, no geral, tem sua importância devido às características físico-químicas dos revestimentos produzidos, onde uma camada de óxido impede a oxidação. Este processo pode proporcionar tanto uma proteção contra a corrosão graças à camada formada, quanto uma melhoria para algum outro processo de fabricação, como na facilidade da pigmentação com diferentes cores (PEREIRA, 2011). No caso do alumínio, por exemplo, o material pode ser submetido à anodização para posteriormente sofrer o processo de pintura, de modo que ocorra maior aderência da tinta, como no próprio mercado nacional, que trabalha com a anodização colorida, utilizando desde cores do próprio material base, até outras como preto e tons de bronze (STEVENSON, 1994).

A anodização se iguala em questão de características com métodos de revestimento como a cromatização, niquelagem e fosfatização, se destacando na preparação para receber outros revestimentos por cima como a eletrodeposição de algum outro metal (THOMPSON et al., 1999). Além disso, o alumínio anodizado possui inúmeras aplicações decorativas, de resistência e para engenharia. Sua demanda aumentou pelo seu crescente uso, sendo usado desde em usos domésticos até aplicações espaciais, de modo que técnicas de anodização para preparar o filme de óxido sobre o alumínio foram e estão sendo desenvolvidas com o objetivo de eliminar irregularidades causadas por outros processos como a laminação, usinagem, estampagem e extrusão, aumentando a qualidade superficial do material (THOMPSON et al., 1999).

Os melhores resultados para o processo de anodização, ou seja, com uma camada de óxido de alumínio próxima da perfeição em questão de revestimento completo, evitando a oxidação, foram encontrados em processos experimentais realizados com temperatura de 0°C, assim como demonstrado experimentalmente por Kanagaraj (KANAGARAJ et al., 2001). Mas por ser um

processo exotérmico, nessa temperatura é consumida muita energia para que seja mantida, sendo que é possível de se obter resultados tão bons quanto em soluções eletrolíticas na faixa de 20°C, graças à aplicação de ácido sulfúrico como solução, com espessuras de filme na ordem dos nanômetros com baixa rugosidade e alta qualidade (KANAGARAJ et al., 2001).

Como a camada de óxido de alumínio gerada no processo de anodização é extremamente fina, estando como já mencionado anteriormente, na faixa dos micrômetros, sendo óxido de alumínio, a espessura da camada de revestimento formada é difícil de ser distinguida do material original. Assim, este trabalho tem como objetivo principal verificar o método de correntes parasitas, onde uma corrente elétrica é aplicada na amostra, de forma que através de um sensor será verificada a medida da espessura, onde também será analisado através de uma seção transversal da amostra no MEV a sua camada, tentando encontrar resultados confiáveis da espessura da camada formada pelo processo de anodização por correntes parasitas e comprovar sua veracidade por MEV.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

- Experimentar métodos para medir a espessura do revestimento de amostras compostas de liga de alumínio-silício, para que possa ser utilizado em trabalhos futuros onde a dimensão da espessura seja requisitada para avaliar propriedades mecânicas do filme obtido.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Revestir amostras pelo processo de anodização variando os parâmetros tempo de imersão em um banho eletrolítico, sendo anodizadas duas amostras em um tempo de 15 minutos e duas em um tempo de 30 minutos para que haja uma diferença no tamanho da espessura grande o bastante para que seja percebida alguma diferença;
- Medir a espessura da camada dos revestimentos através de corrente parasita e no MEV, após as amostras passarem por um processo chamado de fratura frágil;
- Comparar os resultados da espessura obtidos com os métodos estudados, com objetivo de verificar qual dos métodos de medição é mais viável e mais confiável.

3 JUSTIFICATIVA

Na indústria, a aplicação de revestimentos, lubrificantes e revestimentos de aço e ligas de metais são estabelecidas como formas efetivas e confiáveis de proteção, mais especificamente para proteção contra a corrosão e o desgaste. Isto porque, os problemas causados por corrosão e desgaste podem ocorrer em diversas áreas, como nas indústrias química, petrolífera, petroquímica, naval, de construção civil, automobilística, meios de transportes aéreo, ferroviário, metroviário, marítimo, rodoviário, sistemas de telecomunicações, na odontologia, medicina e em obras de arte como monumentos e esculturas (GENTIL, 2003).

Embora os lubrificantes sejam bastante efetivos para se evitar certos tipos de desgaste, em algumas situações, sozinhos não são suficientes para atender aos requisitos de resistência (VIEIRA, 2012). A alternativa geralmente utilizada para atender a demanda são os revestimentos, sendo um dos processos mais utilizados para o revestimento de ligas o de galvanoplastia ou galvanização. Nesse processo, são transferidas cargas entre a interface eletrodo/eletrólito, fazendo com que ocorram reações químicas resultando em produtos sólidos e finos. Estas reações são de caráter redutor (deposição catódica) ou oxidante (deposição anódica ou anodização) (MUNFORD et al., 2002).

O desenvolvimento de novos revestimentos metálicos que apresentam boas propriedades mecânicas e físicas como a alta dureza, resistência ao impacto, ductilidade, resistência à corrosão, visando a substituição de processos poluentes por processos menos agressivos ao meio ambiente, tem originado inúmeros estudos na área de galvanização de metais e ligas (PARDO, 2002).

A galvanização é um dos métodos de revestimento mais utilizados, principalmente por permitir o controle da composição química, da composição de fases, da microestrutura e da espessura da camada. Porém, esse processo de revestimento está diretamente relacionado com o descarte de metais pesados ao meio ambiente, principalmente quando os processos são de cromagem, prateação, douração, niquelagem, zincagem, estanhagem e cadmeação (BUZZONI, 1991).

Para se encontrar a medida da espessura da camada anodizada de

alumínio não é um processo tão simples dada a semelhança entre o próprio alumínio e a camada de óxido de alumínio. Existem alguns métodos para realizar essas medições, como os que serão vistos, sendo o método por correntes parasitas, que não depende de ilustrações para ser utilizado, já que funciona a partir da leitura do campo eletromagnético formado e o método de visualização por MEV, que já depende da visualização da interface entre o alumínio e o óxido de alumínio formado para que seja realizada a medição.

Levando em conta todos os problemas ambientais causados por estes processos de revestimento, uma alternativa menos poluente e mais viável para o caso do alumínio que é amplamente utilizado, é o processo de anodização, onde o próprio material forma uma camada de óxido em seu contorno, não necessitando de um terceiro para que seja depositado, como nos exemplos de galvanização citados anteriormente (TUSSOLINI et al., 2014).

4 REFERENCIAL TEÓRICO

Neste tópico serão abordados os principais temas a serem contemplados neste trabalho: ligas de alumínio, anodização e métodos de medição.

4.1 LIGAS DE ALUMÍNIO

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante na terra, perdendo apenas para o silício e o oxigênio, e até o século XIX possuía um alto valor de produção (ASKELAND e WRIGHT, 2014).

Com o tempo, a tecnologia evoluiu e hoje em dia o processo de obtenção do alumínio é amplamente utilizado, tanto através da extração da bauxita, quanto através de reciclagem de alumínio. Junto com a evolução dos métodos de obtenção do alumínio, vieram também seus aprimoramentos, alterando assim suas propriedades através de diferentes processos, como trabalho a frio, endurecimento por dispersão, por envelhecimento, anodização, eletrodeposição, entre outros. De modo que cada um é escolhido de acordo com a necessidade a qual o material será submetido (CALLISTER, 2006).

Além desses processos, foram desenvolvidas também as ligas de alumínio, onde outros materiais são adicionados, com o objetivo de alterar as propriedades das ligas, do mesmo modo que no caso do aço e ligas de outros metais. As ligas de alumínio são caracterizadas por densidades baixas, com cerca de $2,7 \text{ g/cm}^3$, bem menores que a do aço que apresenta algo em torno de $7,9 \text{ g/cm}^3$; além de uma condutividade térmica e elétrica elevada e uma certa resistência à corrosão em ambientes comuns, como na atmosfera ambiente (CALLISTER, 2006).

Essas ligas são geralmente dúcteis, facilitando alguns processos de fabricação, como conformação e usinagem, além de não apresentar transição dúctil-frágil em baixas temperaturas e não ser magnético, o que pode ajudar em alguns processos. Apesar de possuir várias características favoráveis, ele também possui algumas que podem não ser tão úteis nos processos, como não ter um limite de resistência a fadiga, fazendo com que trincas possam se formar com o tempo, mesmo sob condições de baixa tensão. Outra característica é seu baixo desempenho em temperaturas elevadas, por ter um

ponto de fusão baixo, além de apresentar uma baixa dureza, resultando em uma baixa resistência ao desgaste (TUSSOLINI et al., 2014).

As ligas de alumínio são classificadas em duas categorias, sendo elas, as ligas trabalhadas e as ligas de fundição. Tendo cada uma suas próprias características estruturais, de acordo com seu processo de fabricação e suas composições, como demonstrado no Quadro 1 e 2. Na classificação xxx e xx.x, é mostrada a designação da liga (trabalhada ou fundida, respectivamente), onde o primeiro número designa a liga de acordo com elemento principal e quando substituídos no xxx ou xx.x, o segundo e terceiro números representam os centésimos da porcentagem mínima de alumínio ou diferentes ligas do grupo e o último número é a forma de obtenção do material (CALLISTER, 2006).

Quadro 1 - Sistema de classificação de ligas de alumínio trabalhadas.

Séries das Ligas trabalhadas	Elemento (s) principal (is)	Tratamentos
1xxx	Al comercialmente puro (>99% Al)	Não-endurecível por envelhecimento
2xxx	Al-Cu e Al-Cu-Li	Endurecível por envelhecimento
3xxx	Al-Mn	Não-endurecível por envelhecimento
4xxx	Al-Si e Al-Si-Mg	Endurecível por envelhecimento nas ligas que contém magnésio
5xxx	Al-Mg	Não-endurecível por envelhecimento
6xxx	Al-Mg-Si	Endurecível por envelhecimento
7xxx	Al-Mg-Zn	Endurecível por envelhecimento
8xxx	Al-Li, Sn, Zr ou B	Endurecível por envelhecimento
9xxx	Não utilizadas atualmente	-----

Fonte: ASKELAND e PHULÉ, 2008

Entre as ligas fundidas de alumínio, as Al-Si (classificação 4xxx.x, como indicado no quadro 2) são de longe as mais amplamente utilizadas, particularmente para aplicações automotivas. O silício fornece boa fundibilidade e uma grande variedade de propriedades pode ser obtida por esta liga. (OTARAWANNA e DAHLE, 2011).

Quadro 2 - Sistema de classificação de ligas de alumínio fundidas.

Ligas de fundição:	Elemento (s) principal (is)	Tratamentos
1xx.x	Al comercialmente puro	Não-endurecível por envelhecimento
2xx.x	Al-Cu	Endurecível por envelhecimento
3xx.x	Al-Si-Cu ou Al-Si-Mg	Algumas são endurecíveis por envelhecimento
4xx.x	Al-Si	Não-endurecível por envelhecimento
5xx.x	Al-Mg	Não-endurecível por envelhecimento
7xx.x	Al-Mg-Zn	Endurecível por envelhecimento
8xx.x	Al-Sn	Endurecível por envelhecimento
9xx.x	Não utilizadas atualmente	-----

Fonte: ASKELAND e PHULÉ, 2008

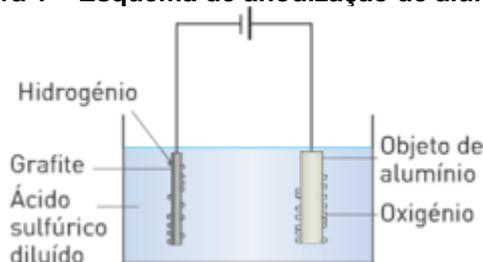
As ligas fundidas Al-Si têm sido amplamente empregadas para produzir componentes automotivos que trabalham a temperatura ambiente e razoavelmente alta (até 200°C) devido a excelentes características como baixo custo de fabricação, excelente fundibilidade, alta resistência mecânica e reciclabilidade (ASM, 1985; DAVIES, 1993). A adição de Cu e Mg é empregada para melhorar a resistência em temperaturas ambiente e elevada, e permitir a possibilidade de tratamento térmico (STADLER et al., 2012). A microestrutura dessas ligas de fundição contém os dendritos α -Al como constituintes principais, com partículas eutéticas de Si e muitas fases intermetálicas, como Al_2Cu , Mg_2Si , Fe, etc. O tamanho, a morfologia e a distribuição das características micro estruturais fornecem as propriedades mecânica dessas ligas (OLOFSSON et al., 2014).

4.2 ANODIZAÇÃO

O processo de anodização é um tipo de revestimento não-metálico inorgânico, ou seja, é um revestimento que resulta de reações químicas entre o material metálico e o meio colocado, fazendo com que se formem produtos insolúveis do próprio material que o protejam contra outros ataques químicos (PEREIRA, 2011).

Uma das aplicações mais comuns de anodização é a anodização do alumínio. No processo, uma camada de óxido de alumínio se forma, por meio de uma célula eletrolítica. Esta é um dispositivo que através de corrente elétrica realiza a decomposição dos eletrólitos. O alumínio, a ser anodizado é imerso em um banho eletrolítico, geralmente algum ácido como o ácido sulfúrico, e ligado ao polo positivo de uma fonte de corrente contínua, se transformando no anodo da cuba eletrolítica. O catodo é ligado ao polo negativo dessa fonte e pode ser aço inoxidável, carbono, chumbo, níquel, entre outros, desde que não reajam com o alumínio. Ao fechar o circuito, os elétrons são retirados do metal no polo positivo, permitindo que os íons reajam com a água e forme uma camada de óxido sobre o alumínio (PEREIRA, 2011). A equação 1 mostra a reação no processo de anodização do alumínio.

Figura 1 – Esquema de anodização de alumínio.



Fonte: ELETROCIMATEC, 2019.

O que determina se será formada uma barreira de óxido ou uma camada porosa do mesmo, é a composição do banho eletrolítico. Sendo que a primeira se forma em soluções quase neutras (mais comuns as de borato e fosfato), em que o óxido de alumínio é praticamente insolúvel. Já a segunda se forma em eletrólitos ácidos, em que o óxido além de se depositar, se dissolve,

formando camadas mais espessas quando o material utilizado é o alumínio (ALWITT, 2002).

Com este processo, é possível aumentar a resistência à corrosão, aumentar a adesão de tintas, permitir um posterior revestimento por eletrodeposição, melhorar a aparência visual, conferir isolamento elétrico e aumentar a resistência à abrasão (ALWITT, 2012). Para obter as características desejadas, as condições de trabalho devem estar de acordo com o Quadro 3 (STEVENSON, 1994).

Quadro 3 - Valores adequados em condições de trabalho durante a anodização de alumínio.

VARIAVEIS NO PROCESSO DE ANODIZAÇÃO	FAIXA ADEQUADA
Temperatura (°C)	0 a 20
Intensidade da corrente (A/dm ²)	2,8 a 3
Voltagem (V)	10 a 75
Concentração de H ₂ SO ₄ (%)	4 a 8
Espessura da camada (µm)	25 a 50

Fonte: STEVENSON, 1994

Fratila-Apachitei et al. (2002) avaliaram a anodização processada a 0°C durante 50 minutos nos substratos de Al, AlSi₁₀, e AlSi₁₀Cu₃ com densidade de corrente variando de 3.0, 4.2, e 6.0 A/dm². As análises da seção transversal do filme de óxido feitas por microscopia ótica e de varredura mostraram que a camada crescia de acordo com a densidade de corrente e tempo, levando em consideração o substrato anodizado. Sendo assim, o tempo pode ser utilizado como um fator determinante para a determinação da espessura de camadas, o utilizando como variável.

4.2.1 VANTAGENS DA ANODIZAÇÃO DO ALUMÍNIO

Na indústria, o que geralmente induz a produção de produtos de

alumínio com revestimento por anodização é a qualidade do acabamento para decoração e algumas aplicações com necessidade de maior resistência, como a maior resistência a abrasão e corrosão (KONIECZNYA, 2004).

No geral as vantagens que o revestimento de alumínio apresenta são:

- Estabilidade da cor - a camada anódica é bastante resistente a outros elementos agressores como a humidade e ambientes salinos, sem grande alteração da cor por um grande período de tempo e resiste aos raios ultravioletas;
- Estética - oferece um largo leque de polimentos e colorações com um aspecto metálico;
- Facilidade de manutenção - possui superfícies de fácil limpeza;
- Durabilidade – produtos anodizados possuem um bom tempo de vida (WERNICK, 1987).

Dependendo da espessura da camada de óxido formada no alumínio e sua composição, a qualidade das propriedades obtidas na anodização varia, tendo características não satisfatórias se não alcançarem o tamanho necessário para que haja uniformidade e resistam à oxidação. Diferentes aplicações, requerem diferentes espessuras nos revestimentos, de modo que em geral, a camada é especificada de acordo com a necessidade do cliente, dependendo é claro da composição da liga de alumínio e do ambiente no qual o produto final será utilizado (SUAY, 1998).

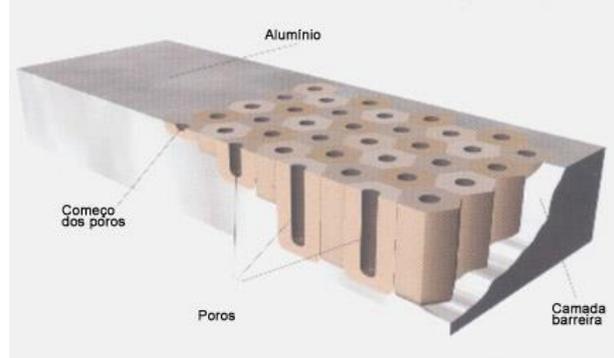
4.2.2 CAMADA DE ÓXIDO FORMADA NA ANODIZAÇÃO

Como dito anteriormente, no processo de anodização é possível obter dois tipos de camadas:

- a barreira de óxido ou camada barreira: que pode ser feita em todos os metais anodizáveis, como o alumínio, nióbio, titânio, tungstênio e zircônio;
- e a camada porosa de óxido: que é feita especialmente no alumínio recobrando a camada barreira, tendo seus poros fechados e uma maior espessura, garantindo uma maior proteção para o alumínio da oxidação.

A camada barreira possui uma espessura fina e densa e a camada porosa é mais espessa, como pode ser observado na Figura 2 (WERNICK, 1987).

Figura 2 – Camada de óxido de alumínio na anodização.



Fonte: TECNOQUIM, 2018

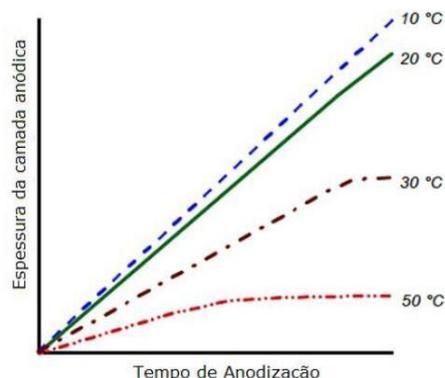
A anodização pode apresentar resultados variados em sua camada, dependendo do tipo de eletrólito, da temperatura do banho, tempo de operação e a corrente aplicada. O crescimento da camada anódica se dá até que sua resistência elétrica impeça que a corrente alcance o ânodo, o que faz com que a formação do revestimento seja interrompida. Como o crescimento da camada é interrompido devido à sua própria resistência elétrica, no início, o crescimento é mais rápido, até atingir o equilíbrio em sua espessura e parar a reação (WERNICK, 2012).

4.2.3 VARIÁVEIS NO PROCESSO DE ANODIZAÇÃO

4.2.3.1 TEMPERATURA

A temperatura do banho eletrolítico influencia na espessura da camada anódica, como ilustrado no Gráfico 1.

Gráfico 1 – Gráfico da espessura da camada x tempo de anodização em relação à diferentes temperaturas.



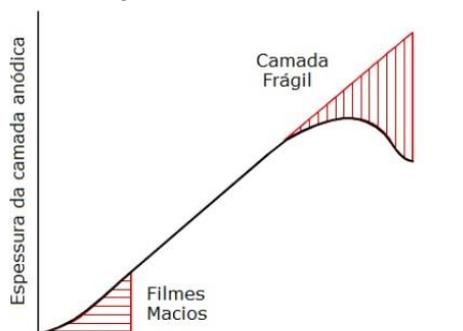
Fonte: GAZAPO, página 14, 1994.

Quanto menor é a temperatura do banho eletrolítico, maior é a espessura da camada formada em relação à um determinado tempo de imersão, pois o aumento da temperatura aumenta a taxa de dissolução do revestimento, gerando mais poros e uma camada de menor espessura, já que uma quantidade maior de poros faz com que a formação de camada seja mais distribuída (GAZAPO, 1994).

4.2.3.2 INTENSIDADE DA CORRENTE

A intensidade da corrente também influencia a espessura da camada e suas propriedades. Uma corrente baixa gera filmes macios, porosos e finos; já a utilização de uma corrente elevada fragiliza a camada anódica devido a uma maior taxa de dissolução, como ilustrado no Gráfico 2.

Gráfico 2 – Gráfico da espessura da camada x intensidade da corrente



Fonte: GAZAPO, página 14, 1994.

A faixa de 2,8 a 3 A/dm² é dita como ideal para que as melhores propriedades sejam alcançadas (GAZAPO, 1994).

4.2.3.3 CONCENTRAÇÃO DO ELETRÓLITO

A velocidade do crescimento da camada é determinada de acordo com a concentração de eletrólito, que tem grande impacto na sua formação e na dimensão de sua espessura, sendo que para o ácido sulfúrico, o ideal é uma concentração de 4 a 8% no banho eletrolítico. O valor máximo que a espessura pode atingir é também limitado pela concentração do eletrólito. O ácido sulfúrico, por exemplo, possui uma condutividade máxima com concentração de até 350g/L, sendo necessária uma menor voltagem, o que diminui os custos energéticos, mas afeta a espessura da camada anódica (GAZAPO, 1994). Experimentos demonstraram que uma concentração de 15% de ácido sulfúrico em relação à água, conseguiu chegar a espessuras com até o dobro do obtido por concentrações de 30%, o que mostra com clareza sua influência no processo e a necessidade de ser bem dosado (GAZAPO, 1994).

4.2.4.1 IMPUREZAS E AGITAÇÃO DO BANHO

A agitação do banho e as impurezas durante o processo de anodização tem grande influência na obtenção de um revestimento uniforme e sem defeitos. A agitação garante um banho com condições homogêneas de concentração, garantindo que não tenha um aumento prejudicial de temperatura no banho e nas peças. Esse aumento de temperatura é provocado pela oxidação. Já as impurezas têm influência na condutividade elétrica do banho, influenciando inclusive a composição química da camada anódica produzida (AERTS, 2010).

4.2.4.2 COMPOSIÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO

Dependendo da composição da liga de alumínio, resultados diferentes são obtidos na anodização. Cada liga cumpre um tipo de exigência industrial e

as mais utilizadas são Al-Si-Mg, Al-Mn e Al-Mg. Os elementos constituintes da liga, dependendo de qual for e de sua quantidade, alteram os resultados e a qualidade da anodização. Esses elementos podem apresentar em solução sólida no alumínio ou de forma heterogênea em precipitados e, em ambos os casos a homogeneidade da camada de óxido pode ser afetada, de acordo com a quantidade e grau de dispersão. Em solução sólida, os elementos de liga provocam porosidades na camada e os precipitados podem se oxidar durante a oxidação e prejudicar a qualidade da anodização e os possíveis tratamentos posteriores (AERTS, 2010).

5.3.1 ANODIZAÇÃO X ELETRODEPOSIÇÃO

É importante citar o processo de eletrodeposição, sendo um processo bastante parecido com o de anodização, já que também é eletroquímico. De toda forma, existem duas diferenças fundamentais entre os processos. Enquanto na eletrodeposição, a peça é o cátodo do processo e a superfície do tanque é o ânodo, na anodização, a peça é o ânodo e na superfície do tanque se encontra o cátodo, sendo o tanque o recipiente que abrigará o material junto do eletrólito durante o processo (GROOVER, 2014).

A segunda diferença, sendo ela mais significativa que a outra, é a camada de revestimento formada na superfície da peça, de modo que, enquanto na eletrodeposição há uma redução de íons de modo que o revestimento cresça com a adesão de um segundo metal à superfície da peça, na anodização, a superfície revestida, é formada pela reação eletroquímica do substrato, formando a camada de óxido, ou seja, é formada pelo óxido do próprio metal (GROOVER, 2014).

4.3 MÉTODOS DE MEDIÇÃO

A espessura de filmes é um indicador importante para avaliar a qualidade, o desempenho e a sua vida útil. Portanto, testes da espessura são de grande importância. Há uma variedade de métodos e eles se diferem quanto ao custo, precisão, destruição ou não durante a inspeção, etc. Dentre os métodos pode-se citar fluorescência e interferometria de raios-X, correntes parasitas, indução

magnética, Beta *backscatter*, elipsometria, microscopia eletrônica da varredura, etc (VAN STEENBERGE *et al.*, 2014; KI-WON *et al.*, 2014; SITK, 2009; CESARO e BRUNETTI, 2008).

4.3.1 CORRENTES PARASITAS

O processo de medição por correntes parasitas, também conhecido por corrente de Foucault ou pelo seu nome em inglês, *eddy currents* - EC, é considerada uma técnica não-destrutiva que se baseia na introdução de uma corrente elétrica alternada no material a ser mensurado e na observação da interação entre o campo magnético induzido no material inspecionado e o campo magnético gerado pela sonda. Após a introdução dessa corrente, a mesma é interrompida, o que faz com que ocorra uma alteração no campo magnético gerado pelas correntes, que se propagam no material e decaem em potencial na medida em que se propagam. O campo eletromagnético induzido pelas correntes parasitas é detectado por uma bobina e o sinal é relacionado à espessura de acordo com a sua formação (CHADY e LOPATO, 2007).

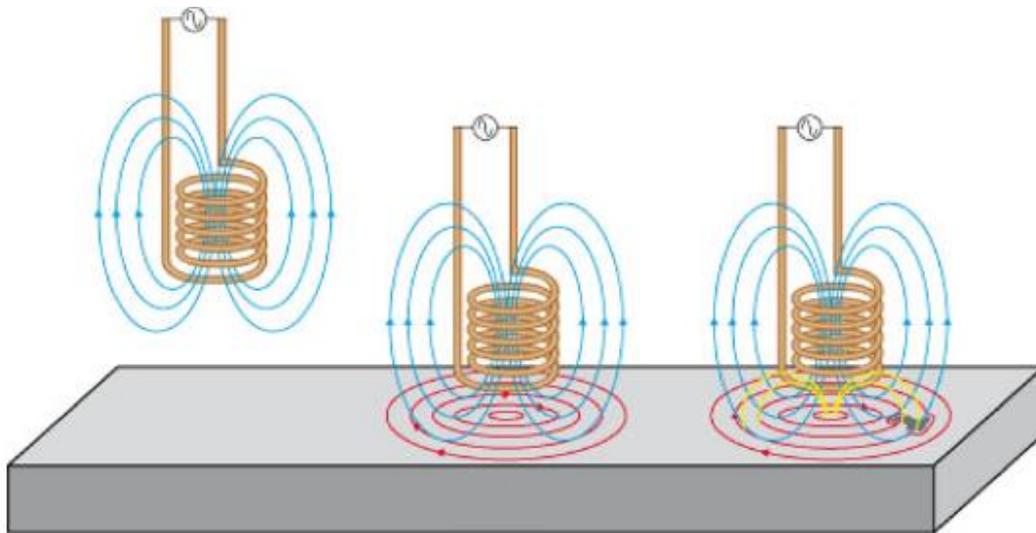
O princípio básico de funcionamento das correntes parasitas é bastante similar ao de um transformador, de modo que o componente primário do transformador corresponde à bobina da sonda e o componente secundário ao material inspecionado. A lei de Maxwell-Ampère diz que quando uma bobina é excitada por uma corrente alternada, um campo magnético alternado primário, é gerado. Se essa bobina for aproximada da superfície de um material com boas propriedades de condução elétrica, o campo gerado pela bobina penetra no material, induzindo correntes parasitas na amostra (ZERGOUG, 2004).

As correntes geradas no material dão origem a outro campo magnético, sendo este conhecido como campo secundário, com este se opondo às variações do campo primário gerado na bobina. Com isso, a impedância da bobina será afetada pelas correntes parasitas, sendo o resultado da redução do fluxo de campo magnético da bobina (ZERGOUG, 2004).

A Figura 3 ilustra o método de inspeção por correntes parasitas, onde a bobina recebe uma corrente elétrica alternada e no material são induzidas correntes parasitas. Quando o sensor e o material se aproximam, os campos eletromagnéticos formados interagem, alterando a impedância da bobina, de

modo que a leitura possa ser feita com a leitura do campo eletromagnético formado (CATTANI e VANNUCCI, 2014).

Figura 3 – Leitura por correntes parasitas da espessura de superfície.



Fonte: Adaptado de (CATTANI E VANNUCCI, 2014)

Essa técnica é utilizada em diversas aplicações, pois além de detectar descontinuidades no material, possibilita a medição de características mecânicas e metalúrgicas, desde que sejam influenciadas por propriedades elétricas e/ou magnéticas dos materiais.

Gros et al. (2014) determinaram o desempenho de um instrumento de correntes parasitas para prever espessura conhecida de filmes em ligas de alumínio, cobre e aço inoxidável. Eles concluíram que a incerteza da medição está relacionada com a alteração da microestrutura, da composição e da rugosidade.

Baseado em sua capacidade de medição das características metalúrgicas e mecânica é que o método de medição por correntes parasitas foi um dos escolhidos para a medição da espessura da camada do alumínio anodizado.

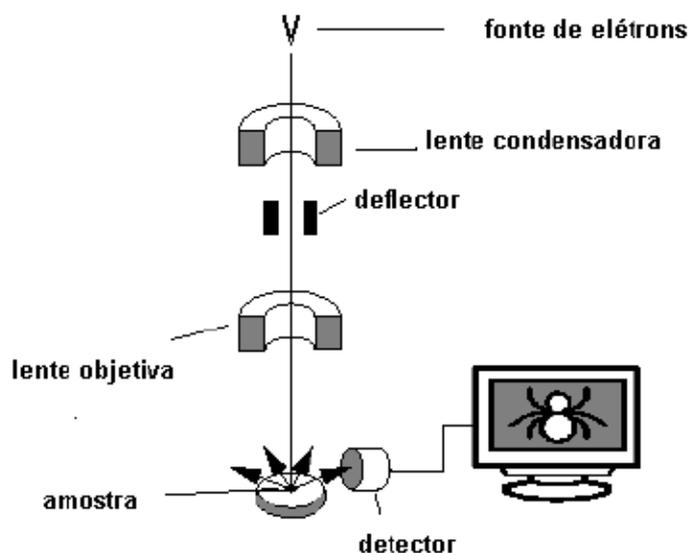
4.3.2 MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA

O princípio de funcionamento do MEV (microscópio eletrônico de

varredura) se baseia de pequeno diâmetro, para exploração da superfície de uma amostra, sendo feito de ponto em ponto, por sucessivas linhas, transmitindo o sinal detectado para uma tela catódica, cuja varredura está totalmente sincronizada com a do feixe incidente. Este feixe pode ser guiado de modo que varra a superfície da amostra a partir de uma malha retangular, com o uso de um sistema de bobinas de deflexão (DEDAVID, GOMES e MACHADO, 2007)

A interação do feixe com a superfície da amostra resulta no sinal da imagem, sendo este recolhido pelo detector, que modula o brilho do monitor e permite a observação. Grande parte dos instrumentos utiliza como fonte de elétrons um filamento de tungstênio aquecido, com este operando em tensões de aceleração entre 1 e 50 kV. O feixe recebe uma aceleração pela tensão criada entre o filamento e o ânodo, de modo que em seguida, seja focalizado em uma amostra por três lentes eletromagnéticas. A partir desta interação entre o feixe e a amostra, fótons e elétrons são produzidos e coletados por detectores adequados, para que depois sejam convertidos em sinais de vídeo, como demonstrado na Figura 4 (KESTENBAC, 1994).

Figura 4 – Esquema do funcionamento do MEV.

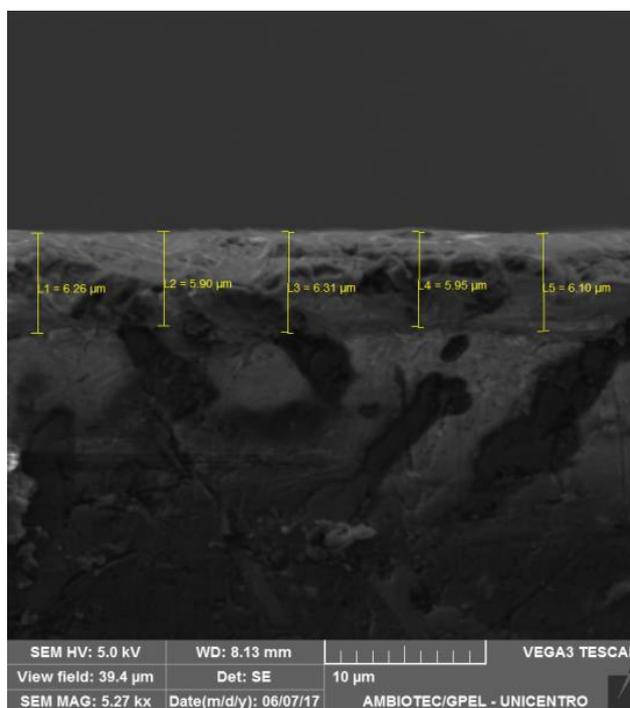


Fonte: Adaptado de (DEDAVID, GOMES E MACHADO, 2007)

Borges (2015) em seu trabalho de conclusão de curso analisou a adesão do filme de alumínio obtido por anodização. Na caracterização da espessura do

filme o autor teve dificuldades em medi-la, pois ao utilizar o MEV não conseguiu distinguir com precisão a interface substrato/filme. A Figura 5 mostra o resultado da análise em MEV.

Figura 5 – Espessura do filme de óxido de alumínio



Fonte: Borges, 2017

Com essa dificuldade de se visualizar a interface entre a camada de óxido de alumínio e de alumínio, neste trabalho pretende-se analisar a espessura também por MEV, mas com a utilização de uma técnica conhecida como fratura frágil, onde a amostra será congelada em nitrogênio líquido, sofrerá eletrodeposição de ouro e depois será fraturada por impacto para que seja feita a tentativa de visualização dessa camada. Esses métodos serão testados durante o experimento.

Então o MEV vai servir como meio de tentar se medir a espessura de camada, tendo seus resultados comparados com os resultados obtidos pela medição realizada por correntes parasitas.

5 MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

A liga de alumínio utilizada no estudo foi cedida pela empresa Frenobrás Metalúrgica Frenobras Ltda, sediada em Guarapuava. Um pequeno bloco da liga foi extraído do processo de fundição da empresa e do bloco foram extraídos corpos de prova para a preparação das amostras. A preparação se iniciou com o corte da amostra em uma serra fita da marca SRamos do Laboratório de Usinagem, obtendo-se o corpo de prova mostrado na Figura 6.

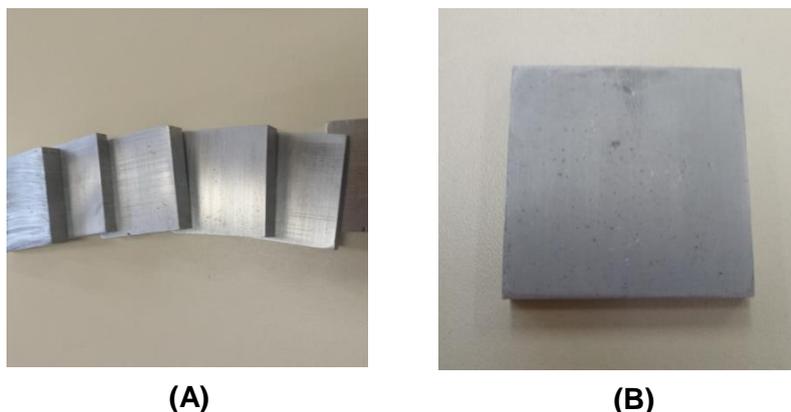
Figura 6 – Amostra cedida pela Metalúrgica Frenobrás.



Fonte: A autoria própria (2018).

Para a preparação das amostras, estas foram esquadrejadas, utilizando a fresadora do Laboratório de Usinagem da UTFPR campus Guarapuava, da marca diplomat e modelo FVF-2000, de modo que ficasse com um formato regular de um paralelepípedo. Com este processo feito, o paralelepípedo foi cortado na cortadora metalográfica CM60 Teclago de forma que as amostras atingissem o tamanho de cerca 40x40x10 milímetros e quatro delas fossem lixadas nas lixas de grãos 220, 400, 600, 1200 e 2000, respectivamente para que a camada de óxido de alumínio se formasse da forma mais linear possível ao longo da interface formada com o alumínio. A Figura 7 mostra o formato das amostras após o corte e depois de passarem pela lixa de grão 2000. Por fim, as amostras foram polidas utilizando pasta de diamante de 6 e 9 μm , tendo todo esse preparo para que a interface entre o óxido de alumínio e o alumínio pudesse ser visualizada mais facilmente.

Figura 7 – Amostras após o corte (A) e lixamento (B)



Fonte: A autoria própria (2018).

5.2 ANODIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

O procedimento seguinte foi o processo de anodização. As amostras foram anodizadas à temperatura ambiente de 25°C na solução de ácido sulfúrico, em uma concentração de 1/6 partes de água, sendo aplicado uma diferença de potencial de 13,8 Volts, por ser a disponível e se aproximar mais das condições ideais da anodização. A imersão das amostras ocorreu em dois tempos: quinze e trinta minutos, para que fosse formada uma camada de espessura menor e outra maior, levando em conta que o tempo tem grande influência no tamanho da camada, facilitando na diferenciação de uma para outra com relação ao seu tamanho. Para cada tempo foram anodizadas duas amostras.

O sistema de montagem do experimento está ilustrado na Figura 8, onde foi utilizado um agitador magnético para que fosse controlada a vibração no experimento. O alumínio foi ligado ao polo positivo já que foi o ânodo do processo e o grafite foi ligado ao polo negativo, sendo que a distância entre o cátodo e o ânodo foi a máxima possível levando em conta o béquer utilizado e que o mesmo cátodo foi utilizado para todas as amostras.

Figura 8 - Anodização das amostras.



Fonte: A autoria própria (2019).

Com o óxido de alumínio desenvolvido no substrato as amostras foram avaliadas primeiramente com o equipamento de correntes parasitas e posteriormente no MEV.

5.3 MEDIÇÃO DA ESPESSURA POR CORRENTES PARASITAS

A medição da espessura do filme por corrente parasita foi realizada na empresa Londripox em Londrina, sendo utilizado o equipamento da marca Fischer, de modelo MP0R-FP, ilustrado na Figura 9. Primeiramente foi realizada a calibração do equipamento ao realizar a medição da espessura de lâminas de ouro, prata e níquel revestido por ouro. A medida foi realizada de forma linear ao se avançar 20 milímetros por medida até que a outra extremidade de todas as amostra fosse alcançada. Quanto à incerteza de medição, no relatório de calibração do instrumento estava indicada uma incerteza de calibração de $\pm 0,2$ micrometros.

Figura 9 – Medidor por correntes parasitas utilizado.



Fonte: Aatoria própria (2019).

5.4 MEDIÇÃO DA ESPESSURA POR MEV

As análises por MEV foram realizadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Microanálise – LMEM, localizado na Universidade Estadual de Londrina. Para essa análise a amostra foi mergulhada em nitrogênio líquido e depois fraturada, já que quando foi testado com a cortadeira de precisão, não foi possível de se visualizar nenhum filme de óxido, levando em conta que pela camada ser muito fina, a deformação gerada mesmo que mínima acabava danificando sua superfície. Com essa imersão, ao ser submetida a temperaturas extremamente baixas, as amostras acabaram por congelar e ficar duras. Com isso, foram fixadas e fraturadas com a pancada de um martelo, tendo uma deformação plástica mínima na superfície da camada dada a sua alta dureza, para que a camada pudesse ser observada no microscópio. A Figura 10 mostra duas amostras depois da fratura.

Para facilitar e até mesmo permitir a visualização do filme de todas as amostras no MEV, em todas as amostras foi depositada uma camada nanométrica de ouro em seu contorno, a fim de aumentar a condutividade do material por mais condutor que ele fosse, considerando que o óxido de alumínio não é um bom condutor, já que era necessária a visualização dessa camada de óxido de alumínio sobre o próprio alumínio, esta deposição era algo importante para facilitar esse processo. Nesta etapa as amostras permaneciam por quinze e trinta minutos em uma câmara com pressão de 0,1 mbar e eram

bombardeadas com argônio, fazendo com que os átomos de ouro fossem depositados sobre as amostras.

Figura 10 – Amostras fraturadas por fratura frágil.



Fonte: Autorial própria (2019).

Na Figura 11, é possível notar o aspecto dourado das amostras, tornando mais simples a sua visualização no MEV por ter sido aumentada a condutividade das amostras, considerando a forma que o MEV funciona para a obtenção de imagens.

Figura 11 – Amostra de alumínio anodizada após eletrodeposição de ouro.



Fonte: Autorial própria (2019).

O microscópio utilizado foi o da marca Oxford Instruments, do modelo INCA x-Sight, onde as amostras foram inseridas em uma câmera, para que então, através de bombas mecânicas próprias para formação de vácuo, fosse alcançado o vácuo apropriado para as análises pela câmera do MEV, como mostrado na Figura 12.

Figura 12 – Microscópio eletrônico de varredura.



Fonte: Autoria própria (2019).

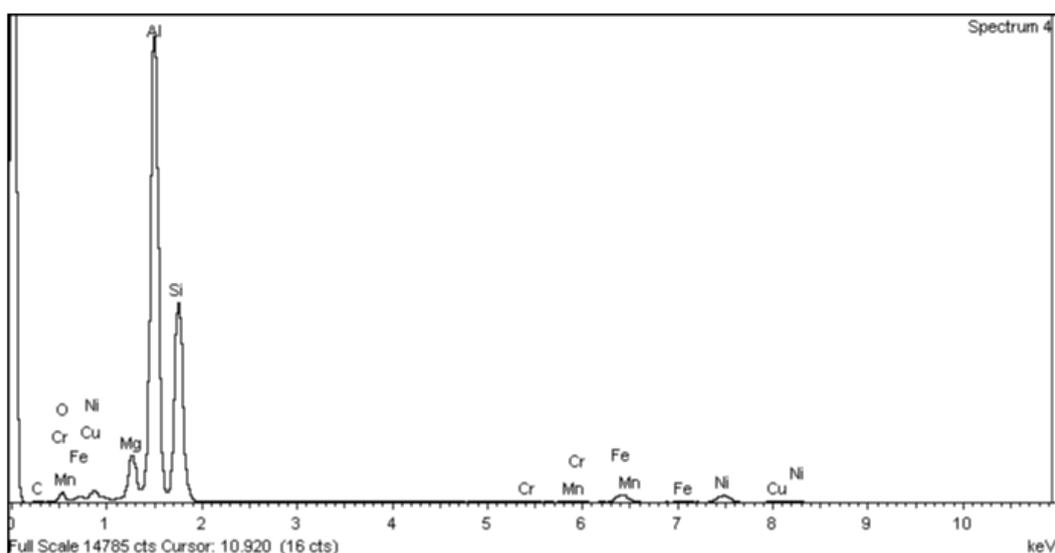
A análise no MEV foi realizada pelo técnico do laboratório da UEL e acompanhada pelo autor do trabalho, onde as amostras fraturadas foram colocadas no microscópio para análise da melhor forma possível, dado o seu formato irregular gerado pela fratura frágil.

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 COMPOSIÇÃO DA LIGA

Através do ultrassom do MEV foi determinada a composição da liga de alumínio que estava sendo trabalhada, sendo mostrado que era uma liga de alumínio 403.2. Essa nomenclatura é a correspondente da liga de Al-Si, possuindo 11,82% de silício e 83,48% de alumínio, assim como demonstrado no Gráfico 3.

Gráfico 3 – Composição química da liga medida por MEV.



Fonte: Autoria própria (2019).

Esta liga é amplamente utilizada no setor metalúrgico para fundições, pelo alumínio com silício ser facilmente conformável e adequável aos moldes, tomando as formas requisitadas pelos moldes. Depois da fundição, geralmente é feita a cromação da peça, onde é depositada uma fina camada de cromôm em seu contorno, pela vasta utilização dessa liga em fundição é interessante de se fazer estudos sobre seus processos e tentar otimizar as suas aplicações.

No Quadro 4 são indicados os elementos obtidos na análise de Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS), com a determinada pelo próprio MEV, além do percentual de cada um dos elementos encontrados.

Quadro 4 – Composição química da liga medida por MEV.

Elemento	Percentual	Incerteza
Al	83,48	±0,10
Si	11,82	±0,14
Fe	0,68	±0,03
Cr	0,07	±0,03
Mg	1,63	±0,03
Mn	0,29	±0,03
Ni	1,16	±0,03
Cu	0,81	±0,03
Pb	0	±0,03
Zn	0,06	±0,03

Fonte: A autoria própria (2019).

6.2 MEDIÇÃO DA ESPESSURA DA CAMADA POR CORRENTES PARASITA

Nesta técnica de medição o sensor do instrumento foi posicionado em pontos ao longo da amostra, sendo a indicação do aparelho anotada a cada ponto. A Figura 13 mostra a forma de medição em uma das etapas, em que o valor registrado foi de 3,4 micrometros.

Figura 13 – Medição por corrente parasita através do MP0R.



Fonte: A autoria própria (2019).

A medição foi realizada na parte que recebeu anodização e na liga de alumínio sem deposição. Em todos os pontos que não receberam a

anodização, o medidor por correntes parasitas, marcava valor de zero micrometros. Foi calculada também a média da espessura das camadas de cada amostra e o seu desvio padrão ao se utilizar de sua equação após se obter a média, sendo $DP = (\sum((xi-Ma)^2)/n)^{(1/2)}$

Para a primeira amostra anodizada por 15 minutos o resultado obtidos na medição estão indicados no Quadro 5. A incerteza do comprimento é de $\pm 0,1$ cm e foi determinada pela régua utilizada para as marcações.

Como pode ser visto no Quadro 5, a espessura desta amostra variou de 2 e 4,2 μm , mostrando que a espessura óxido de alumínio não foi constante ao longo da superfície, provavelmente por não ser uma liga de alumínio de maior pureza, tendo variações em seus componentes ao longo de sua estrutura principalmente com silício. Nesta amostra a espessura média foi de $(3,01 \pm 0,71)$ μm .

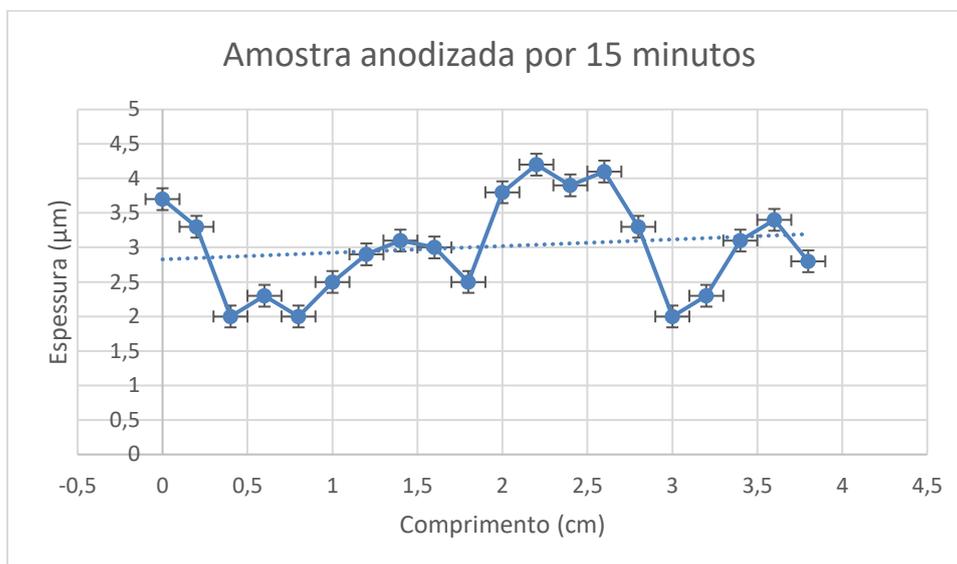
Quadro 5 – Espessura da amostra 1 anodizada por 15 minutos e medida por corrente parasita.

Comprimento (cm)	Espessura (μm)	Comprimento (cm)	Espessura (μm)
0,0 \pm 0,1	3,7 \pm 0,2	2,0 \pm 0,1	3,8 \pm 0,2
0,2 \pm 0,1	3,3 \pm 0,2	2,2 \pm 0,1	4,2 \pm 0,2
0,4 \pm 0,1	2,0 \pm 0,2	2,4 \pm 0,1	3,9 \pm 0,2
0,6 \pm 0,1	2,3 \pm 0,2	2,6 \pm 0,1	4,1 \pm 0,2
0,8 \pm 0,1	2,0 \pm 0,2	2,8 \pm 0,1	3,3 \pm 0,2
1,0 \pm 0,1	2,5 \pm 0,2	3,0 \pm 0,1	2,0 \pm 0,2
1,2 \pm 0,1	2,9 \pm 0,2	3,2 \pm 0,1	2,3 \pm 0,2
1,4 \pm 0,1	3,1 \pm 0,2	3,4 \pm 0,1	3,1 \pm 0,2
1,6 \pm 0,1	3,0 \pm 0,2	3,6 \pm 0,1	3,4 \pm 0,2
1,8 \pm 0,1	2,5 \pm 0,2	3,8 \pm 0,1	2,8 \pm 0,2

Fonte: Autoria própria (2019).

Para uma melhor visualização da variabilidade da espessura os dados foram plotados, e estão mostrados no Gráfico 4.

Gráfico 4 – Amostra 1 anodizada por 15 minutos e medida por corrente parasita.



Fonte: Autoria própria (2019).

Alguns pontos bastante distantes foram obtidos, não seguindo necessariamente um padrão ao longo da amostra, já que suas extremidades e próximo de seu centro, apresentou espessuras um pouco mais elevadas que entre as extremidades e o próprio centro. Além do que, teve uma variação de 2,2 µm com relação ao ponto onde a espessura é menor e o de maior espessura.

Para a segunda amostra anodizada por 15 minutos, os valores podem ser observados no Quadro 6. Nesta amostra a espessura variou de 2,3 a 3,6 µm, resultando em uma espessura média de $(2,85 \pm 0,42)$ µm.

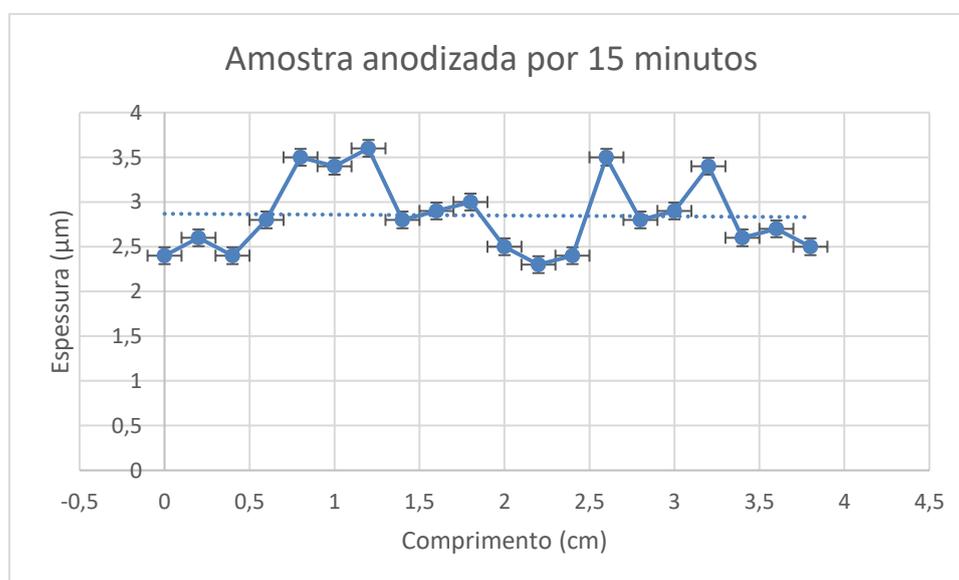
Quadro 6 – Espessura de amostra 2 anodizada por 15 minutos e medida por corrente parasita.

Comprimento (cm)	Espessura (μm)	Comprimento (cm)	Espessura (μm)
0,0 \pm 0,1	2,4 \pm 0,2	2,0 \pm 0,1	2,5 \pm 0,2
0,2 \pm 0,1	2,6 \pm 0,2	2,2 \pm 0,1	2,3 \pm 0,2
0,4 \pm 0,1	2,4 \pm 0,2	2,4 \pm 0,1	2,4 \pm 0,2
0,6 \pm 0,1	2,8 \pm 0,2	2,6 \pm 0,1	3,5 \pm 0,2
0,8 \pm 0,1	3,5 \pm 0,2	2,8 \pm 0,1	2,8 \pm 0,2
1,0 \pm 0,1	3,4 \pm 0,2	3,0 \pm 0,1	2,9 \pm 0,2
1,2 \pm 0,1	3,6 \pm 0,2	3,2 \pm 0,1	3,4 \pm 0,2
1,4 \pm 0,1	2,8 \pm 0,2	3,4 \pm 0,1	2,6 \pm 0,2
1,6 \pm 0,1	2,9 \pm 0,2	3,6 \pm 0,1	2,7 \pm 0,2
1,8 \pm 0,1	3,0 \pm 0,2	3,8 \pm 0,1	2,5 \pm 0,2

Fonte: Autoria própria (2019).

Para uma melhor visualização da variabilidade da espessura os dados foram plotados, e estão mostrados no Gráfico 5.

Gráfico 5 – Amostra 2 anodizada por 15 minutos e medida por corrente parasita.



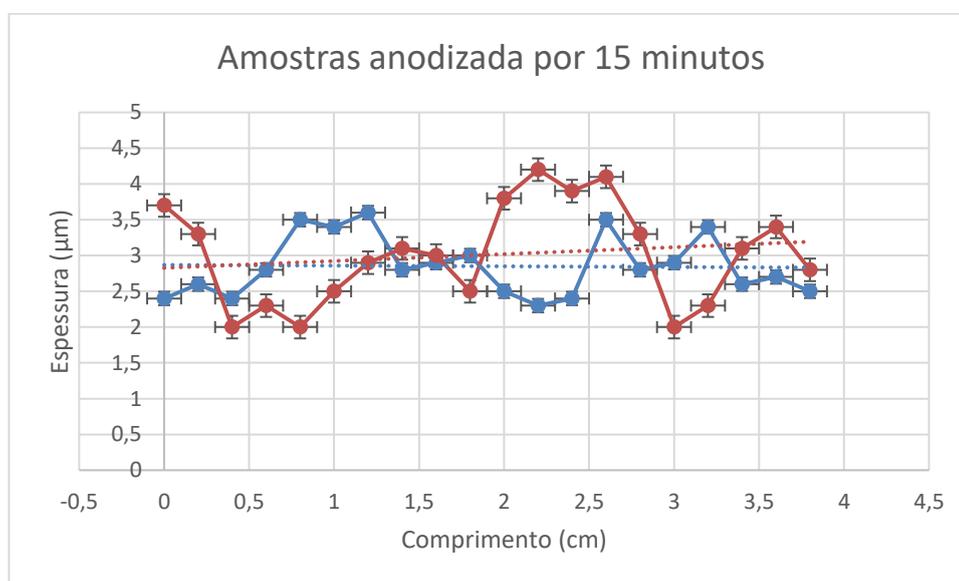
Fonte: Autoria própria (2019).

Já para a segunda amostra anodizada em 15 minutos, as extremidades e o centro se mostraram com as menores espessuras, enquanto entre as extremidades e o centro, se mostraram com uma maior espessura, tendo um comportamento oposto ao encontrado na primeira amostra anodizada por 15 minutos.

Analisando as medidas realizadas nas duas amostras, o resultado de medição médio da espessura na segunda amostra anodizada por 15 minutos, medida por corrente parasita foi de $2,93 \pm 0,43 \mu\text{m}$.

Esse comportamento mostra que a camada de óxido de alumínio não segue uma lógica exata em seu processo, dado que as condições de anodização para ambas as amostras foram as mesmas e ambas mostraram resultados diferentes, como mostrado no Gráfico 6.

Gráfico 6 – Comparação dos resultados por correntes parasitas das amostras anodizadas por 15 minutos.



Fonte: Autoria própria (2019).

Com o aumento do tempo de anodização, para a primeira amostra anodizada por 30 minutos, a espessura do óxido aumentou consideravelmente, como pode ser visto no Quadro 7. A espessura do óxido de alumínio variou de 6,9 a 9,6 μm , resultando em uma espessura média de $(8,55 \pm 0,67) \mu\text{m}$.

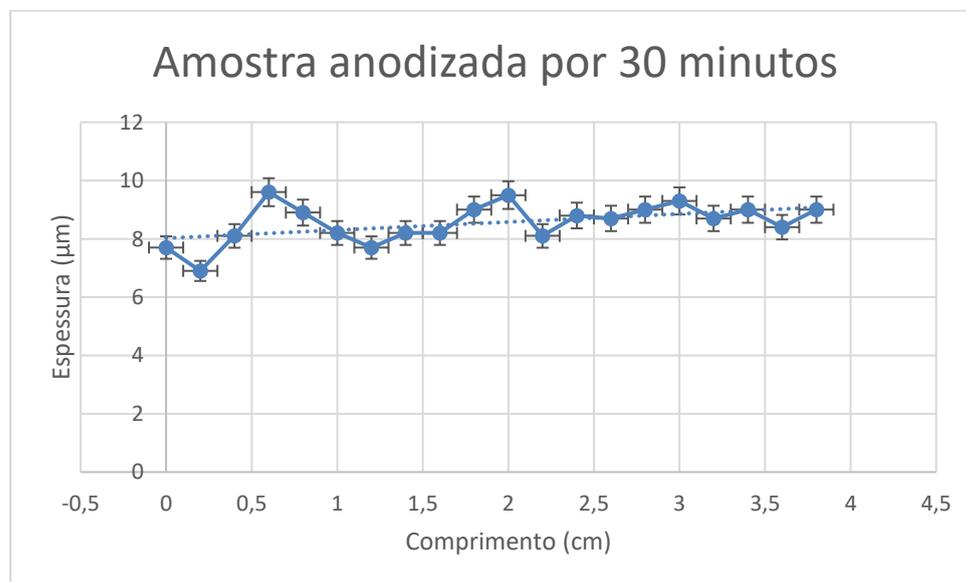
Quadro 7 – Espessura da amostra 1 anodizada por 30 minutos e medida por corrente parasita.

Comprimento (cm)	Espessura (μm)	Comprimento (cm)	Espessura (μm)
0,0 \pm 0,1	7,7 \pm 0,2	2,0 \pm 0,1	9,5 \pm 0,2
0,2 \pm 0,1	6,9 \pm 0,2	2,2 \pm 0,1	8,1 \pm 0,2
0,4 \pm 0,1	8,1 \pm 0,2	2,4 \pm 0,1	8,8 \pm 0,2
0,6 \pm 0,1	9,6 \pm 0,2	2,6 \pm 0,1	8,7 \pm 0,2
0,8 \pm 0,1	8,9 \pm 0,2	2,8 \pm 0,1	9,0 \pm 0,2
1,0 \pm 0,1	8,2 \pm 0,2	3,0 \pm 0,1	9,3 \pm 0,2
1,2 \pm 0,1	7,7 \pm 0,2	3,2 \pm 0,1	8,7 \pm 0,2
1,4 \pm 0,1	8,2 \pm 0,2	3,4 \pm 0,1	9,0 \pm 0,2
1,6 \pm 0,1	8,2 \pm 0,2	3,6 \pm 0,1	8,4 \pm 0,2
1,8 \pm 0,1	9,0 \pm 0,2	3,8 \pm 0,1	9,0 \pm 0,2

Fonte: Aatoria própria (2019).

Percebe-se que a espessura da camada de óxido de alumínio anodizado da primeira amostra anodizada por 30 minutos teve uma menor variação com relação as outras, como mostrado no Gráfico 6.

Gráfico 6 – Amostra 1 anodizada por 30 minutos e medida por corrente parasita.



Fonte: Aatoria própria (2019).

Para a segunda amostra anodizada por 30 minutos, a espessura do óxido também aumentou com relação às amostras anodizadas por 15 minutos, como pode ser visto no Quadro 8. A espessura se manteve próxima à

espessura da primeira amostra anodizada por 30 minutos com relação a sua magnitude, tendo uma espessura ao longo da amostra de 6,9 a 9,6 μm . Nesta amostra a espessura média foi de $(7,5 \pm 0,76)$ μm .

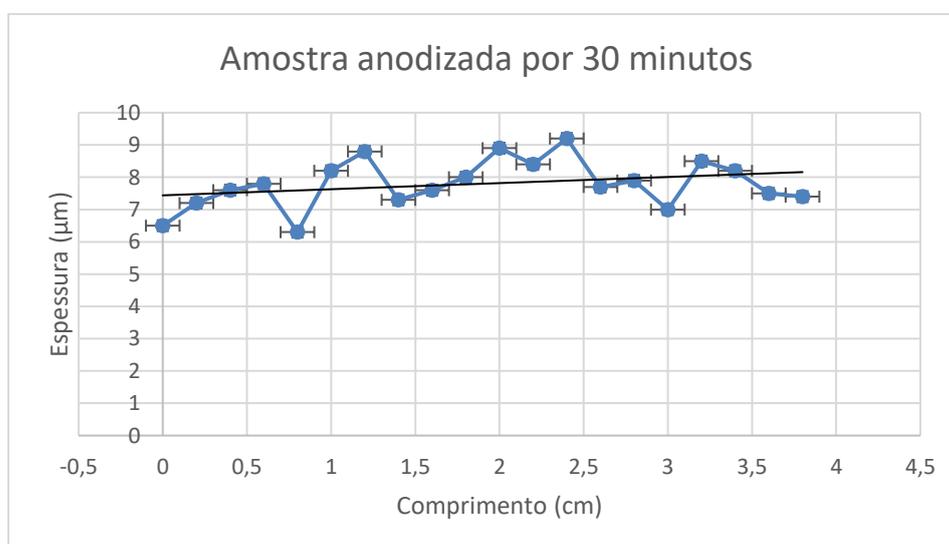
Quadro 8 – Espessura de amostra 2 anodizada por 30 minutos e medida por corrente parasita.

Comprimento (cm)	Espessura (μm)	Comprimento (cm)	Espessura (μm)
0,0 \pm 0,1	6,5 \pm 0,2	2,0 \pm 0,1	8,9 \pm 0,2
0,2 \pm 0,1	7,2 \pm 0,2	2,2 \pm 0,1	8,4 \pm 0,2
0,4 \pm 0,1	7,6 \pm 0,2	2,4 \pm 0,1	9,2 \pm 0,2
0,6 \pm 0,1	7,8 \pm 0,2	2,6 \pm 0,1	7,7 \pm 0,2
0,8 \pm 0,1	6,3 \pm 0,2	2,8 \pm 0,1	7,9 \pm 0,2
1,0 \pm 0,1	8,2 \pm 0,2	3,0 \pm 0,1	7,0 \pm 0,2
1,2 \pm 0,1	8,8 \pm 0,2	3,2 \pm 0,1	8,5 \pm 0,2
1,4 \pm 0,1	7,3 \pm 0,2	3,4 \pm 0,1	8,2 \pm 0,2
1,6 \pm 0,1	7,6 \pm 0,2	3,6 \pm 0,1	7,5 \pm 0,2
1,8 \pm 0,1	8,0 \pm 0,2	3,8 \pm 0,1	7,4 \pm 0,2

Fonte: Autoria própria (2019).

Percebe-se que na segunda amostra a variação da espessura manteve um comportamento semelhante em relação à variação da espessura da camada, como mostrado no Gráfico 7, onde manteve uma tendência também próxima de 8 μm , embora tenha tido uma média menor que a da outra amostra com relação à espessura da camada.

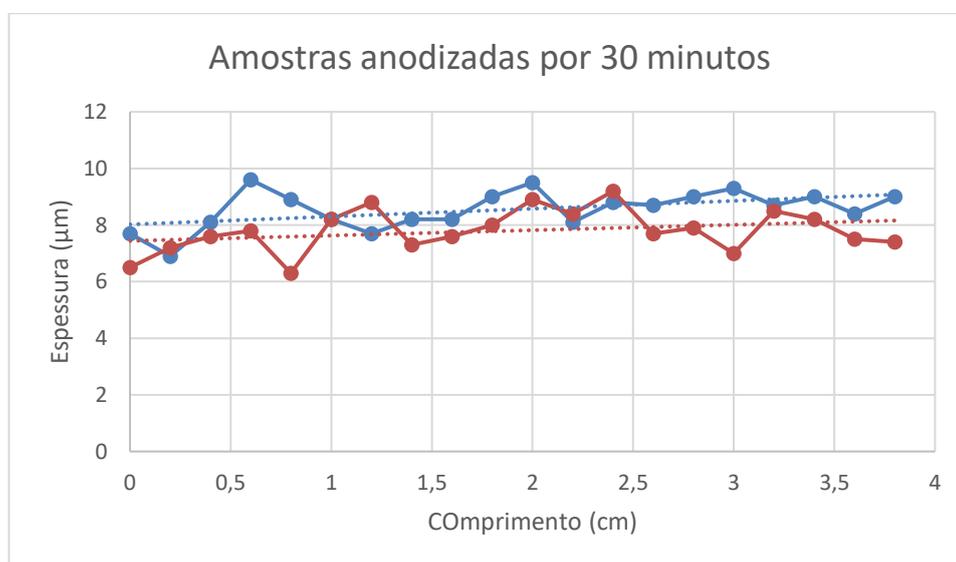
Gráfico 7 – Amostra 2 anodizada por 30 minutos e medida por corrente parasita.



Fonte: Autoria própria (2019).

Comparando os dados da espessura das duas amostras pode-se verificar que com o aumento do tempo de imersão a espessura do óxido de alumínio aumentou e foi mais uniforme. É possível de se comparar os resultados obtidos nas amostras anodizadas por 30 minutos e verificar que percentualmente houve uma variação menor de seus valores que nas amostras anodizadas por 15 minutos, como mostrado no gráfico 8.

Gráfico 6 – Comparação dos resultados por correntes parasitas das amostras anodizadas por 15 minutos.



Fonte: Aatoria própria (2019).

Esta espessura passou de $(3,01 \pm 0,71) \mu\text{m}$ e $(2,85 \pm 0,42) \mu\text{m}$ nas amostras de 15 minutos de imersão para $(8,55 \pm 0,67) \mu\text{m}$ e $(7,5 \pm 0,76) \mu\text{m}$ nas amostras em 30 minutos de imersão.

6.3 MEDIÇÃO DA ESPESSURA DA CAMADA POR MEV

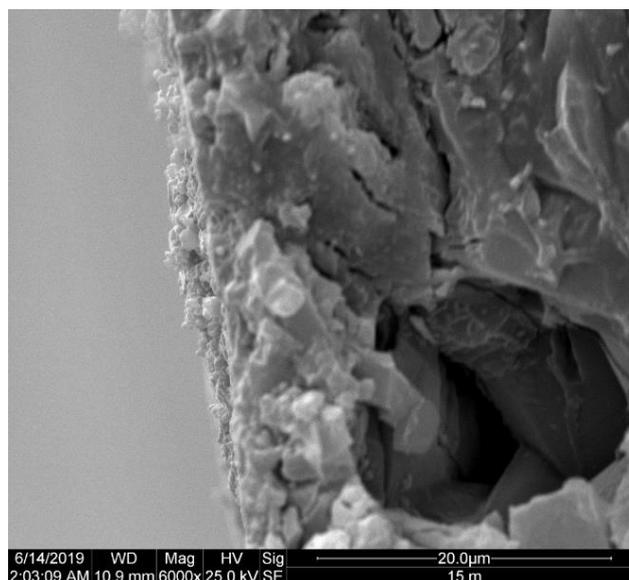
Para essa medição, a amostra foi fratura como dito anteriormente. Esse procedimento foi adotado porque ao cortar a amostra na cortadeira metalográfica, percebeu-se que com o corte, o alumínio era deformado plasticamente e acabava por cobrir a camada de óxido de alumínio. Esta afirmação foi possível, pois a amostra foi analisada no MEV e não foi possível a visualização da camada de óxido na mesma. Para resolver esta situação foi

pensado em utilizar um ataque para revelar o alumínio, mas mesmo assim não seria possível medir a espessura com uma determinada confiança. A partir daí, com discussões com pesquisadores da área foi sugerido a fratura frágil, com a intenção de se possibilitar a visualização da camada de óxido de alumínio.

As primeiras amostras a serem medidas foram as anodizadas por quinze minutos, sendo possível notar o que parecia ser uma fina camada do óxido, pela diferença de morfologia de forma linear ao longo da camada, como mostrado na Figura 14.

Uma camada bastante porosa pode ser visualizada na superfície da liga de alumínio, não sendo totalmente linear, mas, aparentemente cobrindo toda a superfície da amostra. Apesar de não ser tão fácil de ser visualizada dada a sua semelhança com o alumínio, o ataque que fora realizado melhorou a condução no MEV e melhorou a qualidade das imagens obtidas.

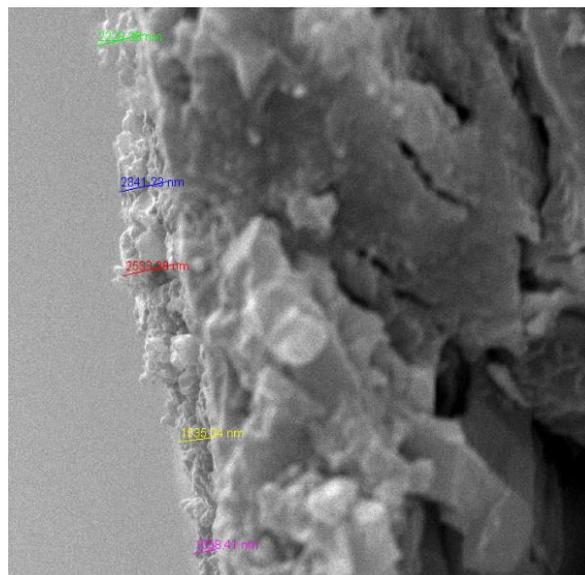
Figura 14 – Camada de alumínio na amostra 1 anodizada por 15 minutos e analisada no MEV.



Fonte: A autoria própria (2019).

Como indicado na Figura 15, cinco medidas foram realizadas e um resultado próximo daquele encontrado no método de medição por correntes parasitas foi encontrado. A espessura medida no MEV teve uma média de $(1,9 \pm 0,62) \mu\text{m}$, sendo que foi medida do ponto onde parecia ser formada a interface entre a superfície de alumínio e a do óxido de alumínio.

Figura 15 – Medição da camada de alumínio na amostra 1 anodizada por 15 minutos realizada no MEV.



Fonte: A autoria própria (2019).

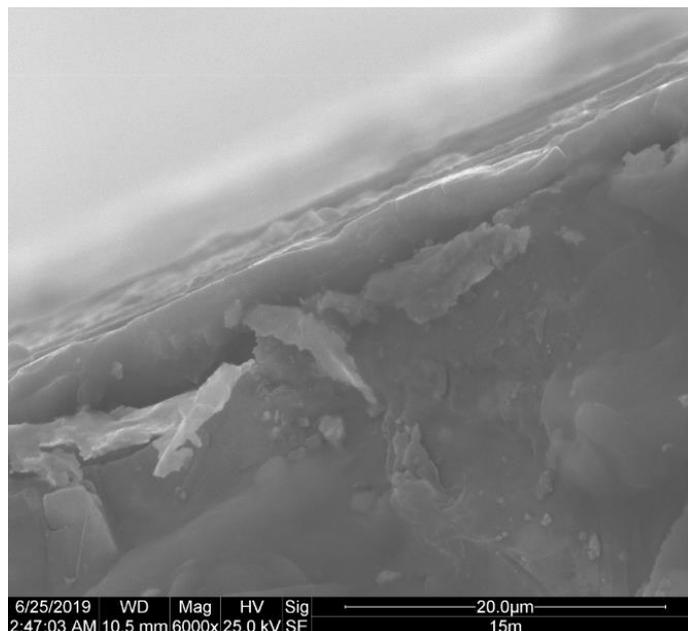
Tabela X – Medidas obtidas por MEV

Espessura (μm)
2,23
2,34
2,53
1,53
1,06

Fonte: A autoria própria (2019).

Na segunda amostra a camada também ficou aparente, como mostrado na Figura 16, mas nessa amostra o ponto encontrado onde ficou aparente alguma interface não era poroso, fugindo do esperado para o alumínio anodizado, mas tendo valores próximos do esperado com relação ao tamanho de sua espessura.

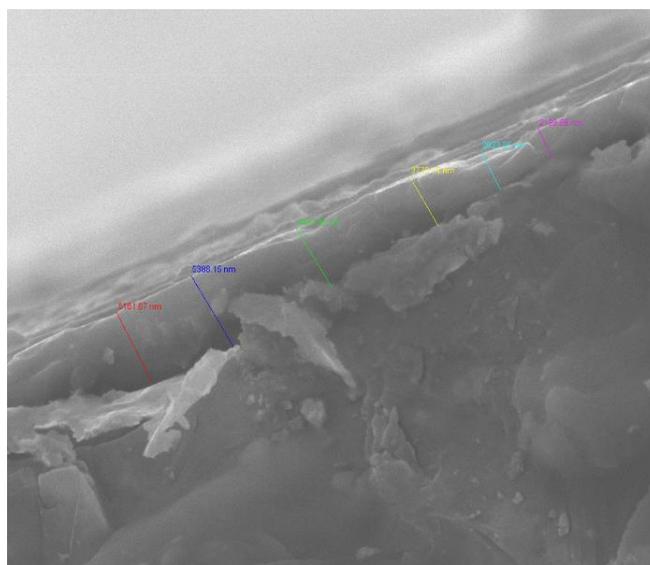
Figura 16 – Camada de alumínio na amostra 2 anodizada por 15 minutos e analisada no MEV.



Fonte: Aatoria própria (2019).

Um resultado aproximado daquele encontrado no método de medição por correntes parasitas foi encontrado, e resultou em uma espessura de $(3,9 \pm 1,28) \mu\text{m}$, como mostrado na Figura 17, onde mais uma vez foram utilizados pontos partindo de onde parecia ser a interface entre o alumínio e o óxido de alumínio.

Figura 17 – Medição da camada de alumínio na amostra 2 anodizada por 15 minutos e realizada no MEV.



Fonte: Aatoria própria (2019).

Tabela X – Medidas obtidas por MEV

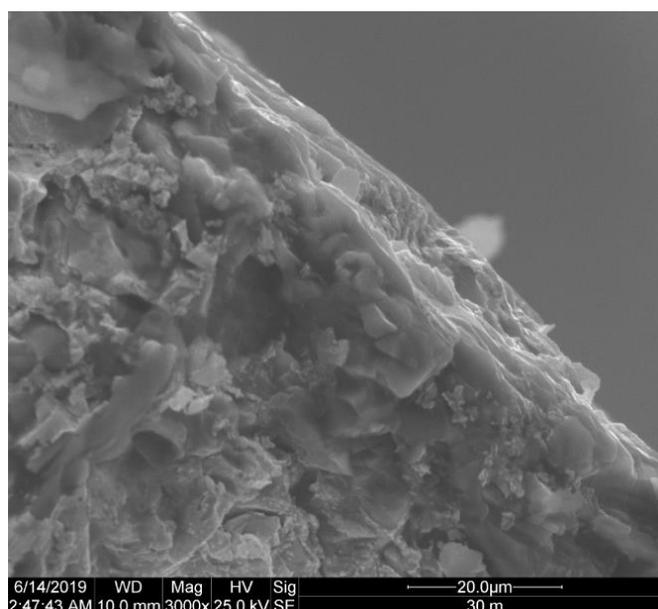
Espessura (μm)
5,16
5,39
4,43
3,78
2,82
2,19

Fonte: Aatoria própria (2019).

Na amostra anodizada por 30 minutos foi observada uma dificuldade maior para se localizar a camada e realizar a medição de sua espessura devido às irregularidades geradas pela fratura frágil. A seção transversal da amostra está mostrada na Figura 18.

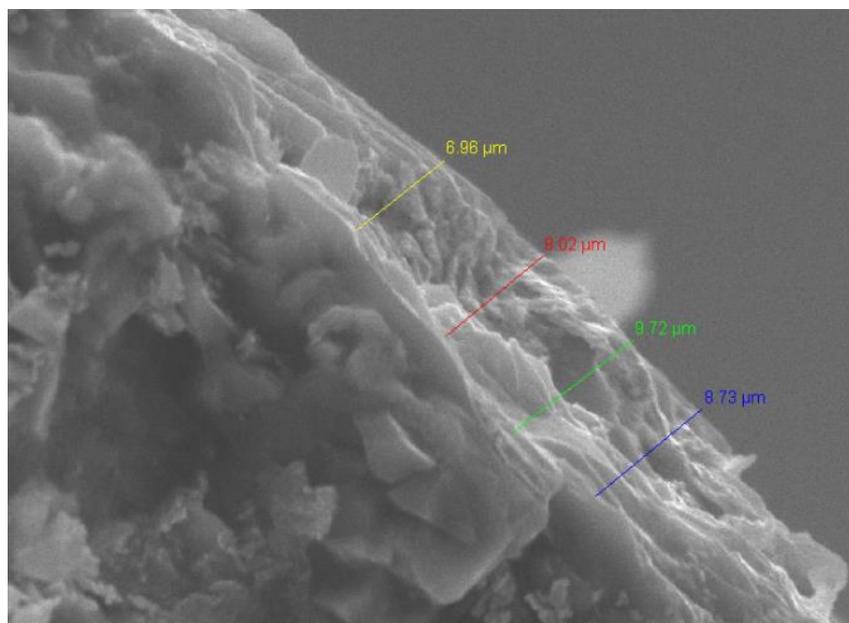
Apesar da dificuldade em se visualizar a camada, ainda assim foi possível notar uma formação diferenciada na amostra, podendo se prever que era a camada de óxido de alumínio. Nesta amostra foram realizadas quatro medições e o valor da espessura médio foi de $(8,35 \pm 1,16) \mu\text{m}$, como indicada na Figura 19, sendo que assim como a primeira amostra anodizada por 15 minutos, teve um aspecto bastante poroso.

Figura 18 – Camada de alumínio na amostra 1 anodizada por 30 minutos e analisada no MEV.



Fonte: Aatoria própria (2019).

Figura 19 – Medição da camada de alumínio na amostra 1 anodizada por 30 minutos e realizada no MEV.



Fonte: Autoria própria (2019).

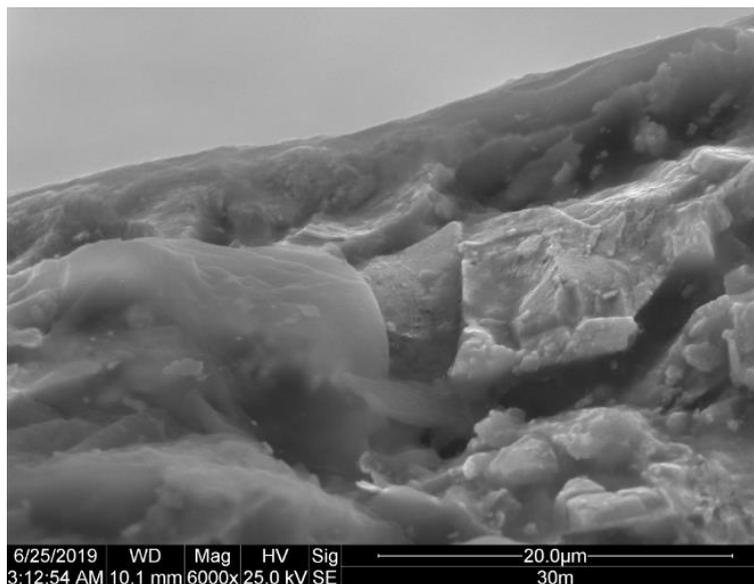
Quadro X – Medidas obtidas por MEV

Espessura (μm)
6,96
8,02
9,72
8,73

Fonte: Autoria própria (2019).

Para a segunda amostra anodizada por trinta minutos, a camada estava mais aparente, como mostrado na Figura 20, sendo que assim como a segunda amostra anodizada por 15 minutos, não demonstrou ter uma porosidade tão elevada assim, mas sendo possível de se determinar o que poderia ser a interface entre o alumínio e o óxido de alumínio, sendo pegos pontos para serem utilizados para medição.

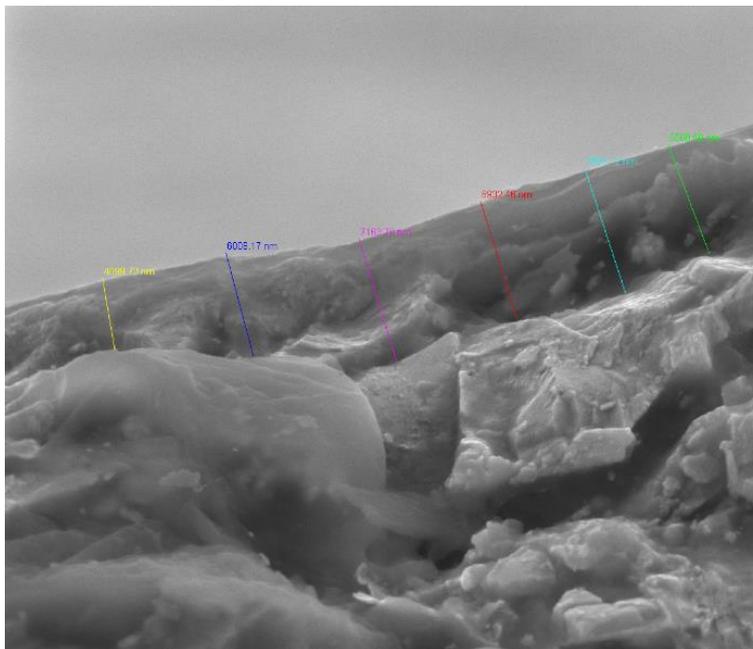
Figura 20 – Camada de alumínio na amostra 2 anodizada por 30 minutos e analisada no MEV.



Fonte: Aatoria própria (2019).

Nesta amostra foram realizadas quatro medições e o valor da espessura teve uma média de $(6,36 \pm 1,20) \mu\text{m}$.

Figura 21 – Medição da camada de alumínio na amostra 2 anodizada por 30 minutos e analisada no MEV.



Fonte: Aatoria própria (2019)

Figura 20 – Camada de alumínio na amostra 2 de 30 minutos no MEV.

Espessura (μm)
4,09
6,01
7,16
6,93
7,35
5,57

Fonte: Autoria própria (2019)

Então, é possível de se verificar através da análise das médias e técnicas utilizadas, que com o aumento do tempo de anodização, o valor da espessura do óxido de alumínio aumentou, como mostra o Quadro 9. Com a técnica de medição por correntes parasita, observa-se que a camada de óxido não é uniforme ao longo da superfície das amostras, sendo que o MEV mostrou o mesmo, embora tenha maior imprecisão.

Quadro 9 – Resultados da média espessura da camada de óxido obtidos pelas técnicas utilizadas.

Tempo de imersão	Amostras	Espessura medida por Corrente Parasita (μm)	Espessura medida por MEV (μm)
15 minutos	1 ^a	$3,01 \pm 0,71$	$1,9 \pm 0,62$
	2 ^a	$2,85 \pm 0,42$	$3,9 \pm 1,28$
30 minutos	1 ^a	$8,55 \pm 0,67$	$8,35 \pm 1,16$
	2 ^a	$7,5 \pm 0,76$	$6,36 \pm 1,20$

Com as duas técnicas é possível de se medir a espessura da camada, porém por corrente parasita a medição não exige uma grande preparação da amostra. Para medir a espessura da camada utilizando o MEV foi necessário realizar duas preparações a mais da amostra, que foi fraturá-la e recobrir com ouro. A primeira técnica possibilita apenas a medição da espessura, mas a segunda técnica além de medir a espessura permite a analisar a espessura, como defeitos e composição química. Para se obter uma maior precisão em sua medida, uma terceira técnica poderia ser aplicada antes da eletrodeposição de ouro. Sendo no caso realizado um ataque químico que

afete ou o alumínio ou o óxido de alumínio de forma superficial, deixando a interface entre a camada mais aparente.

7 CONCLUSÃO

Este trabalho tinha como objetivo buscar técnicas para medir a espessura da camada de óxido, já que no trabalho de Borges (2017) o mesmo teve dificuldades em diferenciar o óxido da liga trabalhada.

Na preparação da amostra para o MEV foi notado que o corte geraria dúvidas na análise dos resultados. A partir daí este trabalho trouxe uma contribuição não esperada, para a preparação desta liga de alumínio, quando analisada no MEV. Dessa maneira, a fratura frágil foi escolhida para que a seção transversal da amostra fosse analisada.

As duas técnicas analisadas, uma já difundida comercialmente (corrente parasita) e outra voltada mais à pesquisa (microscopia eletrônica de varredura) foram utilizadas e foi possível de se notar a aproximação dos resultados obtidos. Ambos os métodos se provaram utilizáveis para se medir a espessura de uma camada de óxido de alumínio anodizado em uma amostra de liga de alumínio.

Os métodos mostraram que Fratila-Apachitei estava certo e que realmente, o tempo influencia na espessura da camada de óxido de alumínio no alumínio anodizado, onde a espessura nas amostras imersas por 30 minutos foi maior.

Cada um dos métodos apresentou vantagens e desvantagens, sendo que no método por correntes parasitas, foi possível de se obter um resultado mais consistente, levando em conta que é uma corrente elétrica induzida que passou pela amostra e mediu especificamente a variação do material ao relacionar a sua capacidade de condução elétrica, mas não permite uma visualização da camada de óxido de alumínio.

Já o MEV permite essa visualização da camada, mas ainda sim tem uma desvantagem, que é a dificuldade em diferenciar a camada de óxido do material base, contribuindo a um erro do operador que é a medida não precisa, gerando uma incerteza muito grande em relação ao outro método. Algo que poderia diminuir o erro, seria realizar de algum ataque químico que reaja com o alumínio ou com a camada de óxido de alumínio, deixando mais evidente ainda a camada, deixando que fosse realizada essa diferenciação.

Assim, para a medição da camada, ambos os métodos podem ser

indicados e utilizados, mas a microscopia oferece mais detalhes e informações da camada. Já o método por correntes parasitas oferece somente o valor da espessura com um custo mais baixo.

Para trabalhos futuros sugere-se o estudo de tempos maiores de imersão, para verificar a possibilidade de crescimento mais uniforme do óxido, buscar uma terceira técnica para medir a espessura (com custo menor que do MEV), determinar e realizar algum ataque químico após a fratura frágil para visualização melhor da camada no MEV e caracterizar a espessura medindo microdureza e resistência ao riscamento.

8 REFERÊNCIAS

ABAL - Associação Brasileira do Alumínio. **Guia técnico de alumínio: tratamento de superfície**. 2. Ed. São Paulo: ABAL, 2005.

AERTS, T. **Comparison between the influence of applied electrode and electrolyte temperatures on porous anodizing of aluminum**. Elsevier Science Direct, 2010.

ARAÚJO, T. – **Controlo estatístico do Processo de Anodização, Na Empresa STA** – Sociedade Transformadora de Alumínios, AS, 2012.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. São Paulo: Cengage Learning, 2008.

_____; WRIGHT, W. J. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. 3ª. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2014.

ASM Internacional. **A. Handbook**. New York. 1985

ALWITT, R. S. ANODIZING. **The Electrochemical Society**, Northbrook, dez. 2002. Disponível em: < <http://knowledge.electrochem.org/encycl/art-a02-anodizing.htm>>. Acesso em: 15 out. 2018.

BORGES, J. **AVALIAÇÃO DO REVESTIMENTO DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO SOBRE LIGA DE ALUMÍNIO FUNDIDA**. TCC, 44 p. UTFPR, Guarapuava. 2017.

BUZZONI, H.A. **Galvanoplastia**. 2ª ed. São Paulo: Ícone Editora, 1991.

CALLISTER, D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

_____. **Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2006.

CATTANI, M.; VANNUCCI, A. **Correntes de Foucault: Aspectos**

básicos. Rev. Bras. Ensino Fís., São Paulo, v. 36, n. 2, p. 1-8. Junho, 2014. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1806-11172014000200011&lng=en&nrm=iso>. Acesso em: 17 out 2018.

CESAREO, R.; BRUNETTI, A. “**Metal sheets thickness determined by energy-dispersive X-ray fluorescence analysis,**” **Journal of X-Ray Science and Technology**, vol. 16, no. 2, pp. 119–130, 2008.

CHADY, T.; LOPATO T. **Multi-Resolution Eddy Current Measurements, Review of Quantitative Nondestructive Evaluation.** Vol. 26, 2007.

CHIAVERINI, V. – **Tecnologia Mecânica – Processos de Fabricação e Tratamento.** Vol. II, Ed. Makron Books, 2ª. Edição.

DAVIES, J. R. **Aluminium and aluminium alloys.** ASM international, 1993.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura:** aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

ELETROCIMATEC. **Processo de anodização em peças de alumínio.** Disponível em: <<http://eletrocimatec.blogspot.com/2018/04/metodologia.html>>. Acesso em: 11 de jul de 2019.

FRATILA-APAXHITEI, L. E., DUSZCZYK, J., KATGERMAN, L. **Voltage transients and morphology of AlSi(Cu) anodic oxide layers formed in H₂SO₄ at low temperature.** Surface and Coatings Technology, v. 157, n. 1, p. 80-94, 2002.

GAZAPO, L. J.; GONZALEZ, F. **Process for the Electrolytic Coloring of Aluminum or Aluminum Alloys.** US Patent 1994.

GENTIL, V. **Corrosão.** 4ª ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2003.

GROOVER, M. P. **Introdução aos processos de fabricação.** 1ª. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2014.

GROS E.; UDPA, L.; SMITH L. A.; WACHS, K. **Determining confounding sensitivities in eddy current thin film measurements.** AIP Conference Proceedings 1806, (2017).

KANAGARAJ, D.; RAJ, V.; VINCENT, S.; PRASANNAKUMAR, B.; SENTHILKUMAR, A.; IYER, S.V.K. **Pulse anodizing of AA1100 aluminium alloy in oxalic acid electrolyte.** Bulletin of Electrochemistry, V.17, n. 6, p.285-288, june 2001.

KI-WON, S.; HYUN-SU, S.; JU-HYUN, L.; KWON-BUM, C.; HAN, K. **“The effects of thickness on the electrical, optical, structural and morphological properties of Al and Ga co-doped ZnO films grown by linear facing target sputtering,”** Vacuum, vol. 101, pp. 250–256, 2014.

KONIECZNYA, J. **The influence of cast method and anodizing parameters on structure and layer thickness of aluminum alloys.** Elsevier Science Direct, 2004.

LIN, C. K.; YANG, S. T. Corrosion fatigue behavior of 7050 aluminum alloys in different tempers. **Engineering Fracture Mechanics**, Amsterdam, v.59, n.6, p.779-795. 1998.

MENDES, G. M. **Separação de Diferentes Composições Químicas de Aço pelo Método de Correntes Parasitas: Otimização dos Parâmetros de Ajuste.** 2009.

MORAES, J. A. **Estudo do Comportamento do Revestimento de Conversão à Base de Zircônio e Zircônio/Titânio Sobre Aço Carbono.** 2010. 98. Dissertação – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

MUNFORD, M. L., SARTORELLI, M. L., PASA, A. A. Morphology and Magnetic Properties of Co Thin Films Electrodeposited on Si. **Journal of the Electrochemical Society**, v. 149, n. 5, p. C274, janeiro, 2002.

OTARAWANNA, S.; DAHLE, A. K. **Fundamentals of Aluminium Metallurgy: Production, Processing and Applications.** Capter 6 - Casting of aluminium alloys. Woodhead Publishing Limited, p 141 – 154. 2011.

OLOFSSON, J.; SVENSSON, I.L.; LAVA, P.; DEBRUYNE, D. **Characterisation and investigation of local variations in mechanical**

behaviour in cast aluminium using gradient solidification, Digital Image Correlation and finite element simulation. *Materials & Design*, V. 56, p. 755-762. 2014

PARDO, A.; OTERO, E.; MERINO, M. C.; LÓPEZ, M. D.; VÁZQUEZ, M.; AGUDO, P.; M'HICH, A. **Influence of Chromium Addition on the Corrosion Resistance of Co_{73.5}Si_{13.5}B₉Nb₃Cu₁.** *Metallic Glass in Sodium Sulfate, CORROSION*. 58(12):987-994. 2002.

PEREIRA, J. **Processing Superficial Aeronautical Material.** 2011: Engineering Research.

SHARMA, A. **Anodizing and Inorganic Black Coloring of Aluminum Alloys for Space Applications.** 1997.

SITKO R., **"Quantitative X-ray fluorescence analysis of samples of less than 'infinite thickness': difficulties and possibilities,"** *Spectrochimica Acta. Part B Atomic Spectroscopy*, vol. 64, no. 11-12, pp. 1161–1172, 2009.

STADLER, F.; ANTREKOWITSCH, H.; FRAGNER, W.; KAUFMANN, H.; PINATEL, E.; UGGOWITZER, P. **Structural materials: properties, microstructure and processing** . *Materials Science and Engineering*. 2012.

STEENBERGE, S. V.; LEROY, W. P.; DEPLA, D. **"Influence of oxygen flow and film thickness on the texture and microstructure of sputtered ceria thin films"** *Thin Solid Films*, vol. 553, pp. 2–6, 2014.

STEVENSON, M. F. J. **Anodizing.** In: Cotell, C.M., Sprague, J.A., Smidt, F.A.J. *Surface Engineering*. United States of America: ASM International Handbook Committee, 9a ed, v. 5, p. 482-493, 1994.

SUAY, J. J. **Characterization of anodized and sealed aluminium bu EIS.** Elsevier Science Direct, 2003.

TECNOQUIM. **Comércio de Produtos Químicos Ltda.** Disponível em: <http://www.tecnoquim.com.br/servicos_/anodizacao.php>. Acesso em: 13 de out de 2018.

THOMPSON, G. E.; SKELDON, P.; WOOD, G.C.; ZHOU, X.; KREISSIG, U.; WIESER, E.; HABAZAKI, H.; SHIMIZU, K. **Elastic recoil detection analysis**

(ERDA), RBS and TEM study of barrier film formation on Al – 4,5 at. % Mg - 0,05 at. % Cu alloy. Surface and Interface Analysis, v. 27, p. 57-62, 1999.

VAN HORN, K. R. **Properties physical metallurgy and phase diagrams.** Metal Park: American Society for Metals. v.1 (1967).

VIEIRA, L. F. D. S. **Comportamento mecânico do aço AISI 4340 revestido com WC-CrC-Ni; WC-10Ni; Ni-20Cr; Ni-Cr-B-Si-Fe; Cr₃C₂-NiCr pelo processo HVOF.** 116 f. Tese (Doutor em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá. Universidade Estadual Paulista Campus de Guaratinguetá. Guaratinguetá. 2012.

WEISS, R.; BECKER, R.; LUCHT, B.; MOHR, F.; HARTWIG, K. **Qualification of the LF-eddy current technique for the inspection of stainless-steel cladding and applications on the reactor pressure vessel.** Nuclear Engineering and Design, vol. 206, n.2, p. 311-323. Jun 2001.

WERNICK, S. **The Surface Treatment and Finishing of Aluminum and its Alloys.** 5 ed. Vol. 1. 1987: ASM International.

ZERGOUG, M.; LEBAILI, S.; BOUDJELLAL, H.; BENCHAAALA, A. **Relation between mechanical microhardness and impedance variations in eddy current testing.** Ndt & E International, vol. 37, n. 1, p. 65-72, Jan 2004.